

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

H05B 33/10

H05B 33/14



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 03154686.2

[43] 公开日 2004 年 3 月 31 日

[11] 公开号 CN 1486122A

[22] 申请日 2003.8.25 [21] 申请号 03154686.2

[30] 优先权

[32] 2002. 8. 23 [33] US [31] 10/226600

[71] 申请人 伊斯曼柯达公司

地址 美国纽约州

[72] 发明人 D·B·卡尔顿 S·K·霍斯

T·K·哈特瓦

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

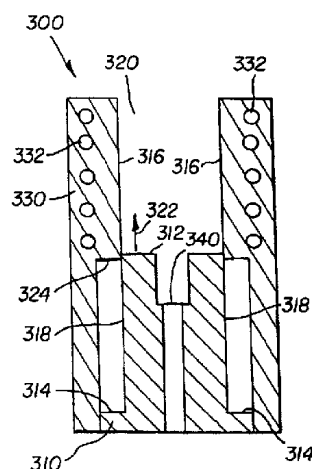
代理人 崔幼平 黄力行

权利要求书 1 页 说明书 8 页 附图 4 页

[54] 发明名称 有机发光二极管显示器有机材料固体压实柱件及制造方法

[57] 摘要

在此公开了一种用在气相沉积源中的有机材料的固体压实柱件以及制作该柱件的方法。固体压实柱件包括：一个支承件，用于使得柱件能够转动或传递冷却流体，或起这两种作用；和一种有机材料的压实固体芯，其模制到支承件上并围绕支承件。



I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种用在气相沉积源中的有机材料固体压实柱件，包括：
 - (a) 一个支承件，用于使得柱件能够转动或传递冷却流体，或
5 起这两种作用；和
 - (b) 一种有机材料的压实固体芯，其模制到支承件上并围绕支承件。
2. 如权利要求 1 所述的固体压实柱件，其特征在于，有机材料包括至少两种不同的有机材料组份。
- 10 3. 如权利要求 1 所述的固体压实柱件，其特征在于，冷却管放置在柱件内部的中央。
4. 如权利要求 1 所述的固体压实柱件，其特征在于，冷却管是金属的。
5. 一种形成用于气相沉积源的有机材料的固体压实柱件的方法，
15 包括以下步骤：
 - (a) 提供一个冷却管；和
 - (b) 压实有机材料以将此材料模制成围绕冷却管的实心形状。
6. 如权利要求 5 所述的方法，其特征在于，压实步骤包括对有机
20 材料加热并施压。
7. 一种在一个将要成为有机发光二极管显示器一部分的结构上形成一个适于有机层的气相沉积的固体压实有机材料的柱件的方法，包括以下步骤：
 - (a) 提供一个限定一个空腔的模具，以及处于空腔的相反侧并可
25 移动到此空腔中的第一和第二冲头，第一和第二冲头各自具有用于接收冷却管的对应开口；
 - (b) 将有机材料以粉末的形式放置在模具腔之内的第一冲头之上以及金属管周围；和
 - (c) 通过一个加热源和冲头对模具腔中的有机材料充分地加热
30 和施压，以将有机材料压实成绕冷却管模制的固体压实柱件。

有机发光二极管显示器有机材料固体压实柱件及制造方法

技术领域

5 本发明总体涉及一种由包括有机材料的粉末形成固体压实柱件的改进方法，其中此固体压实柱件用在物理气相沉积中以在一种将形成有机发光二极管（OLED）显示器的一部分的结构上制备有机层。更具体地说，本发明涉及一种有机材料的固体压实柱件，包括一个用于在气相沉积过程中允许该柱件转动或透过冷却流体的支承件。

10 背景技术

有机发光二极管（OLED）也称作有机电致发光器件，可以通过在第一和第二电极之间夹置两层或多层有机层来构成。

在常规结构的无源矩阵 OLED 中，多个横向间隔的透光阳极、例如为氧化铟锡（ITO）阳极形成在透光衬底如玻璃衬底上作为第一电
15 极。然后通过各种有机材料从各自的处于低压、典型的压强为低于 10^{-3} 托的腔中的源区物理气相沉积连续形成两个或多个有机层。多个侧向间隔的阴极作为第二电极沉积在最上面一个有机层的上方。阴极相对于阳极典型地以直角取向。

这种常规的无源矩阵 OLED 显示器通过在适当的列（阳极）之间
20 以及每个行（阴极）之间施加电势（也称作驱动电压）而工作。当阴极相对于阳极被负压偏置时，从一个由阴极和阳极的重叠区限定的像素发射光，并且发射的光经阳极和衬底到达观察者。

在有源矩阵 OLED 中，阳极阵列通过连接到各个透光部分的薄膜晶体管（TFT）设置为第一电极。通过气相沉积以基本上等同于前述
25 无源矩阵器件的结构的方式连续形成两个或多个有机层。公共阴极设置在最上一层有机层之上成为第二电极。在共同转让的美国专利 US-A-5,550,066 中描述了一种有源矩阵发光器件的结构和功能，该专利在此引为参考。

例如，在共同转让的美国专利 US-A-4,356,429、US-A-4,539,507、
30 US-A-4,720,432 和 US-A-4,769,292 中描述了用于构造有机发光器件的有机材料、气相沉积的有机层的厚度和层结构，这些专利在此引为参考。

用于制造 OLED 显示器的材料、如有机空穴迁移材料、预掺杂有有机掺杂剂的有机发光材料和有机电子迁移材料可以有较为复杂的分子结构，带有较弱的分子键力，使得必须小心以防在物理气相沉积期间分解有机材料。

- 5 前述有机材料合成为具有较高的纯净度，并且以粉、薄片或颗粒的形式提供。到目前为止，这些粉、薄片或颗粒被用于放置在物理气相沉积源中，源中被施加热量以通过升华形成蒸汽或蒸发有机材料，蒸汽会聚在衬底上以在其上提供一个有机层。

在物理气相沉积中使用有机粉、薄片或颗粒时观察到几个问题：

- 10 (i) 粉、薄片或颗粒难以处理，因为它们可以通过一个被称作摩擦带电的过程获得静电荷；

(ii) 与理想化的固体有机材料的物理密度、约为 1g/cm^3 相比，有机材料的粉、薄片或颗粒一般具有较低的物理密度（表示为单位体积的重量），大约处于 $0.05\sim 0.2\text{g/cm}^3$ ；

- 15 (iii) 有机材料的粉、薄片或颗粒具有不理想的较低热导率，尤其在放置于设置在压强降为 10^{-6} 托的腔中的物理气相沉积源中时。因此，只有通过热源的辐射加热并通过颗粒或薄片与源的加热面直接接触的导热来加热粉、薄片或颗粒。不与源的加热面接触的粉、薄片或颗粒由于较低的颗粒-颗粒接触面积而不能被有效地加热；和

- 20 (iv) 粉、薄片或颗粒可以有较高的颗粒表面积/体积比，并因而有相应的较高倾向去滞阻外界环境下颗粒之间的空气和/或湿气。因此，载入设置在一个腔内的物理气相沉积源中的有机粉、薄片或颗粒的电荷一旦该腔被抽空到一个降低的压强，必须通过预加热源来完全脱气。如果省去脱气或脱气不完全，则在一种结构上物理气相沉积有机层期间可以从源中一起射出颗粒和蒸汽流。如果这些层包括颗粒或微粒，则具有多层有机层的 OLED 可以是或变成功能上的不可操作。
- 25

- 前述方面的有机粉、薄片或颗粒的每一种或者组合可以导致物理气相沉积源中这些有机材料的不均匀加热，伴随着有机材料的不均匀升华或蒸发，并且因此潜在地导致形成在一种结构上的有机层的不均匀的气相沉积。
- 30

在 Steven VanSlyke 和其它人在 SID2002Digest, pp886-889, 2002 中描述了一种关于有机材料的线性蒸发源的设计和性能。粉状形式的

有机材料放置在石英烧舟内并同时用上下加热器加热。下加热器主要用于对粉末脱气，上加热器在温度足以通过辐射热蒸发有机粉末的上表面的温度下工作。线性源显著地优于常规点源，尤其在在大面积沉积上具有厚度均匀性。

5 **发明内容**

本发明的目的在于提供一种适于在一种将要成为 OLED 显示器一部分的结构上制作一个有机层的压实有机材料的方法。

10 本发明的另一个目的在于提供一种在一个将要成为 OLED 显示器一部分的结构上，由一个有机材料的固体压实柱件制作一个有机层的方法。

一方面，本发明提供了一种形成一个适用于在将要成为 OLED 显示器一部分的结构上制作有机层的有机材料的固体压实柱件的方法，包括以下步骤：

15 (a) 提供一个限定一个空腔的模具，以及处于空腔的相反侧并可移动到此空腔中的第一和第二冲头，第一和第二冲头各自具有用于接收冷却管的对应开口；

 (b) 将有机材料以粉末的形式放置在模具腔之内的第一冲头之上以及金属管周围；和

20 (c) 通过一个加热源和冲头对模具腔中的有机材料充分地加热和施压，以将有机材料压实成绕冷却管模制的固体压实柱件，其中包括一个处于延伸穿过线性源的中心处的金属管。

另一方面，本发明提供了一种制作用在气相沉积源中的有机材料固体压实柱件的方法，包括以下步骤：

25 (a) 一个支承件，用于使得柱件能够转动或传递冷却流体，或起这两种作用；和

 (b) 一种有机材料的压实固体芯，其模制到支承件上并围绕支承件。

30 另一方面，本发明提供了一种在一个将要成为 OLED 显示器一部分的结构上由一个有机材料的固体压实柱件制作一个有机层的方法，包括以下步骤：

 (a) 提供有机材料的一种固体压实柱件，有机材料包括至少一种有机主体和一种有机掺杂剂；

(b) 将此有机材料的固体压实柱件放置到设置在物理气相沉积腔中的加热源内，在冷却管内循环冷却水，并且转动有机材料的固体压实柱件以在一个短暂的时期内将表面的一个面积暴露给热量；

(c) 将衬底定位于腔中并与加热源处于间隔的关系；

5 (d) 将腔内抽空为低压；和

(e) 对有机材料的固体压实柱件的顶面施加热量，导致至少一部分升华，提供有机材料的蒸汽以在衬底上形成有机层。

本发明的特点在于有机材料的固体压实柱件可以通过本发明的方法压实，其中至少一种有机主体材料和至少一种有机掺杂剂材料在压实过程之前被混合。

本发明的另一个特点在于把有机粉末压实成固体压实柱件的方法可以用较简单的工具在远离物理气相沉积设备中的此线性源的使用地点处实现。

15 本发明的另一个特点在于把有机粉末压实成固体压实柱件的方法实质上便于在两个不同的地点和这两个地点之间转运或装运有机材料。

20 本发明的另一个特点在于 OLED 材料的固体压实柱件可以通过本发明的方法制备，其中至少一种 OLED 主体材料的粉末和至少一种有机掺杂剂的粉末被混合或掺合，以在将混合物压实为有机材料的固体压实柱件之前提供一种混合物。

本发明的另一个特点在于包括一个主体和一个或多个有机掺杂剂的有机材料的固体压实柱件消除了对共同蒸发的需要，其中共同蒸发需要在真空腔内设置不止一个蒸发源。

25 本发明的另一个有益的特点在于有机材料的固体压实柱件在中心被冷却，并且一小部分转动表面在指定的时间被加热，由此导致有机层均匀的沉积和匀质组合。

附图说明

图 1 表示现有技术中用于沉积 OLED 显示器的有机层的线性源截面图；

30 图 2 表示现有技术的图 1 的透视图；

图 3 表示根据本发明放置在加热源之内的有机材料的固体压实柱件的分解视图；

图 4A-4E 表示用于压实有机材料固体压实柱件的过程序列截面图；其中：

图 4A 表示用于压实有机材料的模具-冲头设施的截面图；

图 4B 表示用有机材料填充模具腔的步骤；

5 图 4C 表示压实形成有机材料的固体压实柱件的最终步骤；

图 4D 表示从模具腔取出有机材料的压实固体柱件的步骤；

图 4E 表示有一个穿过其中心的冷却管的有机材料的固体压实柱件；和

10 图 5 表示根据本发明利用有机材料的固体压实柱件作为蒸发源的 OLED 显示器的真空沉积腔简图。

具体实施方式

“粉末”一词在此表示各个颗粒的量，可以是薄片、颗粒或是各种颗粒和形状的混合物，其包括单个或多个分子种类。

15 OLED 有机层包括有机或有机金属材料，作为层中的电子-空穴复合的结果发光，也被认作为电致发光 (EL)。以下“有机”一词将包括纯有机物和有机-金属材料。参见图 1，图中示出了现有技术中线性源 10 的截面图，其中从顶面对有机材料加热以沉积用于 OLED 显示器的有机层。根据 S. VanSlyke 和其他人在 SID 2002 Digest, pp.886-889, 2002 中描述的在此引用的现有技术，粉状有机材料 20 放置在石英烧
20 舟 30 中并被包含钽的下加热器 40 和上加热器 50 加热。上加热器 50 在一个足以通过辐射加热蒸发有机粉末上表面的温度下工作，避免了需要加热整个源料到蒸发温度。下加热器 40 的目的在于对有机材料 20 脱气并加热到一个远低于蒸发温度的温度。在上加热器 50 中还组合一个也由钽制成的挡板 60 以防止沉积过程中固体有机颗粒的喷溅。
25 在共同转让的美国专利 US-A-6,237,529 中描述了对用于构造 OLED 显示器的有机材料进行热物理气相沉积的源设计，该内容在此引为参考。

参见图 2，图中示出了图 1 所示线性源 100 的透视图，在此详细描述该线性源。为了清楚起见，图中未示出下加热器 40 (图 1)。上
30 加热器 110 有一个开口 120，有机蒸汽经该开口逸出并沉积到衬底上。石英烧舟 130 一般固定到真空沉积腔的基板上。

参见图 3，图中示出了根据本发明的固体压实柱组件 200 的分解

视图。有机材料的固体压实柱件 210 包括一个位于有机材料固体压实柱件 210 的中心的冷却管 220, 该冷却管被套在耐火烧舟 230 中。下面描述通过压实过程制备有机材料固体压实柱件 210 的方法。矩形缝 240 设置在耐火烧舟 230 的两端以容纳有机材料固体压实柱件 210 的冷却管 220。耐火烧舟 230 可以由电绝缘材料制备, 可以经受高温和迅速加热或迅速冷却所致的热冲击。耐火烧舟 230 的优选材料是石英或熔融硅石。也可以使用其它高温玻璃或陶瓷。棒状或线状导电加热元件 250 经位于盖 260 两端的嘴 262 连接到盖 260。加热元件 250 的优选材料是钽, 并且根据蒸发率和固体压实柱件 210 的物理尺寸, 也可以使用多个加热元件 250。在盖 260 上表面 264 的中心周围设置多个缝 270, 使得在沉积过程中有机蒸汽可以从有机材料的固体压实柱件 210 发出。沉积条件可以决定缝 270 的结构为代替多个开口的单个线性开口。

参见图 4A-4E, 图中示出了用于压实有机材料以形成一种有机材料的固体压实柱件的压实程序截面图, 其中固体压实柱件包括一个允许固体压实柱件转动或传递冷却流体或起这两种作用的支承件, 模具冲压组件 300 放置在一个压力机 (未示出) 上以完成压实过程步骤。

在图 4A 中, 第一冲头 310 放置在模具 330 的模具腔 320 之内。第一冲头 310 的一端 (上部) 设置有一个用于容纳冷却管 350 的座 340 (图 4B), 用作支承件以将有机材料的固体压实实芯模制到冷却管 350 上和周围。第一冲头 310 的另一端 (底端) 设置有一个台肩 314, 使得当台肩 314 到达模具 320 的凹陷 324 时, 第一冲头 310 沿第一方向 322 向上的穿行被限制在一定的距离。第一冲头 310 的上表面 312 能够支靠在模具 320 的垂直模具壁 316 上, 使得在模具壁 316 和第一冲头 310 的外表面 318 之间基本上没有气隙。在模具 330 的内部置入多个加热载体 332 并连接到电源 (未示出)。

参见图 4B, 冷却管 350 直立在第一冲头 310 的座 340 上, 并且在冷却管 350 的周围注入已知量的有机粉末 360 以填充模具 330 的模具腔 320。出于强度和真空一致性的考虑, 冷却管 350 最好由不锈钢制成。有机粉末 360 可以由单种有机分子组成, 或者可以是多种有机分子的混合。然后, 作为压实过程的一部分, 可以通过以低于有机粉末 360 的 T_g (如果有有机粉末 360 为多种有机分子的混合物, 则取最低

的 Tg)的温度激励加热载体 332 来加热模具 330。然后在下一程序中将第二冲头 370 放置在模具 330 之上。

图 4C 表示本方法的压实步骤，其中第二冲头 370 通过压力机（未示出）的上压头在第二方向 372 上移动，该方向与第一冲头 310 的第一方向 322 相反。第二冲头 370 有一个钻孔 374，使得冷却管 350 有足够的空间在压实过程中穿行。模具 330 到达设定温度的预备状态之后，在第二方向 372 对第二冲头 370 施加 2000 - 10000psi 范围的已知量的压力，从而完成压实过程。

参见图 4D，然后对第一冲头 310 施压以在第一方向 322 移动，以便从包含作为有机材料 380 的固体压实柱件整体一部分的管 350 的模具腔 320 中移去有机材料 380 的压实固体柱件。图 4E 表示根据本发明的储存在真空容器中直到再使用的有机材料 380 的固体压实柱件的截面图。有机材料 380 的固体压实柱件的形状可以通过选择一个模具和对应的第一和第二冲头来改变，使得外表面可以有一种选择的轮廓。

参见图 5，图中示出了一种用于 OLED 显示器的物理气相沉积腔 400 的方案，包括一个保持在高真空之下的钟形罩 500，其中包括有机材料固体压实柱件 420 的有机材料固体压实柱组件 410 锚固到沉积腔 400 的基板 451。经有机材料的固体压实柱件 420 的中心延伸的冷却管 430 连接到两端上的入口管 432 和出口管 434，从而达到经冷却管 430 传递冷却水的目的，以便相对于外表面 422 保持有机材料 420 的固体压实柱件的芯部更冷。有机材料固体压实柱组件 410 的加热元件 440 电连接到电源 450。还通过把冷却管 430 连接到位于物理气相沉积腔 400 之外的机械或电动转子 460 来转动有机材料的固体压实柱件 420。衬底 470 被锚固到一个与有机材料 420 的固体压实柱件隔开的固定物。有机层在衬底 470 上的沉积厚度由一个电连接到沉积率监测器 484 的晶体 480 监测。

本发明的其它特点包括如下：

本方法还包括从模具腔中去除压实柱件并储存在真空腔中直到再使用的步骤。

本方法的特征在于第一冲头可以在模具腔中的第一方向上移动。

本方法的特征在于第二冲头可以在与第一方向相反的第二方向上

移动，以将有机材料压实成一个压实的有机柱件。

本方法的特征在于有机材料包括两种或多种不同的有机分子。

利用固体压实柱件在一个结构上形成有机层的方法包括以下步骤：

- 5 在对压实的固体有机柱件施加热量的同时，转动压实的固体有机柱件并经冷却管输送冷却流体。

本方法的特征在于冷却流体是水。

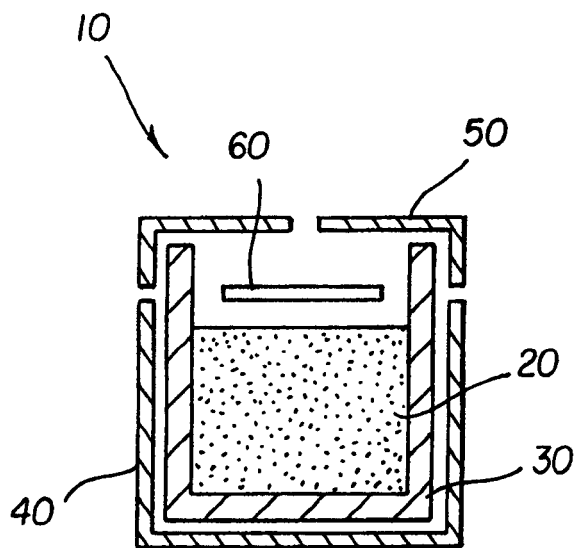


图 1
(现有技术)

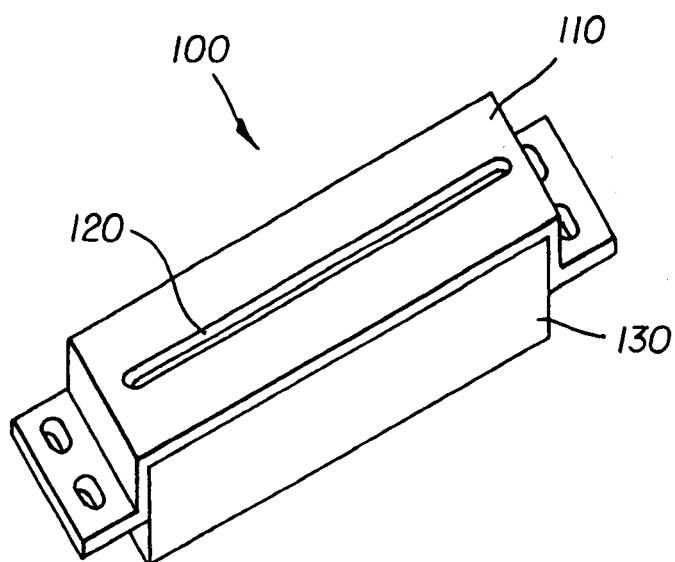


图 2
(现有技术)

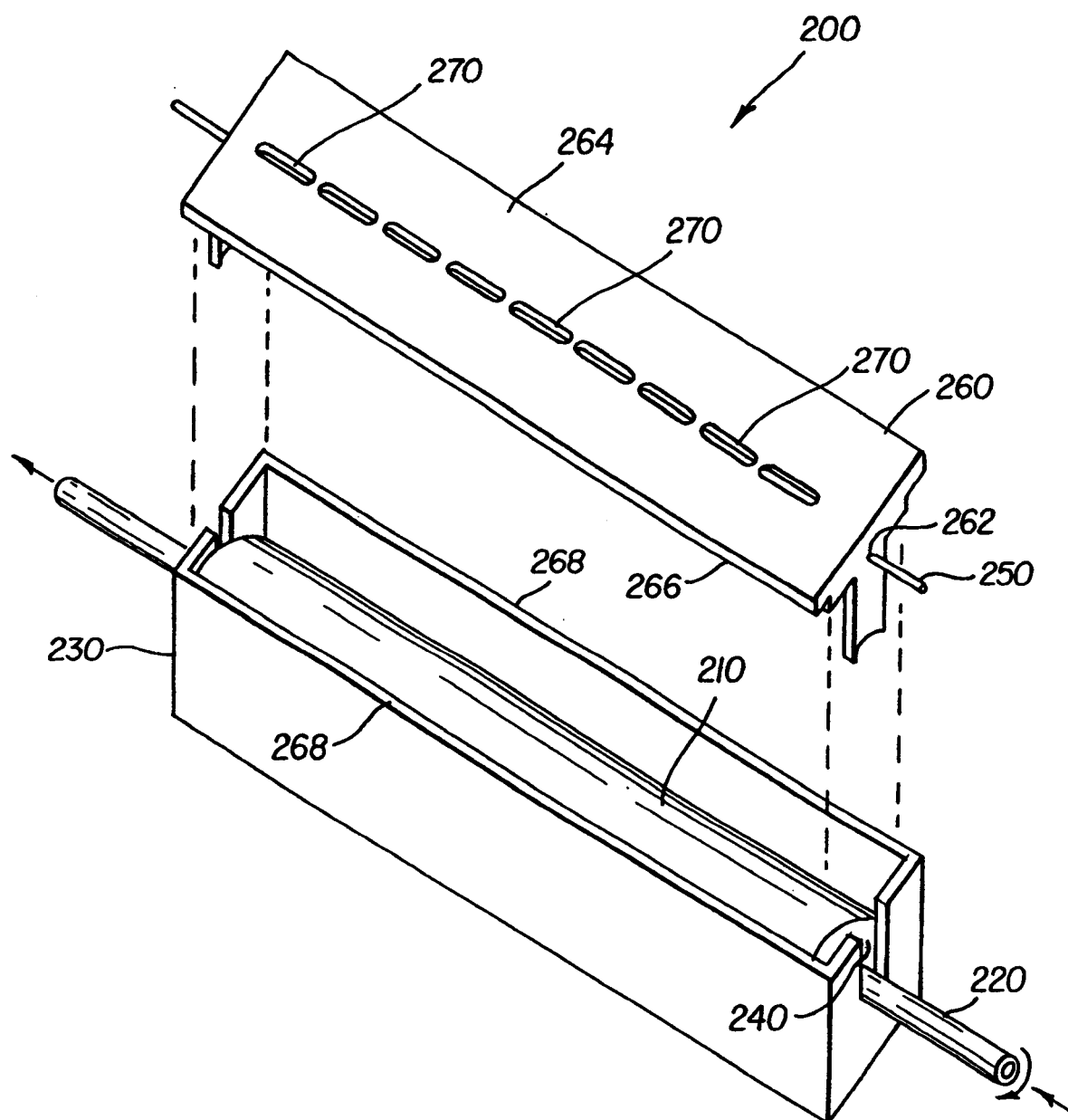


图 3

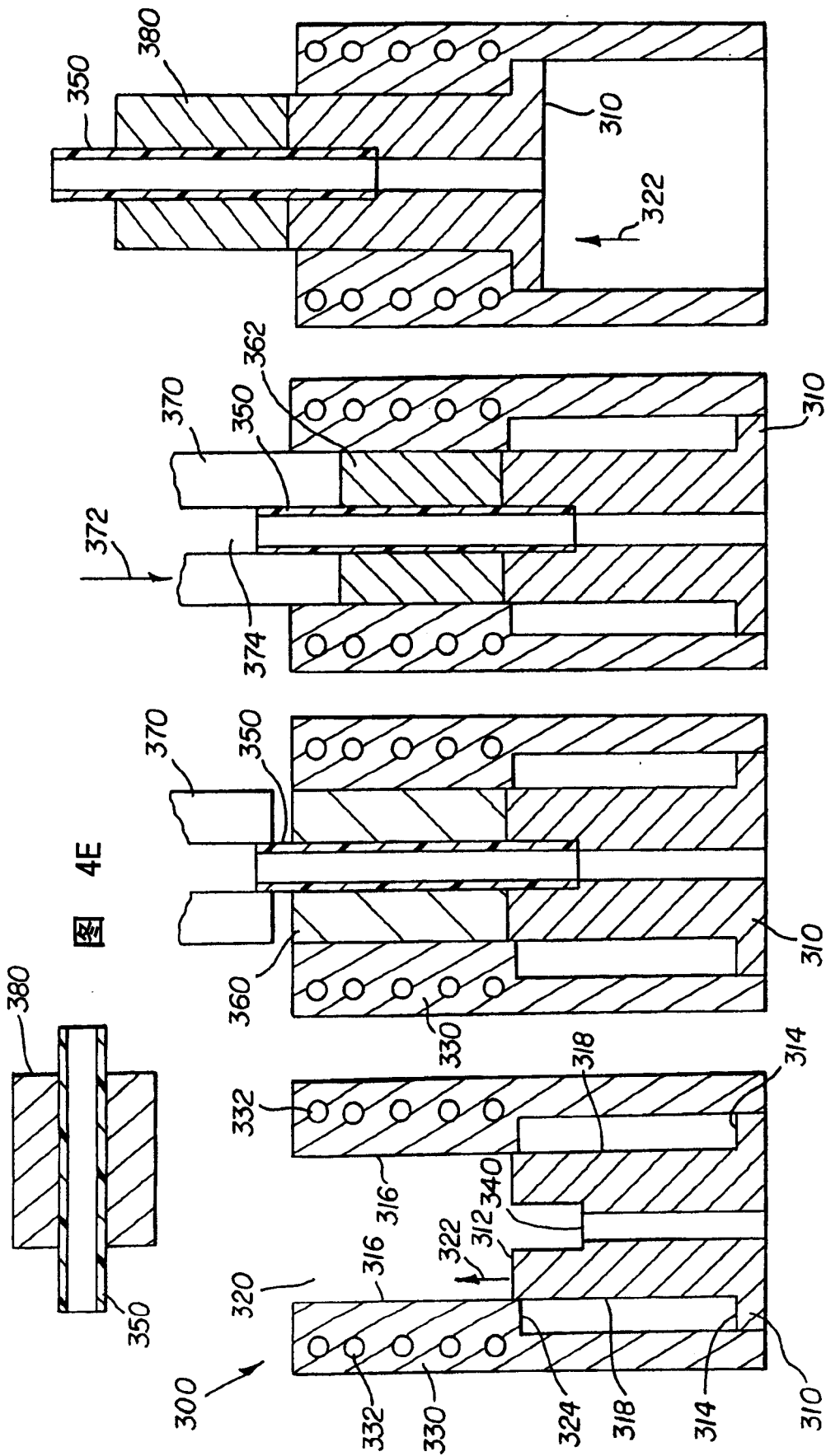


图 4D

图 4C

图 4B

图 4A

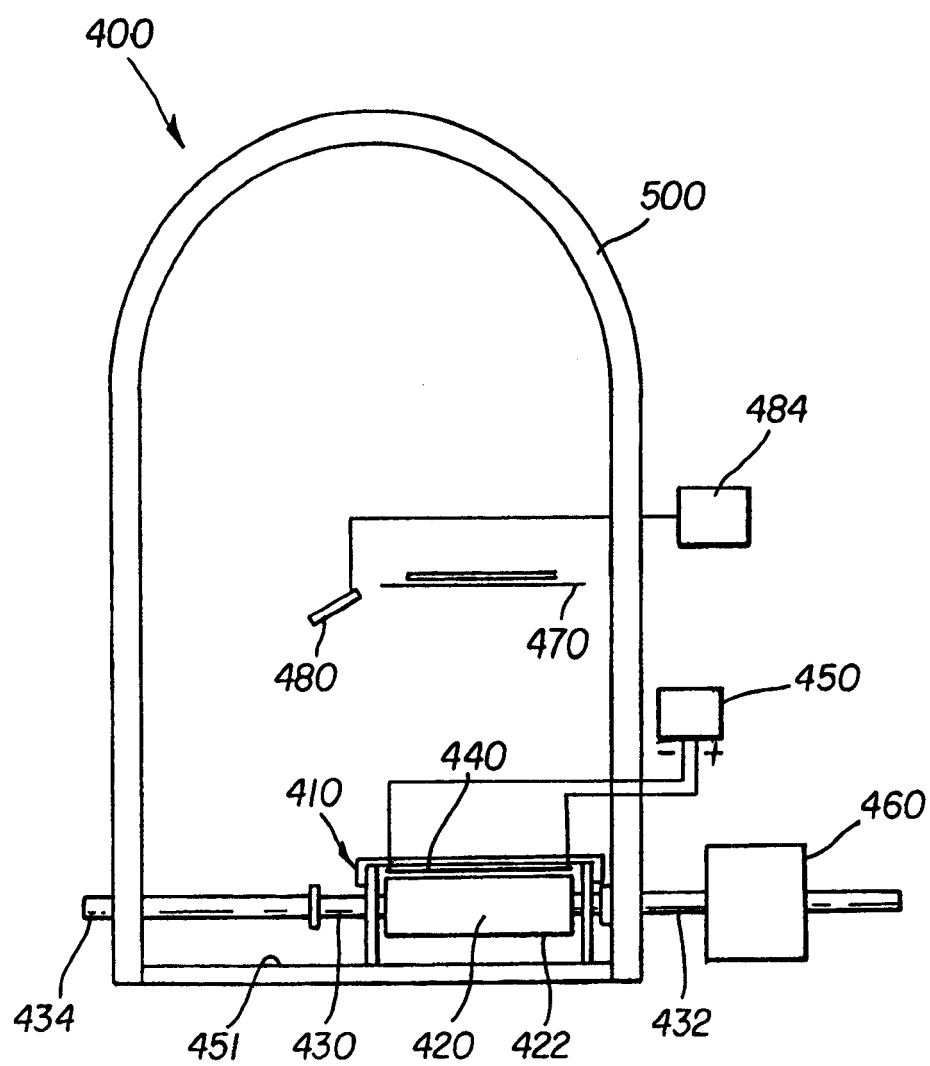


图 5

专利名称(译)	有机发光二极管显示器有机材料固体压实柱件及制造方法		
公开(公告)号	CN1486122A	公开(公告)日	2004-03-31
申请号	CN03154686.2	申请日	2003-08-25
[标]申请(专利权)人(译)	伊斯曼柯达公司		
申请(专利权)人(译)	伊斯曼柯达公司		
当前申请(专利权)人(译)	伊斯曼柯达公司		
[标]发明人	DB卡尔顿 SK霍斯 TK哈特瓦		
发明人	D· B· 卡尔顿 S· K· 霍斯 T· K· 哈特瓦		
IPC分类号	H05B33/10 B29B9/02 B29C70/72 B30B11/02 C23C14/12 C23C14/24 H01L51/50 H05B33/14		
CPC分类号	B29C70/72 C23C14/12 B30B11/02 Y10T428/1393		
代理人(译)	黄力行		
优先权	10/226600 2002-08-23 US		
外部链接	Espacenet SIPO		

摘要(译)

在此公开了一种用在气相沉积源中的有机材料的固体压实柱件以及制作该柱件的方法。固体压实柱件包括：一个支承件，用于使得柱件能够转动或传递冷却流体，或起这两种作用；和一种有机材料的压实固体芯，其模制到支承件上并围绕支承件。

