

【公開版】

令和元年度
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「車載・屋外フレキシブル有機 EL パネル用大型・高強度ケミカル加工
と封止構造の開発」

研究開発成果等報告書

令和2年5月

担当局 近畿経済産業局
補助事業者 株式会社 NSC
間接補助事業者 国立大学法人山形大学

目 次

第1章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
 - 1-1-1 研究開発の背景
 - 1-1-2 研究目的
 - 1-1-3 研究目標
- 1-2 研究体制
 - (研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)
 - 1-2-1 研究組織・管理体制
 - 1-2-2 研究者氏名、協力者
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口

第2章 本論

- 2-1 湾曲性を実現する高度化ケミカル加工プロセス開発
- 2-2 大判対応の高度化ケミカル加工設備開発
- 2-3 湾曲性と信頼性を両立する新規封止構造開発

最終章 全体総括

- 3-1 複数年の研究開発成果
- 3-2 研究開発後の課題
- 3-3 事業化展開

第一章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

1-1-1 研究開発の背景

未来の自動車として、自動車メーカーおよび電装メーカーの各社から、搭乗者が自然に情報を見ることができ、且つインテリアデザインにマッチした「ディスプレイ」や快適に過ごすことが可能な「明かり」として、曲面に沿う薄型なディスプレイや面光源が提案されている。

しかし、この未来の自動車を実現するための車載用途の厳しい環境でも耐える曲面ディスプレイや面照明は、現在実現できていない状況である。

実現に向けて、有機 EL パネルは、映像の黒の締まり、色鮮やかさ、透明化が可能であること等から注目されているが、水分や酸素に対して敏感に劣化するため、水分や酸素のパネル内部への侵入を厳重に抑制する必要がある。

現在の有機 EL パネルの用途展開別の湾曲性と信頼性の要求仕様を図 1 示す。

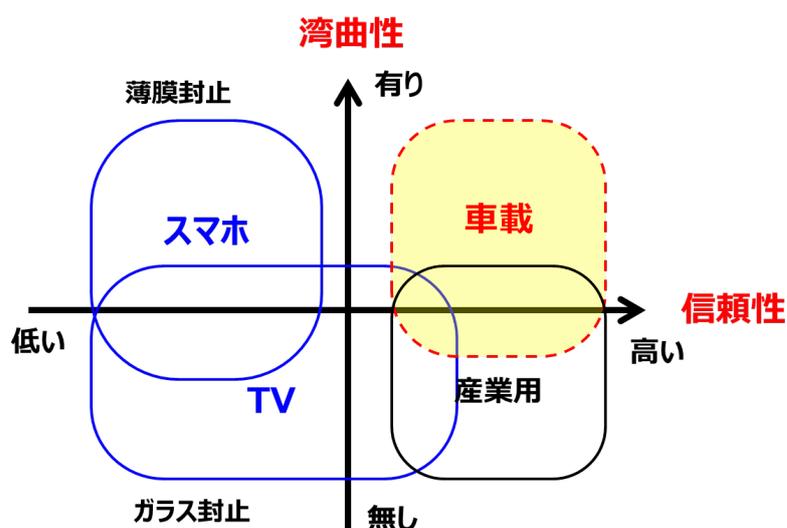


図 1. 有機 EL パネルの用途展開別要求仕様

また、有機 EL パネルのタイプ別に、湾曲性と信頼性の車載用途の要求仕様に対する現状を表 1 に示す。

表1. 有機 EL パネルの現状

タイプ	フレキシブル型	リジッド型
基板	フィルム（樹脂）	ガラス
湾曲性	○	×
信頼性（車載）	×	○

（1）フレキシブル型：フィルム製有機 EL パネル

樹脂基板のため高い湾曲性を有するが、水分や酸素のバリア性能が低く、無機薄膜によるバリア構造が必要である。

（2）リジッド型：ガラス製有機 EL パネル

ガラス基板のため水分や酸素のバリア性能は高く、高信頼性を有するが、湾曲し難い課題を有する。

以上のように、現在両タイプ共に、湾曲性と信頼性がトレードオフの関係にある。つまり、現時点で車載用途展開のセグメントに適したフレキシブル有機 EL パネルの量産技術はまだ世の中になく、隙間のセグメントとなっている。

1-1-2 研究目的

上述のように、厳しい環境下で使用されるフレキシブル有機 EL パネルの量産技術は、現在隙間となっており、川下事業者の自動車メーカーや、戸外の厳しい環境で長時間使用が求められるデジタルサイネージのメーカーの要求に答えられていない状況に対し、最適な技術を開発し、応えるのが本事業の目的である。

その開発内容とは、高信頼性に優位なガラス製有機 EL パネルのトレードオフ問題（湾曲性と信頼性の両立）を解消するために、当社の固有技術であるケミカル加工技術を高度化し、有機 EL を高い封止度を保ち、ケミカル加工に適した封止構造に改良して、車載や屋外で使える自由度が高く、フレキシブルな立体造形可能なディスプレイや面発光照明を実現することである。

今回、有機 EL 開発で先端の技術を持つ山形大学（硯里研究室）に、間接補助事業者になってもらい、厳しい環境でも高い封止性能を誇り、形状自由度の高い、湾曲可能な「車載用有機 EL ディスプレイ・照明」の開発を行う。開発する技術のポイントは有機 EL 部では無く、主にガラス基板の超薄板化と封止構造の最適化となる（図2）。

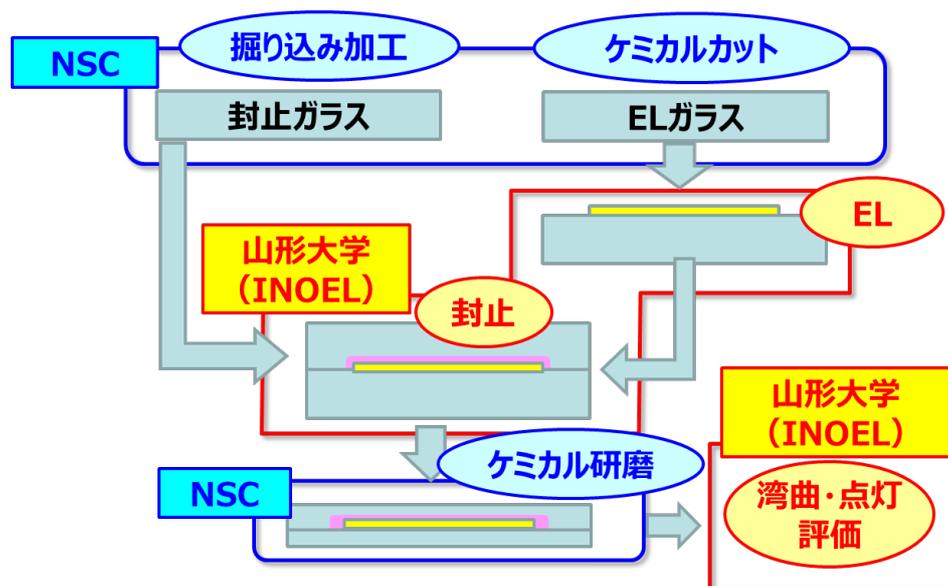


図 2. 研究開発スキーム

1-1-3 研究目標

本事業の目的を実現させるために、解決すべき研究課題は以下の3点である。

- ① ガラス強度を保持したケミカル加工プロセスの開発
- ② 大型基板に対応可能なケミカル加工設備の開発
- ③ 上記ケミカル加工に適した有機 EL 構造の開発（含性能確認）

研究開発（平成29年度～令和元年度）の具体的な内容として、上記3つの解決すべき研究課題に対して、研究課題別に開発期間、開発分担および開発目標を以下のように設定した（NSCは全体のプロジェクト管理および【1-1】と【1-2】の開発担当、山形大学は【2-1】の開発担当）。

研究課題

【1-1】 ガラス強度を保持したケミカル加工プロセスの開発

（平成 29 年度～平成 30 年度：NSC 担当）

枚葉シャワー方式のケミカル加工を基本手法として、薬液調合、プロセス条件等を最適化する。

【公開版】

<目標値> 板厚 50 μ m (100mm 角)、強度 800MPa (t=0.7mm 換算)

【1-2】大型基板に対応可能なケミカル加工設備・プロセスの開発

(平成30年～令和元年度：NSC 担当)

【1-1】で得られた技術的な知見を元に、装置仕様に展開し、大判超薄対応可能な枚葉シャワー方式のケミカル加工設備を開発し、大判ケミカル加工プロセスを開発する。

<目標値> G4.5 (730mm×920mm)、面内板厚均一性 \pm 10%

【2-1】ケミカル加工に適した有機 EL 構造開発 (含性能確認)

(平成29年度～令和元年度：山形大学担当)

ケミカル加工による薄型化した車載用フレキシブル有機 EL パネルの封止構造の開発およびその性能評価を行う。

<目標値> 曲率半径 R100mm、保存性能 85 $^{\circ}$ C85%RH にて 500 時間以上

1-2 研究体制

(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

1-2-1 研究組織・管理体制



1-2-2 管理員、研究員及び補助員

【補助事業者】株式会社 NSC

管理員

氏名	所属・役職
田村 達彦	株式会社NSC 技師長
小松 敏	株式会社NSC 管理本部 経理部 係長

研究員

氏名	所属・役職
田村 達彦	株式会社NSC 技師長
竹内 一馬	同 事業開発本部 技監
大山 陽照	同 事業開発本部 副本部長
富家 夏樹	同 事業開発本部 プロセス技術部 係長
谷口 信吾	同 事業開発本部 プロセス技術部 主任
梅木 岳志	同 事業開発本部 新規技術部* 副参事
森山 英行	同 事業開発本部 新規技術部* 主任

*：令和2年3月異動

【間接補助事業者】国立大学法人山形大学

管理員

氏名	所属・役職
山川 裕史	山形大学 米沢キャンパス事務部研究支援課 研究支援担当

研究員

氏名	所属・役職
硯里 善幸	山形大学有機エレクトロニクスイノベーションセンター 准教授
黒澤 優	同 技術専門職員
村上 哲史	同 技術専門職員
佐合 益幸	同 技術専門職員

補助員

氏名	所属・役職
高橋 静佳	同 研究支援者

1-3 成果概要

1-3-1 研究課題別の成果概要

研究課題別の目標、実施内容および成果のまとめを表2に示す。

表2. 研究課題別の成果概要

研究課題	目標	実施内容および成果	達成率
【1-1】 ガラス強度を保持したケミカル加工プロセス開発	平成29年度 小判検証による50 μ mの実現 平成30年度 大判対応試験機による50 μ mの実現	<p>1. 小判超薄研磨 既存小型試験機を用いて、小判（100mm角）単板ガラス基板にて、薬液調合、液温、研磨速度の調整等のプロセス改善により、板厚50μm\pm10%を達成した。</p> <p>2. ガラス強度の保持 機械研磨ではガラス強度が大幅に弱くなることが分かっているが、ケミカル加工条件を振りながら曲げ強度試験にてケミカル加工品の柔軟性を確認すると共に、破壊に至らないことを確認した。</p> <p>3. 大判加工プロセス展開 既存小型試験機を用いて、大判加工プロセス展開のための最適化を行い、【1-2】で導入した超薄対応S-NX試験機にて、小判（150mm角）単板ガラス基板による超薄研磨検証を行い、面内板厚精度の目標値（\pm10%）を達成した。</p>	100%
【1-2】 大型基板に対応可能なケミカル加工設備・プロセスの開発	平成30年度 大判検証による50 μ mの実現 令和元年度 量産化に向けた加工精度の向上	<p>1. 大判超薄研磨検証設備の開発</p> <p>①基本仕様設備導入 当初計画（平成30年度導入予定）より一年前倒し（平成29年度）にて、ケミカル研磨の超薄対応S-NX試験機（基本仕様）を導入し、基本動作を確認した。</p> <p>②更なる高度化設備導入（含オプション設備） ケミカル研磨（オプション仕様）、掘り込み加工／ケミカルカットの高度化のために、追加設備を導入（平成30年度）し、基本動作を確認した。</p> <p>③完成度アップのための改造工事 大判超薄研磨検証で抽出された課題（超薄板厚に伴う課題、エッチング量増に伴う課題および超薄搬送の安定性）を改善するために追加改造工事（令和元年度）を行った。</p> <p>2. 大判超薄研磨検証 上記で導入・改造した超薄対応S-NX試験機を用いて、以下の2ステップにて、大判（G4.5＝730mm\times920mm）超薄研磨検証を実施した。</p> <p>①単板ガラス基板検証 超薄対応S-NX試験機の各ユニットプロセスの最適化により、大判（G4.5）単板ガラス基板で超薄</p>	100%

		<p>ケミカル研磨（500→100μm）を行い、面内板厚精度（目標値\pm10%）を達成した。</p> <p>②貼り合せ基板検証 単板ガラス基板検証結果を基に、プロセス条件の最適化により、貼り合せ基板（ガラス製有機 EL パネル相当）で超薄研磨（1000→100μm：片面 50μm）を行い、面内板厚精度（目標値\pm10%）を達成した。</p>	
<p>【2-1】 ケミカル加工に適した有機 EL 構造開発（含性能確認）</p>	<p>平成 29 年度 封止構造の決定（50mm 角）</p> <p>平成 30 年度 封止材料の検討（50mm 角）および大型化（100mm 角）</p> <p>令和元年度 性能改善</p>	<p>1. 封止材料の開発 充填材（フィル材）として、有機 EL に影響がないことに加え、光学的に透明である必要があり、シリコーン材料から UV-PDMS を選定した。検討した結果、上記仕様を満たした上に、水分に対する耐久性が高いことを確認した。 更なる改良を行い、充填材（フィル材）開発品 F にて保存時間 500 時間（恒温恒湿試験：85$^{\circ}$C 85%RH）を達成した。</p> <p>2. 封止装置の導入 ①真空封止装置の開発 空隙なく封止を行うにはカスタマイズした真空封止装置が必要で、平成 29 年度に、有機 EL 封止のノウハウを持つ装置メーカーと協議を行い、自由度が高く、かつ低価格な有機 EL 用真空封止装置を新規に開発し、導入した。 また、封止状態は充填材（フィル材）の粘度等にも依存することから、令和元年度に真空封止装置へ加熱機構搭載の改造工事を行い、充填材（フィル材）の粘度に依らず、封入プロセスを行うことが可能になった。</p> <p>②非接触型ジェットディスペンサ導入 封止部（中空部分）が 10μm と極めて薄く、封止部に充填材（フィル材）を正確に封入する必要があり、平成 30 年度にジェットディスペンサを導入し、封止ガラスへの塗布・印刷プロセスの開発を行い、空隙の無い封止構造を達成した。 上記の封止材料の改良および封止装置の導入・改造をベースに、最適化を行い、封止プロセス（含材料）を確定した。</p> <p>確定した封止プロセスを用いて、固定湾曲の透明有機 EL パネルサンプルを試作し、総厚 150μm（片面 75μm）で、目標である曲率半径 R100mm を確認した。また、曲率半径 R200mm による湾曲耐久性試験にて、累計湾曲回数 10 万回（目標外）でも表示異常および外観異常が無く、可変湾曲も可能であることを確認した。</p>	100%

1-3-2 導入した設備

研究課題の目標達成のために、年度毎に導入した設備リストを表3に示す。

表3. 設備リスト

年度	工程	設備・改造工事	目的
1 平成 29 年度	研磨	超薄対応 S-NX 試験機	大判 (G4.5)・超薄 (100 μ m) のケミカル研磨処理の実現 <基本仕様>
	封止	真空封止装置	封止材料の気泡無し封入の実現
2 平成 30 年度	研磨	MFユニット	薬液管理、装置プロセスパラメータ制御の精度向上およびハンドリングの操作性の改善 <オプション仕様>
		サイクロンフィルターユニット	
		監視システム	
		レーザ変位計	
		流量センサ (液体)	
		流量センサ (エア)	
		ハンドリング治具	
	掘り込み加工 及び カット	アライメントカメラ取付等	極浅化 (10 μ m) の掘り込み加工精度の向上および狭額縁化のためのケミカルカットの加工精度の向上
		ジェットディスペンサ (Aero Jet)	
		デジタルマイクロスコープ (RH-2000)	
封止	ジェットディスペンサ (Super Jet)	封止材 (充填材：フィル材) の封入精度の向上	
3 令和 元 年度	研磨	搬送速度同期化制御	超薄板厚に伴う課題の改善
		ダブルリキッドジェット機構	
		メッシュベルトディップ洗浄機構	
		エッチング搬送揺動機構	
		冷却ミストトラップ機構	
	超薄搬送安定性改善機構	エッチング量増に伴う課題の改善	
	封止	真空封止装置への加熱機構搭載	超薄基板搬送の不安定性の解消 保存性能の改善および封止歩留まりの改善

1-4 当該研究開発の連絡窓口

【事業管理機関】

名称	株式会社 NSC
事業所所在地	大阪府豊中市利倉 1-1-1
担当者名及び役職名	技師長 田村 達彦
TEL/FAX	06-6862-5025/06-6862-0481
E-mail	tamura.tatsu@nsc-net.co.jp

【関節補助事業者】

名称	国立大学法人山形大学
事業所所在地	山形県米沢市アルカディア一丁目808番48
担当者名及び役職名	学術研究院 准教授 硯里 善幸
TEL/FAX	0238-29-0566/0238-29-0567
E-mail	suzuri@yz.yamagata-u.ac.jp

第二章 本論

本事業ではケミカル加工技術を高度化し、有機 EL を高い封止度を保つのに適したガラス封止構造に改良し、高強度のまま薄板化、切断することで、車載や屋外で使える自由度が高く、フレキシブルなディスプレイ・照明を実現するものである。

2-1 湾曲性を実現する高度化ケミカル加工プロセス開発

＜研究課題：【1-1】ガラス強度を保持したケミカル加工プロセス開発＞

湾曲性（曲率半径 R100mm）を実現させるために、ケミカル加工プロセス（研磨、掘り込み加工およびカット）の高度化開発を行った。

高信頼性（車載信頼性能：85°C85%500時間）と湾曲性（曲率半径 R100mm）を両立するガラス製有機 EL パネルを実現させるためには、第一に、超薄板化（単板ガラス基板 50 μ m/貼り合せ基板 100 μ m）の達成が必須となる。

枚葉シャワー方式のケミカル加工の現状レベル（単板ガラス基板 125 μ m/貼り合せ基板 250 μ m）のままでは、超薄板化（単板ガラス基板 50 μ m）に対応することは難しく、且つ面内板厚精度も低いため（ $>\pm 10\%$ ）、湾曲時の曲率半径と曲げ強度のバラツキが大きくなるため、量産化は難しい状況にある。超薄板化（単板ガラス基板 50 μ m）の実現と共に、板厚高精度化（ $\pm 10\%$ ）を実現しなければならない。

超薄板化（単板ガラス基板 50 μ m）と板厚高精度化（ $\pm 10\%$ ）を実現するための要素技術を明確にするために、NSC 保有の既存小型試験機を用いて、下記の視点で、枚葉シャワー方式のケミカル研磨の小判超薄研磨検証を行った。

① 加工不良の改善

現行装置仕様での超薄板化処理では、ハンドリングおよび搬送による不良（ワレ、カケ）が発生することを確認した。ハンドリング不良に関しては、手動作業が原因にて、量産時には機械化することにより改善できるため、本質的な課題では無いと考える。

搬送不良に関しては、超薄板化により、基板の撓み量が大きくなるため、搬送ローラーに衝突することが原因であることが判明した。特に、現行装置仕様のエッチング槽からリンス槽への処理槽間移動では搬送ローラー間のピッチが広いために、よ

【公開版】

り影響を受けたものと思われる。改善策として、処理槽間移動部に、搬送をアシストする機構を追加することで、搬送不良が発生しないことを確認した。

② 板厚精度の向上

現行装置仕様での処理では、板厚精度（ $\pm 10\%$ ）が不十分（工程能力： $C_p = 0.55$ 、一般的な製造可能レベル： $C_p \geq 1.33$ ）であることを確認した。材料プロセス面からの改善として、薬液変更（現行薬液→新規薬液：液組成変更）およびシャワー条件の変更により、初期性能として板厚精度が改善（工程能力： $C_p = 1.62$ ）することを確認した（図3）。

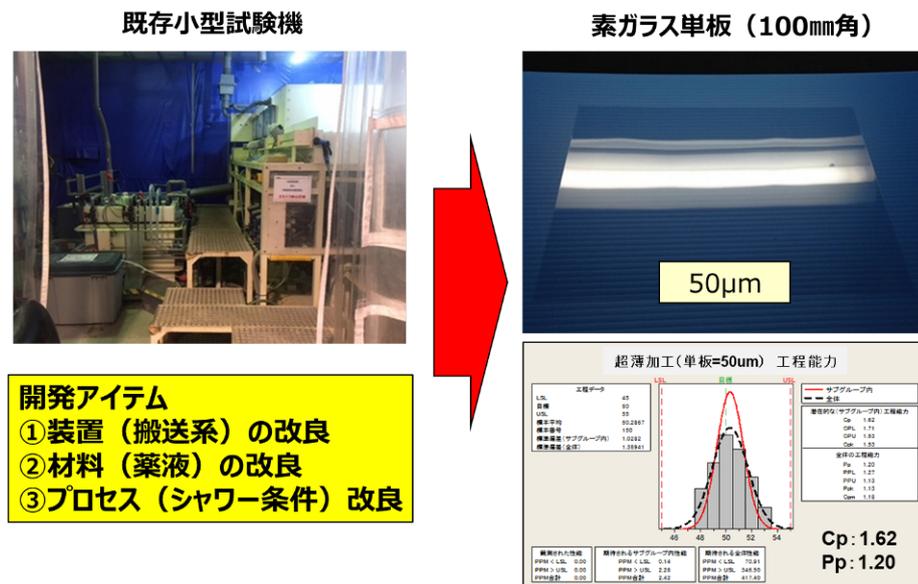
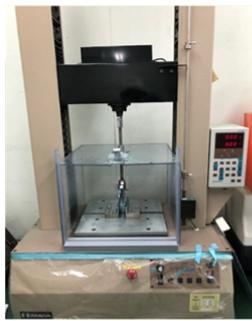


図3. 小判超薄加工検証－1：板厚精度

③ 強度の確認

超薄研磨品の強度評価（4点曲げ強度試験）を実施した。ケミカル研磨後の板厚 $100\mu\text{m}$ では、柔軟性が高く、曲げ破壊が発生しないとの結果を得た（図4）。なお、破壊しなかったため、破壊強度の算出はできなかった。

強度試験方法



NSC所有の強度測定機

- 1. 試験条件
 - (1) span : 上治具10mm、下治具30mm
 - (2) speed : 1mm/min
- 2. 試験基板
 - (1) 板厚 : 0.1mm (単板)
 - (2) サイズ : 65×120mm

強度試験結果

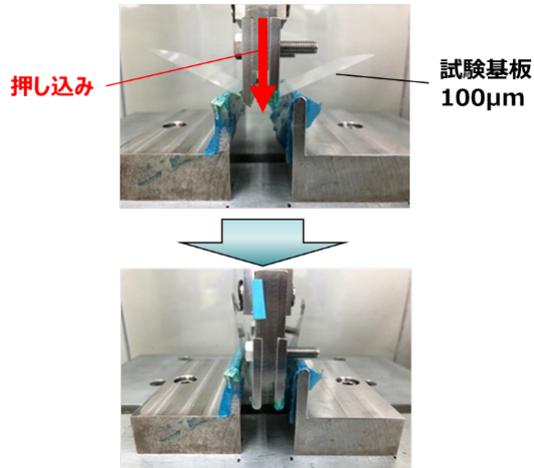
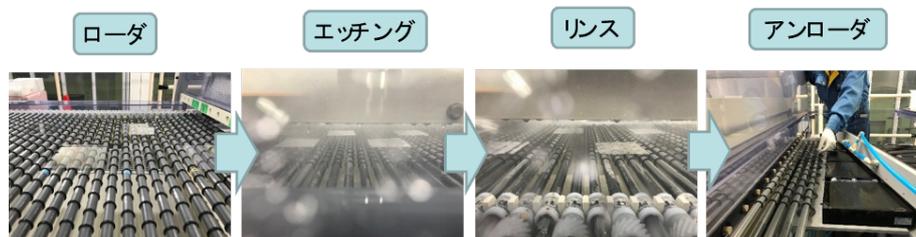


図4. 小判超薄研磨検証－2：4点曲げ強度試験

これらの検証結果により、小判単板ガラス基板にて、湾曲しても破壊に至らない超薄加工（板厚 $50\mu\text{m} \pm 10\%$ ）を確認することができた。

また、小判超薄研磨検証で得られた知見を、【1－2】大型基板に対応可能なケミカル加工設備・プロセスの開発で導入する新規の超薄対応 S-NX 試験機の仕様にフィードバックを行うと共に、NSC 保有の既存小型試験機を用いて、材料プロセスの最適化を行い、最適化された材料プロセスを超薄対応 S-NX 試験機に展開し、小判（150mm 角）単板ガラス基板を用いての超薄研磨検証（板厚 $50\mu\text{m}$ ）にて、板厚センター値に多少ズレはあるものの、面内バラツキとしては目標値内に収まることを確認した（図5）。



S/N	外形(mm)			板厚(μm)							
	縦	横	板厚	①	②	③	④	Ave	Max	Min	R
1	158.5	143.5	0.5	47	48	48	48	47.8	48	47	1
2	158.4	143.5	0.5	47	50	49	48	48.5	50	47	3
3	158.5	143.6	0.5	51	51	47	47	49.0	51	47	4
4	158.5	143.6	0.5	58	58	56	59	57.8	59	56	3
5	158.5	143.6	0.5	46	46	46	44	45.5	46	44	2
Ave	158.5	143.6	0.5	※板厚測定:マイクロメータ							

図5. 小判超薄研磨検証－3：超薄対応 S-NX 試験機処理

2-2 大判対応の高度化ケミカル加工設備開発

＜研究課題：【1-2】大型基板に対応可能なケミカル加工設備・プロセスの開発＞

2-2-1 ケミカル加工設備開発（超薄対応ケミカル研磨）

量産時には、大判加工（少なくとも G4.5=730mm×920mm サイズ以上）が必須となるが、現行の装置仕様のままでは対応が難しく、新たな装置仕様の開発が必要となる。

特に、超薄加工では、基板が大きく変形（撓む）し、搬送（ローラー搬送）およびハンドリング（ロボット吸着）で基板が破壊するリスクが高まるため、超薄板領域（100 μ m 以下）に対して、安定した搬送およびハンドリングが可能な設備開発が必須となる。

設備開発に当たり、以下の 3 つの視点にて、設計検討を行い、装置の基本仕様を決定した。

① 加工性能改善（板厚高精度化）

基準となる現行枚葉シャワー方式の装置に対して、【1-1】の検証結果から、基本的な装置仕様に対して、改良仕様を反映させた。

② 加工品位向上（スラッジ起因の表面品位悪化改善）

装置メーカーおよび材料・部材メーカーと共同開発した新素材（スラッジが付着し難い材料）を設備に組み込むために、設計・加工した。

③ 超薄加工対応

基本的には水平搬送仕様となるが、大型・超薄基板の搬送破壊のリスクを改善するために、無負荷に近い浮上搬送システム（多孔質カーボン等）を導入した。ただし、一般的な浮上搬送機構は、ドライな状態での搬送が標準的な仕様となっており、研磨加工後のウェットな状態での搬送および水切処理に対応できる機構は世の中には無く、装置メーカーの支援を受け、新たな機構を設計し、対応可能なレベルまで改良した。

上記の取り組み等で決定した仕様にて、新規の大判（G4.5）超薄対応 S-NX 試験機（基本仕様）を設計、導入をした（図6）。



装置仕様 (G4.5)

- ①基本仕様
 - ➡ 加工性能改善
- ②新素材仕様
 - ➡ 加工品位向上
- ③超薄仕様
 - ➡ 超薄加工対応



図6. 大判 (G4.5) 超薄対応 S-NX 試験機

2-2-2 ケミカル研磨の高度化

安定した大判搬送ができ、高品位の加工ができる量産性のある設備・プロセスの実現を目指し、薬液管理の高度化、装置プロセスパラメータ制御の高度化を目的に、より高度化した設備・プロセスの構築するために、追加設備を導入した。

①薬液管理の高精度化

超薄研磨処理にて薬液内に反応生成物（スラッジ）が堆積し、その影響で面内板厚精度が悪化し、薬液交換サイクルが短くなる等の課題を改善する必要がある。

その対策として、装置メーカーおよび材料・部材メーカーと共同開発した新素材（スラッジが付着し難い材料）を応用展開したMFユニットやサイクロンフィルターユニットを設計・導入した。

②装置プロセスパラメータ制御の高精度化

データ解析によるプロセスの最適化を行うために、運用中の各プロセスパラメータのデータを記録し、また管理データから異常発生時のフィードバックおよび通報などを行う機能を追加導入した。

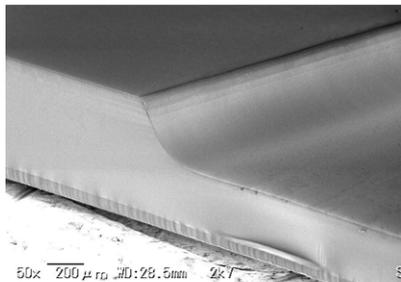
（なお、高度化された設備による大判超薄研磨検証の結果は2-2-4項に記載）

2-2-3 掘り込み加工およびケミカルカットの高度化

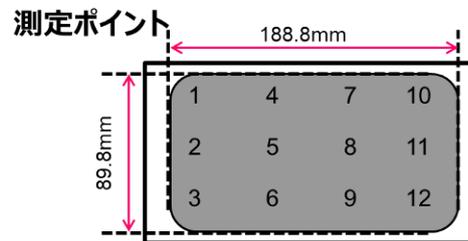
湾曲可能なガラス製有機 EL パネルの実現のためには、封止ガラスの掘り込み深さの極浅化（ $10\mu\text{m}$ ）が必須となるため、掘り込み加工の精度向上が必要となる。また、狭額縁化の有機 EL パネルを実現するためには、ケミカルカットの加工精度の向上も必要となる。

そのため、掘り込み加工およびケミカルカットの共通のレーザ加工によるマスクパターンニング工程の高精度化のために、追加設備（アライメントカメラ取付等、ジェットディスペンサ、デジタルマイクロスコープ）を導入し、プロセスの最適化を行い、加工レベルが改善していることを確認した（図7、8）。

掘り込み加工形状



掘り込み加工精度



測定結果

No.	掘込深さ (μm): 12点/p					掘込体積 (mm^3)
	平均	最大	最小	R	3 σ	
1	9.7	9.9	9.3	0.6	0.7	164.1
2	10.2	10.6	9.9	0.6	0.6	173.5
3	10.3	11.1	9.6	1.5	1.6	174.9

①高度化設備の導入
②プロセスの最適化
→加工形状および加工精度を改善

- ①掘込深さ：範囲(レンジ):R=約 $1.8\mu\text{m}$
($\pm 0.9\mu\text{m}$ → $\pm 10\%$ 以下)
②掘込体積：基板間差=約 10mm^3 ($10\mu\text{L}$)

図7. 掘り込み加工の高度化（加工形状および加工精度）

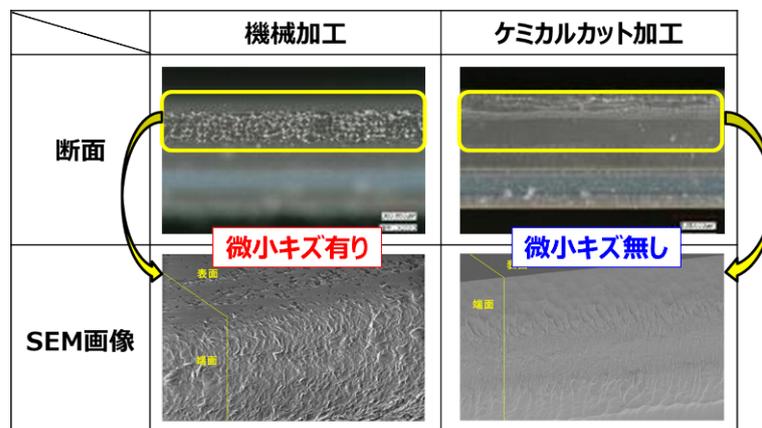


図8. ケミカルカットの高度化（断面形状）

2-2-4 大判超薄研磨検証

2-2-1項（ケミカル加工設備開発）および2-2-2項（ケミカル研磨の高度化）で導入・改造した超薄対応 S-NX 試験機を用いて、プロセスの最適化を行い、大判（G4.5：730mm×920mm）単板ガラス基板での超薄研磨処理（500→100 μ m）を行った結果、面内板厚精度の目標 $\pm 10\%$ を達成した（図9）。

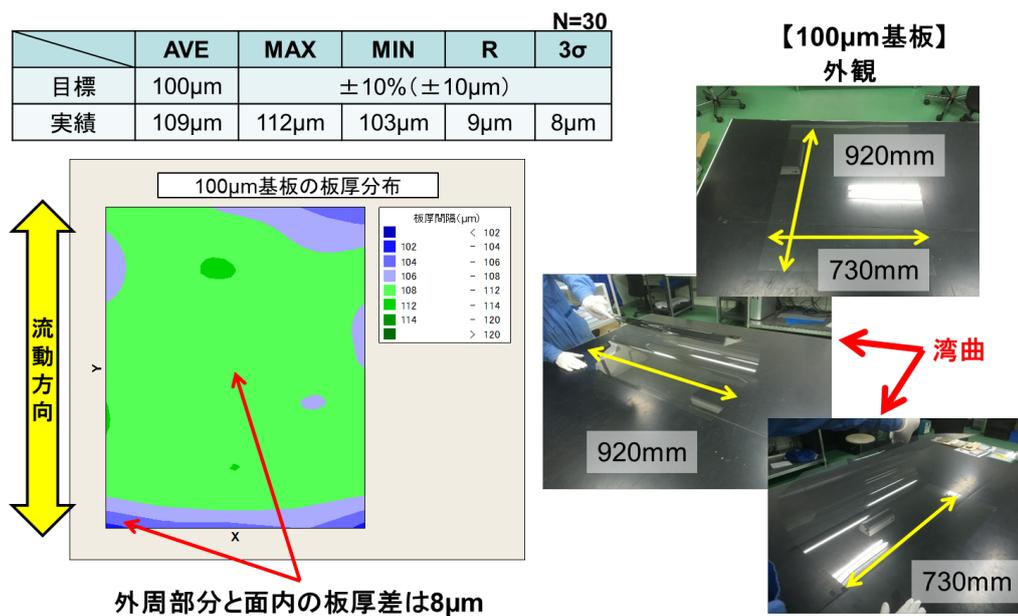


図9. 大判（G4.5）超薄研磨検証－1：改造前

大判（G4.5）単板ガラス基板での超薄研磨検証を行う中で、特有の課題（超薄板厚に伴う課題、エッチング量増に伴う課題および超薄搬送の安定性）が判明した。これらの課題を解決するために、下記のような追加改造を実施した。

①超薄板厚に伴う課題対策

当初から超薄対応の搬送仕様（搬送ローラーの狭ピッチ化等）にて対応してきたが、搬送系の安定性が未だ十分では無く、量産技術としては課題を有していた。そのため、エッチング槽部での搬送最適制御のための改造（搬送速度同期化制御）、液切り部の安定化のための改造（ダブルリキッドジェット機構）、リンス槽部での安定化のための改造（メッシュベルトディップ洗浄機構）を行った。特に、ダブルリキッドジェット機構およびメッシュベルトディップ洗浄機構は、開発要素が高く、実績の無い新規

仕様にて、装置メーカーの協力を得て、事前検証を行い、設計仕様を確定させた。

②エッチング量増に伴う課題対策

導入した超薄対応S-NX試験機は、研究開発用なので、エッチング槽を3槽とコンパクトにしたため、超薄にするためには、複数回のエッチング処理が必要となり、薄型基板のハンドリングが頻発し、基板の投入・取り出し時に破壊するリスクが高くなるため、1回のハンドリングで完了できるようにエッチング槽の処理制御の改造（エッチング搬送揺動機構）を行った。

また、超薄ではエッチング時間が長くなり、排気により大量の薬液（エッチング液）が吸い上げられるため、コスト増になると共に、環境負荷が増大するために、両課題を解決するために、エッチング槽内での薬液トラップ機構（冷却ミストトラップ機構）を導入した。冷却ミストトラップ機構も開発要素が高く、実績の無い新規仕様にて、装置メーカーの協力を得て、事前検証を行い、設計仕様を確定させた。

③超薄基板搬送の安定性対策

大判（G4.5）超薄研磨の検証にて、面内板厚精度が達成することができたが、アンローダ部での超薄基板搬送の不安定性は解消しておらず、本事業の主目的である超薄ケミカル加工の量産プロセス技術（含設備）としては課題を残していた。

基板搬送の不安定性の要因（超薄による撓み増の影響：アンローダ機構との衝突／微小水滴残りによる基板引っ付き、超薄による基板の軽量化の影響：搬送機構のグリップ力の低下等）を抽出し、超薄搬送の安定化のための撓み抑制機構、水滴影響低減機構、搬送能力増強機構等の改造を実施した。

上記の改造工事を完了させた後に、大判（G4.5）単板ガラス基板にて超薄研磨検証を行い、板厚センター値として多少ズレはあるものの、面内板厚バラツキに関しては、改造前より、改善（面内R：改造前＝8 μ m→改造後＝5 μ m）することを確認した（図10）。

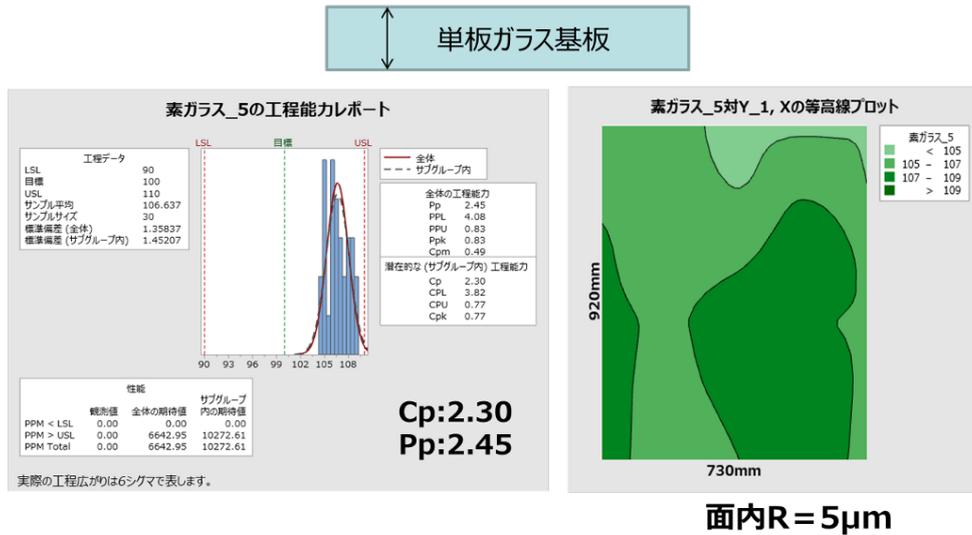


図10. 大判 (G4.5) 超薄研磨検証一2: 改造後 (単板ガラス基板)

大判 (G4.5) 単板ガラス基板での検証結果を踏まえて、最終的に適用するガラス製有機ELパネルに相当する大判 (G4.5) 貼り合せ基板を用いて、同様に超薄研磨検証を行った。その結果、大判 (G4.5) 貼り合せ基板でも、板厚センター値として多少ズレはあるものの、面内板厚精度に関して、十分な工程能力で超薄研磨加工ができることを確認した (図11)。

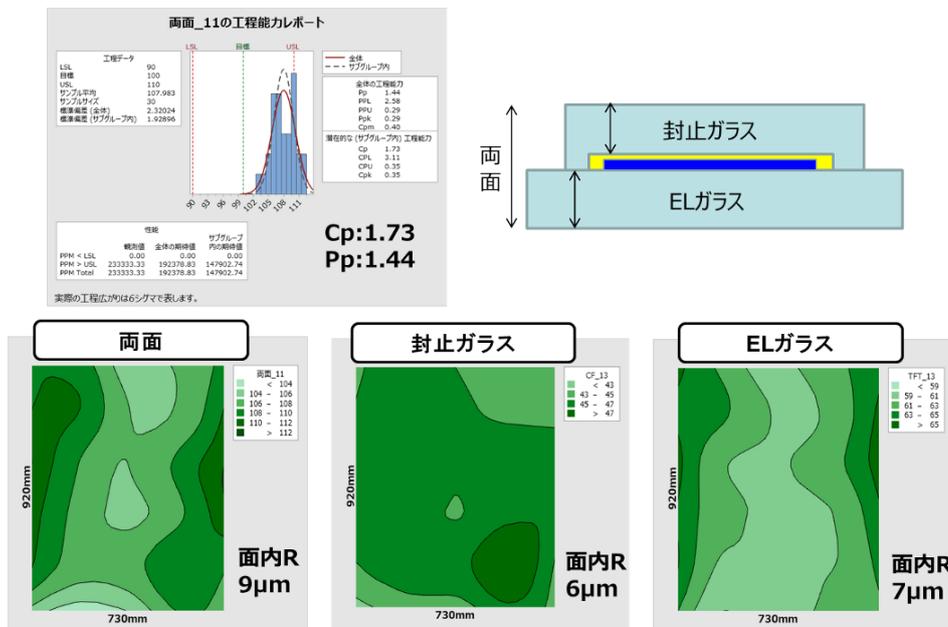


図11. 大判 (G4.5) 超薄研磨検証一3: 改造後 (貼り合せ基板)

2-3 湾曲性と信頼性を両立する新規封止構造開発

＜研究課題：【2-1】ケミカル加工に適した有機 EL 構造開発（含性能確認）＞

湾曲（曲率半径 R100mm）が可能で、車載信頼性能（85°C85%RH 500 時間）を確保することができる封止構造の開発を行った。

有機 EL は、水分・酸素により電極部や有機層の酸化により発光部が非発光となる劣化があるため、封止構造が必須である。ここで封止構造とは大気中の水分や酸素による劣化から保護する役目となる。フレキシブル有機 EL の場合、TFE（Thin Film Encapsulation）構造と言われる真空成膜による無機バリア薄膜を多層積層することで、フレキシブル化を達成しているが、非常に構造が複雑であるため、パネルコストが高価になるデメリットがある。

本事業では、ガラスを用いた封止構造にて、ガラスをケミカル加工することで薄板化し、湾曲パネルを得るものであるが、この構造の場合、2枚のガラスを用いて有機 EL を水分から保護するため、屈曲した際に 2 枚のガラスが有機 EL に物理的に接触してしまい、有機 EL がダメージを受けると言う課題がある。これを解決するために、封止部に充填材（フィラー材）を封入すること等により、2枚のガラスが接触することを防ぐことが必要となる。湾曲性を得るためには、ガラスの薄板化だけではなく、封止部の掘り込み深さの極浅化も必要となるため、封入プロセスの高精度化も必要となる。また、封止材料（特に、充填材：フィラー材）は有機 EL 素子に直接、接するため素材によっては有機 EL にダメージを与える可能性もあり、封止材料の改良も必要となる。

湾曲性と信頼性を両立したケミカル加工に適したベンダブル有機 EL を実現するためには、それに適したパネルの封止構造（含プロセス）と封止材料の開発が必須となる（図 1 2）。

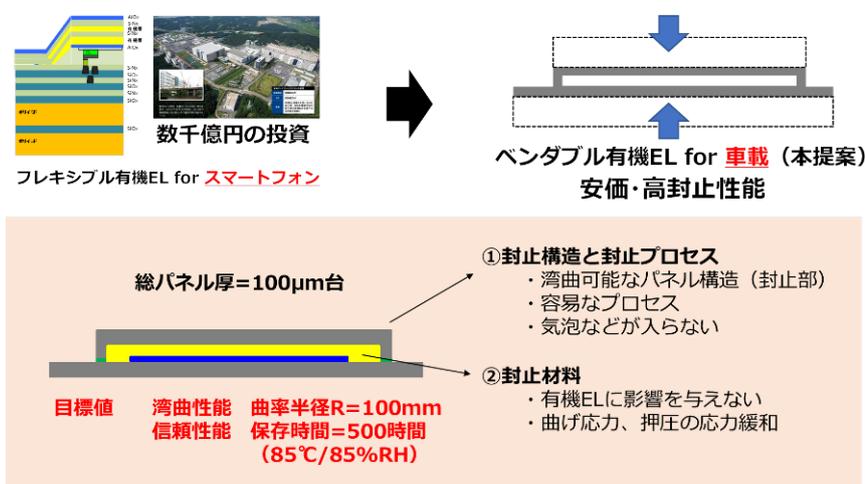


図 1 2. 新規封止構造（含材料プロセス）の構想

2-3-1 封止構造（含プロセス）の開発

本事業では、ダム-フィル構造と言われる封止構造を採用した。2枚のガラス基板の周囲を光硬化樹脂（シール材：ダム材）で接着し、内部には充填材（フィル材）を封入する構造である。このダム-フィル構造は湾曲性のないガラス基板を用いた有機 EL パネルで採用されてきた経緯があるが、ガラス基板が厚く、封止部が深いため、そのままでは湾曲性が得られない。

本事業においては、湾曲性の目標値である曲率半径 R100mm を達成するために、ガラス基板の薄板化だけでなく、封止部も極浅（掘り込み深さ：一般的な仕様=200 μ m→湾曲対応仕様=10 μ m）にする必要がある（図13）。

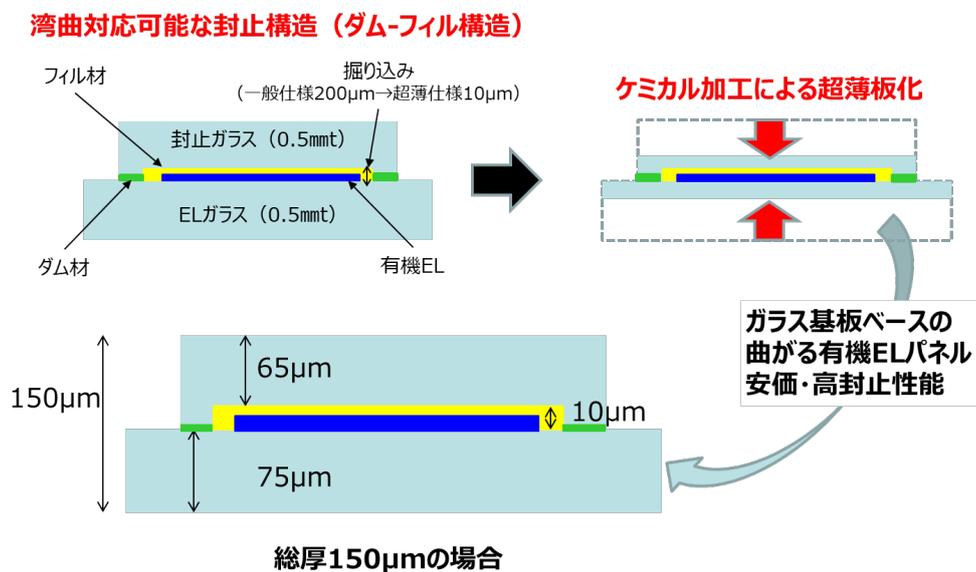


図13. 湾曲対応可能な封止構造（ダム-フィル構造）

封止プロセスとしては真空貼り合わせプロセスを選択した。真空貼り合わせプロセスは、多くの産業で用いられており、安価なプロセスである（図14）。

ディスペンサ等を用いて、極浅の掘り込み加工を施した封止ガラスの周囲にシール材（ダム材）を塗布し、封止部に充填材（フィル材）を封入し、封止時に充填材（フィル材）への気泡の内包を抑制するために、真空中で、真空蒸着等で有機 EL を形成した EL ガラスと貼り合わせを行うプロセスである。

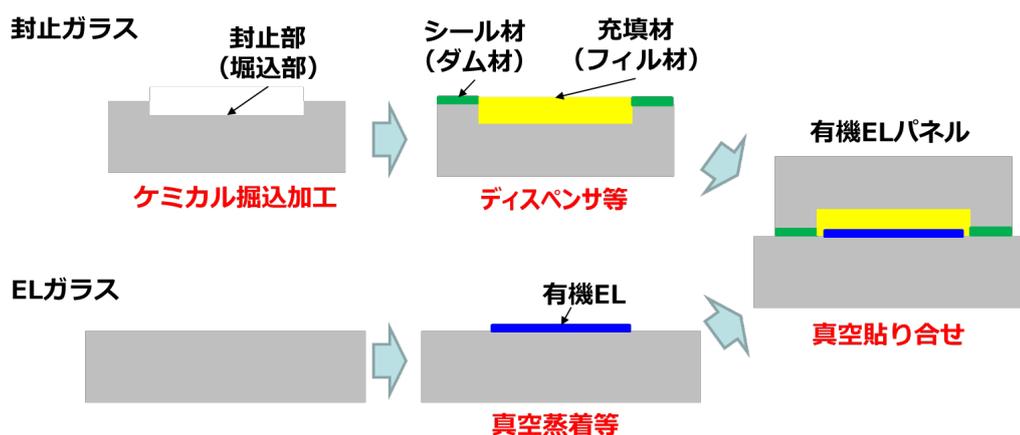


図14. 封止プロセス

真空貼り合わせのための封止装置は、実験室レベルで取り扱えるような小型の装置は無く、今回、封止装置で実績が高い装置メーカーと、綿密に打合せを行い、これまでのノウハウを蓄積した小型真空封止装置を新たに開発した。平成29年度に導入し、本装置を用いて、真空封止できることを確認した。

充填材（フィル材）の塗布・印刷装置に関しては、上述のように、封止ガラスの掘り込み深さを一般的な仕様の1/20程度に極浅化しているため、充填材（フィル材）を正確に、且つ均一に、封止部へ封入するためには、高精度の塗布・印刷手法が必要となる。各種塗布・印刷手法を調査・検討した結果、非接触型ジェットディスペンサを選択し、平成30年度に導入し、封止ガラスへの封入プロセスの開発を行った。

また、パネル試作検証において、一部の充填材（フィル材：高粘度品）で封止時に充填材（フィル材）に気泡が内包されると言う不具合がみられた。発生原因として、封入量の正確性と封入しているシリコン材料の濡れ広がり性が関係すると推定し、シリコン材料の粘度調整に加えて、濡れ広がり性の向上を図るために、令和元年度に真空封止装置への加熱機構搭載の改造を行い、濡れ広がり性を向上すると共に、充填材（フィル材）の粘度に関わらず真空貼り合わせが可能となった。

2-3-2 封止材料の開発（充填材：フィル材）

これまでに山形大学では、有機EL素子に直接、接しても影響がない素材としてシリコン（シロキサン）が有用であることを見出していた。そこで本事業ではUV-PDMS（UV

硬化型 poly-dimethylsiloxane) を用いることとした。

また UV-PDMS は硬化後、硬度が高く、湾曲や応力緩和には向かないため、低分子シリコーンを混合することで、柔軟性を調整することとした。PDMS に低分子シリコーンを混合することでシリコーンゲルを形成し、柔軟性を調整できることが知られているためである。加える低分子シリコーンとして D5 (環状シロキサン) を用いた。しかしながら PDMS : D5 の混合によるシリコーンゲルを充填材 (フィル材) にした場合、信頼性能の目標値である 85°C/85%RH 保存 500 時間に及ばず、パネル作製後初期から非発光エリア (ダークスポット、シュリンク) の拡大が確認された。有機 EL の非発光エリアの拡大は、水分や酸素が有機 EL 素子界面 (特に有機/電極界面) を酸化することが主要因であるが、本シリコーン液の脱水を行っても完全には抑制できないことから、本ケースの場合は、低分子シロキサン D5 が有機 EL 材料を侵食し、非発光エリアが拡大しているものと推測している。

低分子シロキサンは長期保存性において、有機 EL 素子に影響を与えることが示唆されたため、シリコーンの材料改良の検証 (7 種類: 開発品 A~G) を行った。改良材料の中で、開発品 F にて、恒温恒湿 (85°C 85%RH) 保存下の信頼性能の目標である保存時間 500 時間の耐久性を達成することができた (図 15)。なお、開発品 F は湾曲時の応力を緩和できるように応力調整も行っている。

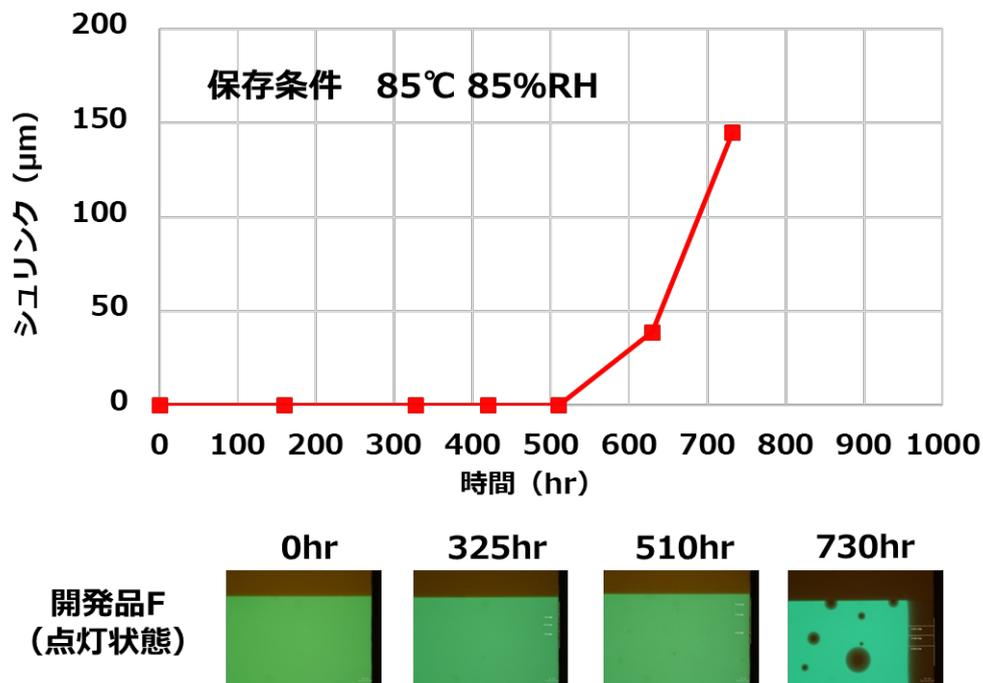


図 15. 恒温恒湿保存試験結果 (85°C85%RH)

【公開版】

また、保存時間 500 時間までは、全く非発光エリアの拡大が確認できないことは、図 15 の有機 EL 発光像からも分かる。500 時間以降は非発光エリアの拡大が観察されるが、これはシール材（ダム材）から侵入した水分子による影響（サイドリーク）と考えている。サイドリークはシール材（ダム材）の厚みにも大きく依存する。

目標の信頼性能を達成することができたが、実際にパネル構造が設計通りの構造かどうかを確かめるために、断面観察を行った（図 16）。

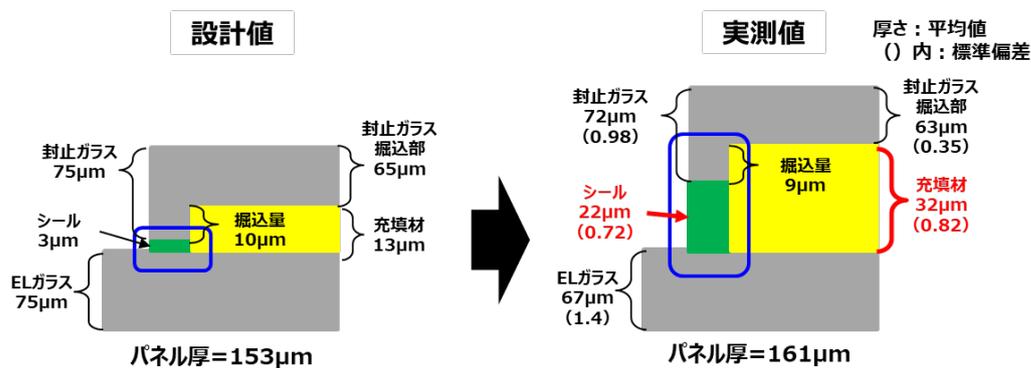


図 16. パネル断面分析結果

パネル断面分析から、シール材の厚みが設計よりも厚い（7倍）ことが明らかになった。シール材（ダム材）の厚みを1/2にすれば水蒸気の侵入量も1/2になるため、信頼性能を大幅に向上させることができる。本事業期間中には、達成できていないが、本封止構造をさらに最適化することによって、信頼性能を更に向上させることが可能であると推測している。

2-3-3 湾曲性能の確認

ケミカル加工の高度化技術および超薄ガラス製有機 EL パネルに適した新たな封止構造を導入した試作パネル用いて湾曲性能を確認した。その結果、総厚 150µm（片面 75µm）にて、湾曲性の目標である曲率半径 R100mm でも湾曲点灯が可能であることを確認した（図 17、18）。総厚を 100µm まで薄板化しなくとも、曲率半径 R100mm を達成したことで、更なる小曲率半径 R の実現も可能と推測する。

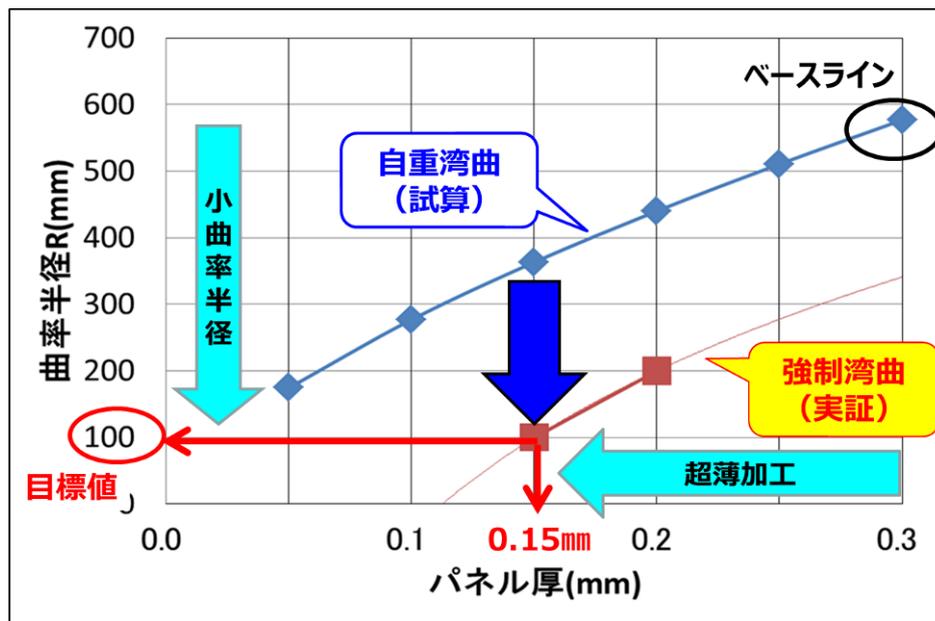
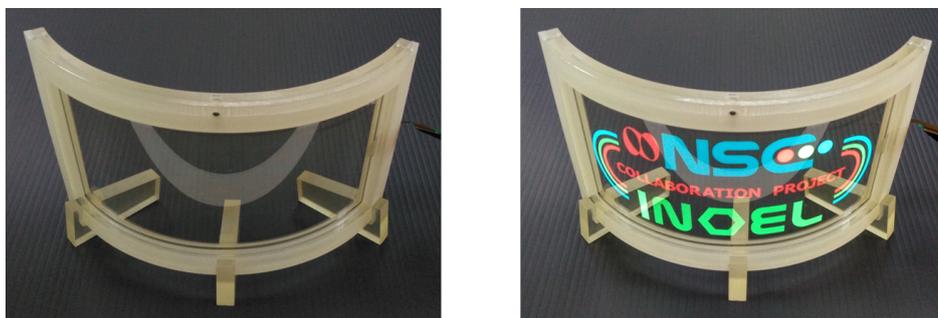


図17. パネル厚と曲率半径の関係 (湾曲性能の確認)



- 作製パネル
 - ・サイズ 200mm×100mm
 - ・パネル厚 150μm
 - ・湾曲性能 曲率半径R100mm
 - ・特徴 ケミカル研磨による超薄型有機ELパネル
 - ①ガラス基板：一枚のガラス厚=75μm
 - ②表示方式：エリアカラー、透明有機EL (発光色：R,G,B)
 - ③封止構造：超薄型ダムフィル構造 (堀込量=10μm)

図18. 固定湾曲 (曲率半径 R100mm) の実証パネル

3. 最終章 全体総括

3-1 複数年の研究開発成果

年度毎の研究開発成果の総括を下記に記載する。

<平成 29 年度>

① ケミカル加工の高度化開発

薬液調合、液温、研磨速度の調整等で小判（100mm 角）単板ガラス基板の超薄研磨検証にて、面内板厚精度 $50\mu\text{m}\pm 10\%$ の目途をつけることができ、曲げ強度試験機による評価で、柔軟性を確認すると共に、破壊に至らないことを確認した。また、超薄対応 S-NX 試験機を前倒し導入し、動作確認を行った。

② 封止材料・プロセス開発

封止材料は有機 EL に影響がないことに加え、光学的に透明である必要があり、シリコン材料から UV-PDMS を選定し、水分に対する耐久性が高いことを確認した。

また、封止装置に関して、空隙なく封止を行うために、カスタマイズした自由度が高く、かつ低価格な有機 EL 用真空封止装置を導入し、シール材（ダム材）および充填材（フィル材）のプロセス条件出し（真空封止装置およびディスペンサ）を行い、封止条件を見出した。

<平成 30 年度>

① ケミカル加工の高度化開発

大判超薄研磨に展開するために、既存小型試験機を用いて、研磨プロセスの最適化を行い、超薄対応 S-NX 試験機に展開し、小判（150mm 角）単板ガラス基板を用いた超薄研磨検証にて、面内板厚精度の目標値（ $\pm 10\%$ ）を確認した。これをベースに、超薄対応 S-NX 試験機の各ユニットプロセスの最適化を行い、大判（G4.5）単板ガラス基板にて超薄研磨（ $500\rightarrow 100\mu\text{m}$ ）を行い、面内板厚精度（目標値 $\pm 10\%$ ）を確認した。また、ケミカル研磨、掘り込み加工／ケミカルカットの高度化のために追加設備を導入し、基本動作を確認し、大判検証にて目論見通りの加工レベルの改善を確認した。

② 封止材料・プロセス開発

小判（100mm 角）での検討を前倒しし、充填材（フィル材）の改良（材料メーカーと連携）を行い、初期の非発光エリアの発生を抑制した。また、非接触型ジェットディ

【公開版】

スパンサを導入し、封止ガラスへの塗布・印刷プロセスを開発し、パネル試作検証にて、総厚 150 μ m（片面 75 μ m）で、湾曲性の目標である曲率半径 R100mm での湾曲点灯を確認した。

<令和元年度>

① ケミカル加工の高度化開発

超薄板厚に伴う課題、エッチング量増に伴う課題および超薄搬送安定化の対策として、改造工事を行い、目論見通りの導入効果を確認した。

また、装置改造後、プロセス条件の最適化により、ガラス製有機 EL パネルに相当する大判貼り合せ基板（G4.5）にて、超薄研磨（1000 \rightarrow 100 μ m）を行い、面内板厚精度（目標値 \pm 10%）を達成した。

② 封止材料・プロセス開発

充填材（フィル材）の更なる改良と応力緩和処理にて、信頼性能の目標である保存時間 500 時間（85 $^{\circ}$ C85%RH）を達成した。本条件は 200 \sim 250 倍の加速条件であることから、常温常湿では 10 年を超える信頼性能と見積られる。また、パネル断面分析からシール材が設計よりも厚いことが明らかとなり（7 倍厚い）、湾曲性能と両立しながら薄膜化することで更なる信頼性能の向上が見込まれる。

また、真空封止装置の改造工事（加熱機構搭載）を行い、封止材料（充填材：フィル材）の粘度に依らず、封入プロセスを行うことが可能になり、更なる改善に向けて、封止材料（充填材：フィル材）の選択幅を広げることができた。

これらの取り組みの結果、当初の設定した開発目標を達成することができた。

	項目	内容	現状（開発前）	開発目標	結果	判定
1	湾曲性	曲率半径	1500mm	100mm	←	○
		セル厚	1000 μ m （研磨無し）	100 μ m \pm 10 μ m	150 μ m	
2	信頼性	条件	60 $^{\circ}$ C90% （民生条件）	85 $^{\circ}$ C85% （車載条件）	←	○
		時間	500hr	500hr	510hr	

【公開版】

また、本事業の目的である車載製品への技術採用に向け、山形大学・（株）NSC が連携して、技術検証用サンプルの作製だけでなく、当初計画には無かったが、顧客へのデモ用、展示会出展用および学会発表用のサンプルを作製し、事業期間中ではあったが、Web プレスリリースも含めて、先行して積極的に対外的なアピールを行った。

表4. 対外発表

	項目	2017-2018年度	2019年度
1	パネル型	透明有機EL(発光色：R,G,B)	←
2	封止構造	ダムフィル構造（10μm）	←
3	表示パターン	パッシブ方式（ロゴ型エリアカラー）	←（ナビ型エリアカラー）
4	パネルサイズ	200mm×100mm	←
5	パネル厚	総厚=150μm	←
		一枚のガラス厚：75μm	←
6	湾曲性能	固定湾曲	可変湾曲
		曲率半径R=100mm	R = 200mm
	実証サンプル		
	展示	①オートモーティブワールド2019出展 ②J-Flex2019出展	①オートモーティブワールド2020出展
	発表	①山形大学学長記者会見 ②Webプレスリリース	①有機EL討論会発表 ②JIEPワークショップ発表 ③Webプレスリリース ④月刊誌寄稿

オートモーティブワールドは、東京モーターショーに次ぐ、国内最大級の自動車技術展示会であり、有機EL 討論会は国内の有機EL の研究開発者が参加する有機EL 技術に特化した学会であり、本事業の成果をアピールする場としては最適と考えた。

平成30年（2019年）の展示および発表サンプルとして、高度化ケミカル加工による固定湾曲（曲率半径 R100mm）の透明有機EL パネルを作製した。ガラス製有機EL パネルは、湾曲させることが難しいとされる中、ケミカル加工技術の高度化により、中程度の湾曲範囲内（曲率半径 R100 mm程度）の曲面ディスプレイの実現性をアピールすることができた。

【公開版】

また、令和2年（2020年）は、より車載用パネルをイメージすることができ、更なるケミカル加工の高度化により、固定湾曲ではなく、可変湾曲（曲率半径 R200mm）が可能な透明有機 EL パネルを作製し、ガラス製有機 EL パネルでも、ケミカル加工技術の高度化の進展により、中程度の湾曲範囲内（曲率半径 R100mm 程度）ではあるが、自在に湾曲させることができることをアピールすることができた。

更に、出展したサンプルを用いて、湾曲耐久性試験（曲率半径 R200mm）を行い、累計湾曲回数=10万回でも、外観異常（破壊）の発生が無く、正常な表示状態を維持していることを確認した。十分な湾曲耐久性を有することを確認することができたことで、川下事業者にもガラス製有機 EL パネルでも、中程度の湾曲範囲内でのフレキシブル有機 EL パネルの実現性をアピールすることができた。

3-2 研究開発後の課題

本技術は、フォルダブルスマートホン等に要求されるような極小の湾曲性（曲率半径 R 数 mm）に対応するものではなく、車載等の中程度の湾曲性（曲率半径 R100mm 程度）を要求する用途に対応するものであり、ケミカル加工技術の高度化により、ガラス製有機 EL パネルでも、曲率半径 R100mm 程度の湾曲性を実現するものである。

実現手段であるケミカル加工の高度化に関しては、特に超薄研磨に関して、バラツキレベルを改善することができ、そのポテンシャルを実証することができたが、板厚のセンター値が多少ズれており、量産に向けては、センター値も含めた工程能力の改善が必要となる。

また、ケミカル加工の高度化のために導入した装置に関しても、数多くの開発要素が高く、実績の無い新規仕様の設備導入と改造工事を行っており、初期性能としては所望の性能を得ることができたが、量産に向けては長期性能保証ができるレベルまで完成度を高める必要がある。

封止構造に関しては、材料・プロセスの改良により、85°C85%RH 500 時間を達成することができたが、製造工程の基本構成要素（人、機械・設備、材料、プロセス、測定方法、環境等）のバラツキに対して、十分な製造マージンが確保されているレベルには至っていない。パネル断面分析からシール材が設計よりも厚いことが明らかとなっており、湾曲性能と両立しながら、シール材を薄膜化することで、信頼性能を大幅に改善できる余地があること

から、製造マージンの確保に向けて、更なる改善を進める必要がある。

本事業の特徴は、通常の厚みの有機 EL パネル（総厚 1000 μ m）を作製した後、ケミカル加工により微小キズの無い状態で、総厚 150 μ m の超薄型の有機 EL パネルを実現することで、曲率半径 R100mm までの湾曲を可能とする点にあり、既存の有機 EL パネルの製造ラインをそのまま活用することができ、ケミカル加工工程の追加投資で対応することができるため、設備投資額を抑制することができ、信頼性が高く、湾曲可能なガラス製有機 EL パネルを安価に量産することが可能になることから、今後、量産技術の確立に向けて、上記の課題解決のための開発を継続する。

3-3 事業化展開

3-3-1 想定マーケット

従来のガラス製有機 EL パネルでは難しいとされていた湾曲性と信頼性の両立が可能になったことから、下記の製品を実現することが可能となり、今後成長が見込める車載分野および照明分野の事業展開を図ることが可能となる。

名称：高信頼性・湾曲性を有するディスプレイ・照明

用途：車載用インテリア・エクステリア部品

特徴： ①車載用途で求められる高信頼性

②車載用途で求められる高強度の湾曲性

③車載用途で求められる異形状対応

3-3-2 想定ユーザ

自動車メーカー（国内外）、デジタルサイネージシステムインテグレータがサプライチェーンの最終顧客ではあるが、NSC は有機 EL を手掛けるパネルメーカーを直接の顧客に想定にしている。車載ビジネスは、階層的サプライチェーンが確立されており、自動車メーカーは Tier1 と呼ばれる直下の電装メーカーからの提案を求めており、電装メーカーは Tier2 となるパネルメーカーに提案を求める構造となっており、自動車メーカーを含めた 3 階層に対していずれへのアプローチでも採用の可能性が考えられる。

【公開版】

自動車メーカー、電装メーカー、パネルメーカーと、連携することにより、新たな車載用ディスプレイ・照明の使用方法、仕様が決定できる上に、連動する他の機器（IoT等）との連携やタッチパネル機能等の高付加価値な商品開発の足がかりとすることも可能となる。

既に、国内の主要な電装メーカー、大手パネルメーカー、加工機メーカーおよび車載ガラスメーカーと打合せを行っており、自動車メーカーからディスプレイの曲面化につき川上に要求が多数もたらされ、2021年以降をその量産時期目標としていることを確認している。

また、デジタルサイネージも、パネルメーカー、デジタルサイネージメーカー、デジタルサイネージシステムインテグレータの3階層になっており、同様にいずれへのアプローチでも採用の可能性が考えられ、今後アプローチを行っていく。

3-3-3 事業化の実現性

自動車業界では、曲面ディスプレイ（スタートは緩やかな湾曲仕様）は2021年以降から急激に増加すると予測されている。韓国系の有機ELパネルメーカーは、少品種大量製品であるスマートホンや大型TVのディスプレイでは、フレキシブル有機ELパネルの封止度を上げるための複雑な工程や時間が非常にかかる工程を組み合わせても採算性が取れているが、自動車用のディスプレイでは、多品種少量製品（カスタム仕様）のため、コストがかかることになり、その技術の延長線上では事業的には厳しく、本事業の成果が、ガラス製のフレキシブル有機ELパネルの事業化の原動力に繋がると推測する。

上述のように、曲面ディスプレイは全世界1億台の自動車市場の内、まずは2021年頃から高級車に導入されると思われるが、価格次第では2023年のモデルチェンジ時に中級車に展開される可能性もあり、本事業によるコストダウンが大きなカギを握るものと考え、今後量産技術の確立に向けて開発を継続し、本事業の採用を目指す。