

(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2009-259788

(P2009-259788A)

(43) 公開日 平成21年11月5日(2009.11.5)

(51) Int.Cl.	F I	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 3 O L (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2009-56448 (P2009-56448)	(71) 出願人	000003067
(22) 出願日	平成21年3月10日 (2009. 3. 10)		T D K株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2008-74079 (P2008-74079)		東京都中央区日本橋一丁目13番1号
(32) 優先日	平成20年3月21日 (2008. 3. 21)	(74) 代理人	100088155
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 長谷川 芳樹
		(74) 代理人	100113435
			弁理士 黒木 義樹
		(74) 代理人	100124062
			弁理士 三上 敬史
		(74) 代理人	100145012
			弁理士 石坂 泰紀
		(72) 発明者	天野 一
			東京都中央区日本橋一丁目13番1号 T
			D K株式会社内

最終頁に続く

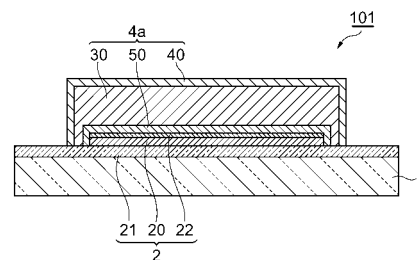
(54) 【発明の名称】 表示装置

(57) 【要約】

【課題】有機E L素子を有する表示装置において、有機E L素子への水分の浸入を十分に抑制すること。

【解決手段】基板1と、基板1上に形成された有機E L素子2と、有機E L素子2上に形成された防湿部4aとを備え、防湿部4aが、ポリシラザン膜30と、無機材料を含む保護膜40とを有し、ポリシラザン膜30が有機E L素子2と保護膜40との間に配置されている表示装置101。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基板と、該基板上に形成された有機 E L 素子と、該有機 E L 素子上に形成された防湿部とを備え、

前記防湿部が、ポリシラザン膜と、無機材料を含む保護膜とを有し、前記ポリシラザン膜が前記有機 E L 素子と前記保護膜との間に配置されている表示装置。

【請求項 2】

前記防湿部が複数の前記ポリシラザン膜及び複数の前記保護膜を有し、それらが交互に積層されている、請求項 1 に記載の表示装置。

【請求項 3】

前記ポリシラザン膜の硬化率が 50% 以下である、請求項 1 または 2 に記載の表示装置

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機 E L 素子を備える表示装置に関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、有機 E L パネルにおいては、有機 E L 素子の発光層への水分の侵入を防止するための保護膜としてセラミック膜が形成される。このセラミック膜は、CVD、PVD、及び ALD のような真空成膜法により成膜された SiO_2 膜や SiN 膜、 SiON 膜、 Al_2O_3 膜などが一般的である。

【0003】

一方、発光ディスプレイの高寿命化のために、発光ディスプレイの対向電極及び発光材料をポリシラザンで被覆する方法が提案されている（特許文献 1）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開平 11 - 54266 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかし、有機 E L 素子の発光層のような水分の影響を受け易い被保護物を有する表示装置の場合、セラミック膜等の従来の保護膜では防湿効果が必ずしも十分ではなく、防湿効果の更なる向上が求められている。

【0006】

そこで、本発明は、有機 E L 素子を有する表示装置において、有機 E L 素子への水分の浸入を十分に抑制することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

上記課題を解決すべく鋭意検討の結果、本発明者らは、ポリシラザン膜と無機材料を含む保護膜との組み合わせを採用し、その上でポリシラザン膜を有機 E L 素子と保護膜との間に配置することにより、有機 E L 素子への水分の浸入が著しく抑制されることを見出し、係る知見に基づいて本発明を完成させた。

【0008】

すなわち、本発明は、基板と、該基板上に形成された有機 E L 素子と、該有機 E L 素子上に形成された防湿部とを備え、防湿部が、ポリシラザン膜と、無機材料を含む保護膜とを有し、ポリシラザン膜が有機 E L 素子と保護膜との間に配置されている表示装置である。

【0009】

上記本発明に係る表示装置によれば、有機 E L 素子への水分の浸入を十分に抑制するこ

10

20

30

40

50

とが可能である。一般に防湿膜として用いられている、無機材料を含む保護膜においては、ピンホールのような欠陥部分を完全に排除することは困難であり、この欠陥部分から微量の水分が保護膜の内側に侵入する場合があると考えられる。しかし、上記本発明に係る表示装置の場合、有機EL素子と保護膜との間にポリシラザン膜を配置しているため、保護膜の内側に侵入した水分はポリシラザン膜によって捕捉される。その結果、十分な防湿効果が得ることが可能になったと考えられる。

【0010】

防湿部は複数のポリシラザン膜及び複数の保護膜を有し、それらが交互に積層されていてもよい。これにより一層高いレベルの防湿効果を容易に得ることができる。

【0011】

ポリシラザン膜の硬化率は、50%以下であることが好ましい。これにより特に高いレベルの防湿効果を得ることができる。

【発明の効果】

【0012】

本発明によれば、水分の影響により劣化する有機EL素子への水分の浸入が十分に抑制される。そのため、表示装置の長寿命化が図られる。例えば有機EL素子を有する表示装置の吸湿による発光面積の低下が十分に抑制される。

【0013】

また、真空成膜された従来のセラミック膜を厚膜化して防湿効果の向上を図ると、成膜に要する時間が長くなって生産効率が低下するが、本発明によれば高い生産効率を維持しつつ高い防湿効果を得ることが可能である。

【0014】

更に、ポリシラザン膜は適度な可撓性を有しており、CaO膜のような吸湿機能を有する他の膜と比較して割れが発生し難いという利点もある。従って、保護膜の割れを防止することができるのでポリシラザン膜は有効である。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図2】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図3】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図4】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図5】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図6】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図7】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図8】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図9】試験用サンプルを示す断面図である。

【図10】水分の透過率を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。

【図11】水分の透過率を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。

【図12】Si-N結合残存率を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。

【図13】比較のために作製した表示装置を示す断面図である。

【図14】発光面積を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。

【図15】試験用に作製した積層体を示す断面図である。

【図16】水分の透過率を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。

【図17】表示装置の一実施形態を示す平面図である。

【図18】表示装置の一実施形態を示す平面図である。

【図19】比較用の表示装置を示す断面図である。

【図20】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図21】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図22】表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【図23】比較用の表示装置を示す断面図である。

10

20

30

40

50

【図 2 4】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 2 5】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 2 6】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 2 7】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 2 8】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 2 9】輝度を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 3 0】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 3 1】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 3 2】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 3 3】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 3 4】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 3 5】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 3 6】発光面積比を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。
 【図 3 7】3 0 0 時間経過後の発光面積比と硬化率との関係を示すグラフである。
 【発明を実施するための形態】

10

【0 0 1 6】

以下、本発明の好適な実施形態について、図面を参照しながら詳細に説明する。ただし、本発明は以下の実施形態に限定されるものではない。重複する説明については適宜省略される。

20

【0 0 1 7】

図 1、2、3、4、5、6、7 及び 8 は、それぞれ、表示装置の一実施形態を示す断面図である。

【0 0 1 8】

図 1 に示す表示装置 1 0 1 は、基板 1 と、基板 1 上に設けられた有機 E L 素子 2 と、有機 E L 素子 2 の基板 1 とは反対側に設けられた防湿部 4 a とを備えるパッシブ駆動タイプの有機 E L パネルである。防湿部 4 a は、内部保護膜 5 0 と、ポリシラザン膜 3 0 と、保護膜 4 0 とを有しており、これらは有機 E L 素子 2 側からこの順に積層されている。

【0 0 1 9】

有機 E L 素子 2 は、基板 1 に隣接して設けられた下部電極 2 1 と、下部電極 2 1 上に設けられた発光層 2 0 と、発光層 2 0 を間に挟んで下部電極 2 1 と対向配置された上部電極 2 2 とを有する。発光層 2 0 は防湿部 4 a の内側に設けられている。ポリシラザン膜 3 0 は、有機 E L 素子 2 と保護膜 4 0 との間に配置されている。発光層 2 0 は、内部保護膜 5 0、ポリシラザン膜 3 0 及び保護膜 4 0 から構成される防湿部 4 a によって、上部電極 2 2 とともに封止されている。言い換えると、発光層 2 0 は、防湿部 4 a、基板 1 及び下部電極 2 1 によって密閉された空間内に配置されている。

30

【0 0 2 0】

基板 1 としては、例えばガラス基板が用いられる。有機 E L 素子 2 を構成する下部電極 2 1、発光層 3 0 及び上部電極 2 2 については特に制限はなく、有機 E L 素子の分野で通常用いられているものから適宜選択される。

【0 0 2 1】

ポリシラザン膜 3 0 は、例えば下記式：

- (S i H ₂ N H) -

で表される繰り返し単位を有するポリシラザンから形成された膜である。ポリシラザンは、下記反応によって水と反応してシリカ (S i O ₂) を生成する。この反応により、ポリシラザン膜 3 0 は水分を吸収する機能を発揮する。

- (S i H ₂ N H) - + 2 H ₂ O → S i O ₂ + N H ₃

【0 0 2 2】

なお、ポリシラザン膜 3 0 を構成するポリシラザンは上記繰り返し単位を有するものに限られるものではなく、水分を吸収する機能を持つものであれば他の繰り返し単位を有するものであっても構わない。例えば、- (S i H ₂ N H) -、- (S i R H N H) -、-

50

(SiR_2NH) - 、及び - (SiBNH) - (式中の R はメチル基、エチル基などの炭化水素であり、B はホウ素原子である。) から選ばれる少なくとも 1 つの繰り返し単位を有するポリシラザンであれば、同様な効果を発揮する。

【 0 0 2 3 】

ポリシラザン膜 3 0 は上記反応により生成するシリカを含んでいる場合がある。ポリシラザン膜 3 0 において、ポリシラザンが有する上記繰り返し単位のうちシリカに転化したものの割合 (硬化率) が低いほうが、より高い防湿効果が得られる傾向にある。具体的には、ポリシラザン膜 3 0 の硬化率は 5 0 % 以下であることが好ましく、3 0 % 以下であることがより好ましく、2 0 % 以下であることがさらに好ましい。後述の実施形態に係る表示装置のように、表示装置が複数のポリシラザン膜を有する場合、複数のポリシラザン膜のうち少なくとも一つポリシラザン膜の硬化率が、より望ましくは全てのポリシラザン膜の硬化率が、上記の範囲内にあることが好ましい。

10

【 0 0 2 4 】

ポリシラザンの硬化率は、FT - IR により観測される、 $\text{Si} - \text{O}$ 結合に基づくシグナルの強度に基づいて決定することができる。完全未硬化のポリシラザンを FT - IR で測定すると、 $\text{Si} - \text{O}$ 結合の吸収ピーク (1068 cm^{-1}) は存在せず、 $\text{Si} - \text{N}$ 結合 (831 cm^{-1}) および $\text{Si} - \text{H}$ 結合 (2169 cm^{-1}) が確認される。恒温恒湿槽などで大気中加熱、もしくは高湿下で加熱することによりポリシラザンの硬化が進行する。FT - IR で経時測定を行った場合、ポリシラザンの硬化進行にともない、 $\text{Si} - \text{O}$ 結合の吸収ピークが大きくなり、 $\text{Si} - \text{N}$ 結合および $\text{Si} - \text{H}$ 結合のピークが小さくなる。そしてポリシラザンが完全に硬化すると、 $\text{Si} - \text{O}$ 結合の吸収ピークが飽和し、 $\text{Si} - \text{H}$ および $\text{Si} - \text{N}$ 結合の吸収ピークが消える。

20

【 0 0 2 5 】

この現象に基づいて、硬化率の規定は以下の手順で行った。

最初に、 Si 基板上にポリシラザンをスピンコートで規定膜厚 (400 nm 、 600 nm 、又は 1000 nm) で形成した。そして、このサンプルを完全硬化 (85°C 、 85% の恒温恒湿環境で 2 4 時間貯蔵し、更に恒温槽にて 120°C で 6 時間維持) させた後、このサンプルを FT - IR (島津製作所 FTIR-8300) で測定して、ポリシラザンの $\text{Si} - \text{O}$ の吸収ピーク値を取得した。そして、この時の吸収ピーク値を硬化率 1 0 0 % 時の吸収ピーク値と設定した。また、同様に Si 基板上に規定膜厚の 2 0 %、4 0 %、6 0 %、又は 8 0 % の膜厚でポリシラザン膜を形成し、上記と同様の処理を行い、それぞれの $\text{Si} - \text{O}$ の吸収ピーク値を硬化率 2 0 %、4 0 %、6 0 %、又は 8 0 % の吸収ピーク値と設定した。そして、これらの測定点をプロットしたものを硬化率のテーブルとした。

30

【 0 0 2 6 】

初期の硬化率を振る実験の際は、実験品 (もしくは製品) のポリシラザン成膜時に、 Si 基板上に同一膜厚のポリシラザン膜を形成し、実験品 (もしくは製品) と同一の硬化処理を行った後に FT - IR で $\text{Si} - \text{O}$ 吸収ピーク値を測定して、上記テーブルから硬化率を求めた。

【 0 0 2 7 】

ポリシラザン膜 3 0 の厚さは、 $100 \sim 2000\text{ nm}$ であることが好ましい。保護膜 4 0 を透過した微量の水分のみがポリシラザン膜 3 0 に達するため、ポリシラザン膜 3 0 が薄くても十分な防湿効果が達成され得る。

40

【 0 0 2 8 】

ポリシラザン膜 3 0 は、例えば、ポリシラザン及びこれを溶解する溶媒を含有する溶液の層をスプレーコートやスピンコートにより形成し、そこから溶媒を除去する方法により形成することができる。

【 0 0 2 9 】

保護膜 4 0 は、無機材料から構成される膜であり、ポリシラザン膜 3 0 よりも低い水分透過率を有する。保護膜 4 0 はセラミック膜又は金属膜であることが好ましい。より具体的には、保護膜 4 0 は、酸化アルミニウム、窒化アルミニウム、炭化アルミニウム、酸化

50

珪素、窒化珪素、炭化珪素、酸化タンタル、酸化錫、酸化インジウム、酸化ゲルマニウム、酸化タングステン、金、白金、タングステン及びタンタルからなる群より選ばれる少なくとも１種の無機材料を含むことが好ましい。

【００３０】

保護膜４０は、スパッタ、イオンプレーティング、ＣＶＤ、及びＡＬＤのような真空成膜法により形成された膜であることが好ましい。真空成膜法により形成された保護膜４０とその内側に配置されたポリシラザン膜３０とを組み合わせることにより、相乗的により一層顕著な防湿効果が得られる。真空成膜された保護膜４０は、単独でもある程度は良好な防湿効果を発揮するものの、必ずしも満足できるレベルではない。これは、保護膜４０中にわずかに存在する微小な欠陥部分から水分が局所的に侵入して、ダークスポットや素子シュリンクなどの表示不良が発生するためであると考えられる。一方、ポリシラザン膜３０よりも外側に保護膜４０が配置されていない場合、ポリシラザン膜３０が高濃度の水分に晒されてシリカへの転化が進行し、短時間でその吸水機能が失われる。これに対して、本実施形態に係る表示装置１０１においては、保護膜４０の欠陥部分から侵入した微量の水分のみがポリシラザン膜３０によって捕捉されるため、ポリシラザン膜３０の吸湿機能が維持される。その結果、発光層２０への水分の侵入が長期間にわたって十分に抑制されることが考えられる。

10

【００３１】

発光層２０及び上部電極２２を覆う内部保護膜５０も、保護膜４０と同様に無機材料を含む膜であり、通常、保護膜４０と同様の材料及び方法により形成される。内部保護膜５０を設けることにより、ポリシラザン膜３０を形成する際に発光層２０及び上部電極２２が溶媒によって損傷することが防止される。ただし、内部保護膜５０は必ずしも設けられていなくてもよい。

20

【００３２】

図２に示す表示装置１０１も、基板１と、基板１上に設けられた有機ＥＬ素子２と、有機ＥＬ素子２の基板１とは反対側に設けられた防湿部４ａとを備える。防湿部４ａは、ポリシラザン膜３０と、保護膜４０とを有しており、これらは有機ＥＬ素子２側からこの順に積層されている。

【００３３】

図２の表示装置１０１の有機ＥＬ素子２は、基板１の一方向上に設けられた下部電極２１と、下部電極２１上に設けられた発光層２０と、発光層２０を間に挟んで下部電極２１と対向配置された上部電極２２と、下部電極２１上に設けられた、発光層２０及び上部電極２２を複数の領域に分画するエッジカバー２５と、エッジカバー２５上に設けられた素子分離部２６とを有する。発光層２０は防湿部４ａの内側に設けられている。ポリシラザン膜３０は、有機ＥＬ素子２と保護膜４０との間に配置されている。このポリシラザン膜３０が形成される際、溶液に含まれたポリシラザンが素子分離部２６の根元にまで浸入するので、素子分離部２６の全体を完全に覆うことができる。発光層２０は、内部保護膜５０、ポリシラザン膜３０及び保護膜４０から構成される防湿部４ａによって、上部電極２２、エッジカバー２５及び素子分離部２６とともに封止されている。

30

【００３４】

図３に示す表示装置１０１のように、ポリシラザン膜３０の内側に、発光層２０、上部電極２２、エッジカバー２５及び素子分離部２６を覆う内部保護膜５０が設けられていてもよい。

40

【００３５】

図４に示す表示装置１０１の防湿膜４ａは、保護膜４０の外側に順に積層された第２のポリシラザン膜３１及び第２の保護膜４１を更に有する。このようにポリシラザン膜と無機材料を含む保護膜との組合せを複数組積層することにより、より一層高いレベルの防湿効果を容易に得ることができる。

【００３６】

図５に示す表示装置１０１は、基板１と、基板１上の一方向上に設けられた複数のＴＦ

50

T 5 と、T F T 5 を覆う層間絶縁膜 7 と、層間絶縁膜 7 上に設けられた有機 E L 素子 2 と、有機 E L 素子 2 の基板 1 とは反対側の面及び側面を覆う防湿部 4 a とを備えるアクティブ駆動タイプの有機 E L パネルである。

【 0 0 3 7 】

図 6 に示す表示装置 1 0 1 のように、ポリシラザン膜 3 0 の内側に、層間絶縁膜 7 及び有機 E L 素子 2 を覆う内部保護膜 5 0 が更に設けられていてもよい。

【 0 0 3 8 】

図 7 に示す表示装置 1 0 1 は、基板 1 と、基板 1 上に設けられた有機 E L 素子 2 と、有機 E L 素子 2 の基板 1 とは反対側に設けられた防湿部 4 a と、有機 E L 素子 2 と基板 1 との間に設けられた第 2 の防湿部 4 b とを備えるパッシブ駆動タイプの有機 E L パネルである。有機 E L 素子 2 の発光層 2 0 は、防湿部 4 a 、防湿部 4 b 及び下部電極 2 1 によって密閉された空間内に配置されている。

10

【 0 0 3 9 】

防湿部 4 a は図 2 の実施形態と同様の構成を有する。防湿部 4 b は、ポリシラザン膜 3 5 と、無機材料を含む基板 1 側の保護膜 4 5 とを有しており、これらは有機 E L 素子 2 からこの順に積層されている。ポリシラザン膜 3 5 は、発光層 2 0 と保護膜 4 5 との間に配置されている。基板 1 がポリカーボネート基板等の樹脂基板である場合、基板 1 側から水分が浸入し易いため、本実施形態のように被保護物と基板との側に防湿部を設けることが特に有効である。

【 0 0 4 0 】

20

図 8 に示す表示装置 1 0 1 のように、防湿部 4 b が、有機 E L 素子 2 とポリシラザン膜 3 0 との間に設けられた、無機材料を含む基板側の内部保護膜 5 5 を更に有していてもよい。

【 0 0 4 1 】

以下、本発明による防湿効果を検証する実験を行った結果について説明する。

【 0 0 4 2 】

図 9 に示すように、ガラス基板 1 上に蒸着によりカルシウム膜 6 1 (2 0 n m 厚) 及びマグネシウム膜 6 2 (2 0 n m 厚) を形成し、その上に各種の積層構造を形成して、試験用サンプルを準備した。図 9 の (a) はスパッタによって成膜した酸化珪素膜 4 0 (3 0 n m 厚) のみを形成し、(b) はポリシラザン膜 3 0 (5 0 0 n m 厚) のみを形成し、(c) は酸化珪素膜 4 0 (3 0 n m 厚) 及びポリシラザン膜 3 0 (5 0 0 n m) をマグネシウム膜 6 2 側からこの順に形成し、(d) はポリシラザン膜 3 0 (5 0 0 n m) 及び酸化珪素膜 4 0 (3 0 n m 厚) をマグネシウム膜 6 2 側からこの順に形成した試験用サンプルの積層構造を示す。ポリシラザン膜 3 0 は、A Z エレクトロニックマテリアル株式会社の「アクアミカ N P 1 1 0 - 2 0 」(パーヒドロポリシラザン) を用いて形成した。

30

【 0 0 4 3 】

準備した試験用サンプルを、温度 8 5 、湿度 8 5 % の環境下に貯蔵し、カルシウム膜 6 1 及びマグネシウム膜 6 2 まで浸透した水分の透過率の経時変化を測定した。水分の透過率は、カルシウム膜 6 1 及びマグネシウム膜 6 2 が吸湿により透明化する性質に基づいて求めた。

40

【 0 0 4 4 】

図 1 0 は、水分の透過率を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。図 1 0 のグラフにおいて、(a)、(b)、(c) 及び (d) は、図 9 の (a)、(b)、(c) 及び (d) の積層構造にそれぞれ対応する。図 1 0 に示されるように、ポリシラザン膜 3 0 及び酸化珪素膜 4 0 を両方有し、ポリシラザン膜 3 0 が内側に配置されている (d) は長時間にわたって水分の透過が十分に抑制された。

【 0 0 4 5 】

更に、図 9 の (d) と同様の積層構造を有し、ポリシラザン膜の厚さが 6 0 0 n m 、酸化珪素膜を 2 0 n m 、3 0 n m 、6 0 n m 又は 1 2 0 n m である試験用サンプルを準備した。これら試験用サンプルについて上記と同様に水分の透過率の経時変化を測定したとこ

50

ろ、透過率の明らかな上昇が認められるまでの時間（防湿寿命）は、酸化珪素膜が 20 nm のとき約 120 時間、30 nm のとき約 250 時間、60 nm のとき約 400 時間、120 nm のとき約 640 時間であった。図 9 の（a）、すなわちスパッタによる酸化珪素膜単独の場合の防湿寿命は 0.5 時間未満であった。この結果、ポリシラザン膜及び酸化珪素膜を内側から順に積層した構成を採用することにより、酸化珪素膜が 20 nm のときに約 120 時間の防湿寿命が達成され、酸化珪素膜単独の場合の 0.5 時間未満と比較して防湿寿命が 200 倍以上にまで延びることが確認された。

【0046】

また、図 9 の（a）と同様の積層構成を有し、酸化珪素膜 40 を CVD により 2000 nm の厚さで成膜した試験用サンプルの防湿寿命は約 60 時間であった。この結果から、無機材料の保護膜の厚さを極端に厚くすればそれ単独でも防湿寿命がある程度向上するものの、ポリシラザン膜及び無機材料の保護膜を組み合わせた図 9 の（d）の積層構成と比較すればまだ劣っていることが確認された。

【0047】

図 9 の（d）と同様の積層構成を有し、ポリシラザン膜の硬化率（シリカへの転化率）が 0%、20%、60%、80% 又は 95% である試験用サンプルを準備した。ポリシラザン膜が 20 ~ 95% の硬化率で硬化したサンプルは、140 の恒温槽内で所定時間加熱することにより準備した。ポリシラザンの硬化率は、FT-IR により観測される、Si-O 結合に基づくシグナルの強度に基づいて決定した。

【0048】

準備した試験用サンプルについて、上述と同様に水分の透過率の経時変化を測定した。図 11 は、水分の透過率を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。図 11 に示されるように、硬化率が低いほど防湿寿命が長くなる傾向が確認された。

【0049】

シリコン基板上に、ポリシラザン膜（350 nm 厚）、及びスパッタにより成膜された酸化珪素膜（30 nm 厚）の組合せから構成される積層構成を、1 組、2 組又は 3 組形成した試験用サンプルを準備した。

【0050】

準備した試験用サンプルを温度 85、湿度 85% の環境下に貯蔵した。その際、最下層のポリシラザン膜における Si-N 結合に由来するシグナルの強度の、シリカへの転化が全く進行していないと仮定したときの強度に対する比率（Si-N 結合残存率）の経時変化を FT-IR によって測定した。ポリシラザンが水分と反応してシリカに転化する際に Si-N 結合が切れることから、Si-N 結合残存率は、ポリシラザンのうちシリカに転化していない部分の比率に対応する。Si-N 結合残存率が 0% になるまでの時間を防湿寿命とみなすことができる。

【0051】

図 12 は、Si-N 結合残存率を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。図 12 に示されるように、積層回数を増やすことにより、Si-N 結合残存率の低下が長時間にわたって高く維持される傾向、すなわち防湿効果が向上する傾向が認められた。防湿寿命は「1 組」の場合に約 500 時間であり、「2 組」では 1300 時間まで延びた。更に、「3 組」の試験用サンプルは、1500 時間でも 50% 以上の Si-N 結合残存率を維持していることから、その防湿寿命は 3000 時間程度にまで達すると推定される。これを温度 25、湿度 50% の環境下での防湿寿命に換算すると約 8000 時間となる。

【0052】

図 1 と同様の構成を有し、下部電極が ITO 膜、上部電極がアルミニウム膜であり表示面積が 4.00 mm² である表示装置を作製し、その発光面積の変化を評価した。内部保護膜及び保護膜はスパッタによる酸化珪素膜（60 nm 厚）とした。ポリシラザン膜の厚さが 100 nm の「サンプル # 1」と 600 nm の「サンプル # 2」の 2 種の表示装置を作製した。また、比較のため、図 13 に示す表示装置 101 のように、保護膜を形成せず、600 nm 厚のポリシラザン膜が最外層に位置する表示装置を「サンプル # 3」として

10

20

30

40

50

作製した。

【 0 0 5 3 】

作製した表示装置を温度 6 0 、湿度 9 5 % の環境下に貯蔵し、発光面積の経時変化を測定した。図 1 4 は、発光面積を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。図 1 4 に示されるように、ポリシラザン膜の外側に保護膜が形成されていないサンプル # 3 ではダークスポットが発生して短時間で表示面積が急激に減少したのに対して、サンプル # 1、# 2 では表示面積が長時間にわたって高いレベルに維持された。サンプル # 2 では 5 7 0 時間（常温、常湿度に換算して 1 0 0 0 0 時間強）経過後も初期の 8 0 % 以上の表示面積を維持した。

【 0 0 5 4 】

基板として樹脂基板を用いた場合の防湿効果を検証するため、図 1 5 に示す積層構成を有する積層体を作製した。図 1 5 (a) の積層体は、ポリカーボネート基板 1 (0 . 1 2 mm 厚)、基板側の酸化珪素膜 4 5 (6 0 nm 厚)、基板側のポリシラザン膜 3 5 (6 0 0 nm 厚)、酸化珪素膜 5 5 (6 0 nm 厚)、試験用金属膜 6 0、酸化珪素膜 5 0、ポリシラザン膜 3 0、酸化珪素膜 4 0 (6 0 nm 厚)、第 2 のポリシラザン膜 3 1 (6 0 0 nm 厚)、及び第 2 の酸化珪素膜 4 1 (6 0 nm 厚) がこの順で積層された積層構成を有する。図 1 5 (b) の積層体は、基板側のポリシラザン膜 3 5 が無いことの他は (a) と同様の積層構成を有する。各酸化珪素膜はスパッタにより成膜した。図 1 5 (c) の積層体は、基板側の酸化珪素膜 4 5、ポリシラザン膜 3 5、及び酸化珪素膜 5 5 が無いことの他は (a) と同様の積層構成を有する。各酸化珪素膜はスパッタにより成膜した。試験用金属膜 6 0 は、カルシウム膜 (2 0 nm 厚) 及びマグネシウム膜 (3 0 nm 厚) から構成される。

【 0 0 5 5 】

得られた積層体を、温度 8 5 、湿度 8 5 % の環境下に貯蔵し、そのときの水分の透過率の経時変化を測定した。透過率は、試験用金属膜 6 0 が吸湿により透明化する性質に基づいて決定した。図 1 6 は、水分の透過率を貯蔵時間に対してプロットしたグラフである。ポリカーボネート基板 1 側にポリシラザン膜及び酸化珪素膜を設けた (a) では、長時間にわたって低い透過率が維持されており、ポリシラザン膜及び酸化珪素膜によって基板側からの水分の侵入が十分に抑制されることが確認された。

【 0 0 5 6 】

以下、本発明による表示装置の長寿命化の効果の検証を行った実験の結果について説明する。

【 0 0 5 7 】

1 . 防湿部の積層構成検討

表示装置の作製

図 1 7 ~ 2 3 に示される試験用の表示装置 (1 2 0 × 3 2 ドット、ドットサイズ設計値 (レジスト開口部) : 2 0 0 μ m × 2 0 0 μ m のパッシブパネル) を下記の手順で作製した。図 1 7 は集積面側から見た表示装置の平面図であり、図 1 8 は発光面側から見た表示装置の平面図である。図 1 7、1 8 に示す表示装置 1 0 1 は、パネル発光部 3 とこれを封止するパネル封止部 6 とを有する。

1) ガラス基板上に I T O 膜 (厚さ 1 0 0 nm) を成膜し、これをパターニングして下部電極 (陽極) を形成する。

2) パターニングされた I T O 膜上に、フォトリソストを用いた方法によりエッジカバーと素子分離部を形成し、その後、白色の発光層及び上部電極 (陰極) としての A 1 膜を形成させる。

3) その後、図 1 9 ~ 2 2 にそれぞれ示される積層構成を有する防湿部 4 a を形成する。各ポリシラザン膜 (厚さ 6 0 0 nm) は、A Z エレクトロニクス株式会社製の「アクアミカ NP 1 1 0 - 2 0」(パーヒドロポリシラザン) を用いて形成する。各保護膜 (酸化珪素膜、厚さ 2 0 nm) は、スパッタにより形成する。

【 0 0 5 8 】

図 19 の表示装置 101 (サンプル # 4) の防湿部 4 a は、有機 E L 素子 2 を直接覆う保護膜 (酸化珪素膜) 40 と、保護膜 40 の有機 E L 素子 2 とは反対側の面を覆うポリシラザン膜 30 とから構成される。図 20 の表示装置 101 (サンプル # 5) の防湿部 4 a は、有機 E L 素子 2 を直接覆うポリシラザン膜 30 と、ポリシラザン膜 30 の有機 E L 素子 2 とは反対側の面を覆う保護膜 (酸化珪素膜) 40 とから構成される。図 21 の表示装置 101 (サンプル # 6) の防湿部 4 a は、サンプル # 5 と同様に積層されたポリシラザン膜 30 及び保護膜 (酸化珪素膜) 40 と、さらにこれらの有機 E L 素子 2 とは反対側に積層されたポリシラザン膜 31 及び保護膜 (酸化珪素膜) 41 とから構成される。図 22 の表示装置 (サンプル # 7) の防湿部 4 a は、3 層のポリシラザン膜 30、31 及び 32 と、3 層の保護膜 (酸化珪素膜) 40、41 及び 42 とから構成され、これらポリシラザン膜及び保護膜が交互に積層されている。言い換えると、サンプル # 7 の防湿部 4 a は、ポリシラザン膜及び保護膜を 3 組有する。各サンプルのポリシラザン膜は、いずれも未硬化 (硬化率 0 %) とした。

【 0059 】

さらに、比較用の表示装置として、図 23 の表示装置 (サンプル # 8) を作製した。図 23 の表示装置 (サンプル # 8) には、深さ 0.2 mm のザグリ部を有するガラス製封止板 70 及びそのザグリ部内に配置された CaO 系のシート状乾燥剤 71 を、防湿部 4 a に代えて設けられている。ガラス製封止板 70 を UV 硬化型エポキシ樹脂接着剤を用いて接着する方法により、基板 1 とガラス製封止板 70 の間に形成された中空空間内に有機 E L 素子 2 を配置させた。

【 0060 】

表示装置の寿命評価

作製した各表示装置を温度 85℃、湿度 85 % の恒温恒湿環境下に放置し、そのときの発光ドットのシュリンクの進行状況を、パネル発光部 3 の中央部のドット D1 (アドレス : 60 - 15)、右上部のドット D2 (アドレス : 1 - 1)、右下部のドット D3 (アドレス : 1 - 30) に関して測定した。シュリンクの進行状況は、表示装置に DC 6 V の定電圧を印加し、その状態で上記各ドットを顕微鏡で拡大して得た画像を、画像解析ソフトにより解析して発光面積を求める方法により測定した。

【 0061 】

発光面積とともに、輝度の経時変化も評価した。パネル発光部 3 中央部の領域 R における輝度を、輝度計 (TOPCOM 製、BM-7) を用いて測定した。

【 0062 】

各サンプルの防湿部の構成を表 1 に示す。図 24、25、26、27 及び 28 は、それぞれ、サンプル # 4、# 5、# 6、# 7 及び # 8 の発光面積の経時変化を示すグラフである。各グラフの縦軸は、初期の発光面積を基準とする発光面積の比率である。

【 0063 】

【 表 1 】

サンプル		防湿部					
		30	40	31	41	32	42
#4	逆積層	SiO ₂ 20nm	ポリシラザン 600nm	-	-	-	-
#5	積層1組	ポリシラザン 600nm	SiO ₂ 20nm	-	-	-	-
#6	積層2組	ポリシラザン 600nm	SiO ₂ 20nm	ポリシラザン 600nm	SiO ₂ 20nm	-	-
#7	積層3組	ポリシラザン 600nm	SiO ₂ 20nm	ポリシラザン 600nm	SiO ₂ 20nm	ポリシラザン 600nm	SiO ₂ 20nm
#8	従来品 (中空封止)	中空ガラス／シート状乾燥剤 (CaO系) ／UV硬化型エポキシ樹脂接着剤					

【 0064 】

ポリシラザン膜が酸化珪素膜の外側に設けられたサンプル # 4 (図 24) は、高温高湿

環境下で 1 時間以内に殆ど非発光の状態になった。これは、ポリイミドテープを透過した水分の作用により、ポリシラザン膜が硬化して酸化珪素に転化したためであると考えられる。ポリシラザン膜が硬化して形成される酸化珪素膜の温度 85 、湿度 85 % の環境下での透湿度 (カップ法) は $200 \text{ g} / \text{m}^2 \cdot \text{day}$ 程度と大きく、その防湿能力は非常に小さい。そのため、ポリシラザン膜の硬化後は、有機 EL 素子の防湿は、実質的に、スパッタにより形成された酸化珪素膜のみが担う。スパッタにより形成された酸化珪素膜は多数の欠陥部分を有しており、主としてその欠陥部分からの水分の浸入によって、発光面積が急速に減少したと考えられる。

【 0 0 6 5 】

酸化珪素膜の内側に設けられたポリシラザン膜を有するサンプル # 5 ~ # 7 (図 2 5 ~ 2 7) においては、サンプル # 4 と比較して、明らかに発光面積低下が抑制された。ポリシラザン膜及び酸化珪素膜を 1 組有するサンプル # 5 は、高温高湿下で数十時間程度は初期の発光面積が維持された。複数のポリシラザン膜及び酸化珪素膜が交互に積層された積層構成を有するサンプル # 6、# 7 は、300 時間経過後も発光面積の低下がほとんど認められなかった。ポリシラザン膜及び酸化珪素膜を 3 組有するサンプル # 7 は、計算上、温度 85 、湿度 85 % の環境下で少なくとも 700 時間程度の防湿能力を発現する予想される。

10

【 0 0 6 6 】

サンプル # 8 は、サンプル # 4 と比較すれば良好な耐久性が認められたものの、数時間以内の初期の段階から発光面積の低下が認められ、特に、パネル発光部 3 の端部に位置するドット D 2、D 3 の発光面積が長時間経過後に低下する傾向が認められた。

20

【 0 0 6 7 】

図 2 9 は、輝度の経時変化を示すグラフである。サンプル # 5 ~ # 7 とサンプル # 8 との比較から、防湿部としての積層体を設けること自体が、表示装置の輝度低下の原因とはならないことが確認された。なお、サンプル # 5 ~ # 8 の輝度が初期から上昇しているが、これは、表示装置作製の際にエージングを施していないため、評価中にエージングの効果が現れたためと考えられる。

【 0 0 6 8 】

2 . 硬化率の影響の検討

図 2 2 に示される積層構成を有し、内側から 2 組目のポリシラザン膜 3 1 及び 3 組目のポリシラザン膜 3 2 の硬化率を 0 %、10 %、20 %、30 %、50 %、70 % 又は 100 % に調整した表示装置を作製した。最内層のポリシラザン膜 3 0 の硬化率は 0 % とした。ポリシラザン膜 3 1、3 2 の硬化率は、UV / O₃ 処理の条件を調整する方法により制御した。Si 基板上に未硬化 (硬化率 0 %) のポリシラザン膜をダミーとして成膜し、これに対して各サンプルと同時に UV / O₃ 処理を行い、ダミーとしてのポリシラザン膜の硬化率を FT - IR 測定に基づいて決定する方法により、各サンプルのポリシラザン膜の硬化率を求めた。

30

【 0 0 6 9 】

作製した各表示装置を温度 85 、湿度 85 % の高温高湿環境下に放置し、そのときの発光ドットのシュリンクの進行状況を、パネル発光部 3 の中央部のドット D 1 (アドレス : 60 - 15)、右上部のドット D 2 (アドレス : 1 - 1)、右下部のドット D 3 (アドレス : 1 - 30) に関して、「1 . 防湿部の積層構成検討」の場合と同様の方法で測定した。

40

【 0 0 7 0 】

図 3 0 は硬化率 0 %、図 3 1 は硬化率 10 %、図 3 2 は硬化率 20 %、図 3 3 は硬化率 30 %、図 3 4 は硬化率 50 %、図 3 5 は硬化率 70 %、図 3 6 は硬化率 100 % の表示装置の発光面積の経時変化を示すグラフである。いずれのサンプルも、少なくとも高温高湿の過酷な環境下において、少なくとも数十時間程度、初期の発光面積を維持した。

【 0 0 7 1 】

図 3 7 は、300 時間経過後の発光面積比と硬化率との関係を示すグラフである。硬化

50

率 70 % 以下では 300 時間経過後もある程度以上の発光面積が維持され、硬化率 50 % 以下での発光面積低下は特に小さかった。さらに、硬化率 30 % 以下のサンプルは、300 時間経過後であっても発光面積の低下はほとんど認められず、より長期にわたる寿命を有していることが示唆された。

【 0 0 7 2 】

本発明は以上説明した実施形態に限定されるものではなく、その趣旨を逸脱しない限り適宜変更が可能である。例えば、ポリシラザン膜及び保護膜が隣接して積層されるのに代えて、これらの間に他の層が挿入されていてもよい。

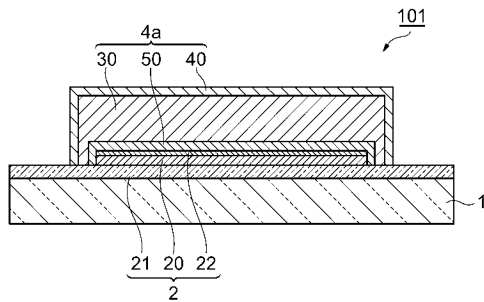
【 符号の説明 】

【 0 0 7 3 】

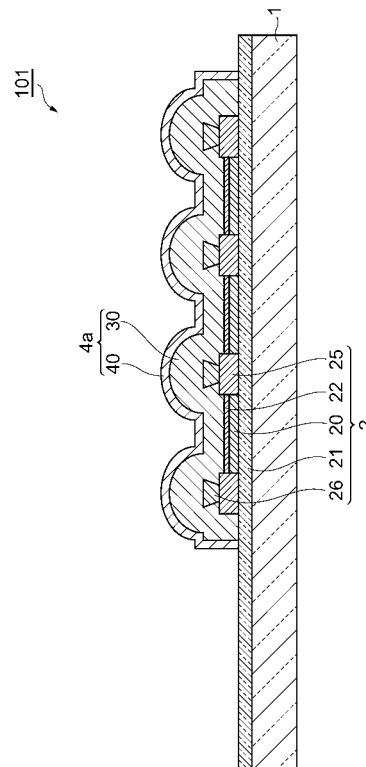
1 ... 基板、2 ... 有機 E L 素子、4 a , 4 b ... 防湿部、5 ... T F T、2 0 ... 発光層、2 1 ... 下部電極、2 2 ... 上部電極、3 0 , 3 1 , 3 5 ... ポリシラザン膜、4 0 , 4 1 , 4 5 ... 保護膜、5 0 , 5 5 ... 内部保護膜、1 0 1 ... 表示装置。

10

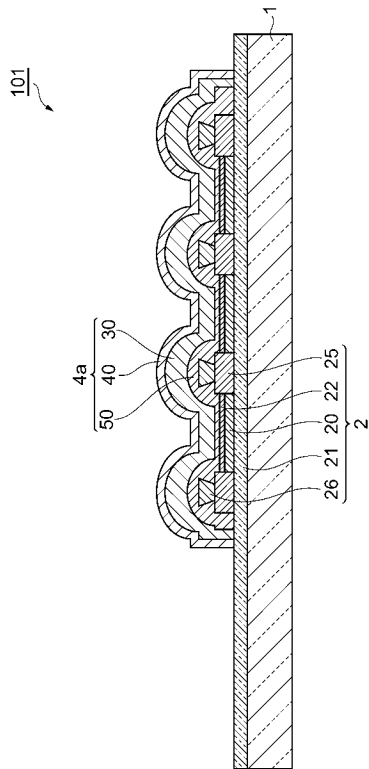
【 図 1 】



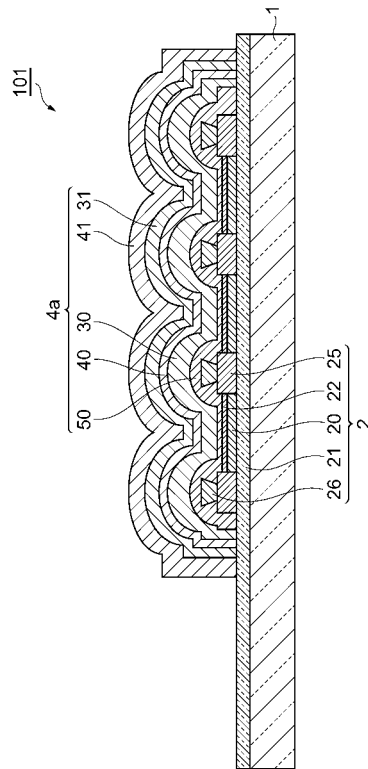
【 図 2 】



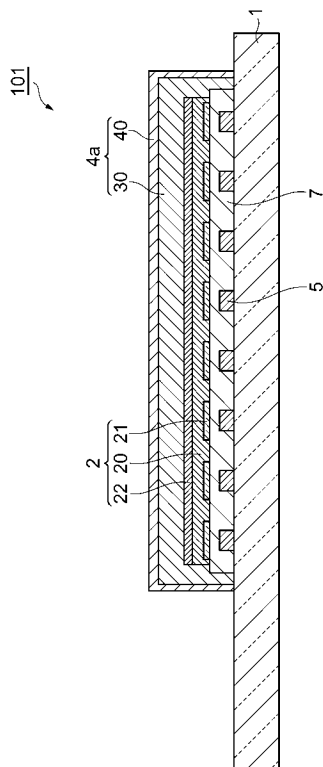
【図 3】



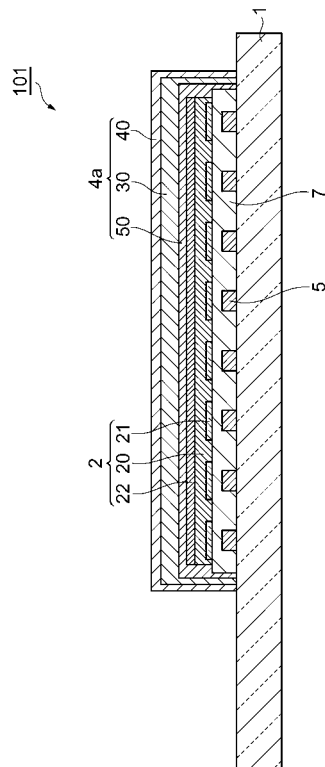
【図 4】



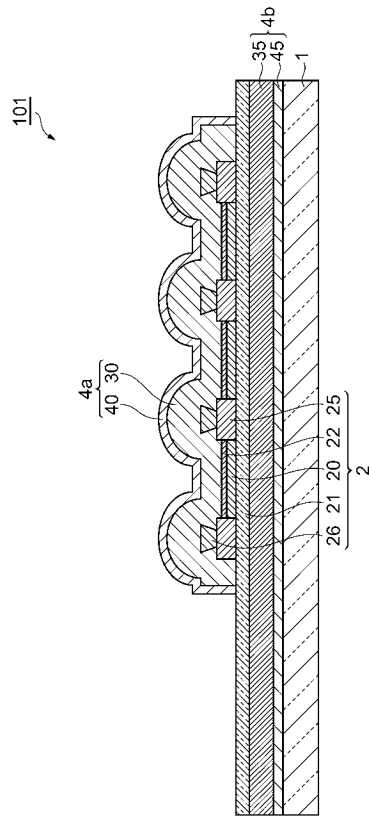
【図 5】



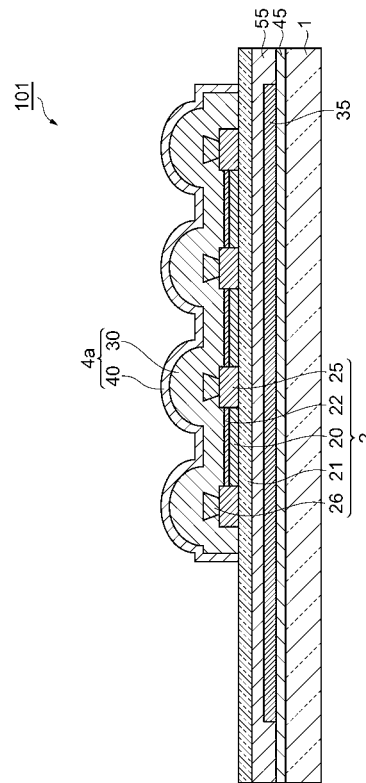
【図 6】



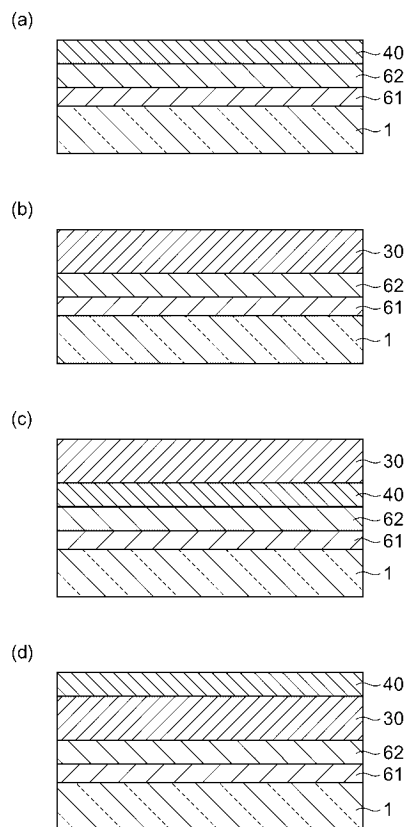
【 図 7 】



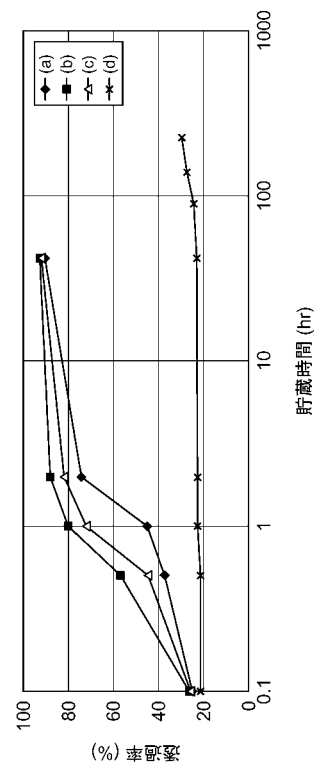
【 図 8 】



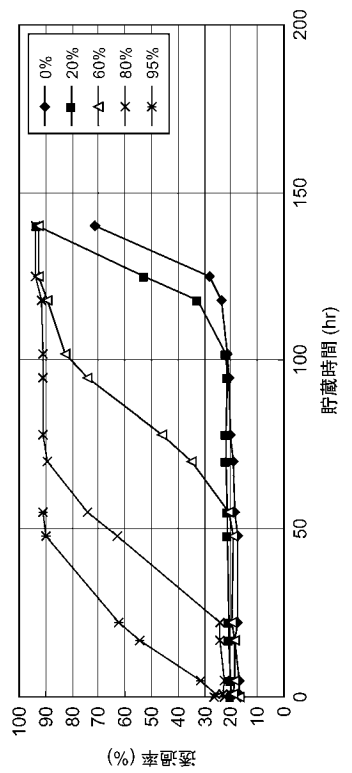
【 図 9 】



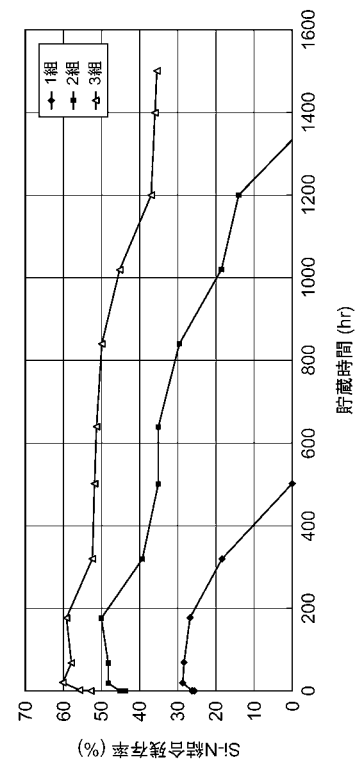
【 図 10 】



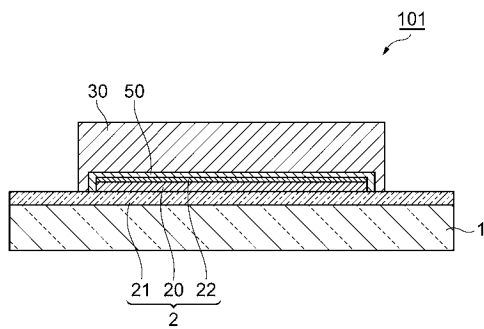
【図 1 1】



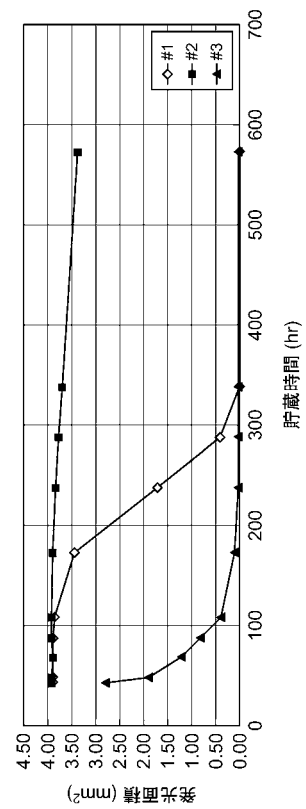
【図 1 2】



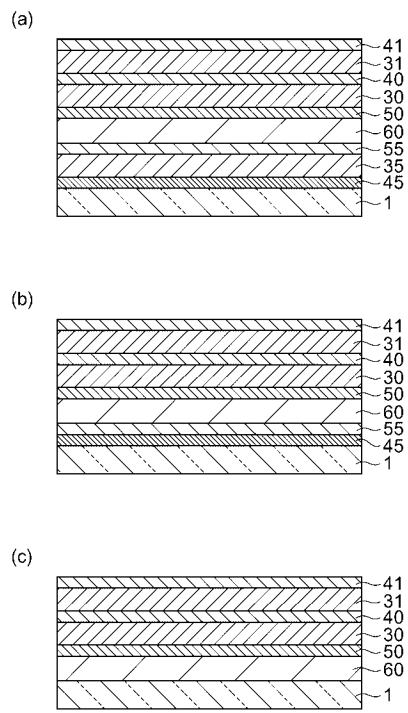
【図 1 3】



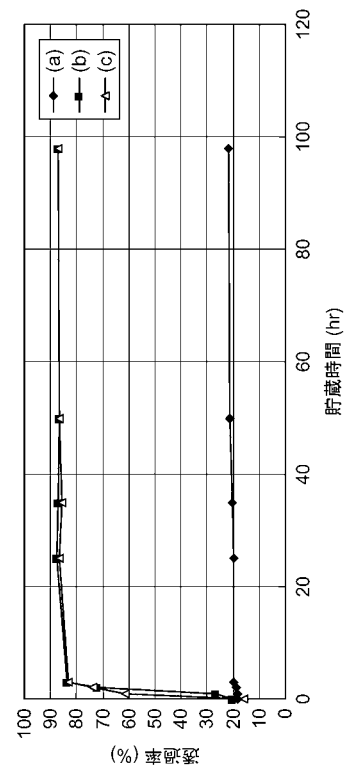
【図 1 4】



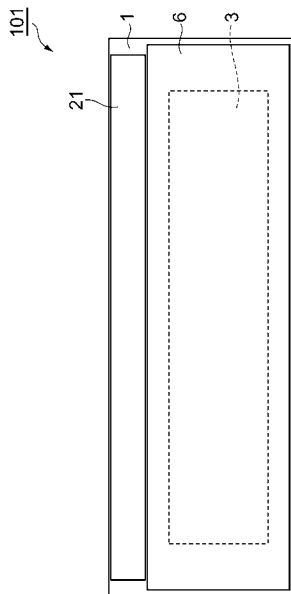
【図 15】



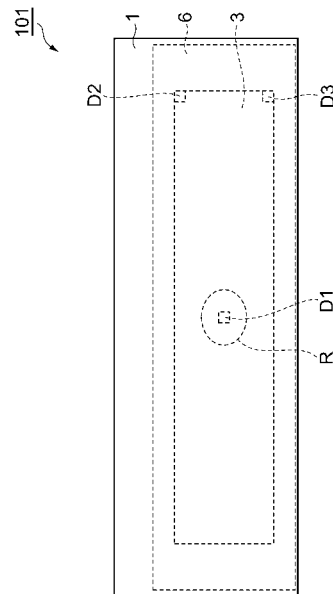
【図 16】



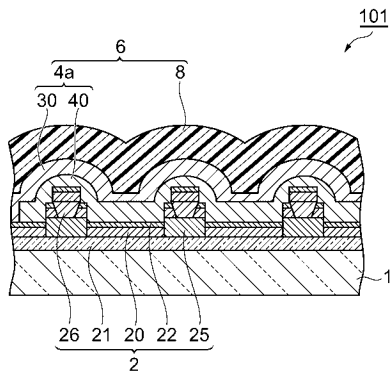
【図 17】



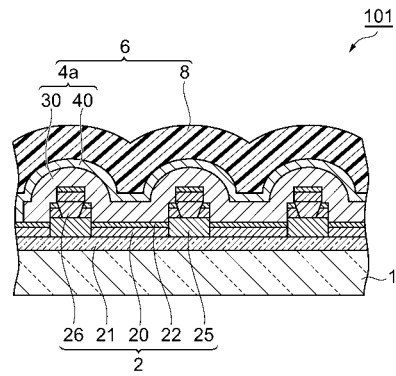
【図 18】



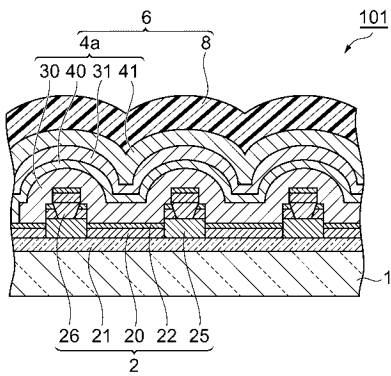
【図 19】



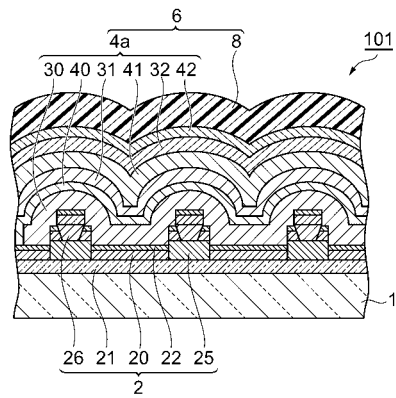
【図 20】



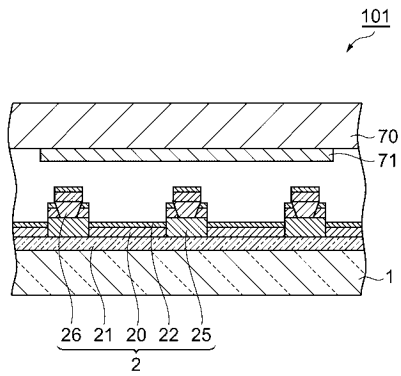
【図 21】



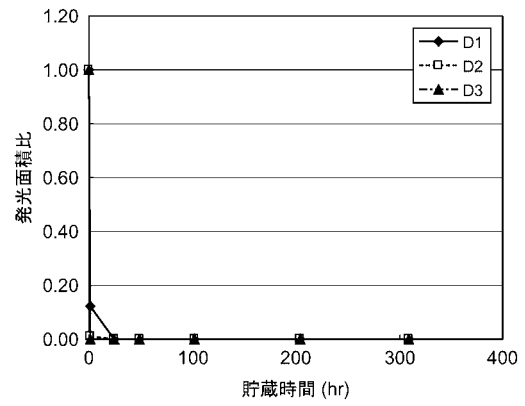
【図 22】



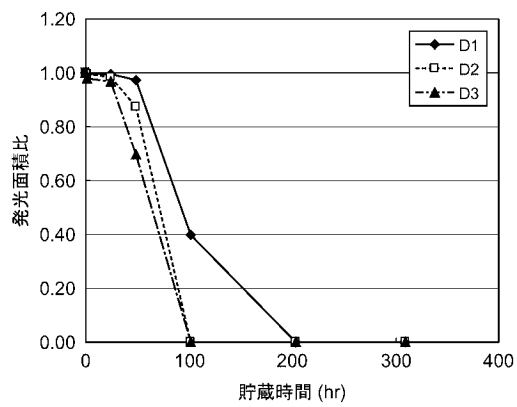
【図 2 3】



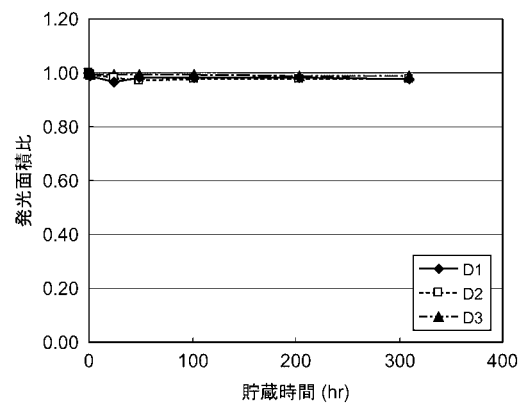
【図 2 4】



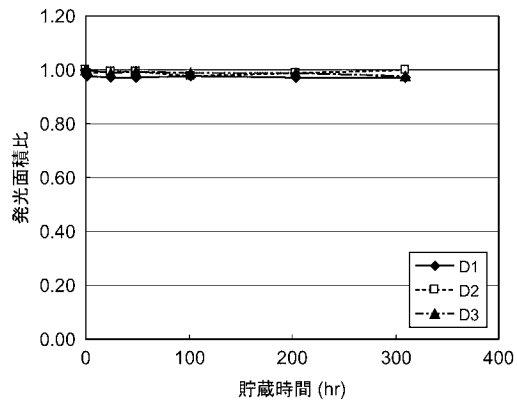
【図 2 5】



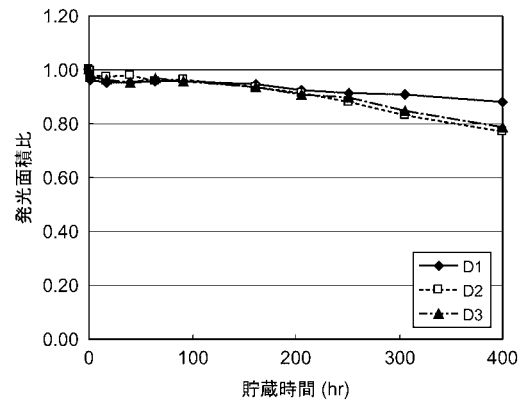
【図 2 6】



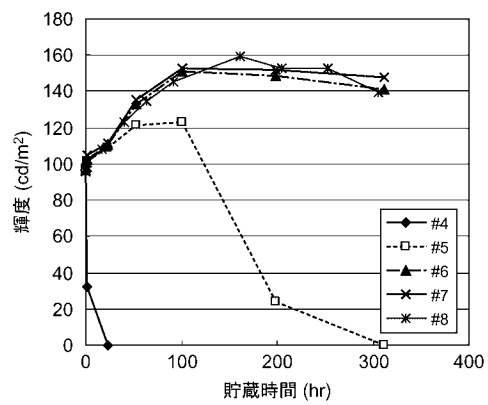
【 図 2 7 】



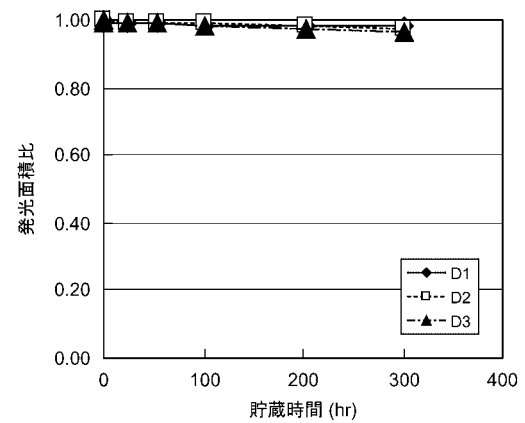
【 図 2 8 】



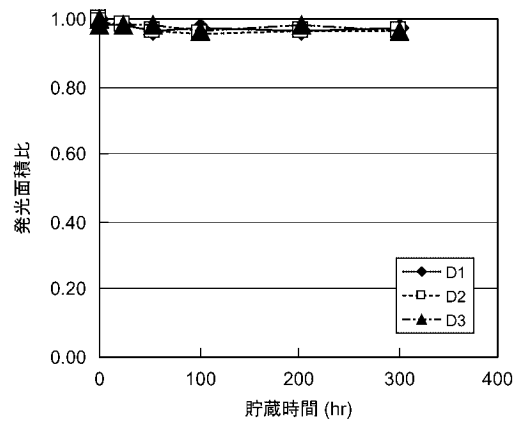
【 図 2 9 】



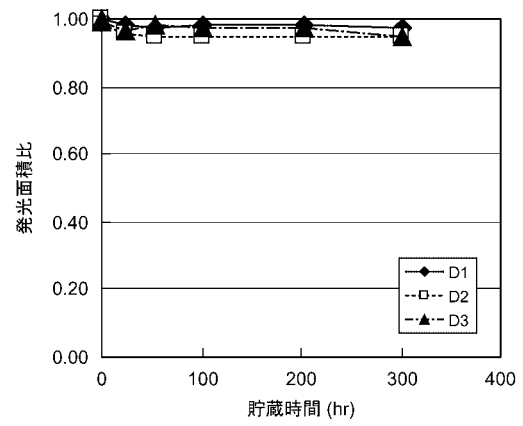
【 図 3 0 】



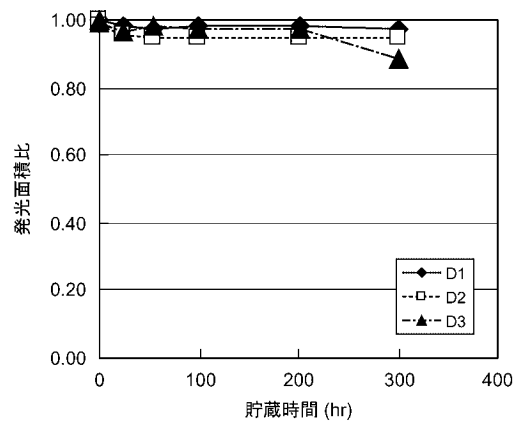
【図 3 1】



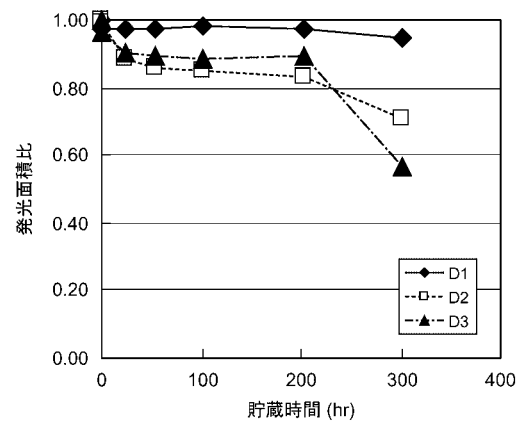
【図 3 2】



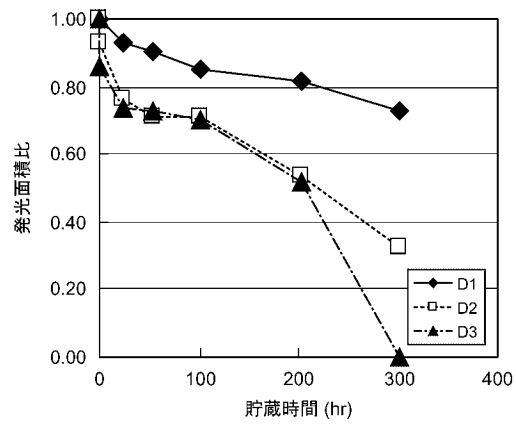
【図 3 3】



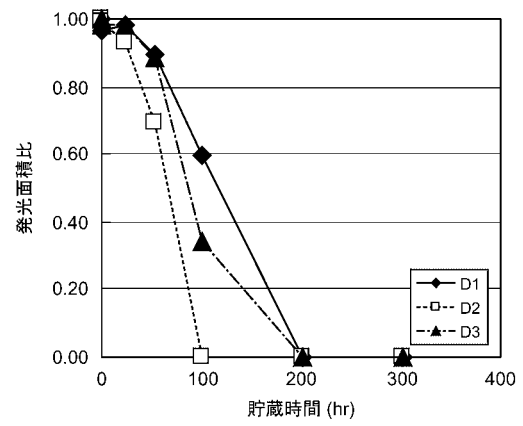
【図 3 4】



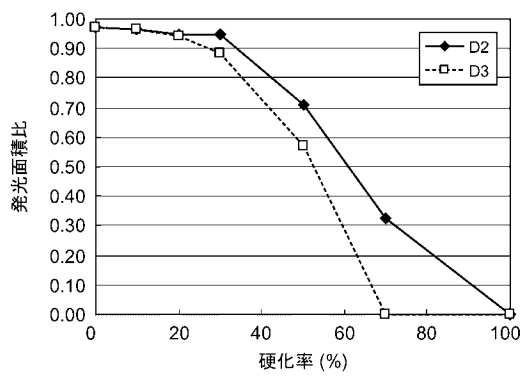
【 図 3 5 】



【 図 3 6 】



【 図 3 7 】



フロントページの続き

(72)発明者 井上 鉄司

東京都中央区日本橋一丁目１３番１号 ＴＤＫ株式会社内

(72)発明者 北川 寿美子

東京都中央区日本橋一丁目１３番１号 ＴＤＫ株式会社内

Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 CC23 EE48 EE49 EE50 FF14

专利名称(译)	表示装置		
公开(公告)号	JP2009259788A	公开(公告)日	2009-11-05
申请号	JP2009056448	申请日	2009-03-10
[标]申请(专利权)人(译)	东京电气化学工业株式会社		
申请(专利权)人(译)	TDK株式会社		
[标]发明人	天野一 井上鉄司 北川寿美子		
发明人	天野 一 井上 鉄司 北川 寿美子		
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/EE48 3K107/EE49 3K107/EE50 3K107/FF14		
代理人(译)	长谷川良树 三上隆		
优先权	2008074079 2008-03-21 JP		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：在具有有机EL器件的显示器中充分防止水分进入有机EL器件。ŽSOLUTION：显示器101包括基板1，形成在基板1上的有机EL器件2，以及形成在有机EL器件2上的防潮部分4a。防潮部分4a具有聚硅氮烷膜30，和保护板40包括无机材料，聚硅氮烷膜30设置在有机EL器件2和保护板40之间。

