

(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2004-111224

(P2004-111224A)

(43) 公開日 平成16年4月8日(2004.4.8)

(51) Int.Cl.⁷

H05B 33/04

H05B 33/10

H05B 33/14

F I

H05B 33/04

H05B 33/10

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 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願2002-272522 (P2002-272522)

(22) 出願日

平成14年9月19日 (2002.9.19)

(71) 出願人 000104652

キヤノン電子株式会社

埼玉県秩父市大字下影森1248番地

(74) 代理人 100096828

弁理士 渡辺 敬介

(72) 発明者 鈴木 成己

埼玉県秩父市大字下影森1248番地 キ

ヤノン電子株式会社内

(72) 発明者 鈴木 一雄

埼玉県秩父市大字下影森1248番地 キ

ヤノン電子株式会社内

(72) 発明者 川田 勇

埼玉県秩父市大字下影森1248番地 キ

ヤノン電子株式会社内

最終頁に続く

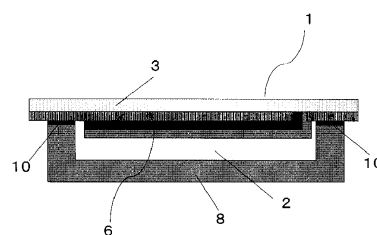
(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンスパネル及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 温度変化に対して耐久性が高く、安定した封止性能及び発光性能を有し、信頼性の高い有機ELパネル及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 基板3上に、対向する一対の電極間に少なくとも有機発光材料からなる発光層を含む有機層を積層して成る積層構造体6を形成し、次いで、積層構造体6を有する基板3に、積層構造体6を密封するように封止部材8を接合する有機ELパネルの製造方法であって、封止部材8と基板3との接合に、紫外線硬化性を有すると共に、熱硬化性を有する接着剤10を用い、紫外線照射により接着剤10を硬化させる紫外線照射工程後に、加熱処理により接着剤10を硬化させる加熱工程を有する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基板上に、対向する一对の電極間に少なくとも有機発光材料からなる発光層を含む有機層を積層して成る積層構造体を形成し、次いで、該積層構造体を有する基板に、積層構造体を密封するように封止部材を接合する有機エレクトロルミネッセンスパネルの製造方法において、
封止部材と基板との接合に、紫外線硬化性を有すると共に、熱硬化性を有する接着剤を用い、
紫外線照射により接着剤を硬化させる紫外線照射工程後に、加熱処理により接着剤を硬化させる加熱工程を有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンスパネルの製造方法。 10

【請求項 2】

前記加熱工程において、少なくとも 2 段階の定温保持過程を有する温度制御がなされることを特徴とする請求項 1 に記載の有機エレクトロルミネッセンスパネルの製造方法。

【請求項 3】

前記加熱工程における定温保持過程は、後段階の定温保持過程が前段階の定温保持過程よりも高温に保持されることを特徴とする請求項 2 に記載の有機エレクトロルミネッセンスパネルの製造方法。

【請求項 4】

前記加熱工程の最高温度は、有機発光材料のガラス転移点以下の温度であることを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれかに記載の有機エレクトロルミネッセンスパネルの製造方法。 20

【請求項 5】

請求項 1 から 4 のいずれかの方法により製造されることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンスパネル。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機エレクトロルミネッセンス（以下、「有機 EL」という。）パネルの製造方法に係り、より詳しくは、有機層を保護するための封止部材の接合方法を改良した有機 EL パネル及びその製造方法に関する。 30

【0002】

【従来の技術】

有機 EL 素子は、基本構成として、対向する一对の電極間に、少なくとも有機 EL 発光材料からなる発光層を含む有機層を積層した積層構造体を基板上に有する自発光素子である。この有機 EL 素子を配列した有機 EL パネルは、液晶とバックライトとを組み合わせた LCD モジュールと比較して薄く、広視野角で応答スピードが速いなどの優位性があり、近年、LCD に替わる表示パネルとして注目を集めている。

【0003】

しかし、有機 EL 素子は、大気中などの水分により有機層を構成する材料の劣化、有機層と電極の剥離、及びダークスポットと呼ばれる発光機能を失った欠陥部などが生じ、発光性能が低下する。このため、使用環境に関わらず発光性能を維持するには、外気を遮断して有機 EL 素子を乾燥した状態に保つ封止方法が必要となる。 40

【0004】

この封止方法としては、有機 EL 素子に吸湿膜や撥水膜などの保護膜を積層する方法や、積層構造体の形成された基板に封止部材としてカバー部材を接合し、内部に乾燥剤を配置したり、不活性気体を充填して密封封止する方法などが知られている。しかし、保護膜を積層する方法では、有機 EL 素子に応力が加わるのは避けられず、発光性能に悪影響を及ぼす虞れがあり、また製造工程も複雑になってしまう。このため、カバー部材を接合する方法が広く用いられている。 50

【0005】

基板とカバー部材との接合は、接着剤に紫外線硬化性を有する樹脂を用い、基板とカバー部材とを貼り合わせて加圧した状態で紫外線照射を行う方法が広く用いられている。これは、熱硬化性のみを有する樹脂や2液硬化性の接着剤を用いると、硬化するまでの時間が長く、その間、基板とカバー部材とを貼り合わせて加圧した状態を保持する必要がある、取り扱いが面倒であることが理由である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、従来の有機ELパネルでは、紫外線硬化性を有する接着剤を用いて基板とカバー部材とを接合しているので、熱衝撃試験など急激な温度変化を受けた場合には、基板とカバー部材との接合部の破壊が生じることがある。これは、基板とカバー部材との膨張率の差による応力や、内部充填気体の圧力増加により、基板とカバー部材との接合部に加わる応力に比して、接合部の接着強度が低いために起こると考えられる。

【0007】

この接合部の破壊は、接合界面の微小な剥離や、接着剤硬化物の微小な亀裂として生じることが多い。このため、有機ELパネルの内部に侵入する水分量が増加しても、直ちに有機EL素子を破壊するレベルではなく、不良を発見し難い。特に、パネル内部に吸湿剤などの乾燥手段が配置されている場合には、吸湿剤が吸湿限界に至るまで不良に気付かず、突然に発光性能が低下するなどの異常が生じることになる。出荷後のこのような異常は、製品の信頼性を著しく低下させるものであり、重大な問題である。

【0008】

本発明は、上記の課題に鑑みて創案されたものであり、その目的は、温度変化に対して耐久性が高く、安定した封止性能及び発光性能を有し、信頼性の高い有機ELパネル及びその製造方法を提供する。

【0009】

【課題を解決するための手段】

上記の課題を解決すべく、本発明に係る有機ELパネルの製造方法は、基板上に、対向する一対の電極間に少なくとも有機発光材料からなる発光層を含む有機層を積層して成る積層構造体を形成し、次いで、該積層構造体を有する基板に、積層構造体を密封するように封止部材を接合する有機ELパネルの製造方法において、封止部材と基板との接合に、紫外線硬化性を有すると共に、熱硬化性を有する接着剤を用い、紫外線照射により接着剤を硬化させる紫外線照射工程後に、加熱処理により接着剤を硬化させる加熱工程を有することを特徴とする。

【0010】

前記加熱工程において、少なくとも2段階の定温保持過程を有する温度制御がなされることが好ましい。

【0011】

また、前記加熱工程における定温保持過程は、後段階の定温保持過程が前段階の定温保持過程よりも高温に保持されることが好ましい。

【0012】

さらに、前記加熱工程の最高温度は、有機発光材料のガラス転移点以下の温度であることが好ましい。

【0013】

一方、本発明に係る有機ELパネルは、上記のいずれかの方法により製造されることを特徴とする。

【0014】

【発明の実施の形態】

以下に、本発明の実施の形態を図面に基づいて説明するが、本発明は本実施形態に限るものではない。

10

20

30

40

50

【0015】

図1は、本発明に係る有機ELパネルの一実施形態を示す断面図である。図1において、1は有機ELパネル、2は密封空間、3は透明な基板、6は積層構造体、8は封止部材としてのカバー部材、10は接着剤である。

【0016】

基板3には、透光性を有するガラス基板や合成樹脂からなる平滑な基板が用いられる。基板3上に形成される積層構造体6は、第1の電極、有機層、第2の電極の積層構造を有する。

【0017】

第1の電極には透光性を有し仕事関数の大きい（4 e V以上）金属、合金、電気伝導性化合物などを用い、真空蒸着法やスパッタリング法、メッキ法等の方法で成膜した後、公知のリソグラフィー技術およびエッチング技術を用いてパターン形成する。 10

【0018】

有機層は、有機発光材料からなる発光層の単層構造の他、発光層と正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、及び電子輸送層等の多層構造としても良い。有機層に用いられる材料は、従来から有機EL素子で用いられている低分子及び高分子材料を使用することができ、真空蒸着法、スパッタ法、分子積層法、スピコート法などにより成膜する。

【0019】

第2の電極には仕事関数の小さい（4 e V以下）金属、合金、電気伝導性化合物などを用い、マスクや隔壁を使用して真空蒸着法やスパッタリング法などで形成する。 20

【0020】

積層構造体の形成された基板3に接着されるカバー部材8は、金属、ガラス、樹脂等の硬質材料で形成される。基板3が不透明な場合には、カバー部材側の電極に光透過性を有する材料を用い、カバー部材8に透明なガラスや樹脂材料等を用いれば良い。

【0021】

基板3とカバー部材8とを接合する接着剤10には、紫外線硬化性を有すると共に、熱硬化性を有する樹脂などを用いる。例えば、重合触媒として光開始剤と熱開始剤とを含有するエポキシ樹脂などが好適に用いられる。

【0022】

基板3とカバー部材8との接合は、不活性気体中で基板3またはカバー部材8に接着剤10を塗布し、基板3とカバー部材8とを貼り合わせ接合部を加圧する。次いで、加圧した状態で紫外線を照射し接着剤を硬化させる。これにより密封空間2には不活性気体が密封される。 30

【0023】

接着剤の材質により異なるが、紫外線の照射強度及び照射量には適性範囲があり、それ以下では硬化物が脆く、接着強度不足となり、適正値を超えると接着剤が劣化し、基板3またはカバー部材8との接着界面の耐久性が低下する。このとき、特に湿度に対する耐久性が低下して接着界面の剥離や接着剤の脆化が生じ、パネル内部に水分が侵入する虞れがある。通常有機ELパネルの接合に用いられるような透湿度の低い（50 g / m² / 24 h以下）紫外線硬化性のエポキシ樹脂では、照度100～400 mW / cm²で、照射量は4～12 J / cm²の範囲にするのが好ましい。但し、これらの適性値は、引っ張り試験等の接着強度測定や環境試験による耐湿性などの評価結果に基づいて決定されるものであり、上記の範囲に限定されるものではない。 40

【0024】

適正な紫外線照射による硬化後には加熱工程を行い、反応性を高めてさらに硬化を進行させる。これにより、接合部の強度を上げ、耐久性を高くすることができる。このときの温度は、有機ELパネルの製品としての保存補償温度以上で、有機層が破壊されない範囲の温度で加熱することが好ましい。これにより、出荷後の環境変化で接着剤が硬化収縮などを起こすことはなく、接着不良や有機EL素子の発光機能の低下などの不具合を防止することができる。 50

【0025】

また、加熱工程は少なくとも2段階の定温過程を含んでいることが好ましい。このとき、後段の定温過程ほど高い温度に設定するのが好ましい。加熱工程においては、基板3とカバー部材8との膨張率の差や内部の充填気体の圧力増加により接合部に応力が加わる。紫外線硬化後の状態では、この応力に耐えうる接着強度が得られてなく、接合部が剥離する虞れがある。2段階以上の定温過程を経ることにより、このような剥離を防止しながら熱硬化を促進することができる。

【0026】

定温過程の数は、工程の負担を軽減するためにできるだけ少ないほうが良く、また、それらの定温過程の温度はできるだけ高いほうが良い。但し、その加熱の最高温度は、有機発光材料のガラス転移点以下の温度が好ましい。ガラス転移点の温度以上に加熱すると、有機発光材料の結晶化などが生じ発光特性を損なう可能性があるためである。これは、加熱工程に要する時間を短縮すると同時に、できるだけ反応性の高い温度で効率的に熱硬化を進めるためである。有機ELパネルの製品としての保存補償温度は80℃程度であることが多く、この場合には、最終の定温過程を保存補償温度に設定し、2段階の定温過程を経れば通常は充分である。例えば、1段目の定温過程を50～60℃の温度で行い、2段目を80℃で行うという温度設定が可能である。各段での加熱時間は、接着剤の材質や重合触媒の含有量、加熱工程前の紫外線照射量などによって異なり、後段の温度に加熱したときに剥離しないだけの十分な強度が得られる時間に設定する。

【0027】

【実施例】

以下に、本発明の実施例について説明するが、本発明は本実施例に限るものではない。

【0028】

スパッタ法を用いてITOを形成したガラス基板上に、正孔輸送層としてトリフェニルジアミン(TPD)をスピンコート法で成膜し、次いで、発光層としてアルミキノリノール錯体(Alq3)を蒸着法により形成した。その上に、第2の電極として、真空蒸着法によってアルミニウム膜を成膜し、積層構造体を形成した。

【0029】

この積層構造体を有するガラス基板上に、ステンレス鋼の薄板で形成されたカバー部材をエポキシ樹脂により接着した。紫外線照射量は、照度200mW/cm²で1分間、6J/cm²の照射を行った。

【0030】

その後、図2に示すような温度制御で加熱工程を行った。定温過程は2段階であり、60℃で2時間、80℃で1時間である。この接着工程において、赤外吸収スペクトル測定により硬化進捗を評価すると、紫外線照射工程後の進捗は、加熱工程終了後に対して60%程度であった。

【0031】

このような製造方法で作製した有機ELパネルで、温度80℃、湿度90%RH、1000時間の耐久試験を行ったが、ダークスポットの発生など発光性能の低下は全く生じなかった。

【0032】

比較例として、加熱工程を行わない有機ELパネルで同様の耐久試験を行ったところ、有機EL素子の発光性能の低下が観られた。これにより、加熱工程を行うことの優位性が確認された。

【0033】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の有機ELパネル及びその製造方法によれば、温度変化に対して耐久性が高く、安定した封止性能及び発光性能を有し、信頼性の高い有機ELパネルを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

【図 1】 本発明に係る有機 E L パネルの一実施形態を示す断面図である。

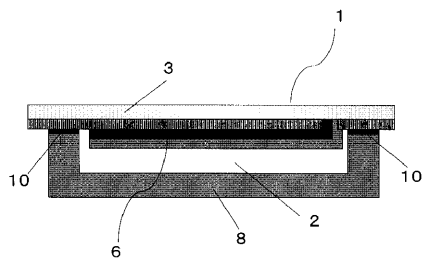
【図 2】 本発明に係る有機 E L パネルの製造方法の実施例における温度制御を示す説明図である。

【符号の説明】

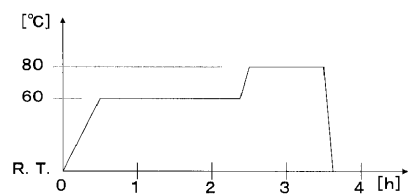
- 1 有機 E L パネル
- 2 密封空間
- 3 基板
- 6 積層構造体
- 8 カバー部材
- 10 接着剤

10

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

- (72)発明者 吉川 宗利
埼玉県秩父市大字下影森1 2 4 8 番地 キヤノン電子株式会社内
- (72)発明者 高橋 純一
埼玉県秩父市大字下影森1 2 4 8 番地 キヤノン電子株式会社内
- (72)発明者 下川 知美
埼玉県秩父市大字下影森1 2 4 8 番地 キヤノン電子株式会社内
- (72)発明者 高岡 智志
埼玉県秩父市大字下影森1 2 4 8 番地 キヤノン電子株式会社内
- Fターム(参考) 3K007 AB11 AB13 AB14 BB01 DB03 FA02 FA03

专利名称(译)	有机电致发光面板及其制造方法		
公开(公告)号	JP2004111224A	公开(公告)日	2004-04-08
申请号	JP2002272522	申请日	2002-09-19
申请(专利权)人(译)	佳能电子有限公司		
[标]发明人	鈴木成己 鈴木一雄 川田勇 吉川宗利 高橋純一 下川知美 高岡智志		
发明人	鈴木 成己 鈴木 一雄 川田 勇 吉川 宗利 高橋 純一 下川 知美 高岡 智志		
IPC分类号	H05B33/04 H01L51/50 H05B33/10 H05B33/14		
FI分类号	H05B33/04 H05B33/10 H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K007/AB11 3K007/AB13 3K007/AB14 3K007/BB01 3K007/DB03 3K007/FA02 3K007/FA03 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC21 3K107/CC23 3K107/CC24 3K107/CC45 3K107/EE42 3K107/EE55 3K107/FF17 3K107/GG00 3K107/GG28		
代理人(译)	渡边圭佑		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：提供一种具有高的耐温度变化性，稳定的密封性能和发光性能以及高可靠性的有机EL面板及其制造方法。通过在一对相对的电极之间层压包括至少由有机发光材料制成的发光层的有机层，然后在具有层压结构（6）的基板上在基板（3）上形成层压结构（6）。参照图3，一种有机EL面板的制造方法，其中密封构件8被粘合以气密密封层叠结构6，其中密封构件8与基板3之间的粘合具有紫外线固化性和热固化性。在使用具有特性的粘合剂10通过紫外线照射使粘合剂10固化的紫外线照射步骤之后，包括通过热处理使粘合剂10固化的加热步骤。[选型图]图1

