

# 陰極薄膜層における粒子欠陥の低減による、有機ELの歩留まりの改善

ドリュー・ハンサー、マシュー・ゴッセン、リチャード・ブレスナハン、  
マーク・オスティーン、スコット・プリッディ

金属陰極層における粒子欠陥の低減を促進する熱蒸着器により、有機ELデバイスの、代替ディスプレイ技術に対する競争力を高めることができる。

色の一貫性に加え、ピクセル欠陥の監視と検出が行われている。

この10年の間に、最新型民生電子機器のディスプレイは、コントラスト比、ピクセル密度、空間分解能、消費電力の面で大きく進歩した。有機発光ダイオード(OLED: Organic Light Emitting Diode、有機EL)ディスプレイ技術が採用されたことがその大きな理由である。高解像度が達成できることから、アクティブマトリクス方式の有機EL(AMOLED: Active Matrix OLED)ディスプレイは、スマートウォッチなどの小型ウェアラブルデバイスから大画面テレビに至るまでの民生電子製品に広く採用されている。

これまでのところ、デバイス寿命が短く、歩留まりが低いためにコストが高いことが、有機ELディスプレイの広範な導入の妨げとなっている。メーカーは、パネル間やパネル内のエレクトロルミネセンス(EL: electroluminescence、電界発光)の均一化など、ますます厳しい仕様を達成しようと努力を重ねている。しかし、そうした仕様を満たすパネルが製造できなければ、

それは製造歩留まりに直接影響を与え、製品コストの増加につながる。

かなりの研究作業が、有機ELデバイスの歩留まりの向上に注がれ、粒子混入が、低い歩留まりの大きな要因であることが、多くのグループによって指摘されている。さらに大型で高品質で高解像度の有機ELディスプレイに対する需要の高まりにともない、粒子混入に関する慎重な検査と制御がメーカーに求められている。

1つの粒子欠陥でチップ全体がだめになる可能性がある半導体業界と同様に、大型有機ELディスプレイ上に粒子が1つあるだけで、ディスプレイ全体がだめになる恐れがある。この性質がディスプレイ業界と半導体業界で共通することから、有機ELディスプレイメーカーは、自動光学検査(AOI: Automated Optical Inspection)などの検査手法を半導体業界から取り入れて、デバイスの歩留まりを監視している。こうしたAOI品質保証システムにより、各有機ELディスプレイのELや

## 有機EL製造

AMOLEDは、ガラス基板の上に複数層の材料スタックが積層された基本構造をとる。材料スタックは下から順に、反射導電体でできた陽極、正孔輸送層(HTL: Hole Transport Layer)、発光層(EML: emitting layer)、電子輸送層(ETL: Electronic Transport Layer)で、最上部は透明金属でできた陰極で覆われている(図1)。

AMOLEDメーカーは、HTL、EML、ETLの各層に市販または独自のさまざまな種類の有機材料を使用するため、こうしたデバイスの構造は複雑かつ多様で、共通の故障モード(failure mode)の特定はさらに難しくなっている。しかし、有機ELメーカーによって使用する有機材料は異なるかもしれないが、上面発光型のデバイス構造の半透明陰極層にはほとんどの場合、似たような銀(Ag)とマグネシウム(Mg)の合金が使われる。有機ELデバイスの1つの故障モードが、金属陰極のピンホールや粒子欠陥の直接的な結果であることが、多数の文献で立証されているため、米ビーコ・インスツルメンツ社(Veeco Instruments)は、この層の粒子欠陥を減らすことを中心に研究を進めている<sup>(1)~(3)</sup>。

有機ELパネルの製造は、大きな真空チャンバーで行われるのが最も一般的である。有機EL製造システムは、

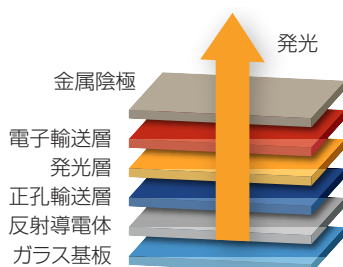


図1 従来のAMOLEDディスプレイデバイスの構造図。半透明の金属陰極層を通した発光の様子が示されている。

それぞれ特定の層を専用に処理する多数のチャンバーで構成されている場合がある。金属陰極蒸着チャンバー内では、熱蒸着器(蒸着セル[effusion cell]またはクヌーセンセル[Knudsen cell]とも呼ばれる)によって、るつぼ内のAgやMgの高純度材料を加熱し、発生した材料フラックスのプルーム(金属蒸気)を、回転または平行移動するガラスパネルに当てることによって、金属陰極薄膜の蒸着を行う。

今日の蒸着セルは、半導体業界、具体的には分子線エピタキシー(MBE: Molecular Beam Epitaxy)の部品供給メーカーから取り入れられたものである。半導体でも有機ELでも熱蒸着が適用されるが、残念ながら、有機EL製造の処理条件は、蒸着速度が速く蒸着圧力が異なるなど、MBEとは大きく異なる。デバイス品質を最大限に高めるには、こうした条件を検討して蒸着セルを設計する必要がある。

標準的なMBE蒸着セルでは、ワイヤフィラメントを使用して、円筒形または円錐形のるつぼを加熱する(図2)。多くの異なる種類の薄膜蒸着のための蒸着源の研究と開発を行ってきたピーコ社の経験から、この設計では、粒子欠陥の低減に必要な、最適なフラックスプルームを促進することはできないことが判明している。金属陰極薄膜の性質を改善するために、直径を小さくした開口部インサートを組み込んでフラックスの均一性を高め、粒子がるつぼから排出されないようにした蒸着セルを供給するメーカーもある。この設計方法は、粒子の生成を増加させる可能性がある。インサートによって、るつぼ開口部の温度が下がるので、材料の凝縮が促進され、粒子欠陥が増大する。

ピーコ社は30年以上にわたる蒸着セルの知識と開発経験を基に、ほかの薄



図2 有機EL金属陰極薄膜の蒸着プロセスに使用される、一般的な蒸着セル。ワイヤフィラメントと円筒形のるつぼで構成される。

膜蒸着に用いられる実証済みの蒸着源設計技術を活用し、有機EL用の金属の熱蒸着に適用した。

### 有機EL陰極製造用の蒸着源の試験

有機EL陰極などの用途では、薄膜の蒸着速度が従来のMBEよりも高いため、その動作条件で標準の熱蒸着源を使用すると、粒子生成が増加する可能性がある。明らかに、蒸着源に対する異なる設計方法が必要である。

蒸着セルの設計方法と、それが粒子生成に与える影響を調査するために、複数の異なる蒸着源設計を実験して、熱蒸着時の粒子生成に大きく寄与する要因と、それに対する最良の対処法を調べた。蒸着速度が高い場合は、溶融物から直接、蒸気相での凝縮、蒸着源の温度の低い表面での凝縮など、複数の箇所での粒子が生成される可能性がある。試験装置を用意して、粒子の生成源を確認し、蒸着源の設計パラメータを変更した場合の粒子欠陥の変化を調査した。

かなり長い時間にわたって有機ELの動作条件に耐えることのできる、特許取得済みの加熱器アセンブリを使用し、異なる蒸着源構成を使用して複数の固定速度で、シリコン基板上に薄膜を蒸着させた。光学顕微鏡法、光学式表面形状測定、原子間力顕微鏡法

(AFM: Atomic Force Microscopy)によって、粒子サイズと分布を測定した。

### 試験結果と解析

最初の実験は、粒子がるつぼ内の溶融材料から直接生成されているかを確認するものだった。蒸着のために真空状態になっていることから、溶融物から直接生成された粒子は主に、見通し線に沿って基板へと移動する。バッフルを配置して蒸着源からの見通し線上の粒子を遮断し、バッフルがある場合とない場合でシリコン基板の粒子欠陥密度を比較したが、両者の構成で粒子欠陥密度に統計的に有意な差異は観測されなかった。従って、るつぼ内の溶融物から直接生成される粒子はないと結論付けた。

次に、るつぼの設計と蒸着源におけるその構成の影響を調べた。前述のとおり、るつぼのインサートを使用すると、熱蒸着源からのフラックス特性を変更することができ、均一性を高めるために蒸着パターンを変更させるうえで望ましい可能性がある。しかし、るつぼの中の独立した要素であるため、るつぼ自体よりも温度が低い可能性があり、凝縮と粒子生成を促進する可能性がある。

ピーコ社は、独自のSUMOるつぼ設計を採用している。直径を小さくした開口部をるつぼに組み込むことで、開口部への熱伝導効率を高め、凝縮する確率を低減しつつ、蒸着源からのフラックス特性を調整することができる。

粒子試験として、4種類の開口径と2種類の材料のるつぼを試験した。2種類のるつぼ材料の主な違いは、熱伝導率である。

るつぼ設計の試験のもう1つの重要な項目は、るつぼの軸に沿った温度勾配を変えて、粒子の状態を試験するこ



## 光学ディレイライン・ 電動リニアステージ



リニアモータ  
駆動ステージに  
よるお手頃価格の  
光遅延ライン  
超高速分光用途に  
最適な高い  
再現性と  
高精度光遅延 (0.5fs)

### 特 徴

- 良好な光遅延感度
- 高い双方向再現性
- コントローラ付きモデル
- ステージ位置やディレイ時間を指定できる使い易いソフトウェア

<http://www.newport-japan.jp/>

E-mail: [newport@japanlaser.co.jp](mailto:newport@japanlaser.co.jp)



本 社 〒169-0051 東京都新宿区西早稲田2-14-1  
TEL: 03-5285-0863 (直)

大阪支店 TEL: 06-6323-7286  
名古屋支店 TEL: 052-205-9711



図3 有機ELデバイス構造のAg-Mg薄膜の蒸着用にピーコ社が開発した熱蒸着源。

とだった。温度勾配を制御することにより、るつぼの蒸着端(先端)の温度を変化させて、先端の温度が低い場合の影響を調べることができる。試験結果は、以下の3つの主要ポイントにまとめることができる。

まず、固定の蒸着速度で試験を行うと、るつぼ先端の温度は、るつぼ底部よりも50℃以上高かった。るつぼ先端の温度が低いと凝縮が促進される。そのことは、るつぼの出口に液滴が形成されることから確認できる。この液滴によって粒子が生成され、るつぼからの蒸気の放出にともなって、基板へと移動する可能性がある。独立して制御される先端加熱器への供給電力を増加させて、るつぼ出口の温度を液滴が形成されないレベルに引き上げれば、基板上的粒子密度は低下した。また、熱伝導率の高いるつぼ材料を使用すると、同じ先端温度における粒子形成がさらに低減し、適切な材料を選定することのメリットが明らかとなった。

2点めとして、先端温度を固定にして蒸着速度を上げると、生成粒子数が増加することがわかった。蒸着速度が高いほど、るつぼ先端の凝縮につながる処理条件が整い、粒子が生成される。前述のとおり、先端の温度を高くする

ことにより、高い蒸着速度における基板上的粒子密度を低下させることができ、蒸着源設計の柔軟な処理能力が実証された。

最後に、実験の結果、るつぼ開口部が大きいほど粒子数が減ることがわかった。大きなるつぼ開口部には2つのメリットがある。(1)るつぼの壁が加熱器に近くなるので、蒸着源の先端の加熱が改善されることと、(2)開口部を大きくすると、蒸着源先端の蒸気圧が変わり、凝縮が生じる確率を低減できることである。るつぼ開口部を大きくすることと、望ましいフラックス特性と基板上的蒸着均一性を達成することの間には、トレードオフが存在するので、それらのパラメータを考慮しながら、開口部の設計を最適化する必要がある。

特許取得済みの加熱器設計、SUMOるつぼ、るつぼ材料の選定、柔軟な処理能力を組み合わせ、Ag-Mg合金の陰極薄膜の蒸着用にピーコ社が設計した蒸着源は、優れたフラックス安定性とフラックス特性再現性を示し、AgおよびMg蒸着時の粒子欠陥が低く、有機ELディスプレイ技術の商用化における主要な制約を解決する(図3)。

#### 参考文献

- (1) See <https://goo.gl/zvzgiY>.
- (2) V. Madogni et al., Chem. Phys. Lett., 640, 201-214 (2015).
- (3) V. M. Drakonakis et al., Sol. Energy Mater. Sol. Cells, 130, 544-550 (2014).

#### 著者紹介

ドリュー・ハンサー(Drew Hanser)は、米ピーコ・インスツルメンツ社(Veeco Instruments)のエンジニアリングおよび技術担当シニアディレクター、マシュー・ゴッセン(Matthew Gossen)は同製品マーケティングマネージャー、リチャード・ブレスナハン(Richard Bresnahan)は同プリンシパルエンジニア、マーク・オスティーン(Mark O'Steen)は同スタッフサイエンティスト、スコット・プリッディ(Scott Priddy)は同プリンシパル機械エンジニア。e-mail: [dhanser@veeco.com](mailto:dhanser@veeco.com)  
URL: [www.veeco.com](http://www.veeco.com)