

(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2006-310070

(P2006-310070A)

(43) 公開日 平成18年11月9日(2006.11.9)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H05B 33/28 (2006.01)	H05B 33/28	3K007
B32B 9/00 (2006.01)	B32B 9/00 A	4F100
H05B 33/02 (2006.01)	H05B 33/02	4K029
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14 A	5G307
H01B 5/14 (2006.01)	H01B 5/14 A	
審査請求 未請求 請求項の数 14 O L (全 18 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2005-130846 (P2005-130846)

(22) 出願日 平成17年4月28日 (2005.4.28)

(71) 出願人 000002897

大日本印刷株式会社

東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号

(74) 代理人 100111659

弁理士 金山 聡

(72) 発明者 岸本 好弘

東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号

大日本印刷株式会社内

Fターム(参考) 3K007 AB13 AB15 BA07 CA06 CB01
DB03 FA01

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フレキシブル透明電極基板および有機ELディスプレイデバイス

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 有機ELディスプレイに用いられた場合に、素子としての寿命を十分に長くでき、且つ、基板のフレキシビリティ性、基板の耐久性や強度を同時に十分満足できる有機ELディスプレイ用の基板を提供する。特に、ITO膜の膜質を改善して、素子としての寿命を10万時間を越えるようにできる有機ELディスプレイデバイス用の基板を提供する。

【解決手段】 透明フレキシブル基材にITO層からなる電極層を配設し、その水蒸気透過率が、 1×10^{-2} g/m²/day 以下であるフレキシブル透明電極基板であって、ITO層は、X線回折法における、その(222)面に相当する2θピークの積分強度Aと(211)面に相当する2θピークの積分強度Bとの積分強度比A/Bが3.0以上であり、且つ、その(222)面に相当する2θピークの積分強度Aと(400)面に相当する2θピークの積分強度Cとの積分強度比A/Cが3未満である。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

透明フレキシブル基材にITO層からなる電極層を配設し、且つ、その水蒸気透過率が、 $1 \times 10^{-2} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下であるフレキシブル透明電極基板であって、ITO層は、X線回折法における、そのITO層の(222)面に相当する2 θ ピークの積分強度Aと(211)面に相当する2 θ ピークの積分強度Bとの積分強度比A/Bが3.0以上であり、且つ、そのITO層の(222)面に相当する2 θ ピークの積分強度Aと(400)面に相当する2 θ ピークの積分強度Cとの積分強度比A/Cが3未満であることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

【請求項 2】

請求項1に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層からなる電極層上に有機EL層を形成して用いられる、有機ELディスプレイデバイス用のフレキシブル透明電極基板であることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

10

【請求項 3】

請求項1ないし2のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、ITO層は、X線回折法における、その(222)面に相当する2 θ ピークの半価幅が、0.8度以上、1.5度以下であることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

【請求項 4】

請求項1ないし3のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、ITO層は、X線回折法における、その(400)面に相当する2 θ ピークの半価幅が、0.8度以上、2.5度以下であることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

20

【請求項 5】

請求項1ないし4のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記透明フレキシブル基材が、少なくとも無機化合物層と有機化合物層とが積層されてなり、かつ、ITO層面は無機化合物層面に接していることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

【請求項 6】

請求項1ないし5のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記透明フィルム基材のITO層とは反対面に、少なくとも1層の無機化合物層が形成されていることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

30

【請求項 7】

請求項1ないし6のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記無機化合物層が、酸化珪素、窒化珪素、炭化珪素、酸化アルミ、窒化アルミ、酸化インジウム、酸化錫、酸化亜鉛等の透明無機化合物、あるいは、その混合化合物からなることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

【請求項 8】

請求項1ないし7のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記有機化合物層がアクリレートを含む高分子化合物であることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

【請求項 9】

請求項1ないし8のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層は、160、1時間の加熱を3サイクル行う加熱工程において、その膜にクラックが発生しないものであることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

40

【請求項 10】

請求項1ないし9のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層の表面粗さが、2nm以上、10nm以下であることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

【請求項 11】

請求項1ないし10のいずれか1項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層が、プラズマ発生手段に圧力勾配型プラズマガンを用いた反応性イオンプレーテ

50

イング法により形成されてなることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

【請求項 1 2】

請求項 1 ないし 1 1 のいずれか 1 項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記 I T O 層を成膜する際の成膜圧力が、 0.3 Pa 以上、 10.0 Pa 以下であることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

【請求項 1 3】

請求項 1 ないし 1 2 のいずれか 1 項に記載のフレキシブル透明電極基板であって、前記 I T O 層は、塩酸：硝酸：水 = $1 : 0.08 : 1$ の混合液に対する溶解速度が、 30 nm/min 以上、 200 nm/min 以下であることを特徴とするフレキシブル透明電極基板。

10

【請求項 1 4】

請求項 1 ないし 1 3 のいずれか 1 項に記載のフレキシブル透明電極基板を用いたことを特徴とする有機 E L ディスプレイデバイス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、フレキシブル透明電極基板に関し、特に、透明フィルム基材に少なくとも無機化合物と有機化合物が積層されてなる基板上に I T O 層が成膜された透明導電性基板に関する。

20

本発明のフレキシブル透明電極基板の主なる用途としては、ディスプレイ用基板、照明用基板、太陽電池用基板、サーキットボード用基板、半導体用途、電子ペーパー用途等、従来のガラスを支持基材として利用していたものに代替できる、薄くて軽くて割れない、曲げられる透明樹脂基材を用いたフレキシブル電子機器である。

しかしながら、フレキシブル性、透明導電性を必要とする用途であれば特に電子機器に限定されるものではない。

各種産業資材として、例えば、包装用資材、建材用資材、情報記録媒体用資材、出版物用資材、バイオ関係用資材等にも適用される。

【背景技術】

【0002】

30

従来、透明熱線反射体、透明面状発熱体、透明電極等には、基材としての高分子フィルム表面に透明導電層を設けた透明導電性積層体が広く用いられてきている。

この透明導電性積層体に形成する透明導電層については、金 (A u)、銀 (A g)、パラジウム (P d) などの金属薄膜タイプ、インジウム酸化物 (In_2O_3)、スズ酸化物 (SnO_2)、これらの混合物である I T O (I n d i u m T i n O x i d e)、亜鉛酸化物 (ZnO) などの金属酸化物薄膜タイプ、さらに $\text{TiO}_2 / \text{Ag} / \text{TiO}_2$ などの金属 / 金属酸化物の多層薄膜タイプ等の各種のものが知られている。

これらの中でも I T O 等の金属酸化物薄膜は、透光性、導電性がともに非常に良好で、その上エッチング特性にも優れており、電極としてのパターン化が容易であるという特長を有しているものである。

40

このため、精細なパターンを必要とするディスプレイの透明電極などに好適に用いられている。

このような金属酸化物薄膜は、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法、あるいは C V D 法などの各種の成膜方法により作成されている。

透明電極をフレキシブルな基板上に形成することにより、フレキシブル電極が作製される。

そのようなフレキシブルな基板を用いた、ディスプレイ、照明、太陽電池、サーキットボード、半導体、電子ペーパー等、薄くて軽くて割れない、曲げられるフレキシブル電子機器が種々開発されている。

【0003】

50

近年では、有機EL (Electro Luminescence) ディスプレイデバイス用に、特に携帯用の小型、薄型、軽量の有機ELディスプレイデバイス用のフレキシブル透明電極基板として、基材である高分子フィルム表面に透明導電層を設けた透明導電性積層体が用いられるようになってきた。

そして、有機ELディスプレイデバイスにおける、EL素子は、水分に非常に弱く、特に、発光層は水分を含むと劣化は加速されるため、有機EL層への水蒸気の侵入を阻止する構造が種々提案されている。

例えば、特開2004-14287号公報(特許文献1)には、結晶性の高い構造と結晶性の低い構造の層とを含む、水蒸気透過防止性を向上させたITO膜と、該ITO膜を用いた有機EL素子の記載があるが、ここには、水分がEL素子本体に侵入することを防止する防止膜(水蒸気透過防止膜、防湿バリア膜)を用いた構造の有機ELディスプレイデバイス用の基板も記載されている。

10

【特許文献1】特開2004-14287号公報

【0004】

尚、有機EL素子は、基本的には、陽極電極と陰極電極の一对の電極間に有機化合物を含む有機EL層を挟持した構造となっており、陽極電極(アノード電極)/有機EL層/陰極電極(カソード電極)の積層構造が基本になっている。

ここでは、この一对の電極間に設けられる全ての層を、総称して、有機EL層(有機発光層とも言う)と呼び、正孔注入層、正孔輸送層、発光層、電子輸送層、電子注入層等がこれに含まれる。

20

画素電極と対向電極が、それぞれ、陽極電極、陰極電極のいずれかに相当し、一对の電極を構成する。

【0005】

尚、有機EL素子を構成する各層を構成する素材としては、それ自体は公知で、次のようなものを用いることができる。

陰極電極は、通常の有機EL素子に用いられる素材であれば、いかなるもので構成してもよく、特に電子が注入し易いように仕事関数の小さい導電性材料であることが好ましく、具体的には、例えば、マグネシウム合金(MgAg)、アルミニウム、銀等である。

有機EL素子においては、基板上、もしくは陽極上に部分的に、絶縁層を少なくとも一層形成することができる。

30

絶縁層は、好ましくは紫外線硬化樹脂などの光硬化樹脂または熱硬化性樹脂を含む樹脂材料から構成され、表示の際に、絶縁層のある部分が非発光部となるようパターン状に形成することができる。

またこの樹脂材料にカーボンブラック等を混合することにより、絶縁層をブラックマトリックスとして形成することもできる。

陽極電極と陰極電極との間に、正孔輸送層および発光層、もしくは、正孔輸送層、発光層、および電子輸送層が積層した積層構造であるが、陽極電極と陰極電極との間には、エレクトロルミネッセンスを起こす有機発光材料からなる発光層を必須の層として、任意の層として発光層に正孔を輸送する正孔輸送層、正孔輸送層に正孔を注入する正孔注入層、電子輸送層、および電子注入層等を設けることができる。

40

陽極電極と陰極電極との間に積層し得るこれらの各層をまとめて、有機EL層と呼ぶこととする。

発光層を構成する有機発光材料としては、大別して、色素系材料、金属錯体系材料、もしくは高分子系材料等の各タイプのものが挙げられる。

色素系材料としては、例えば、シクロペンタジエン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、トリフェニルアミン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ピラゾロキノリン誘導体、ジスチリルベンゼン誘導体、ジスチリルアリレン誘導体、シロール誘導体、チオフェン環化合物、ピリジン環化合物、ペリノン誘導体、ペリレン誘導体、オリゴチオフェン誘導体、トリフマニルアミン誘導体、オキサジアゾールダイマー、もしくはピラゾリンダイマー等を挙げるることができる。

50

金属錯体系材料としては、例えば、アルミキノリノール錯体、ベンゾキノリノールベリリウム錯体、ベンゾオキサゾール亜鉛錯体、ベンゾチアゾール亜鉛錯体、アゾメチル亜鉛錯体、ポリフィリン亜鉛錯体、もしくはユーロピウム錯体等の、中心金属にAl、Zn、もしくはBe等、またはTb、Eu、もしくはDy等の希土類金属を有し、配位子にオキサジアゾール、チアジアゾール、フェニルピリジン、フェニルベンゾイミダゾール、キノリン構造等を有する金属錯体を挙げるができる。

高分子系材料としては、例えば、ポリパラフェニレンビニレン誘導体、ポリチオフェン誘導体、ポリパラフェニレン誘導体、ポリシラン誘導体、ポリアセチレン誘導体等、ポリフルオレン誘導体、もしくはポリビニルカルバゾール誘導体等、または上記色素系しくは金属錯体系発光材料を高分子化したものを挙げるができる。

10

上記の有機発光材料からなる発光層中に、発光効率を向上させる、もしくは発光波長を変化させる等の目的でドーピングを行うことができる。このドーピングを行なうためのドーピング材料としては、例えば、ペリレン誘導体、クマリン誘導体、キナクリドン誘導体、スクアリウム誘導体、ポリフィリン誘導体、スチリル系色素、テトラセン誘導体、ピラゾリン誘導体、デカシクレン、もしくはフェノキサゾン等を挙げるができる。

正孔注入層は、陽極電極と正孔輸送層との間、もしくは陽極電極と発光層との間に設けられるものである。

正孔注入層を構成する材料としては、例えば、フェニルアミン系、スターバースト型アミン系、もしくはフタロシアニン系、酸化バナジウム、酸化モリブデン、酸化ルテニウム、もしくは酸化アルミニウム等の酸化物、またはアモルファスカーボン、ポリアニリン、もしくはポリチオフェン誘導体等を挙げるができる。

20

電子輸送層は、発光層と陰極電極との間、もしくは発光層と電子注入層との間に設けられるものである。

電子輸送層を構成する材料としては、例えば、オキサジアゾール類もしくはアルミニウムキノリノール錯体等の、一般的に安定なラジカルアニオンを形成し、イオン化ポテンシャルの大きい物質が挙げられ、具体的には、1, 3, 4 - オキサジアゾール誘導体、もしくは1, 2, 4 - トリアゾール誘導体等を挙げるができる。

電子注入層は、電子輸送層と陰極電極の間、若しくは陰極電極と発光層との間に設けられるものである。

電子注入層を構成する材料としては、1A族もしくは2A族の金属、またはそれらの酸化物もしくはハロゲン化物を挙げるができる。1A族の金属、その酸化物、およびハロゲン化物の例としては、具体的には、フッカリチウム、酸化ナトリウム、および酸化リチウム等を挙げるができる。

30

2A族の金属、その酸化物、およびハロゲン化物の例としては具体的に、ストロンチウム、酸化マグネシウム、フッ化マグネシウム、フッ化ストロンチウム、カルシウム、フッ化カルシウム、フッ化バリウム、および酸化ストロンチウム等を挙げるができる。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

上記のように、近年、基材としての高分子フィルム表面に透明導電層を設けた透明導電性積層体が、特に、有機ELディスプレイデバイス用のフレキシブル透明電極基板として、用いられるようになってきて、これに伴い、有機EL素子の寿命の劣化の原因となる水蒸気のEL素子本体への侵入防止を図った構造の有機ELディスプレイデバイス用の基板が種々提案されている。

40

しかしながら、このような有機ELディスプレイデバイス用の基板においては、有機ELディスプレイデバイスに用いられた場合に、有機EL素子としての寿命を十分に長くできるものではなく、且つ、基板のフレキシビリティ性、基板の耐久性や強度を同時に十分満足できるものではなく、問題になっていた。

特に、従来、寿命を10万時間を越えるものは作製されていない。

本願発明は、これらに対応するもので、有機ELディスプレイデバイスに用いられた場

50

合に、有機EL素子としての寿命を十分に長くでき、且つ、基板のフレキシビリティ性、基板の耐久性や強度を同時に十分満足できる有機ELディスプレイデバイス用の基板を提供しようとするもので、特に、ITO膜の膜質を改善して、有機EL素子としての寿命を10万時間を越えるようにできる有機ELディスプレイデバイス用の基板を提供しようとするものである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明のフレキシブル透明電極基板は、透明フレキシブル基材にITO層からなる電極層を配設し、且つ、その水蒸気透過率が、 $1 \times 10^{-2} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下であるフレキシブル透明電極基板であって、ITO層は、X線回折法における、そのITO層の(222)面に相当する2 θ ピークの積分強度Aと(211)面に相当する2 θ ピークの積分強度Bとの積分強度比A/Bが3.0以上であり、且つ、そのITO層の(222)面に相当する2 θ ピークの積分強度Aと(400)面に相当する2 θ ピークの積分強度Cとの積分強度比A/Cが3未満であることを特徴とするものである。

10

そして、上記のフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層からなる電極層上に有機EL層を形成して用いられる、有機ELディスプレイデバイス用のフレキシブル透明電極基板であることを特徴とするものである。

そしてまた、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、ITO層は、X線回折法における、その(222)面に相当する2 θ ピークの半価幅が、0.8度以上、1.5度以下であることを特徴とするものである。

20

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、ITO層は、X線回折法における、その(400)面に相当する2 θ ピークの半価幅が、0.8度以上、2.5度以下であることを特徴とするものである。

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記透明フレキシブル基材が、少なくとも無機化合物層と有機化合物層とが積層されてなり、かつ、ITO層面は無機化合物層面に接していることを特徴とするものである。

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記透明フィルム基材のITO層とは反対面に、少なくとも1層の無機化合物層が形成されていることを特徴とするものである。

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記無機化合物層が、酸化珪素、窒化珪素、炭化珪素、酸化アルミ、窒化アルミ、酸化インジウム、酸化錫、酸化亜鉛等の透明無機化合物、あるいは、その混合化合物からなることを特徴とするものである。

30

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記有機化合物層がアクリレートを含む高分子化合物であることを特徴とするものである。

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層は、160、1時間の加熱を3サイクル行う加熱工程において、その膜にクラックが発生しないものであることを特徴とするものである。

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層の表面粗さが、2nm以上、10nm以下であることを特徴とするものである。

40

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層が、プラズマ発生手段に圧力勾配型プラズマガンを用いた反応性イオンプレーティング法により形成されてなることを特徴とするものである。

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層を成膜する際の成膜圧力が、0.3Pa以上、10.0Pa以下であることを特徴とするものである。

また、上記いずれかのフレキシブル透明電極基板であって、前記ITO層は、塩酸：硝酸：水=1：0.08：1の混合液に対する溶解速度が、30nm/min以上、200nm/min以下であることを特徴とするものである。

【0008】

本発明の有機ELディスプレイデバイスは、請求項1ないし13のいずれか1項に記載

50

のフレキシブル透明電極基板を用いたことを特徴とするものである。

ここでの有機ELディスプレイデバイスの有機EL素子の層構成としては、先に述べた種々の層構成、材質のものが挙げられる。

【0009】

(作用)

本発明のフレキシブル透明電極基板は、このような構成にすることにより、有機ELディスプレイデバイスに用いられた場合に、有機EL素子としての寿命を十分に長くでき、且つ、基板のフレキシビリティ性、基板の耐久性や強度を同時に十分満足できる有機ELディスプレイデバイス用の基板の提供を可能としている。

詳しくは、透明フレキシブル基材にITO層からなる電極層を配設し、且つ、その水蒸気透過率が、 $1 \times 10^{-2} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下であるフレキシブル透明電極基板であって、ITO層は、X線回折法における、そのITO層の(222)面に相当する2 θ ピークの積分強度Aと(211)面に相当する2 θ ピークの積分強度Bとの積分強度比A/Bが3.0以上であり、且つ、そのITO層の(222)面に相当する2 θ ピークの積分強度Aと(400)面に相当する2 θ ピークの積分強度Cとの積分強度比A/Cが3未満であることにより、これを達成している。 10

この理由は、上記A/Bが3.0以上の場合で、上記A/Cをパラメータとして、有機EL素子の発光寿命をみた場合には、A/Cが3未満であることにより、有機EL素子の発光寿命が飛躍的に向上するためである。

物理的には、このような構成にすることにより、A/Cが3未満であることにより正孔注入層および正孔輸送層へのITO層の溶解、溶出等の電極ダメージが抑えられる、あるいは、A/Bが3.0以上によりITO中の錫(Sn)のマイグレーションが抑えられるためと思われる。 20

塩酸：硝酸：水 = 1：0.08：1の混合液に対する溶解速度が30nm/min以上、200nm/min以下であることが、ひとつの指標となり、正孔注入層および正孔輸送層との接触面の破壊度に関係があると思われる。

そのしきい値が30nm/min以上、200nm/min以下にあり、200nm/min以上の速度から破壊が始まる。

また、30nm/min以下では界面の破壊は起こらないが、エッチング時間が非常に長くなるため、ディスプレイのようなITOのパターニングを必要とするものに対しては好ましくない。 30

なお、溶解速度は室温の環境下で液温25℃のものである。

尚、ITO層の結晶格子配列が不均一であると、電界を印加した際にドーブされている錫が正孔注入層側にマイグレーションを引き起こし、ホール伝達のエネルギー準位が変化しホールの受け渡しができなくなり、結果として、発光寿命が短くなると推測される。

A/Bが3.0より小では、ITO結晶格子状態が不安定であり、電界をかけたときの発光寿命が短い原因となっており好ましくない。

更に、A/Bが3.0以上で、且つ、積分強度比A/Cが1未満であると、有機ELの発光寿命は飛躍的に増大し、100cd換算で10万時間以上の発光寿命を得ることができ、その利用は高寿命を必要とされる用途に展開される。 40

また、A/Bが3.0以上で、且つ、A/Cが3未満、1以上であれば、その利用は比較的寿命の必要としない用途、例えば電車なかつり広告や電子ポスターのような電子POPへの展開が考えられ、特に、1未満あれば、テレビ等の高寿命を必要とされる用途に展開される。

このような、フレキシブル透明電極基板としては、具体的には、ITO層からなる電極層上に有機EL層を形成して用いられる、有機ELディスプレイデバイス用のフレキシブル透明電極基板が挙げられる。

尚、フレキシブル透明電極基板としては、水蒸気透過率が、 $1 \times 10^{-2} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下の、ガスバリア性の良いものが好ましいが、特に、有機ELディスプレイデバイスに用いる場合には、 $1 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下、さらには $1 \times 10^{-4} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下、で 50

あることが好ましい。

また、ITO層は、X線回折法における、その(222)面に相当する2θピークの半価幅が、0.8度以上、1.5度以下である請求項3の構成にすることにより、また、ITO層は、X線回折法における、その(400)面に相当する2θピークの半価幅が、0.8度以上、2.5度以下である請求項4の構成にすることにより、ITO結晶は安定化を増し、有機EL用フレキシブル透明電極基板として良好になる。

尚、半価幅が狭いと結晶性が高く、化学的に安定で、硬く、構造が安定(錫がうまく結晶中に閉じ込められている)になる。

(222)面に相当する2θピークAの半価幅が0.8度より小では、有機ELディスプレイデバイスに用いられたときに、ITO層にクラックが生じてしまい、また、半価幅が1.50度より大きいと、有機ELディスプレイデバイスに用いられたときに、フレキシビリティは有するものの発光寿命が短い原因となって好ましくない。

10

(400)面に相当する2θピークCの半価幅が0.8度より小では、有機ELディスプレイデバイスに用いられたときに、ITO層にクラックが生じてしまい、また、半価幅が2.50度より大きいと、有機ELディスプレイデバイスに用いられたときに、フレキシビリティは有するものの発光寿命が短い原因となって好ましくない。

ここで、発光寿命が短くなる理由は、(222)面に相当するピークの半価幅が1.5度より大では、また、(400)面に相当するピークの半価幅が2.5度より大ではITO層の上に形成される正孔注入層により劣化されやすいためである。

【0010】

20

尚、ピークの積分強度比をこの範囲にする方法として、ひとつ重要なのは、蒸着粒子のもつエネルギーである。

高エネルギーを保持したまま基板に注入されることにより、ITO薄膜の結晶粒が大きくなり高密度な状態な膜が作製される。

その成膜方式として好ましいのはプラズマ発生手段に圧力勾配型プラズマガンを用いた反応性イオンプレーティング法であるが、同様の膜質を与える方法であればこれに限らない。

一方、結晶ITO膜の配向が制御されてくると、あるいは結晶性が高くなるにつれて、膜に応力がかかった際にクラックが生じやすくなる傾向があるが、これを防ぐ方法として、ある値以上の成膜圧力にすることが好ましい。

30

一方、結晶サイズが大きいと膜に応力がかかった際にクラックが生じやすくなる傾向があるが、これを防ぐ方法として、ある値以上の成膜圧力にすることが好ましい。

ある一定値を超えたところで飛躍的にクラックの発生を抑えることができる。

成膜圧力として、0.3Pa以上の成膜圧力にすることにより、有EL工程における負荷に強い膜を形成することができる。

また、成膜圧力として、10.0Paより大とすると成膜する膜の密着性が悪くなり、剥離するおそれが生じる。

好ましくは、0.7Pa以上、5Pa以下である。

もちろん、この製法に限ったことなく、レーザーや熱等による前処理や後処理、製膜中の活性源の導入等にさまざまな方法で検討してもよい。

40

【0011】

透明フレキシブル基材が少なくとも無機化合物層と有機化合物層が積層されてなり、かつ、ITO層面は無機化合物面に接している請求項5の発明の構成とすることにより、ITO層を成膜する際、無機化合物層により、脱ガスが抑えられ、また基板表面で蒸着粒子のマイグレーションが比較的進行しやすいとともに、表面に耐熱性、耐プラズマ性が生じるため、(222)面配向が安定的に得られる。

【0012】

透明フィルム基材のITO層とは反対面に、少なくとも1層の無機化合物層が形成されている請求項6の発明の構成にすることにより、該無機化合物層により、脱ガスを抑える効果有するとともに、成膜時の応力による基材の変形を抑え、且つ、フレキシビリティを

50

兼ね備えたものとする事ができる。

特に、有機EL基板としては有効である。

無機化合物層としては、酸化珪素、窒化珪素、炭化珪素、酸化アルミ、窒化アルミ、酸化インジウム、酸化錫、酸化亜鉛等の透明無機化合物、あるいは、その混合化合物からなるものが挙げられるが、緻密な膜を形成できるものであればよく、ここに挙げた限りではない。

【0013】

また、有機化合物層があることにより、応力が緩和されフレキシビリティを兼ね備えることができる。

また表面形状にも変化を与える（平坦にする）ことが可能となる。

10

また、フィルム基材に有機化合物層と無機化合物層とを積層させる構成とすることにより、高度なガスバリア性や良好な表面平坦性が得られる。

これらも有機ELの寿命に大きく関与している。

尚、ガスバリア性が悪いと発光層を劣化させる。

有機化合物としては、アクリレート基を少なくとも含んだ高分子化合物が挙げられる。が、エポキシ、メタクリレート、アミド、イミド、ゾルゲルコート等平坦性が得られるものであれば種類を問わない。

【0014】

また、ITO層の表面粗さが、2nm以上、10nm以下であることが好ましい。

より好ましくは、4nm以上8nm以下である。

20

尚、表面平坦性の評価（表面粗さの評価）は、例えば、セイコーインスツルメント社製ナノピクスを用い、スキャン範囲4μmの条件等で測定する。

【0015】

また、ITO層は、160℃、1時間の加熱を3サイクル行う加熱工程において、その膜にクラックが発生しないものであることにより、有機ELディスプレイデバイスに用いる場合に、十分信頼できる。

【0016】

また、上記の積分強度比A/B、A/C、半価幅等の測定は、例えば、リガク製のX線回折装置（XRD装置とも言う）を用い、下記の測定条件等により行うことができる。

- ・X線：50kV、300mA
- ・スキャンスピード：4.0000°/min
- ・サンプリング幅：0.0400°
- ・操作範囲：5.0000°～120.0000°
- ・インシデントモノクロ：スリットコリメーション
- ・カウンタモノクロメータ：受光スリット

30

【0017】

本発明の有機ELディスプレイデバイスは、このような構成にすることにより、有機EL素子の寿命を十分に長くできる有機ELディスプレイデバイスの提供を可能としている。

【発明の効果】

【0018】

40

本発明は、上記のように、特に、有機ELディスプレイデバイスに用いられた場合に、有機EL素子としての寿命を十分に長くできる有機ELディスプレイデバイス用の基板の提供の提供を可能とした。

同時に、のような有機ELディスプレイデバイス用の基板を用いて、有機EL素子の寿命を十分に長くした有機ELディスプレイデバイスの提供を可能とした。

【発明を実施するための最良の形態】

【0019】

本発明の実施の形態を図に基づいて説明する。

図1(a)は本発明のフレキシブル透明電極基板の実施の形態例の1断面図で、図1(b)は図1(a)に示すフレキシブル透明電極基板を用いた有機EL素子からなる表示部

50

の断面構造を概略的に示した断面図で、図 2 は図 1 (a) に示す本発明のフレキシブル透明電極基板の実施の形態例の変形例の 1 断面図である。

図 1、図 2 中、100 はフレキシブル透明電極基板、110 は透明フィルム基材、120、125、127 は無機化合物層、130 は有機化合物層、140 は ITO 層 (電極層あるいは陽極電極層とも言う)、150 は有機 EL 層 (有機 EL 発光層とも言う)、160 は陰極電極層、200 はフレキシブル透明電極基板、210 は透明フィルム基材、220、225、227 は無機化合物層、230、235 は有機化合物層、240 は ITO 層 (電極層あるいは陽極電極とも言う) である。

【0020】

まず、本発明のフレキシブル透明電極基板の実施の形態例を、図 1 に基づいて説明する。

本例のフレキシブル透明電極基板 100 は、透明フィルム基材 110 の一方の面側に、ガスバリア層としての無機化合物層 120、平坦化層としての有機化合物層 130、ガスバリア層としての無機化合物層 125 を、この順に、積層して、最表面に ITO 層 140 からなる電極層を配設しており、また、透明フィルム基材 110 の他方の面側に、直接、ガスバリア層としての無機化合物層 127 を配設している、有機 EL ディスプレイデバイス用のフレキシブル透明電極基板である。

そして、図 1 (b) に示すように、本例のフレキシブル透明電極基板 100 の ITO 層 140 からなる陽極電極層上に、順に、有機 EL 層 150、陰極電極層 160 を形成して有機 EL 素子とする。

本例のフレキシブル透明電極基板 100 は、ITO 層 140 は、X 線回折法における、その ITO 層の (222) 面に相当する 2θ ピークの積分強度 A と (211) 面に相当する 2θ ピークの積分強度 B との積分強度比 A / B が 3 . 0 以上であり、且つ、ITO 層は、X 線回折法における、その ITO 層の (222) 面に相当する 2θ ピークの積分強度 A と (400) 面に相当する 2θ ピークの積分強度 C との積分強度比 A / C が 3 . 0 未満である。

本例の場合は、有機 EL ディスプレイデバイスに用いられるため、水蒸気透過率が $1 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下の好ましいガスバリア性としてある。

ガスバリア性が悪いと発光層を劣化させる。

ガスバリア性は、ここでは、Moccon 社製、PARMATRAN 3 / 31 を用い、37 . 8、100 % Rh の条件で測定したものを言う。

【0021】

本例のフレキシブル透明電極基板 100 の各部の材質、機能等について、以下簡単に述べておく。

透明フィルム基材 110 としては、フレキシビリティを有する透明な高分子フィルムであれば特に制限はなく、例えば、100 以上において耐熱性を有するものが好適なものとして例示される。

好ましくは 150 以上の耐熱性である。

耐熱性高分子フィルムの厚さについても特に制限はないが、可撓性および形態保持性の観点からはたとえば 50 ~ 400 μm の範囲とすることが好ましい。

無機化合物層 120、125、127 としては、酸化珪素、窒化珪素、炭化珪素、酸化アルミ、窒化アルミ、酸化インジウム、酸化錫、酸化亜鉛等の透明無機化合物あるいはその混合化合物からなるものが挙げられる。

真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法、あるいは CVD 法などの各種の成膜方法を用いることにより、これらを作製することができる。

用途によりガスバリア性機能の必要性程度が異なるが、例えば、有機 EL 素子として使用する場合には、水蒸気透過率が、 $1 \times 10^{-2} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下のガスバリア性が必要で、好ましくは、水蒸気透過率が $1 \times 10^{-3} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下が好ましい。

これらは、高分子基材上に酸素や水蒸気の進入を遮断するガスバリア層として機能するとともに、応力による透明フィルム基材 110 の変形を抑え、特に、無機化合物層 125

10

20

30

40

50

はITO層と接し、脱ガスを抑え、結晶化が進行し易いものとし、ITO層140形成の際、その表面に耐熱性、耐プラズマ性を生じさせ、(222)面配向を安定的に行えるものとする。

有機化合物層130としては、アクリレートを含む高分子化合物が汎用的なものとして挙げられるが、他には、スチレン、フェノール、エポキシ、ニトリル、アクリル、アミン、エチレンイミン、エステル、シリコン、アルキルチタネート化合物、イオン高分子錯体等、光硬化あるいは熱硬化性のもの、高分子化合物と金属アルコキシドの加水分解生成物の混合物等を含む、高分子化合物が適宜使用される。

有機化合物層130は、平坦化層としての機能の他に応力緩和層としての機能を有する。

10

ITO層140としては、インジウム酸化物(In_2O_3)またはこれにスズ酸化物(SnO_2)を3~15重量%混合したITO単独層とするのが好適である。

その厚さは、たとえば1000~10000が好ましく、この範囲以内であれば表面抵抗を $100\Omega/\text{cm}^2$ 、さらには $10\Omega/\text{cm}^2$ 以下にすることができる。

この範囲よりずれると透光性が低下したり導電性等の特性が不十分となる。

透明導電層の形成には1回の成膜であっても複数回に分けて積層しても構わない。

また、単独層とすることにより、多層構造に比べてエッチング性が向上する。

そして、層間剥離は発生しない。

【0022】

本例では、先に述べたように、ITO層140は、X線回折法における、そのITO層の(222)面に相当する2θピークAと(211)面に相当する2θピークBの積分強度比A/Bが3.0以上であり、且つ、ITO層は、X線回折法における、そのITO層の(222)面に相当する2θピークAと(400)面に相当する2θピークCの積分強度比A/Cが3.0未満であり、有機ELディスプレイデバイスに用いられた場合に、有機EL素子としての寿命を十分に長くでき、且つ、基板のフレキシビリティ性、基板の耐久性や強度を同時に十分満足できるものとしている。

20

X線回折法におけるITO層140の(222)面に相当する2θピークAと(211)面に相当する2θピークBの積分強度比A/Bが3.0以上であることで錫がマイグレーションを引き起こさず安定して膜中にいられ、且つ、X線回折法におけるITO層の(222)面に相当する2θピークAと(400)面に相当する2θピークCの積分強度比A/Cが3.0未満であることにより、正孔注入層および正孔輸送層へのITO層の溶解、溶出等の電極ダメージが抑えられる。

30

これにより、有機EL素子を形成した際にその発光寿命を良好とすることをより確実にできる。

A/Bが3.0より小では、ITO結晶格子状態が不安定であり、電界をかけたときの発光寿命が短い原因となって好ましくない。

特に、A/Bが3.0以上で、且つ、積分強度比A/Cが1未満であると、有機ELの発光寿命は飛躍的に増大し、100cd換算で10万時間以上の発光寿命を得ることができ、その利用は高寿命を必要とされる用途に展開される。

また、A/Bが3.0以上で、且つ、A/Cが3未満、1以上であれば、その利用は比較的寿命の必要としない用途への展開が考えられる。

40

尚、ここでいう(222)面に相当するピークとは、立方晶のITO膜を測定した際にピーク角度 $2\theta = 30.5$ 度付近に現れる相対強度が一番大きいピークのことを指し、(211)面に相当するピークとは、立方晶のITO膜を測定した際にピーク角度 $2\theta = 21.5$ 度付近に現れる相対強度が一番大きいピークのことを指し、(400)面に相当するピークとは、立方晶のITO膜を測定した際にピーク角度 $2\theta = 35.4$ 度付近に現れる相対強度が一番大きいピークのことを指す。

更にまた、本例においては、ITO層140は、X線回折法における、その(222)面に相当する2θピークの半価幅が、0.8度以上、1.5度以下で、且つ、X線回折法における、その(400)面に相当する2θピークの半価幅が、0.8度以上、2.5度

50

以下であり、これにより、ITO結晶は安定化を増し、有機EL用フレキシブル透明電極基板として良好なものとしている。

上記、積分強度比A/B、A/C、半価幅等の測定は、例えば、リガク製のX線回折装置(XRD装置とも言う)を用い、下記の測定条件等により行うことができる。

- ・ X線：50 kV、300 mA
- ・ スキャンスピード：4.0000°/min
- ・ サンプリング幅：0.0400°
- ・ 操作範囲：5.0000°～120.0000°
- ・ インシデントモノクロ：スリットコリメーション
- ・ カウンタモノクロメータ：受光スリット

10

本例においては、ITO層140は、成膜圧力、0.3 Pa以上、10.0 Pa以下で成膜されたものである。

尚、先にも述べたが、特に、0.3 Pa以上の成膜圧力にすることにより、好ましくは、0.7 Pa以上、5 Pa以下で、有機EL工程における負荷に強い膜を形成することができ、こうして得られた膜を加熱処理することにより、上記範囲の膜を得ることができる。

ちなみに、成膜圧力、0.1 Pa～0.3 Pa未満で作製したITO膜を加熱処理しても、応力が強くクラックが生じるため使用できない。

また、ITO層140の表面粗さとしては、2 nm以上、10 nm以下であることが好ましい。

20

尚、表面平坦性の評価(表面粗さの評価)は、先にも述べたが、例えば、セイコーインスツルメント社製ナノピクスを用い、スキャン範囲4 μmの条件等で測定する。

【0023】

本例では、有機ELの作製工程を考慮して、ITO層140は、160℃、1時間の加熱を3サイクル行う加熱工程において、その膜にクラックが発生しないものを用いる。

【0024】

本例の有機ディスプレイデバイス用のフレキシブル透明電極基板は、無機化合物層120、平坦化層として有機化合物層130、無機化合物層125を、この順に、配していることにより、高度なガスバリア性、また表面平坦性が得られものとし、これも有機ELの寿命を長くすることに大きく寄与している。

30

【0025】

次いで、本例のフレキシブル透明電極基板の変形例を挙げ、図2に基づいて説明する。

図2に示す変形例は、図1に示すフレキシブル透明電極基板100における透明フィルム基材110と無機化合物層127間に有機化合物層を設けた構造のもので、透明フィルム基材210のITO層240形成側でない面に、有機化合物層235、無機化合物層227が、この順に、積層され配設されている。

この変形例のフレキシブル透明電極基板の場合、各部の材質、機能は、基本的に、図1に示すフレキシブル透明電極基板と同じで、これらについての説明は省く。

図2に示す変形例のフレキシブル透明電極基板も、基本的に図1に示すものと同様の作用効果を奏するものであるが、フィルム基材の両面の無機化合物層、有機化合物層の層構成に起因する撓みの面では、図1(a)に示すフレキシブル透明電極基板に比べ、図2に示す変形例のフレキシブル透明電極基板の方が、透明フィルム基材の両面の対称性が良く、優れている。

40

しかし、図2に示す変形例の方が、図1(a)に示すフレキシブル透明電極基板に比べ、製造面では手間がかかり、難しい。

上記の図1、図2に示す形態は、いずれも1例で、本発明のフレキシブル透明電極基板は、これらに限定はされない。

勿論、透明フィルム基材の両面側に形成される有機化合物層、無機化合物層の層構成は、これらに限定されない。

【0026】

50

本例のフレキシブル透明電極基板を用いた有機ＥＬディスプレイデバイスとしては、例えば、図１（ａ）に示すような有機ＥＬ素子の断面構造を有するボトムエミッション型の有機ＥＬ表示部が挙げられる。

尚、有機ＥＬ素子は、電極（陽極電極１４０、陰極電極１６０）間に電場を印加し、有機ＥＬ層（発光層）１５０に電流を通じることで、発光させる。

ここでは、透明フィルム基材１１０側に発光するボトムエミッション構造としているが、透明フィルム基材１１０とは逆方向に発光するトップエミッション構造もある。

【実施例】

【００２７】

次に、本発明の実施例と、比較例を挙げ、本発明を更に説明する。

10

実施例１～実施例３、比較例１は、いずれも、図１（ａ）に示すフレキシブル透明電極基板と同じ層構成のフレキシブル透明電極基板を作製し、これを用いて、図１（ｂ）に示す断面構造を有する有機ＥＬ素子を作製して、フレキシブル透明電極基板を評価したものである。

図１に基づいて説明する。

（実施例１）

乾燥機で１６０℃で１時間乾燥させた厚さ１００μｍのＰＥＮ樹脂（帝人デュポン製Ｑ６５）からなるプラスチックフィルム基材を透明フィルム基材とし、これの両方の面に、膜厚１００ｎｍの酸化窒化珪素膜（Ｓｉ３Ｎ４ターゲット：豊島製作所製（４Ｎ）、成膜圧力：０．３Ｐａ、パワー５ｋＷ）を、スパッタ法により形成した。

20

これにより、無機化合物層が形成された。

その後、スピンコートにて片面にアクリレート樹脂組成物（新日鐵化学製Ｖ－２５９－ＥＨ）を塗布し、１６０℃、１時間、乾燥させることにより１μｍのアクリレート樹脂を含む有機化合物層を得た。

その後さらに、有機化合物層上に、膜厚１００ｎｍの酸化窒化珪素膜からなる無機化合物層をスパッタ法により形成し、ガスバリア性フィルムを得た。

ガスバリア性を測定したところ測定限界以下の値（ 1×10^{-2} g/ m²/day 以下）であった。

ここでは、ガスバリア性を、Ｍｏｃｃｏｎ社製、ＰＡＲＭＡＴＲＡＮ３／３１を用い、３７．８℃、１００％Ｒｈの条件で測定した。

30

ガスバリア性フィルムの片面に、膜厚３３０ｎｍのＩＴＯ膜を、スパッタ法（Ａｒ：１８０ｓｃｃｍ、酸素：１．５ｓｃｃｍ、スパッタパワー：２．５ｋＷ、成膜圧力：１．７Ｐａ）により形成した。により形成した。

その後、ＩＴＯ膜面をＸＲＤにて測定したところ、（２２２）面に相当するピークの積分強度Ａと（２１１）面に相当するピークの積分強度Ｂとの積分強度比Ａ／Ｂは３．０２であった。

（２２２）面に相当するピークの積分強度Ａと（４００）面に相当するピークの積分強度Ｃとの積分強度比Ａ／Ｃは０．８５であった。

また、（２２２）面に相当する２θピークの半価幅は１．０２２、（４００）面に相当する２θピークの半価幅は０．９９８であった。

40

ここでは、Ｘ線回折装置（ＸＲＤ装置とも言う）として、リガク製のＸ線回折装置を用い、下記の測定条件にて測定した。

- ・ Ｘ線：５０ｋＶ、３００ｍＡ
- ・ スキャンスピード：４．００００°／ｍｉｎ
- ・ サンプルング幅：０．０４００°
- ・ 操作範囲：５．００００°～１２０．００００°
- ・ インシデントモノクロ：スリットコリメーション
- ・ カウンタモノクロメータ：受光スリット

また、表面粗さを測定したところＲａ＝５．８ｎｍであった。

表面平坦性の評価（表面粗さの評価）は、セイコーインスツルメント社製ナノピクスを

50

用い、スキャン範囲 $4\ \mu$ の条件で測定した。

また、溶解速度は、 $30\ \text{nm}/\text{min}$ であった。

次いで、作製されたITO薄膜付きガスバリア性フィルムを洗浄した後、ITO膜を所定のパターン状にエッチングを行ない、陽極電極を形成して、フレキシブル透明電極基板100を得た。

【0028】

次いで、このようにして作製したフレキシブル透明電極基板100を用いて、図1(b)に示す断面構造の有機EL素子からなる表示部を作製した。

得られた陽極基板の陽極表面を洗浄した後、陽極電極表面上に、下記のPEDOT/PSSの分散液を、スピンコーティングによって塗布し、塗布後、温度； 200 のホットプレート上に載せて30分間加熱して乾燥させた。 10

さらに、純窒素置換されたグローブボックス内に移して再度、温度； 200 のホットプレート上に載せ15分間加熱して乾燥させ、陽極上に、PEDOT/PSSの $80\ \text{nm}$ の薄膜を得た。

PEDOT/PSS = 1/20 (バイエル社製、バイترون P V P CH8000を使用。)

次いで、有機EL素子用蛍光体(シグマアルドリッチ社製、品番；ADS228GE)をトルエン中に1.0%(質量比)になるよう混合した発光層形成用溶液を準備し、この溶液を、上記で得られたPEDOT/PSSの薄膜上に、やはりグローブボックス内にてスピンコーティングによって塗布し、塗布後、温度； 130 のホットプレート上に載せて1時間加熱して乾燥させ、厚みが $80\ \text{nm}$ の発光層を形成した。 20

次いで、発光層までの各層が形成された基板上の発光層上に、グローブボックス内にて蒸着を行ない、厚みが $3\ \text{nm}$ のLiFの薄膜、および厚みが $10\ \text{nm}$ のCa薄膜を順次形成して電子注入層とし、さらに電子注入層上に、厚みが $180\ \text{nm}$ のAl薄膜を形成して陰極電極とした。

その後、周囲に凸部を有する封止用のガラスの凸部に紫外線硬化性接着剤(ナガセケムテック(株)製、品番；XNR5516HP-B1)を塗布したものを、上記の陰極電極まで形成した基板の上に重ね合わせ、接着剤の塗布された箇所に紫外線を照射して接着剤を硬化させ、照射後の重ね合わされた基板を、温度； 80 のホットプレート上に載せて1時間加熱して接着剤を十分硬化させて、有機EL素子を形成した。 30

【0029】

以上のようにして得られた有機EL素子からなる表示部の陽極電極(ITO電極)と陰極電極(背面電極層とも言う)との間に、直流電圧を印可することにより、両電極が交差する所望の位置における発光層を発光させた結果、いずれの位置においても、良好な発光が得られた。

そして、このようにして得られた有機EL素子からなる表示部について、有効寿命として計測したところ、有効寿命は $100000\ \text{hr}$ であった。

尚、ここでは、上記のように形成した有機EL素子について、初期の輝度が $100\ \text{Cd}$ になるように連続して電圧を印加し、時間の経過に伴う輝度の変化を測定し、初期の輝度が半減する、輝度半減時間を有機ELの発光寿命と定義した。 40

【0030】

(実施例2)

実施例1と同様にして、乾燥機で 160 で1時間乾燥させた厚さ $100\ \mu\text{m}$ のPEN樹脂からなるプラスチックフィルム基材を透明フィルム基材110の両方の面に、それぞれ、無機化合物層120、127、アクリレートを含む有機化合物層130を形成し、このガスバリア性フィルムの片面に、膜厚 $150\ \text{nm}$ のITO膜を、圧力勾配型プラズマガンを用いた反応性イオンプレーティング法(パワー： $3.7\ \text{kW}$ 、酸素分圧： 60% 、成膜圧力： $0.3\ \text{Pa}$)により形成した。

その後、ITO膜面をXRDにて測定したところ、(222)面に相当するピークの積分強度Aと(211)面に相当するピークの積分強度Bとの積分強度比A/Bは 8.46 50

であった。

(222)面に相当するピークの積分強度Aと(400)面に相当するピークの積分強度Cとの積分強度比A/Cは0.92であった。

また、(222)面に相当する2θピークの半価幅は0.987、(400)面に相当する2θピークの半価幅は1.113であった。

また、溶解速度は、75nm/minであった。

これ以外は、実施例1に準拠した。

そして、実施例1に準拠して有機EL素子からなる表示部を作製し、発光輝度が初期値の半分になるまでの時間を有効寿命とし計測したところ、60000hrであった。

【0031】

10

(実施例3)

実施例1と同様にして、乾燥機で160℃で1時間乾燥させた厚さ100μmのPEN樹脂からなるプラスチックフィルム基材を透明フィルム基材110の両方の面に、それぞれ、無機化合物層120、アクリレートを含む有機化合物層130を形成し、このガスバリア性フィルムの片面に、膜厚220nmのITO膜を、スパッタ法(Ar:180sccm、酸素:1.5sccm、スパッタパワー:2.5kW、成膜圧力:1.7Pa)により形成した。

その後、ITO膜面をXRDにて測定したところ、(222)面に相当するピークの積分強度Aと(211)面に相当するピークの積分強度Bとの積分強度比A/Bは6.39であった。

20

(222)面に相当するピークの積分強度Aと(400)面に相当するピークの積分強度Cとの積分強度比A/Cは2.97であった。

また、(222)面に相当する2θピークの半価幅は0.999、(400)面に相当する2θピークの半価幅は0.980であった。

また、溶解速度は、150nm/minであった。

これ以外は、実施例1に準拠した。

そして、実施例1に準拠して有機EL素子からなる表示部を作製し、発光輝度が初期値の半分になるまでの時間を有効寿命とし計測したところ、30000hrであった。

【0032】

30

(比較例1)

実施例1と同様にして、乾燥機で160℃で1時間乾燥させた厚さ100μmのPEN樹脂からなるプラスチックフィルム基材を透明フィルム基材の両方の面に、それぞれ、無機化合物層アクリレートからなる有機化合物層を形成し、このガスバリア性フィルムの片面に、膜厚100nmのITO膜を、スパッタ法(Ar:90sccm、酸素:1.5sccm、スパッタパワー:2.5kw、成膜圧力:1.7Pa)により形成した。

ITO膜の結晶性をXRDにて測定したところ、

その後、ITO膜面をXRDにて測定したところ、(222)面に相当するピークの積分強度Aと(211)面に相当するピークの積分強度Bとの積分強度比A/Bは2.92であった。

(222)面に相当するピークの積分強度Aと(400)面に相当するピークの積分強度Cとの積分強度比A/Cは3.35であった。

40

また、(222)面に相当する2θピークの半価幅は1.324、(400)面に相当する2θピークの半価幅は2.330であった。

また、溶解速度は、210nm/minであった。

これ以外は、実施例1に準拠した。

そして、実施例1に準拠して有機EL素子からなる表示部を作製し、発光輝度が初期値の半分になるまでの時間を有効寿命とし計測したところ、2000hrであった。

【0033】

結局、実施例1～実施例3のフレキシブル透明電極基板(図1(a)の100に相当)は、それぞれ、これらを用いた表示部の有効寿命が100000hr、60000hr、

50

30000hrで、実用レベルの有効寿命が10000hrをクリアするもので、且つ、フレキシブル透明電極基板のITO膜140にクラック発生の無いものであり、また、有効寿命測定後に表示部を丸めようとした場合の強度の面でも問題なく、十分実用レベルであった。

これに対し、比較例1は、有効寿命において実用レベルでない。

【図面の簡単な説明】

【0034】

【図1】図1(a)は本発明のフレキシブル透明電極基板の実施の形態例の1断面図で、図1(b)は図1(a)に示すフレキシブル透明電極基板を用いた有機EL素子からなる表示部の断面構造を概略的に示した断面図である。

10

【図2】図1(a)に示す本発明のフレキシブル透明電極基板の実施の形態例の変形例の1断面図である。

【符号の説明】

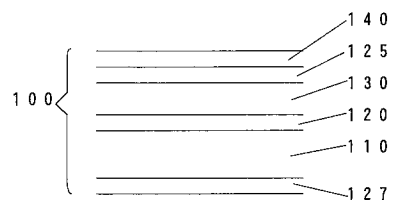
【0035】

100	フレキシブル透明電極基板
110	透明フィルム基材
120、125、127	無機化合物層
130	有機化合物層
140	ITO層(電極層あるいは陽極電極層とも言う)
150	有機EL層(有機EL発光層とも言う)
160	陰極電極層
200	フレキシブル透明電極基板
210	透明フィルム基材
220、225、227	無機化合物層
230、235	有機化合物層
240	ITO層(電極層あるいは陽極電極とも言う)

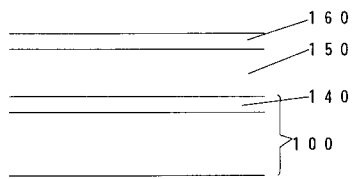
20

【図 1】

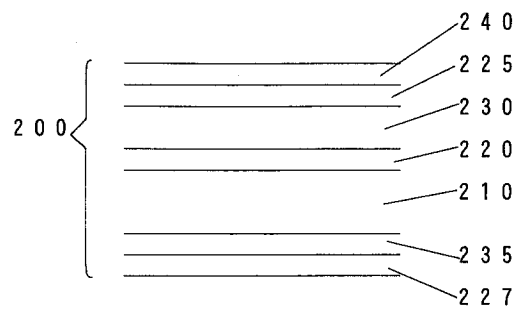
(a)



(b)



【図 2】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. F I テーマコード (参考)
C 2 3 C 14/08 (2006.01) C 2 3 C 14/08 D

F ターム (参考) 4F100 AA02A AA02D AA19A AA20A AA25A AA28A AA33B AD05A AD08A AH00D
AK01A AK25D AK42 BA02 BA03 BA04 BA07 BA10A BA10C GB41
JD04 JG00C JK13A JK15B JN01A YY00 YY00B
4K029 AA11 AA24 BA41 BA45 BB02 BB07 BD00 BD01 CA04 CA06
EA03
5G307 FA02 FB01 FC02 FC04

专利名称(译)	柔性透明电极基板和有机EL显示装置		
公开(公告)号	JP2006310070A	公开(公告)日	2006-11-09
申请号	JP2005130846	申请日	2005-04-28
[标]申请(专利权)人(译)	大日本印刷有限公司		
申请(专利权)人(译)	大日本印刷有限公司		
[标]发明人	岸本好弘		
发明人	岸本 好弘		
IPC分类号	H05B33/28 B32B9/00 H05B33/02 H01L51/50 H01B5/14 C23C14/08		
FI分类号	H05B33/28 B32B9/00.A H05B33/02 H05B33/14.A H01B5/14.A C23C14/08.D		
F-TERM分类号	3K007/AB13 3K007/AB15 3K007/BA07 3K007/CA06 3K007/CB01 3K007/DB03 3K007/FA01 4F100/AA02A 4F100/AA02D 4F100/AA19A 4F100/AA20A 4F100/AA25A 4F100/AA28A 4F100/AA33B 4F100/AD05A 4F100/AD08A 4F100/AH00D 4F100/AK01A 4F100/AK25D 4F100/AK42 4F100/BA02 4F100/BA03 4F100/BA04 4F100/BA07 4F100/BA10A 4F100/BA10C 4F100/GB41 4F100/JD04 4F100/JG00C 4F100/JK13A 4F100/JK15B 4F100/JN01A 4F100/YY00 4F100/YY00B 4K029/AA11 4K029/AA24 4K029/BA41 4K029/BA45 4K029/BB02 4K029/BB07 4K029/BD00 4K029/BD01 4K029/CA04 4K029/CA06 4K029/EA03 5G307/FA02 5G307/FB01 5G307/FC02 5G307/FC04 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC21 3K107/CC23 3K107/DD17 3K107/DD18 3K107/DD19 3K107/DD22 3K107/DD27 3K107/DD46 3K107/DD46X 3K107/DD46Y 3K107/FF00 3K107/FF08 3K107/FF16 3K107/FF17 3K107/GG04 3K107/GG28 3K107/GG56		
代理人(译)	金山 聡		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：提供一种用于有机EL显示器的基板，当用于有机EL显示器中时，该基板可以具有足够长的元件寿命，同时充分满足基板的柔性，基板的耐久性和强度。要做。特别地，本发明提供了一种用于有机EL显示装置的基板，其中，ITO膜的质量得以改善，并且装置的寿命可以超过100,000小时。提供一种挠性透明电极基板，该挠性透明电极基板具有在透明挠性基板上形成的ITO电极层，且水蒸气透过率为 $1 \times 10^{-2} \text{g/m}^2/\text{天}$ 以下。在X射线衍射法中，ITO层具有与(222)面相对应的2θ峰的积分强度A与与(211)面对应的2θ峰的积分强度B的积分强度比A/B为3.0以上。并且，对应于(222)面的2θ峰的积分强度A与对应于(400)面的2θ峰的积分强度C之间的积分强度比A/C小于3。[选择图]无

				特開2006- (P2006-3 (43) 公開日 平成18年11月9日(2006.11.09)	
(51) Int. Cl.		F I		テーマコード (参)	
H05B 33/28 (2006.01)		H05B 33/28		3K007	
B32B 9/00 (2006.01)		B32B 9/00	A	4F100	
H05B 33/02 (2006.01)		H05B 33/02		4K029	
H01L 51/50 (2006.01)		H05B 33/14	A	5G307	
H01B 5/14 (2006.01)		H01B 5/14	A		
審査請求 未請求 請求項の数 14 O L (全 18 頁) 最終]					
(21) 出願番号	特願2005-130846 (P2005-130846)	(71) 出願人	000002897		
(22) 出願日	平成17年4月28日 (2005. 4. 28)		大日本印刷株式会社		
			東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番		
		(74) 代理人	100111659		
			弁理士 金山 聡		
		(72) 発明者	岸本 好弘		
			東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番		
			大日本印刷株式会社内		
		Fターム(参考)	3K007 AB13 AB15 BA07 CA06 DB03 FA01		