

(19) 日本国特許庁(JP)

再 公 表 特 許(A1)

(11) 国際公開番号

W02013/190764

発行日 平成28年2月8日(2016.2.8)

(43) 国際公開日 平成25年12月27日(2013.12.27)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H05B 33/10 (2006.01)	H05B 33/10	3K107
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14	B

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 34 頁)

出願番号	特願2014-501335 (P2014-501335)	(71) 出願人	514188173
(21) 国際出願番号	PCT/JP2013/002987		株式会社 J O L E D
(22) 国際出願日	平成25年5月9日(2013.5.9)		東京都千代田区神田錦町三丁目23番地
(31) 優先権主張番号	特願2012-138358 (P2012-138358)	(74) 代理人	110001900
(32) 優先日	平成24年6月20日(2012.6.20)		特許業務法人 ナカジマ知的財産総合事務所
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	川浪 悠子
			大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
		(72) 発明者	黒澤 貴子
			大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内
		(72) 発明者	楠亀 晴香
			大阪府門真市大字門真1006番地 パナソニック株式会社内

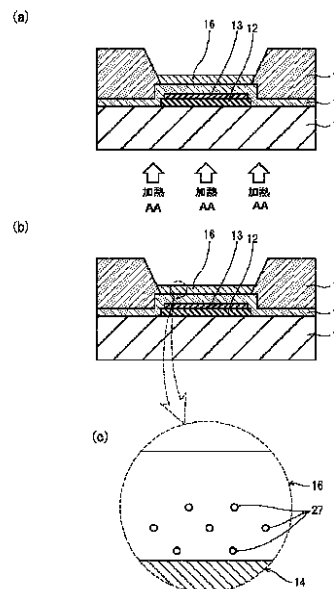
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機EL素子の製造方法、有機EL素子、有機EL表示パネル、有機EL表示装置および有機EL発光装置

(57) 【要約】

有機発光層を塗布成膜法により形成する場合において、減圧工程を原因とする有機発光層の性能劣化を可能な限り抑制する。

有機発光層材料の塗布膜が形成された基板11を真空ポンプに接続された真空チャンバー内に載置し、真空ポンプにより真空チャンバー内を減圧する減圧工程と、前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する浄化工程と、を含み、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所にはジフェニルアミンが用いられており、前記浄化工程において、減圧工程中に真空ポンプから真空チャンバー内へ飛散し有機発光層16内部に取り込まれたジフェニルアミン27の含有量が0[nmol/cm³]を超え13.8[nmol/cm³]以下となるように有機発光層16を浄化する。



AA Heating

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

有機発光層材料の塗布膜が形成された基板を真空ポンプに接続された真空チャンバー内に載置し、前記真空ポンプにより前記真空チャンバー内を減圧する減圧工程と、

前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する浄化工程と、を含み、

前記真空ポンプにおける前記真空チャンバー内と連通する箇所にはジフェニルアミンが用いられており、

前記浄化工程において、前記減圧工程中に前記真空ポンプから前記真空チャンバー内へ飛散し前記塗布膜内部に取り込まれた前記ジフェニルアミンの含有量が 0 nmol/cm^3 を超え 13.8 nmol/cm^3 以下となるように、前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する、

10

有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 2】

前記浄化工程では、前記減圧工程を経た塗布膜を加熱することにより、前記塗布膜内部に取り込まれた前記ジフェニルアミンの含有量が 0 nmol/cm^3 を超え 13.8 nmol/cm^3 以下となるように、前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する、

請求項 1 に記載の有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 3】

前記浄化工程において、前記ジフェニルアミンの含有量が 3.0 nmol/cm^3 以上となるように、前記減圧工程を経た塗布膜を加熱する、

20

請求項 2 に記載の有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 4】

x - y 直交座標系において、前記浄化工程における加熱温度 [] を x 軸にとり、前記浄化工程における加熱時間 [分] を y 軸にとった場合、

前記浄化工程における加熱温度および加熱時間は、前記座標系における二次関数 $y = 0.0146x^2 - 5.5x + 528.54$ で表される曲線から上方の領域内（前記曲線上を含む）の x 座標値と y 座標値との組み合わせから選択される、

請求項 2 または 3 に記載の有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 5】

前記浄化工程において、加熱温度は 130 以上 180 以下であり、加熱時間は 60 分以下である、

30

請求項 4 に記載の有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 6】

前記浄化工程において、加熱温度は 170 以下である、

請求項 5 に記載の有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 7】

前記ジフェニルアミンは、前記有機発光層中において、少なくとも、正孔輸送を促進させる正孔輸送性材料として機能する、

請求項 1 に記載の有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 8】

前記真空ポンプの駆動部には、潤滑成分と当該潤滑成分の酸化を防止する酸化防止剤とを含んでなる潤滑剤が塗布されており、

40

前記ジフェニルアミンは、前記潤滑成分の酸化を防止する酸化防止剤として用いられている、

請求項 1 に記載の有機 EL 素子の製造方法。

【請求項 9】

前記真空ポンプと前記真空チャンバーとは接続部材により接続されているとともに、前記真空ポンプにおける前記接続部材との接合部分には、樹脂材料と当該樹脂材料の酸化を防止する酸化防止剤とを含んでなる真空シール材が介挿されており、

前記ジフェニルアミンは、前記樹脂材料の酸化を防止する酸化防止剤として用いられて

50

いる、

請求項 1 に記載の有機 E L 素子の製造方法。

【請求項 1 0】

上面に第 1 電極が形成された基板と、

前記基板の上方に形成され、ジフェニルアミンを含有する有機発光層と、

前記有機発光層の上方に形成された第 2 電極と、を含み、

前記有機発光層中における前記ジフェニルアミンの含有量が 3.0 nmol/cm^3 以上 13.8 nmol/cm^3 以下である、

有機 E L 素子。

【請求項 1 1】

請求項 1 に記載の有機 E L 素子の製造方法により製造された有機 E L 素子を用いた、有機 E L 表示パネル。

【請求項 1 2】

請求項 1 に記載の有機 E L 素子の製造方法により製造された有機 E L 素子を用いた、有機 E L 表示装置。

【請求項 1 3】

請求項 1 に記載の有機 E L 素子の製造方法により製造された有機 E L 素子を用いた、有機 E L 発光装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機発光層を塗布成膜法により形成する有機 E L 素子の製造方法等に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、固体蛍光性物質の電界発光現象を利用した発光素子である有機 E L 素子の研究・開発が進んでいる。有機 E L 素子は自発光デバイスであるため、応答速度が速い、視野角が広い、コントラストが高い等の特徴を有する。有機 E L 素子は陽極および陰極の電極対の間に、キャリア（正孔と電子）の再結合による電界発光現象を行う有機発光層を積層して構成される。

【0003】

上記有機発光層の成膜方法として塗布成膜法（例えば、特許文献 1）が存在し、量産化の点で好ましいとされている。塗布成膜法では、有機発光層を構成する材料と溶媒とを含む有機発光層材料をインクジェット法（液滴吐出法）等で基板に塗布し、有機発光層材料を、真空装置（例えば、特許文献 2）を用いて乾燥させることにより有機発光層を形成する。真空装置は、主に真空チャンバーと真空ポンプを備えるものである。有機発光層材料の乾燥は、当該有機発光層材料の塗布膜が形成された基板を真空ポンプにより減圧された真空チャンバー内に載置することで行われる。このような真空装置は、有機発光層材料の乾燥のほか、有機発光層形成後から次工程を行うまでの保管等の際にも使用される。

【0004】

通常、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所には、潤滑剤や真空シール材等が用いられている。また、潤滑剤や真空シール材等は、これらを構成する材料の酸化を防止するための酸化防止剤を含有している。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開 2009 - 267299 号公報

【特許文献 2】特開平 1 - 219367 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 6 】

有機発光層を塗布成膜法により形成する場合の減圧工程においては、例えば、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所に用いられている物質からのアウトガスによる有機発光層の性能劣化が起こり得る。

【 0 0 0 7 】

本発明は、有機発光層を塗布成膜法により形成する場合において、減圧工程における不純物を要因とする有機発光層の性能劣化を可能な限り抑制することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 8 】

本発明の一態様である有機EL素子の製造方法は、有機発光層材料の塗布膜が形成された基板を真空ポンプに接続された真空チャンバー内に載置し、前記真空ポンプにより前記真空チャンバー内を減圧する減圧工程と、前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する浄化工程と、を含み、前記真空ポンプにおける前記真空チャンバー内と連通する箇所にはジフェニルアミンが用いられており、前記浄化工程において、前記減圧工程中に前記真空ポンプから前記真空チャンバー内へ飛散し前記塗布膜内部に取り込まれた前記ジフェニルアミンの含有量が $0\text{ [nmol/cm}^3\text{]}$ を超え $13.8\text{ [nmol/cm}^3\text{]}$ 以下となるように、前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する。

10

【発明の効果】

【 0 0 0 9 】

本発明の一態様である有機EL素子の製造方法によれば、少なくとも、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所に用いられているジフェニルアミンをはじめとするアウトガスを原因とする有機発光層の性能劣化を抑制することができる。

20

【 0 0 1 0 】

したがって、有機発光層を塗布成膜法により形成する場合において、減圧工程を原因とする有機発光層の性能劣化を可能な限り抑制することができる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 1 】

【図1】実施の態様に係る有機EL表示パネル10の構成を示す部分断面図である。

【図2】実施の態様に係る有機EL表示パネル10におけるバンク15の形状を示す模式平面図である。

30

【図3】(a)～(c)実施の態様に係る有機EL表示パネル10の製造工程例を示す図である。

【図4】(a)～(c)実施の態様に係る有機EL表示パネル10の製造工程例を示す図である。

【図5】(a)～(c)実施の態様に係る有機EL表示パネル10の製造工程例を示す図である。

【図6】(a)～(c)実施の態様に係る有機EL表示パネル10の製造工程例を示す図である。

【図7】実験に用いたメカニカルブースターポンプによる排気時間と真空チャンバー内の圧力との関係を示すグラフである。

40

【図8】減圧工程を経ない有機EL素子の発光特性と、減圧工程を経た有機EL素子の発光特性を示す図である。

【図9】(a)～(c)酸化防止剤として用いられるジフェニルアミン系化合物の一例を示す図である。

【図10】ジフェニルアミン系化合物を原因とする、有機EL素子における発光強度半減寿命低下のメカニズムの一例を説明するための図である。

【図11】減圧工程を経た有機発光層表面の付着物の分析結果を示す図である。

【図12】真空ポンプによる排気時間と真空チャンバー内の圧力との関係を示すグラフである。

【図13】(a)～(c)図12に示すグラフにおける時刻A、時刻B、時刻Cにおける

50

真空チャンバーと真空ポンプ内の様子を模式的に示す図である。

【図 1 4】有機発光層に化合物 A を含有する有機 E L 素子の発光特性と、有機発光層に化合物 A を含有しない有機 E L 素子の発光特性を示す図である。

【図 1 5】図 9 に示す化合物 A , B , C の有機発光層への吸収挙動を示すグラフである。

【図 1 6】(a) 加熱温度を変化させた場合の化合物 A の物質質量 [$\text{p mol} / \text{cm}^2$] の変化を示すグラフと、(b) 加熱時間を変化させた場合の化合物 A の物質質量 [$\text{p mol} / \text{cm}^2$] の変化を示すグラフである。

【図 1 7】単位体積当たりの化合物 A の物質質量を変化させた場合の発光強度半減寿命の変化を示すグラフである。

【図 1 8】浄化工程における加熱温度および加熱時間と、発光強度半減寿命との関係を示すグラフである。

【図 1 9】本発明の一態様に係る有機 E L 表示装置等を示す斜視図である。

【図 2 0】本発明の一態様に係る有機 E L 表示装置 1 0 0 0 の全体構成を示す図である。

【図 2 1】(a) , (b) 本発明の一態様に係る有機 E L 発光装置 2 0 0 を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 2 】

本発明の一態様の概要

本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法は、有機発光層材料の塗布膜が形成された基板を真空ポンプに接続された真空チャンバー内に載置し、前記真空ポンプにより前記真空チャンバー内を減圧する減圧工程と、前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する浄化工程と、を含み、前記真空ポンプにおける前記真空チャンバー内と連通する箇所にはジフェニルアミンが用いられており、前記浄化工程において、前記減圧工程中に前記真空ポンプから前記真空チャンバー内へ飛散し前記塗布膜内部に取り込まれた前記ジフェニルアミンの含有量が 0 [$\text{nmol} / \text{cm}^3$] を超え 1 3 . 8 [$\text{nmol} / \text{cm}^3$] 以下となるように、前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する。

【 0 0 1 3 】

また、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法の特定の局面では、前記浄化工程では、前記減圧工程を経た塗布膜を加熱することにより、前記塗布膜内部に取り込まれた前記ジフェニルアミンの含有量が 0 [$\text{nmol} / \text{cm}^3$] を超え 1 3 . 8 [$\text{nmol} / \text{cm}^3$] 以下となるように、前記減圧工程を経た塗布膜を浄化する、

有機 E L 素子の製造方法。

【 0 0 1 4 】

また、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法の特定の局面では、前記浄化工程において、前記ジフェニルアミンの含有量が 3 . 0 [$\text{nmol} / \text{cm}^3$] 以上となるように、前記減圧工程を経た塗布膜を加熱する。

【 0 0 1 5 】

また、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法の特定の局面では、 $x - y$ 直交座標系において、前記浄化工程における加熱温度 [] を x 軸にとり、前記浄化工程における加熱時間 [分] を y 軸にとった場合、前記浄化工程における加熱温度および加熱時間は、前記座標系における二次関数 $y = 0 . 0 1 4 6 x^2 - 5 . 5 x + 5 2 8 . 5 4$ で表される曲線から上方の領域内 (前記曲線上を含む) の x 座標値と y 座標値との組み合わせから選択される。

【 0 0 1 6 】

また、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法の特定の局面では、前記浄化工程において、加熱温度は 1 3 0 [] 以上 1 8 0 [] 以下であり、加熱時間は 6 0 分以下である。

【 0 0 1 7 】

また、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法の特定の局面では、前記浄化工程において、加熱温度は 1 7 0 [] 以下である。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 8 】

また、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法の特定の局面では、前記ジフェニルアミンは、前記有機発光層中において、少なくとも、正孔輸送を促進させる正孔輸送性材料として機能する。

【 0 0 1 9 】

また、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法の特定の局面では、前記真空ポンプの駆動部には、潤滑成分と当該潤滑成分の酸化を防止する酸化防止剤とを含んでなる潤滑剤が塗布されており、前記ジフェニルアミンは、前記潤滑成分の酸化を防止する酸化防止剤として用いられている。

【 0 0 2 0 】

また、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法の特定の局面では、前記真空ポンプと前記真空チャンバーとは接続部材により接続されているとともに、前記真空ポンプにおける前記接続部材との接合部分には、樹脂材料と当該樹脂材料の酸化を防止する酸化防止剤とを含んでなる真空シール材が介挿されており、前記ジフェニルアミンは、前記樹脂材料の酸化を防止する酸化防止剤として用いられている。

【 0 0 2 1 】

本発明の一態様に係る有機 E L 素子は、上面に第 1 電極が形成された基板と、前記基板の上方に形成され、ジフェニルアミンを含有する有機発光層と、前記有機発光層の上方に形成された第 2 電極と、を含み、前記有機発光層中における前記ジフェニルアミンの含有量が $3.0 [\text{nmol} / \text{cm}^3]$ 以上 $13.8 [\text{nmol} / \text{cm}^3]$ 以下である。

【 0 0 2 2 】

本発明の一態様に係る有機 E L 表示パネルは、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法により製造された有機 E L 素子を用いる。

【 0 0 2 3 】

本発明の一態様に係る有機 E L 表示装置は、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法により製造された有機 E L 素子を用いる。

【 0 0 2 4 】

本発明の一態様に係る有機 E L 発光装置は、本発明の一態様に係る有機 E L 素子の製造方法により製造された有機 E L 素子を用いる。

【 0 0 2 5 】

実施の態様

[有機 E L 表示パネルの構成]

図 1 は、有機 E L 表示パネル 10 の構成を示す部分断面図である。有機 E L 表示パネル 10 は、同図上側を表示面とする、いわゆるトップエミッション型の有機 E L 表示パネルであり、その主な構成として、陽極 12、有機発光層 16、電子輸送層 17、陰極 18 を備える。有機 E L 表示パネル 10 は、赤 (R)、緑 (G)、青 (B) の何れかの発光色に対応する有機発光層 16 を有する有機 E L 素子を 1 つのサブピクセル 100 とし、サブピクセル 100 がマトリクス状に配設されている。

【 0 0 2 6 】

< 基板 11、陽極 12、ITO 層 13 >

基板 11 は有機 E L 表示パネル 10 の基材となる部分であり、例えば、無アルカリガラス、ソーダガラス、無蛍光ガラス、燐酸系ガラス、硼酸系ガラス、石英、アクリル系樹脂、スチレン系樹脂、ポリカーボネート系樹脂、エポキシ系樹脂、ポリエチレン、ポリエステル、シリコン系樹脂、またはアルミナ等の絶縁性材料で形成することができる。

【 0 0 2 7 】

図示していないが、基板 11 の表面には有機 E L 素子を駆動するための T F T (薄膜トランジスタ) が形成されており、その上方に第 1 電極としての陽極 12 が形成されている。陽極 12 は、例えば、A C L (アルミニウム、コバルト、ランタンの合金)、A P C (銀、パラジウム、銅の合金)、A R A (銀、ルビジウム、金の合金)、M o C r (モリブデンとクロムの合金)、N i C r (ニッケルとクロムの合金) 等で形成することができる

10

20

30

40

50

。

【 0 0 2 8 】

I T O (酸化インジウムスズ) 層 1 3 は、陽極 1 2 と正孔注入層 1 4 の間に介在し、各層間の接合性を良好にする機能を有する。

【 0 0 2 9 】

< 正孔注入層 1 4 >

正孔注入層 1 4 は、例えば、銀 (A g)、モリブデン (M o)、クロム (C r)、バナジウム (V)、タングステン (W)、ニッケル (N i)、イリジウム (I r) 等の酸化物、あるいは、P E D O T (ポリチオフェンとポリスチレンスルホン酸との混合物) 等の導電性ポリマー材料からなる層である。上記のうち、酸化金属からなる正孔注入層 1 4 は、正孔を安定的に、または正孔の生成を補助して、有機発光層 1 6 に対し正孔を注入する機能を有する。

10

【 0 0 3 0 】

< バンク 1 5 >

正孔注入層 1 4 の表面には、有機発光層 1 6 の形成領域となる開口部 1 5 a を区画するためのバンク 1 5 が設けられている。バンク 1 5 は一定の台形断面を持つように形成されており、絶縁性の有機材料 (例えばアクリル系樹脂、ポリイミド系樹脂、ノボラック型フェノール樹脂等) からなる。

【 0 0 3 1 】

図 2 は、有機 E L 表示パネル 1 0 におけるバンク 1 5 を示す模式平面図である。本実施の態様に係る有機 E L 表示パネル 1 0 では、一例としてラインバンク (ライン状のバンク) 1 5 を採用している。具体的には、バンク 1 5 は、各々が Y 軸方向に延伸形成され、X 軸方向において隣接する各サブピクセル 1 0 0 間を区画している。そして、サブピクセル 1 0 0 は、バンク 1 5 により区画された領域ごとに、発光色が異なるように形成されており、例えば、R のサブピクセル 1 0 0 (R)、G のサブピクセル 1 0 0 (G)、B のサブピクセル 1 0 0 (B) の 3 つのサブピクセルの組み合わせで 1 画素 (1 ピクセル) を構成する。

20

【 0 0 3 2 】

なお、図 1 に示す部分断面図は、図 2 における A - A ' 断面図に相当する。

【 0 0 3 3 】

< 有機発光層 1 6 >

図 1 に戻り、バンク 1 5 の開口部 1 5 a により区画された正孔注入層 1 4 の表面には、R、G、B のいずれかの発光色に対応する有機発光層 1 6 が形成されている。有機発光層 1 6 は、キャリアの再結合による発光を行う部位であり、R、G、B のいずれかの色に対応する有機材料を含むように構成されている。

30

【 0 0 3 4 】

有機発光層 1 6 として用いることが可能な材料としては、例えば、F 8 - F 6 (F 8 (ポリジオクチルフルオレン) と F 6 (ポリジヘキシルフルオレン) との共重合体) のほか、ポリパラフェニレンビニレン (P P V)、ポリフルオレン、特許公開公報 (特開平 5 - 1 6 3 4 8 8 号公報) に記載のオキシノイド化合物、ペリレン化合物、クマリン化合物、アザクマリン化合物、オキサゾール化合物、オキサジアゾール化合物、ペリノン化合物、ピロロピロール化合物、ナフタレン化合物、アントラセン化合物、フルオレン化合物、フルオランテン化合物、テトラセン化合物、ピレン化合物、コロネン化合物、キノロン化合物及びアザキノロン化合物、ピラゾリン誘導体及びピラゾロン誘導体、ローダミン化合物、クリセン化合物、フェナントレン化合物、シクロペンタジエン化合物、スチルベン化合物、ジフェニルキノン化合物、スチリル化合物、ブタジエン化合物、ジシアノメチレンピラン化合物、ジシアノメチレンチオピラン化合物、フルオレセイン化合物、ピリリウム化合物、チアピリリウム化合物、セレナピリリウム化合物、テルロピリリウム化合物、芳香族アルダジエン化合物、オリゴフェニレン化合物、チオキサンテン化合物、シアニン化合物、アクリジン化合物、8 - ヒドロキシキノリン化合物の金属錯体、2 - ビビリジン化合

40

50

物の金属錯体、シッフ塩とⅠⅠⅠ族金属との錯体、オキシ金属錯体、希土類錯体等の蛍光物質等が挙げられる。

【0035】

本実施の態様に係る有機発光層16は後述する製造方法に基づいて形成されている。そのため、有機発光層16とその上に形成されている電子輸送層17との間には、減圧工程を行ったことが原因で混入する物質が少ない。したがって、上記混入物質を原因とする有機発光層16の劣化が少ないため、減圧工程を原因とする有機発光層16の性能劣化を抑制することが可能である。これとともに、上記混入物質による、有機発光層16の上に形成されている電子輸送層17へ与える影響も低減することができる。その結果、本実施の態様に係る有機発光層16は発光特性が良好である。

10

【0036】

さらに、後述する製造方法に基づいて有機発光層16を形成することで、少なくとも、正孔の輸送を促進させる機能を有する物質を、有機発光層16中に含有させることができる。したがって、有機発光層16中における正孔の移動が促進されるため、後述する製造方法を経ない場合と比較して、有機EL素子の発光特性がさらに向上する。

【0037】

<電子輸送層17>

電子輸送層17は、第2電極としての陰極18から注入された電子を有機発光層16へ輸送する機能を有する。電子輸送層17は電子輸送性を有する材料(電子輸送性材料)で構成されており、このような材料としては、例えば、ニトロ置換フルオレノン誘導体、チオピランジオキサイド誘導体、ジフェキノン誘導体、ペリレンテトラカルボキシル誘導体、アントラキノジメタン誘導体、フレオレニリデンメタン誘導体、アントロン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ペリノン誘導体、キノリン錯体誘導体(いずれも特開平5-163488号公報に記載)等が挙げられる。

20

【0038】

<陰極18>

トップエミッション型有機EL表示パネルを実現するため、本実施の態様において電子輸送層17の上に形成された陰極18は、例えば、ITO、IZO(酸化インジウム亜鉛)等の光透過性を有する導電性酸化物材料で形成されている。

30

【0039】

<封止層19>

陰極18の上に形成された封止層19は、有機EL表示パネル10内に浸入した水分又は酸素から有機発光層16および陰極18を保護するために設けられている。有機EL表示パネル10はトップエミッション型であるため、封止層19には、例えば、SiN(窒化シリコン)、SiON(酸化窒化シリコン)等の光透過性材料が採用されている。

【0040】

<その他>

特に図示していないが、封止層19の上方には、基板11と対向する封止基板が設けられる。さらに、封止層19と封止基板とでできる空間に、絶縁性材料を充填することとしてもよい。このようにすることで、有機EL表示パネル10内に水分又は酸素が浸入するのを防ぐことができる。有機EL表示パネル10はトップエミッション型であるため、絶縁性材料としては、SiN、SiON等の光透過性材料を選択する必要がある。

40

【0041】

また、正孔注入層14と有機発光層16との間に、正孔注入層14から有機発光層16への正孔の輸送を促進させる機能を有する正孔輸送層を、さらに形成することとしてもよい。正孔輸送層として用いることが可能な材料としては、例えば、トリアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ポリアリーラルカン誘導体、ピラゾリン誘導体及びピラゾロン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、アリーラルアミン誘導体、アミノ置換カルコン誘導体、オキサゾール誘導体、スチリルアントラセン誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、ポリフィリン化合物、芳香族第三級

50

アミン化合物、スチリルアミン化合物、ブタジエン化合物、ポリスチレン誘導体、ヒドラゾン誘導体、トリフェニルメタン誘導体、テトラフェニルベンジン誘導体が挙げられる（いずれも特開平５－１６３４８８号公報に記載）。

【００４２】

さらに、電子輸送層１７と陰極１８の間に、陰極１８から電子輸送層１７への電子注入を促進させる機能を有する電子注入層を形成することとしてもよい。電子注入層として用いることが可能な材料としては、例えば、バリウム、フタロシアニン、フッ化リチウム等が挙げられる。

【００４３】

[有機ＥＬ表示パネルの製造方法]

図３～６は、実施の態様に係る有機ＥＬ表示パネル１０の製造工程例を示す図である。これらの図を参照しながら、有機ＥＬ表示パネル１０の製造方法について説明する。

【００４４】

< 準備工程 >

はじめに、有機発光層１６を構成する材料と溶媒とを含む有機発光層材料の塗布膜が形成された基板１１を準備する準備工程を行う。図３（ａ）～図４（ａ）は準備工程に相当する。

【００４５】

まず、図３（ａ）に示すように、基板１１をスパッタ成膜装置の成膜容器内に載置する。そして成膜容器内に所定のスパッタガスを導入し、反応性スパッタ法、真空蒸着法等に基づき陽極１２を成膜する。

【００４６】

引き続き上記の成膜容器内で、図３（ｂ）に示すようにスパッタ法に基づき陽極１２上にITO層１３を形成する。次に、ITO層１３の各表面を含む基板１１の表面に対し、スパッタリング法等を用い金属膜を製膜する。その後、形成された金属膜を酸化することにより、正孔注入層１４が形成される。

【００４７】

次に、図３（ｃ）に示すようにバンク１５を形成する。バンク材料として、例えば感光性のレジスト材料、好ましくはフッ素系材料を含有するフォトレジスト材料を用意する。このバンク材料を正孔注入層１４上に一様に塗布し、プリベークした後、開口部１５ａを形成できるようなパターンを有するマスクを重ねる。そして、マスクの上から感光させた後、未硬化の余分なバンク材料を現像液で洗い出す。最後に純水で洗浄することでバンク１５が完成する。

【００４８】

なお、バンク１５を形成する工程の後であって有機発光層１６を形成する工程の前に、必要に応じて正孔輸送層を形成する。正孔輸送層は、例えば、この後に述べる有機発光層１６と同様に、塗布成膜法により形成することができる。

【００４９】

そして、図４（ａ）に示すように、バンク１５の開口部１５ａ（図３（ｃ））に対し、インクジェット法に基づき、有機発光層を構成する材料および溶媒を含んでなる有機発光層材料を塗布する。以上で、有機発光層材料の塗布膜１６ａが形成された基板１１を準備できた。なお、有機発光層材料の塗布方法はインクジェット法に限定されず、例えば、グラビア印刷法、ディスペンサー法、ノズルコート法、凹版印刷、凸版印刷等であってもよい。

【００５０】

ここで、「有機発光層材料の塗布膜が形成された基板」には、基板の上に直接的に有機発光層材料が塗布されている基板だけでなく、基板の上に間接的に有機発光層材料が塗布されている基板も含む。すなわち、基板と有機発光層材料の塗布膜の間に他の層を含んでいることとしてもよい。本実施の態様の準備工程において準備した、有機発光層材料の塗布膜１６ａが形成された基板は、基板１１と有機発光層材料の塗布膜１６ａと間にITO

10

20

30

40

50

層 1 3 および正孔注入層 1 4 を含むものである。

【 0 0 5 1 】

また、準備工程では、次の図 4 (b) に示す工程で使用する真空ポンプとこれに接続された真空チャンバーも準備する。真空ポンプとしては、例えば、メカニカルブースターポンプ、ロータリーポンプ、ダイアフラムポンプ等の機械式の真空ポンプを用いることができる。これらの中でも、特に、いわゆるポンプ油を使用しないドライポンプを用いることがより望ましい。ドライポンプは、例えば半導体薄膜製造等のように、真空チャンバー内をクリーンに保つ必要がある場合に使用される。さらに、本実施形態で使用する真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所には、ジフェニルアミンを主成分とする酸化防止剤を含有する潤滑剤や真空シール材が用いられている。

10

【 0 0 5 2 】

< 乾燥工程 >

図 4 (b) に示す減圧工程としての乾燥工程では、有機発光層材料の塗布膜 1 6 a が形成された基板 1 1 を真空ポンプに接続された真空チャンバー内に載置し、真空ポンプにより真空チャンバー内を減圧する。この乾燥工程では、真空チャンバーの内部圧力を、例えば、約 1 [P a] 以下にまで減圧する。

【 0 0 5 3 】

この乾燥工程により、基板 1 1 上方に形成されている有機発光層材料の塗布膜 1 6 a を乾燥させる。塗布膜 1 6 a を減圧乾燥させることにより、減圧工程を経た塗布膜 1 6 a としての有機発光層 1 6 が形成される (図 4 (b)) 。

20

【 0 0 5 4 】

< 浄化工程 >

浄化工程は、本発明者が鋭意検討の結果得た知見に基づき、従来の有機 E L 素子の製造方法に追加して行うものである。得た知見の詳細は後の [各種実験と考察] で述べるが、図 4 (c) に示す有機発光層 1 6 付近の拡大図のように、乾燥工程 (図 4 (b)) を経た有機発光層 1 6 の表面および膜内には物質 2 6 , 2 7 が存在することが判明した。以下、有機発光層 1 6 の表面に付着した物質 2 6 を単に付着物 2 6 、有機発光層 1 6 の膜内に吸収された物質 2 7 を単に吸収物 2 7 と記載する。付着物 2 6 および吸収物 2 7 は、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所に用いられている上記ジフェニルアミンであることが分かった。付着物 2 6 および吸収物 2 7 は、減圧工程中に真空ポンプから真空チャンバー内へ飛散したものである。

30

【 0 0 5 5 】

ここで、付着物 2 6 が付着する対象である「有機発光層材料の塗布膜 1 6 a 」としては、乾燥工程を経ることで成膜された有機発光層 1 6 、または、乾燥途中の有機発光層材料の塗布膜 1 6 a が考えられる。同様に、吸収物 2 7 が吸収される対象についてもこれら 2 つの場合が考えられる。以下、本実施の態様においては、「有機発光層材料の塗布膜 1 6 a 」が、乾燥工程を経ることにより形成された有機発光層 1 6 であるとして説明する。

【 0 0 5 6 】

本浄化工程では、減圧工程を経た基板 1 1 を真空チャンバーから取り出し、図 5 (a) に示すように、減圧工程を経た塗布膜 1 6 a としての有機発光層 1 6 を浄化する。そうすると、図 5 (b) , (c) に示すように、浄化工程後の有機発光層 1 6 における付着物 2 6 は略全て揮発除去される。また、有機発光層 1 6 中の吸収物 2 7 のうち、有機発光層 1 6 の表面近傍に存在する吸収物 2 7 も揮発除去される。なお、浄化工程は、真空チャンバー内で行っても良く、その場合は、真空チャンバー内を大気圧の状態若しくは N 2 パージをしながらの状態にすることが望ましい。このとき、真空チャンバー内が不活性ガス雰囲気下であれば、真空チャンバー内を減圧する必要はない。

40

【 0 0 5 7 】

このように、本実施形態における浄化工程によれば、減圧工程或いは減圧工程後の真空保管において有機発光層 1 6 の表面およびその近傍に付着した物質、具体的には、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所に用いられているジフェニルアミンを除去

50

することが可能である。そのため、少なくともジフェニルアミンを原因とする有機発光層 16 の性能劣化を抑制することができる。これとともに、ジフェニルアミンが付着した有機発光層 16 の上面に他の層（本実施に態様においては電子輸送層である。）が積層されることもない。

【0058】

なお、有機発光層 16 については、その表面に付着物 26 が付着したままで放置されたとしても、通電が行われない限りは有機発光層 16 に悪影響は非常に小さいと考えられる。この理由として、有機発光層 16 の表面近傍では、単に付着物 26 が物理的に吸着しているだけで、有機発光層 16 を構成する材料と付着物 26 との反応は起こっていないと考えられること等が挙げられる。

10

【0059】

浄化工程における浄化の方法としては、例えば、減圧工程を経た塗布膜を加熱することにより塗布膜を浄化する。また、別の方法として、窒素等の不活性ガスもしくはドライエアでパージして、真空チャンバー内の到達真空度を 15 [Pa] 以上とし、その 15 [Pa] 以上の条件下で基板 11 を真空保管する。さらに、別の方法としては、基板 11 を IPA（イソプロピルアルコール）等により洗浄する等がある。

【0060】

例えば、浄化工程においては、有機発光層 16 の膜中におけるジフェニルアミンの含有量が、0 を超え $13.8 \text{ [nmol / cm}^3\text{]}$ 以下となるように、減圧工程後の基板 11 を加熱する。ここで、ジフェニルアミンは、上述した正孔輸送層の材料として用いられ得る物質である。このような含有量とすることで、ジフェニルアミンを、正孔輸送を補助する正孔輸送性材料として機能させることが可能である。詳細は後述するが、本発明者はこのような含有量とするための加熱条件について鋭意検討した。その結果、 $x-y$ 直交座標系において、加熱温度 [] を x 軸にとり、加熱時間 [min] を y 軸にとった場合に、浄化工程における加熱温度および加熱時間を、当該座標系における $y = 0.0146x^2 - 5.5x + 528.54$ の二次関数で表される曲線から上方の領域内（曲線上を含む）の x 座標値と y 座標値との組み合わせから選択すればよいことが分かった。

20

【0061】

< 電子輸送層形成工程～封止層形成工程 >

浄化工程終了後、図 6（a）に示すように、有機発光層 16 の上に電子輸送層 17 を形成する。具体的には、例えば真空蒸着法やスパッタ法等の真空成膜法に基づき、有機発光層 16 の上面に電子輸送層 17 を構成する材料を成膜することにより、電子輸送層 17 を形成する。

30

【0062】

ここで、電子輸送層形成工程においては、成膜容器内の圧力に占める電子輸送性材料の蒸気圧の割合はかなり高く、成膜容器内に含まれる不純物の蒸気圧の割合は略 0 [%] である。したがって、真空成膜装置が備える真空ポンプに用いられている物質が成膜容器内に飛散したとしても、有機発光層 16 の表面に付着もしくは内部に吸収されるおそれはない。さらに、真空成膜工程においては、機械式ポンプではなく、例えばクライオポンプ等の非機械式ポンプを使用することが望ましい。このようにすることで、真空ポンプに用いられている物質がそもそも成膜容器へ飛散することを防止できる。

40

【0063】

なお、電子輸送層 17 を形成する工程の後であって陰極 18 を形成する工程の前に、必要に応じて電子注入層を形成する。電子注入層は、例えば、真空蒸着法やスパッタ法等の真空成膜法に基づき、電子注入性を有する材料を成膜することにより形成可能である。

【0064】

続いて、図 6（b）に示すように、電子輸送層 17 の上に陰極 18 を形成する。具体的には、例えば、真空蒸着法、スパッタ法等の真空成膜法に基づき、ITO、IZO 等を成膜することにより陰極 18 を形成する。

【0065】

50

陰極形成工程を終えたら、図 6 (c) に示すように、蒸着法、スパッタ法等に基づき、陰極 18 の上に封止層 19 を形成する。そして、封止層 19 の上方に封止基板を対向配置させ、必要に応じて封止層 19 と封止基板とで形成される空間に絶縁性材料を充填する。

【 0 0 6 6 】

以上の工程を経ることで、有機 E L 表示パネル 10 が完成する。

【 0 0 6 7 】

[各種実験と考察]

< 減圧工程の有無による発光特性の違い >

本発明者は、有機発光層材料塗布後に減圧工程を行うか否かで有機 E L 素子の発光特性に違いが現れるかを検証した。実験用の有機 E L 素子として、減圧工程を経ない有機 E L 素子と、減圧工程を経る有機 E L 素子の 2 種を準備した。

10

【 0 0 6 8 】

減圧工程を経ない有機 E L 素子は、以下のようにして形成した。まず、上述した製造方法に基づき、基板上に陽極、正孔注入層、正孔輸送層を順に積層した。次に、正孔輸送層の上面に有機発光層材料を塗布し、加熱を行って有機発光層材料を乾燥させることで有機発光層を成膜した。続いて、有機発光層が成膜された基板を、グローブボックスに 20 [m i n] 載置した。そして、有機発光層の上に電子輸送層、陰極、封止層を順に積層することにより、減圧工程を経ない有機 E L 素子が完成する。

【 0 0 6 9 】

減圧工程を経る有機 E L 素子は、以下のようにして形成した。まず、減圧工程を経ない有機 E L 素子と同様に、基板上に陽極、正孔注入層、正孔輸送層、有機発光層を順に積層した。次に、有機発光層が成膜された基板を、真空ポンプに接続された真空チャンバー内に載置した。そして、真空ポンプを起動させて真空チャンバー内を減圧し、20 [m i n] 放置した。そして、有機発光層の上に電子輸送層、陰極、封止層を順に積層することにより、減圧工程を経る有機 E L 素子が完成する。真空ポンプとしては、メカニカルブースターポンプを用いた。なお、減圧工程を経ない有機 E L 素子および減圧工程を経る有機 E L 素子ともに、上記の浄化工程は行っていない。

20

【 0 0 7 0 】

図 7 は、実験に用いたメカニカルブースターポンプによる排気時間と真空チャンバー内の圧力との関係を示すグラフである。本実験においては、図 7 に示すような排気プロファイルを有するポンプを用いて実験を行った。横軸が真空ポンプによる排気時間を、縦軸が真空チャンバー内の圧力をそれぞれ示している。

30

【 0 0 7 1 】

減圧工程を経ない有機 E L 素子、減圧工程を経る有機 E L 素子ともに、陽極、正孔注入層、正孔輸送層、電子輸送層、陰極および封止層には、公知の材料を用いた。有機発光層としては F 8 - F 6 を用いた。

【 0 0 7 2 】

なお、減圧工程を経ない有機 E L 素子の製造においては、当然のことながら、有機発光層材料を乾燥させるための減圧工程を行うことができない。そこで、有機発光層を構成する材料を溶解させるための溶媒として、減圧工程による乾燥が不要な低沸点溶媒であるキシレンを用いた。ただし、キシレンを溶媒として用いた場合、インクジェット法による塗布を行うことができない。つまり、キシレンはあくまで実験用に用いたに過ぎないものである。そのため、実験用有機 E L 素子の製造においては、有機発光層材料の乾燥は加熱により行った。また、実験用有機 E L 素子との比較が行えるよう、減圧工程を経る有機 E L 素子についても同様とした。

40

【 0 0 7 3 】

図 8 は、減圧工程を経ない有機 E L 素子の発光特性と、減圧工程を経た有機 E L 素子の発光特性を示す図である。図 8 は、実験用の有機 E L 素子を発光させた場合の、発光時間と発光強度の関係を示すグラフであり、横軸は発光時間 [h r] を、縦軸は発光強度をそれぞれ示している。発光強度は、発光開始直後を 1 としたときの相対値で示している。ま

50

た、減圧工程を経ない有機ＥＬ素子の発光特性（図８において「減圧工程無」）を実線で、減圧工程を経る有機ＥＬ素子の発光特性（図８において「減圧工程有」）を二点鎖線でそれぞれ示している。

【００７４】

減圧工程を経ない有機ＥＬ素子と比較して、減圧工程を経る有機ＥＬ素子は、時間経過に伴う発光強度低下量が大きいことが見てとれる。換言すると、有機発光層材料塗布後に減圧工程を経ない有機ＥＬ素子よりも、減圧工程を経る有機ＥＬ素子の方が発光強度半減寿命（発光強度が半減するまでに要する時間）が短いことが分かる。

【００７５】

両実験用有機ＥＬ素子の違いは、有機発光層成膜後の基板が置かれる環境のみである。つまり、グローブボックス内に保管するか、真空ポンプに接続された真空チャンバー内に保管するかの違いにより、発光強度半減寿命に大きな差が生じたことになる。そこで、本発明者は、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所に用いられている物質が、有機発光層に何らかの悪影響を与えているのではないかと考えた。

10

【００７６】

真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所に用いられている物質としては、例えば、真空ポンプの駆動部に用いられている潤滑剤、真空ポンプと真空チャンバーとの間を接続する接続部材と真空ポンプとの接合部分に用いられている真空シール材等が考えられる。潤滑剤は、潤滑成分と当該潤滑成分の酸化を防止する酸化防止剤とを含んでなる。真空シール材は、樹脂材料と当該樹脂材料の酸化を防止する酸化防止剤とを含んでなる。なお、真空シール材に含まれる樹脂材料の概念にはゴムも含まれる。ジフェニルアミンは、潤滑成分の酸化を防止する酸化防止剤または樹脂材料の酸化を防止する酸化防止剤として用いられ得るものである。以下、「真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所に用いられている物質」を、単に「真空ポンプ由来物質」と記載する。また、潤滑剤および真空シール材をまとめて、単に「潤滑剤等」と記載する。

20

【００７７】

減圧工程を経る実験用の有機ＥＬ素子における電子輸送層は、真空成膜法に基づき形成されている。この真空成膜工程を経てもなお発光特性に悪影響が生じていることからすると、有機発光層に悪影響を与えている物質は真空成膜時の高真空下でも揮発しないような沸点のものであると推定された。そのため、本発明者は、潤滑剤等の真空ポンプ由来物質が付着物２６として有機発光層に悪影響を与えているのではないかと考えたのである。

30

【００７８】

酸化防止剤は、潤滑成分の酸化または樹脂材料の酸化が原因の所謂スラッジやワニスの発生を抑制するものであり、例えば、連鎖停止剤、過酸化物分解剤、金属不活性化剤等の種類が知られている。この中でも、本発明者は、ジフェニルアミンに代表されるジフェニルアミン系化合物等で構成され、潤滑成分や樹脂材料の酸化の進行を停止させる連鎖停止剤に注目した。一般にラジカルは不安定である。しかしながら、ジフェニルアミン系化合物が水素原子を失って形成されるラジカル状態は、そのラジカル部分に隣接する芳香環による共鳴安定化が起こるため、比較的安定であると考えられる。そのため、酸化により生じる反応性の高い過酸化物や、ラジカル種へ水素原子を供与して、自身がラジカル状態になるといった反応が進行する。ジフェニルアミン系化合物のラジカル状態は比較的安定であるものの、酸化により生じる過酸化物と反応する程度の反応性は有する。ラジカル状態のジフェニルアミン系化合物は、上記の過酸化物と反応することでラジカル反応を停止させる性質を有するため、この性質が利用され、酸化の進行を停止させる連鎖停止剤として用いられている。

40

【００７９】

< 発光強度半減寿命低下のメカニズム >

図９は、酸化防止剤として用いられるジフェニルアミン系化合物の一例を示す図である。図９（ａ）、（ｂ）、（ｃ）に、ジフェニルアミン系化合物の一例である化合物Ａ、化合物Ｂ、化合物Ｃの化学式をそれぞれ示している。なお、化合物Ａがジフェニルアミンで

50

ある。

【 0 0 8 0 】

図 1 0 は、ジフェニルアミン系化合物を原因とする、有機 E L 素子における発光強度半減寿命低下のメカニズムの一例を説明するための図である。図 1 0 では、化合物 A の場合におけるメカニズムを図示しているが、化合物 B , C についても同様に説明できる。また、説明の都合上、有機発光層 1 6 と電子輸送層 1 7 との界面領域 2 8 を誇張して示している。

【 0 0 8 1 】

まず、式 (1) に示すように、有機 E L 素子駆動中においては、電子輸送層 1 7 を構成する電子輸送性材料 X は、ラジカルアニオン (ボーラロン) 状態となることで電子の輸送を行う (図 1 0 における「ラジカルアニオン状態の電子輸送性材料 X」) 。そのため、このラジカルアニオン状態の電子輸送性材料 X をキャリアと考えることができる。そして、界面領域 2 8 において、化合物 A はラジカルアニオン状態の電子輸送性材料 X に水素原子を供与することで、自身がラジカルアニオン状態となる (図 1 0 における「ラジカルアニオン状態の化合物 A」) 。このような反応が進行する理由として、ラジカルアニオン状態の化合物 A は、負電荷が 2 つのベンゼン環において非局在化するため安定に存在し得るからであると考えた。つまり、ラジカルアニオン状態の電子輸送性材料 X よりも、ラジカルアニオン状態の化合物 A の方がさらに安定な化学種となり得るからであると考えた。その場合、ラジカルアニオン状態の電子輸送性材料 X は、化合物 A から放出された水素原子と結合するといった反応も進行し得る (図 1 0 における「 X H」) 。

【 0 0 8 2 】

式 (1) に基づいて説明したように、減圧工程を経ることで発光輝度の低下が大きくなる要因の 1 つとして、キャリアであるラジカルアニオン状態の電子輸送性材料 X が化合物 A により消失することにより、有機発光層 1 6 に注入される電子が減少することが考えられる。

【 0 0 8 3 】

次に、式 (2) に示すように、界面領域 2 8 において、ラジカルアニオン状態の化合物 A は、有機発光層 1 6 を構成する材料 Y と反応することも想定される。この反応により、有機発光層 1 6 を構成する材料 Y とは異なる生成物 Z を与える。これは、有機発光層 1 6 が劣化することに相当する。このように、化合物 A と有機発光層 1 6 を構成する材料 Y が反応してしまうことも、発光輝度の低下の一因であると考えられる。ただし、化合物 A が反応する物質としては、材料 Y に限定されるわけではなく、有機発光層 1 6 内に僅かに含まれる水分や、有機発光層材料に含まれていた溶媒に由来する残留溶媒である可能性もある。

【 0 0 8 4 】

以上説明したようなメカニズムが想定されることから、潤滑剤等に含まれる酸化防止剤、特に連鎖停止剤が発光強度半減寿命低下に大きく影響していると考えた。

【 0 0 8 5 】

図 1 0 に示すメカニズムは、化合物 A が有機発光層 1 6 と電子輸送層 1 7 との界面に存在する場合に起こり得るものである。すなわち、化合物 A が付着物 2 6 として存在する場合に起こるものである。しかしながら、化合物 A が吸収物 2 7 として存在する場合には、図 1 0 に示すメカニズムは成立しない。つまり、化合物 A が付着物 2 6 として存在する場合には、有機発光層 1 6 の性能劣化を引き起こす不純物として機能し、化合物 A が吸収物 2 7 として存在する場合には、上述したように正孔輸送性材料として機能し得る。

【 0 0 8 6 】

< 減圧工程を経た有機発光層表面の付着物の分析 >

次に、ガスクロマトグラフ質量分析計 (G C - M S) を用い、減圧工程を経た有機発光層の表面に付着している物質を分析した。減圧工程を経た有機発光層をヘリウム雰囲気下で昇温加熱し、加熱された有機発光層から放出されるガス (アウトガス) を液体窒素で捕集し、 G C - M S で分析した。 G C - M S 分析は、アジレント・テクノロジー社製の 6 8

10

20

30

40

50

90GCを用い、イオン化はEI法（電子イオン化法）により行った。カラムはアジレント・テクノロジー社製のDB5msを使用し、40[]から300[]まで昇温した。

【0087】

図11は、減圧工程を経た有機発光層表面の付着物の分析結果を示す図である。縦軸は検出強度（トータルイオンカレントであり、検出された分子数に相当する。）、横軸は保持時間[min]をそれぞれ示しており、図11では、保持時間15～20[min]におけるガスクロマトグラフを示している。保持時間16～19[min]付近に、化合物A、化合物B、化合物Cのピークが検出された。純粋な化合物A、化合物B、化合物CについてもGC-MS分析を行い、保持時間およびマススペクトルが図11に示す結果と一致していることを確認した。

10

【0088】

GC-MS分析の結果より、本発明者は、真空ポンプに用いられている潤滑剤等に酸化防止剤として含まれているジフェニルアミン系化合物が、発光強度半減寿命低下を招く付着物26であることを突き止めた。そして、ジフェニルアミン系化合物が次項で説明するメカニズムにより、真空ポンプから真空チャンバーへ飛散するのではないかと考えた。

【0089】

なお、ジフェニルアミン系化合物の検出にあたっては、真空チャンバーへの収容対象が有機発光層に代表される有機膜であることが必要であると判明した。このことについて説明する。

20

【0090】

まず、本発明者は、真空チャンバーにメカニカルブースターポンプを接続した上で、真空チャンバー内が大気圧である状態の真空チャンバー内の気体を捕集し、GC-MS分析を行った。しかし、この方法ではジフェニルアミン系化合物を検出することはできなかったため、本発明者は真空チャンバー内を減圧しなかったことに問題があると考えた。そのため、ガラス基板およびシリコンウエハーを真空チャンバー内に載置した上で、メカニカルブースターポンプで真空チャンバー内を減圧し真空チャンバー内の気体を捕集したが、この場合でもジフェニルアミン系化合物を検出することはできなかった。

【0091】

これらの結果より、ジフェニルアミン系化合物が付着する対象は、有機発光層等の有機膜であることが必要なのではないかと本発明者は考えた。そこで、有機発光層材料を塗布した基板を真空チャンバー内に載置した上で、メカニカルブースターポンプで真空チャンバー内を減圧し、上述した方法に基づきGC-MS分析を行った。その結果、図11に示すスペクトルのように、ジフェニルアミン系化合物のピークを検出することができた。

30

【0092】

以上説明したように、ガラス基板等に対して減圧工程を行った場合にはジフェニルアミン系化合物の検出ができなかったことから、減圧工程を経ることによるジフェニルアミン系化合物の付着は、減圧工程を行う対象が無機材料ではなく有機膜であるが故に発生し得るものであるといえる。つまり、真空ポンプに用いられている潤滑剤等の含有成分の付着は、有機膜に特徴的なものである。

40

【0093】

< 真空ポンプから真空チャンバーへのジフェニルアミン系化合物飛散のメカニズム >

図12は、真空ポンプによる排気時間と真空チャンバー内の圧力との関係を示すグラフである。横軸が排気時間であり、縦軸が真空チャンバー内の圧力である。また、縦軸において、下方にいくほど真空度が高いことを示している。

【0094】

時刻Aは、真空ポンプの起動時点に相当する。また、時刻Bは、真空チャンバー内の減圧が進行している最中である。時刻Cにおいては、真空ポンプの性能限界まで真空チャンバー内が減圧されており、平衡状態に達している。時刻A、時刻B、時刻Cの各々における真空チャンバーと真空ポンプ内の様子を、図13を用いて説明する。

50

【 0 0 9 5 】

図 1 3 は、図 1 2 に示すグラフにおける時刻 A、時刻 B、時刻 C における真空チャンバーと真空ポンプ内の様子を模式的に示す図である。

【 0 0 9 6 】

図 1 3 に示すように、真空チャンバー 2 9 は、排気管 3 1 を介して真空ポンプに接続されている。真空チャンバー 2 9 内の気体は、真空ポンプ 3 0 により、排気管 3 1、3 2 を通って外部へ排出される。また、各図において、真空ポンプ由来物質を符号 3 3 で示している。

【 0 0 9 7 】

図 1 3 (a) は真空ポンプ 3 0 の起動時点である。減圧を開始すると、図 1 3 (b) において破線の矢印で示すように、真空チャンバー 2 9 内の気体は、排気管 3 1 から真空ポンプ 3 0 および排気管 3 2 を介して外部へ排出される。このように、真空チャンバー 2 9 から排気管 3 1、真空ポンプ 3 0 および排気管 3 2 へと向かう気流が発生する。このため、減圧期間 (時刻 B) においては、真空ポンプ由来物質 3 3 が真空チャンバー 2 9 へ飛散することはないと考えられる。

10

【 0 0 9 8 】

しかしながら、時刻 C においては、真空ポンプ 3 0 の性能限界まで真空チャンバー 2 9 内が減圧されている。そのため、真空チャンバー 2 9 と真空ポンプ 3 0 との間の気流は平衡状態にある。また、真空チャンバー 2 9 および真空ポンプ 3 0 における真空度が高くなることで、真空ポンプ由来物質 3 3 の平均自由行程も長くなる。このため、図 1 3 (c) に示すように、真空ポンプ 3 0 から真空チャンバー 2 9 への真空ポンプ由来物質 3 3 の飛散が起こり、有機発光層材料の塗布膜が形成された基板 3 4 における塗布膜に、付着物 2 6 として真空ポンプ由来物質 3 3 が付着または、吸収物 2 7 として真空ポンプ由来物質 3 3 が塗布膜に吸収されるのではないかと考えた。そして、真空チャンバー 2 9 および真空ポンプ 3 0 における真空度の上昇により、真空チャンバー 2 9 および真空ポンプ 3 0 内の圧力に占める真空ポンプ由来物質 3 3 の蒸気圧の割合が上昇するが、このことによっても真空ポンプ由来物質 3 3 の飛散が促進される。さらに、真空ポンプ由来物質 3 3 が真空チャンバー 2 9 へ飛散している状態では、真空チャンバー 2 9 内の真空度が高くなることで真空ポンプ由来物質 3 3 の平均自由行程も長くなるため、真空ポンプ 3 0 からの飛散そのものも促進される結果、塗布膜と真空ポンプ由来物質 3 3 の衝突確率がより高くなると考えられる。

20

30

【 0 0 9 9 】

< 浄化工程の詳細 >

(浄化工程を行うという思想に至った経緯)

上述したように、化合物 A は、付着物 2 6 として存在する場合には有機発光層 1 6 の発光特性を劣化させる不純物として機能する。一方、吸収物 2 7 として存在する場合には有機発光層 1 6 の発光特性を向上させる物質として機能し得る。そこで、本発明者は、有機発光層材料の塗布膜 1 6 a 表面 (有機発光層 1 6) に付着している付着物 2 6 としてのジフェニルアミン系化合物を略完全に除去しつつ、塗布膜 1 6 a 中に吸収されたジフェニルアミン系化合物を吸収物 2 7 として微量残留させることにより、有機発光層 1 6 の発光特性を向上させることが可能であるとの考えに至った。そして、本発明者は、これを実現する方法として、浄化工程を行うことが適当ではないかと考えた。例えば加熱による浄化の場合は、加熱温度および加熱時間を適正に設定することで、有機発光層 1 6 の損傷をほとんど生じさせることなく、付着物 2 6 を略完全に除去しつつ、微量の吸収物 2 7 を残留させることができると考えたからである。

40

【 0 1 0 0 】

(ジフェニルアミン系化合物による発光特性向上効果)

実際に、有機発光層にジフェニルアミン系化合物を含有する有機 E L 素子の発光特性と、含有しない有機 E L 素子の発光特性を比較した。本実験では、ジフェニルアミン系化合物として化合物 A を用い、有機発光層の単位体積当たりにおける化合物 A の物質量を 5 [

50

$\text{nmol} / \text{cm}^3$]とした。

【 0 1 0 1 】

まず、有機発光層に化合物 A を含有しない有機 E L 素子と、有機発光層に化合物 A を含有する有機 E L 素子を準備した。有機発光層に化合物 A を含有しない有機 E L 素子は、上記減圧工程を経ない実験用有機 E L 素子と同様の手順で作製した。

【 0 1 0 2 】

有機発光層に化合物 A を含有する有機 E L 素子は、上記減圧工程を経る実験用有機 E L 素子と同様に、基板上に陽極、正孔注入層、正孔輸送層、有機発光層を順に積層した。次に、有機発光層が成膜された各基板を真空チャンバー内に載置した上で、真空ポンプを起動させて真空チャンバー内を減圧し、20 [min] 放置した。真空ポンプにはメカニカルブースターポンプを用いた。また、メカニカルブースターポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所には化合物 A が用いられている。続いて、当該基板を170 [] で15 [min] 加熱した。そして、加熱後の有機発光層上に電子輸送層、陰極、封止層を順に積層した。

10

【 0 1 0 3 】

図14は、有機発光層に化合物 A を含有する有機 E L 素子の発光特性と、有機発光層に化合物 A を含有しない有機 E L 素子の発光特性を示す図である。横軸は発光時間 [hr] を、縦軸は発光強度をそれぞれ示している。発光強度は、発光開始直後を1としたときの相対値で示している。また、有機発光層に化合物 A を含有する有機 E L 素子の発光特性を実線で、有機発光層に化合物 A を含有しない有機 E L 素子の発光特性を破線でそれぞれ示している。

20

【 0 1 0 4 】

図14に示すように、有機発光層に化合物 A を含有しない有機 E L 素子よりも、化合物 A を含有する有機 E L 素子の方が、発光強度半減寿命が長くなっていることが分かった。したがって、有機発光層に化合物 A を含有させることで、発光特性が向上することが示された。

【 0 1 0 5 】

次に、本発明者は、有機発光層にどれだけのジフェニルアミン系化合物が含有されていれば、発光特性向上効果が得られるのかを検討した。具体的には、発光特性向上効果を得るために必要な、有機発光層の単位体積当たりにおけるジフェニルアミン系化合物の物質量を明確にしようと考えた。単位体積当たりにおけるジフェニルアミン系化合物の物質量は、加熱温度および加熱時間を変えることによって変化させることができると考えられる。そこで、発光特性向上効果が得られる物質量にするための加熱温度および加熱時間についても検討した。

30

【 0 1 0 6 】

(ジフェニルアミン系化合物の有機発光層への吸収挙動)

発光特性向上効果が得られるジフェニルアミン系化合物の物質量、加熱温度および加熱時間についての検討を行うためのジフェニルアミン系化合物の選定を行った。具体的には、ジフェニルアミン系化合物の有機発光層への吸収挙動、すなわち、図9に示す化合物 A , B , C の有機発光層への吸収のされ易さについて検証し、最も有機発光層に吸収され易いものを以降の検証用の化合物とすることにした。有機発光層への吸収挙動は、GC - MS 分析により行った。

40

【 0 1 0 7 】

図15は、図9に示す化合物 A , B , C の有機発光層への吸収挙動を示すグラフである。このグラフは、次のようにして得た。

【 0 1 0 8 】

まず、本検証に用いる実験用素子を準備した。上記減圧工程を経る実験用有機 E L 素子と同様に、基板上に陽極、正孔注入層、正孔輸送層、有機発光層を順に積層した。ここで、有機発光層の膜厚が60 [nm]、80 [nm]、100 [nm] とそれぞれ異なる3種の実験用素子を準備した。次に、有機発光層が成膜された各基板を真空チャンバー内に

50

載置した上で、真空ポンプを起動させて真空チャンバー内を減圧し、20 [min] 放置した。真空ポンプには、真空チャンバー内と連通する箇所にジフェニルアミン系化合物が用いられているメカニカルブースターポンプを使用した。続いて、3 種の実験用素子を、その封止層側からの上面視における面積がそれぞれ等しくなるように、すなわち、有機発光層の上面積が等しくなるように切り出した。

【0109】

そして、減圧工程を経た各有機発光層をヘリウム雰囲気下で昇温加熱し、加熱された有機発光層からのアウトガスを液体窒素で捕集し、GC - MS で分析した。使用機器および測定条件等は上記の GC - MS 分析と同様である。得られたスペクトルにおける化合物 A , B , C のピーク強度、標準物質としてのトルエンのピーク強度、化合物 A , B , C の分子質量およびトルエンの分子質量から、切り出した有機発光層に含まれる化合物 A , B , C の物質質量を算出し、グラフ化した (図 15) 。

10

【0110】

図 15 の横軸は有機発光層の膜厚を、縦軸は切り出した有機発光層に含まれる化合物 A , B , C の物質質量 [pmol / cm²] を示している。ここで、「切り出した有機発光層に含まれる化合物 A , B , C の物質質量」とは、切り出した有機発光層表面における付着量と、同有機発光層内における吸収量の合計である。また、切り出した有機発光層に含まれる化合物 A , B , C の物質質量に関し、化合物 A を菱形のプロットで、化合物 B を四角のプロットで、化合物 C を三角のプロットで示している。ここでは仮に単位面積あたりの付着量をプロットすることで、膜内部への吸収が起こっているかどうかを確認した。仮に膜表面における吸着のみしか起こっていない場合については、その付着量に膜厚との相関は見られないと考えられる。

20

【0111】

しかしながら、図 15 に示すように、化合物 A , B , C のいずれにおいても、有機発光層の膜厚による物質質量の差異が見られた。切り出した有機発光層の面積は同じであるため、有機発光層の表面に付着している量に差はないと考えられる。したがって、切り出した有機発光層に含まれる化合物 A , B , C の物質質量の差異は、有機発光層の膜内に吸収されている量の違い、すなわち、有機発光層の膜内への吸収のされ易さの違いであると考えることができる。

30

【0112】

また、化合物 A , B , C のいずれにおいても、膜厚によって化合物 A , B , C の物質質量が略直線的に増減する傾向が見られた。さらに、化合物 B , C に比べ、化合物 A は膜厚による物質質量の変化が大きいことも見てとれる。このことより、化合物 A , B , C の中では、化合物 A が最も有機発光層の膜中に吸収され易いことが分かる。化合物 A は化合物 B , C とは異なり、その芳香環に置換基が無い分、比較的小さな分子であるため、有機発光層の膜中に吸収され易いと考えられる。

40

【0113】

以降の検討は、有機発光層への顕著な吸収挙動が見られた化合物 A を用いて行うこととした。

40

【0114】

(加熱温度および加熱時間の検討)

まず、加熱温度および加熱時間を変えることによって、切り出した有機発光層に含まれる化合物 A の物質質量が変化するかどうかを確認した。以下の検討は、膜厚が 80 [nm] である有機発光層で行った。切り出した有機発光層に含まれる化合物 A の物質質量は、図 15 のグラフを得るために行った方法と同様の方法で算出した。以降の実験については、膜厚を一定にしているので、単位面積あたりの付着量は、単位体積あたりの付着量と同じ傾向であると考えられる。

【0115】

図 16 (a) は、加熱温度を変化させた場合の化合物 A の物質質量 [pmol / cm²] の変化を示すグラフである。加熱温度は 80 [] , 100 [] , 130 [] , 170 []

50

0 []で行った。加熱時間はいずれも5 [min]である。図16(a)に示すように、加熱温度を高くするにしたがって、物質量が低下した。

【0116】

一方、図16(b)は、加熱時間を変化させた場合の化合物Aの物質量[$\mu\text{mol}/\text{cm}^2$]の変化を示すグラフである。加熱時間は0 [min], 3 [min], 5 [min]で行った。加熱温度はいずれも80 []である。図16(b)に示すように、加熱時間を長くするにしたがって、物質量が低下した。

【0117】

図16の結果より、加熱温度および加熱時間を変えることによって、有機発光層に含まれる化合物Aの物質量を制御できることが示された。

10

【0118】

(発光特性向上効果が得られる単位体積当たりの化合物Aの物質量)

次に、加熱温度および加熱時間を変えて、単位体積当たりの化合物Aの物質量が異なる有機発光層を備える種々の有機EL素子を試作した。そして、試作した各有機EL素子について、図8および図14と同様の方法で発光強度半減寿命を測定した。その結果を図17に示す。本検証では、膜厚が80 [nm]の有機発光層をその上面積が等しくなるように切り出し、切り出した有機発光層に含まれる化合物Aの物質量を変えることで、単位体積当たりの化合物Aの物質量が異なるようにした。有機発光層に含まれる化合物Aの物質量、有機発光層の上面積およびその膜厚から、単位体積当たりの化合物Aの物質量を算出した。

20

【0119】

図17は、単位体積当たりの化合物Aの物質量を変化させた場合の発光強度半減寿命の変化を示すグラフである。横軸は単位体積当たりの化合物Aの物質量[nmol/cm^3]であり、縦軸は発光強度半減寿命比[%]を示している。縦軸の数値は、有機発光層に化合物Aを含有しない有機EL素子、すなわち、減圧工程を経ない有機EL素子の発光強度半減寿命を100 [%]とした場合の比で示している。

【0120】

図17に示すように、単位体積当たりの化合物Aの物質量が13.8 [nmol/cm^3]以下の場合(四角のプロット)には、発光強度半減寿命比が100 [%]以上となった。一方、13.8 [nmol/cm^3]を超える場合(菱形のプロット)には、発光強度半減寿命比が100 [%]未満となった。また、本実験において、単位体積当たりの化合物Aの物質量の最小値は、3.0 [nmol/cm^3]であり、この場合の発光強度半減寿命比は102 [%]であった。なお、この場合の浄化工程は、加熱温度が190 []で加熱時間が10 [min]であった。

30

【0121】

図17から読み取れる傾向から、単位体積当たりの化合物Aの物質量が3.0 [nmol/cm^3]未満であっても、発光強度半減寿命比は100 [%]以上であることが予想される。すなわち、減圧工程中に真空ポンプから真空チャンバー内へ飛散し有機発光層内部に取り込まれたジフェニルアミンの含有量が0 [nmol/cm^3]を超え13.8 [nmol/cm^3]以下であれば、発光強度半減寿命比を100 [%]以上とすることができる。

40

【0122】

ここで、減圧工程のみを経た有機EL素子(減圧工程を経ており、かつ、浄化工程を経ていない有機EL素子)よりも発光強度半減寿命が長くなっているものを本実施の態様の対象とする。言い換えると、減圧工程を経ているにも拘わらず発光強度半減寿命が長くなっているものは、浄化工程を経たものであると推定されるため、そのようなものを本実施の態様の対象とする。

【0123】

図8で説明したように、減圧工程のみを経た有機EL素子は、減圧工程を経ていない有機EL素子よりも発光強度半減寿命が短い。減圧工程を経ていない有機EL素子の発光強

50

度半減寿命比は100 [%]であるため、減圧工程のみを経た有機EL素子の発光強度半減寿命比は100 [%]未満であることになる。すなわち、発光強度半減寿命比が100 [%]以上である有機EL素子が本実施の態様であることになる。

【0124】

図17では、単位体積当たりの化合物Aの物質質量と発光強度半減寿命との関係を示した。次に、浄化工程における加熱温度および加熱時間と、発光強度半減寿命との関係について検討した。

【0125】

図18は、浄化工程における加熱温度および加熱時間と、発光強度半減寿命との関係を示すグラフである。横軸は加熱温度[]を、縦軸は加熱時間[min]を示している。また、各加熱条件において前述の発光強度半減寿命比が100 [%]以上であったものの丸で、100 [%]未満であったものをバツでそれぞれ示している。

10

【0126】

図18に示すグラフの見方を簡単に説明する。例えば、加熱温度が80 []で加熱時間が5 [min]の場合にはバツが付されている。これは、この加熱条件で浄化工程を行った有機発光層を備える有機EL素子の発光強度半減寿命比は100 [%]未満であったことを示している。一方、加熱温度が150 []で加熱時間が60 [min]の場合には○が付されているが、かかる加熱条件で浄化工程を行って作製した有機EL素子の発光強度半減寿命比は100 [%]以上であったことを示している。

20

【0127】

図18に示すように、発光強度半減寿命比が100 [%]以上である領域と、100 [%]未満である領域とに二分されることが分かった。本発明者は、図18に示すグラフをx - y 直交座標系と見立て、x 軸を加熱温度[]、y 軸を加熱時間[min]とした場合に、2つの領域の境界を関数を用いて表現できると考えた。

【0128】

そこで、当該x - y 直交座標における発光強度半減寿命比が100 [%]以上となる丸のプロットが存在する領域の境界となっている<1>加熱温度が130 []で加熱時間が60 [min]である場合((x, y) = (130, 60))、<2>加熱温度が170 []で加熱時間が15 [min]である場合((x, y) = (170, 15))、<3>加熱温度が190 []で加熱時間が10 [min]である場合((x, y) = (190, 10))の3つのxy座標を用い、非線形最小二乗法に基づき二次曲線35を引いた。図18に示すように、 $y = 0.0146x^2 - 5.5x + 528.54$ の関数で表される二次曲線35が得られた。このように、x - y 直交座標における二次曲線35の上方の領域(曲線上を含む)であれば、発光強度半減寿命比が100 [%]以上となる。

30

【0129】

すなわち、x - y 直交座標系において、加熱温度[]をx 軸にとり、加熱時間[min]をy 軸にとった場合に、浄化工程における加熱温度および加熱時間を、当該座標系における二次関数 $y = 0.0146x^2 - 5.5x + 528.54$ で表される曲線から上方の領域内(曲線上を含む)のx 座標値とy 座標値との組み合わせから選択することにより、発光強度半減寿命比を100 [%]以上とすることが可能である、と規定することができる。

40

【0130】

二次曲線35の上方の領域(曲線上を含む)であれば、x 座標値とy 座標値とを任意に組み合わせることで発光強度半減寿命比を100 [%]以上とすることが可能である。しかしながら、有機発光層は高温に晒されることで劣化してしまうおそれがある。そのため、望ましい加熱温度は130 ~ 180 []であり、より望ましくは150 ~ 170 []以下である。また、加熱時間が長い場合も有機発光層が分解してしまうおそれがあるとともに、有機EL素子の製造効率が低下してしまうおそれがある。そのため、望ましい加熱時間は60 [min]以下である。

【0131】

50

[有機 E L 表示装置]

図 19 は、本発明の一態様に係る有機 E L 表示装置等を示す斜視図である。図 19 に示すように、有機 E L 表示装置 1000 は有機 E L ディスプレイであり、上述した有機 E L 表示パネル 10 を備える。

【 0132 】

図 20 は、本発明の一態様に係る有機 E L 表示装置 1000 の全体構成を示す図である。図 20 に示すように、有機 E L 表示装置 1000 は、有機 E L 表示パネル 10 と、これに接続された駆動制御部 20 とを備える。駆動制御部 20 は、4 つの駆動回路 21 ~ 24 と制御回路 25 とから構成されている。なお、実際の有機 E L 表示装置 1000 では、有機 E L 表示パネル 10 に対する駆動制御部 20 の配置や接続関係については、これに限ら

10

【 0133 】

有機 E L 表示装置 1000 が備える有機 E L 表示パネル 10 を構成する有機 E L 素子においては、上述した浄化工程を経て形成された有機発光層を備えている。したがって、有機発光層の発光特性が良好であるため、有機 E L 表示装置 1000 は画質に優れる。

【 0134 】

[有機 E L 発光装置]

図 21 は、本発明の一態様に係る有機 E L 発光装置 200 を示す図であって、図 21 (a) は縦断面図、図 21 (b) は横断面図である。図 21 に示すように、有機 E L 発光装置 200 は、本発明の一態様に係る製造方法により形成された複数の有機 E L 素子 210 と、有機 E L 素子 210 が上面に実装されたベース 220 と、ベース 220 にそれら有機 E L 素子 210 を挟むようにして取り付けられた一对の反射部材 230 と、から構成されている。各有機 E L 素子 210 は、ベース 220 上に形成された導電パターン (不図示) に電氣的に接続されており、前記導電パターンにより供給された駆動電力によって発光する。各有機 E L 素子 210 から出射された光の一部は、反射部材 230 によって配光が制御される。

20

【 0135 】

有機 E L 発光装置 200 が備える有機 E L 素子 210 においては、上述した浄化工程を経て形成された有機発光層を備えている。したがって、有機 E L 発光装置 200 は発光特性が良好である。

30

【 0136 】

[変形例・その他]

以上、実施の態様について説明したが、本発明は上記の実施の態様に限られない。例えば、以下のような変形例等が考えられる。

【 0137 】

(1) 上述したように、図 17 で説明したように、ジフェニルアミンを $3 \sim 13.8$ [$\text{nmol} / \text{cm}^3$] の含有量で含んでいる有機発光層を備える有機 E L 素子は、減圧工程を経て、かつ、浄化工程を経ない有機発光層を備える有機 E L 素子よりも発光特性が良好である。すなわち、上面に第 1 電極が形成された基板と、基板の上方に形成された有機発光層と、有機発光層の上方に形成された第 2 電極と、を含み、有機発光層中におけるジフェニルアミンの含有量が $3.0 \sim 13.8$ [$\text{nmol} / \text{cm}^3$] である有機 E L 素子は、発光特性が良好である。

40

【 0138 】

また、このような発光特性が良好な有機 E L 素子を製造する方法として、上記の実施の態様においては、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所にジフェニルアミンが用いられている真空装置を使った減圧工程により、有機発光層の膜内にジフェニルアミンを吸収させることとしたが、本発明はこれに限定されない。

他の製造方法としては、例えば、有機発光層材料に予め上記の含有量となるようにジフェニルアミンを混合する方法、真空チャンバー内または真空チャンバーと真空ポンプとの間を接続する接続部材の内部にジフェニルアミンの蒸気を含むガスを封入しておく方法等が

50

ある。さらに、有機発光層に吸収させるジフェニルアミンは、必ずしも酸化防止剤として用いるためのものである必要はなく、他の用途で用いるためのものであってもよい。

【 0 1 3 9 】

(2) 図 1 8 での説明においては、浄化工程における加熱温度を、 $x - y$ 直交座標系における二次曲線 3 5 の上方の領域 (二次曲線 3 5 上を含む) の x 座標値と y 座標値との組み合わせから選択することとした。しかしながら、二次曲線 3 5 は、発光強度半減寿命比が 1 0 0 [%] 以上の領域とそれ未満の領域とを線引きするために便宜的に書き入れたものに過ぎない。したがって、正確に二次曲線 3 5 の上方の領域に存在する x 座標値と y 座標値との組み合わせに限られず、二次曲線 3 5 から少し下方の領域における x 座標値と y 座標値との組み合わせから加熱条件を選択した場合であっても、発光強度半減寿命比が 1 0 0 [%] 以上となり得る。

10

【 0 1 4 0 】

(3) 上記の実施の態様において説明した有機 E L 表示パネルの製造方法は、単なる一例である。例えば、真空成膜法を用いて成膜すると説明した層を、塗布成膜法によって形成することとしてもよいし、逆に、塗布成膜法を用いて成膜すると説明した層を、真空成膜法によって形成することとしてもよい。

【 0 1 4 1 】

(4) 本発明において、ITO 層、正孔注入層、正孔輸送層、バンクおよび封止層は必須の構成要件ではない。これらの構成を有しない有機 E L 素子に対しても、本発明を適用することが可能である。逆に、他の構成要素、例えば、正孔阻止層等をさらに含むこととしてもよい。これに対応して、準備工程で準備する基板においても、必ずしも ITO 層、正孔注入層、正孔輸送層、バンクが形成されている必要はない。さらに、封止層を有しない有機 E L 素子を形成する場合には勿論、封止層を形成する工程を省略できる。

20

【 0 1 4 2 】

(5) 上記の実施の態様においては、「有機発光層材料の塗布膜」が、乾燥工程を経ることにより形成された有機発光層であるとして説明した。しかしながら、上述したように、乾燥途中の有機発光層材料の塗布膜に対しても真空ポンプ由来物質が付着または吸収され得る。すなわち、「有機発光層材料の塗布膜」には、有機発光層材料の乾燥が完了することにより完成された有機発光層、および乾燥途中の有機発光層材料の塗布膜が含まれる。

30

【 0 1 4 3 】

(6) 上記の実施の態様においては、有機発光層材料を乾燥させるための乾燥工程が減圧工程であるとして説明したが、本発明はこれに限定されない。例えば、有機発光層完成後から次の工程を行うまでの間、有機 E L 素子半製品を真空状態で保管する場合には、この保管工程も減圧工程に相当し、真空ポンプ由来物質の飛散が起こり得る。すなわち、「減圧工程を経た塗布膜」には、有機発光層材料塗布直後から完全に乾燥するまでの状態の塗布膜のほか、乾燥が終了し有機発光層となった状態の塗布膜も含まれる。保管工程において真空ポンプ由来物質の飛散があった場合にも、本発明に係る加熱方法を適用することが可能である。

【 0 1 4 4 】

40

なお、乾燥工程における真空チャンバー内には、「有機発光層材料塗布直後から塗布膜が完全に乾燥するまでの状態の基板」が収容される。一方、保管工程における真空チャンバー内には、「塗布膜の乾燥が終了し有機発光層が完成した状態の基板」が収容される。

【 0 1 4 5 】

さらに、乾燥工程および保管工程に限られず、有機発光層材料塗布後から有機発光層の上面に位置する層を形成する工程の前に行われる工程であって、有機発光層材料塗布後の基板が真空状態に置かれる工程が減圧工程となる。

【 0 1 4 6 】

そして、上記の実施の態様で説明したように、浄化工程における浄化方法としては、加熱に限定されるものではない。他の浄化方法として、例えば、窒素等の不活性ガスもしくは

50

はドライエアーでパージして、真空チャンバー内の到達真空度を15 [Pa]以上とし、その15 [Pa]以上の条件下で基板11を真空保管する方法、または、基板11をIPA等により洗浄する方法等がある。

【0147】

(7)「ジフェニルアミン系化合物」とは、ジフェニルアミン骨格を有する化合物を指す。ジフェニルアミン骨格を有する化合物には、ジフェニルアミンやこの誘導体等が含まれる。また、図9(b), (c)においては、置換基が1つであるジフェニルアミン系化合物を図示しているが、本発明においては置換基の個数は特に限定されない。また、置換基の位置も図9(b), (c)に示したものに限定されない。

【0148】

10

(8)上記の実施の態様においては、ジフェニルアミン系化合物のうち、最も構造が単純なジフェニルアミンについて検討を行った。他のジフェニルアミン系化合物についても同様の検討を行うことにより、発光特性向上効果が得られる単位体積当たりの物質量、加熱温度および加熱時間を決定することが可能である。

【0149】

(9)図10に示した発光強度半減寿命低下のメカニズムは、電子輸送層と陰極の間に、電子注入層が介挿されていない場合に想定されるメカニズムである。ここでは、電子注入層が介挿されている場合のメカニズムについて簡単に述べる。

【0150】

20

電子注入層が存在しない場合には、ラジカルアニオン状態の電子輸送性材料Xに水素原子を供与するのは、化合物Aであった。一方、電子注入層が存在する場合に、ラジカルアニオン状態の電子輸送性材料Xに水素原子を供与するのは、電子注入層から電子を供与された有機発光層を構成する材料Y、もしくは、製造工程中において有機EL素子に混入した微量の水分や残留溶媒等であると考えられる。水素原子の供与の結果、電子注入層から電子を供与された有機発光層を構成する材料Y、水分および残留溶媒等がラジカルアニオン状態になると考えられる。

【0151】

(10)図10に示した発光強度半減寿命低下のメカニズムは単なる一例である。これらの図に示したものは異なるメカニズムで発光強度半減寿命低下が起こっている可能性もある。

30

【0152】

(11)上記の実施の態様で述べたように、通常、真空ポンプと真空チャンバーとは接続部材により接続されている。真空ポンプ由来物質の一例である真空シール材は、真空ポンプにおける接続部材との接合部分に用いられているものである。すなわち、真空シール材は真空ポンプを構成するものであって、接続部材を構成するものではない。

【0153】

(12)上記の実施の態様においては、減圧工程を経たことが原因で付着する真空ポンプ由来物質として、潤滑剤に添加されている酸化防止剤または真空シール材に添加されている酸化防止剤、特に連鎖停止剤を取り上げて説明したが、他の種類の酸化防止剤でも問題が発生し得る。また、酸化防止剤以外で潤滑剤および真空シール材に添加されている物質でも問題が発生し得る。さらに、潤滑剤および真空シール材以外で、真空ポンプにおける真空チャンバー内と連通する箇所を用いられているものでも飛散は起こり得る。すなわち、本発明は、減圧工程を経ることで有機発光層に付着または吸収される物質であって、発光特性を向上させる何らかの機能を有する物質に広く適用できるものである。

40

【0154】

(13)上記の実施の態様においては、浄化工程を行う事業者自身が、基板上に有機発光層材料を塗布することにより、有機発光層材料の塗布膜が形成された基板を準備することとしたが、本発明はこれに限定されない。例えば、浄化工程を行う事業者が、有機発光層材料の塗布膜が形成された基板を他の事業者から購入するような場合も含まれる。

【0155】

50

(14) 上記の実施の態様においては、正孔注入層が基板の上方を覆うように全面に形成されている例を示したが、本発明はこれに限定されない。正孔注入層がITO層上のみ形成されていることとしてもよい。また、ITO層の側面および上面のみを覆うように形成されていることとしてもよい。

【0156】

(15) 陽極を銀(Ag)系材料で形成する場合には、上記の実施の態様のようによりITO層をその上に形成することが望ましい。陽極をアルミニウム系材料で形成する場合には、ITO層を無くして陽極を単層構造にすることも可能である。

【0157】

(16) 上記の実施の態様においては、複数の有機EL素子をサブピクセルとして基板上に集積する構成の有機EL表示パネルについて説明したが、この例に限定されず、有機EL素子を単一で用いることも可能である。有機EL素子を単一で用いるものとしては、例えば、照明装置等が挙げられる。

10

【0158】

(17) 上記の実施の態様においては、有機EL表示パネルをR、G、Bを発光色とするフルカラー表示のパネルであるとしたが、本発明はこれに限定されない。有機EL表示パネルを、R、G、B、白色およびその他単色の有機EL素子が複数配列されてなる表示パネルとしてもよい。さらに、いずれか1色のみの有機EL素子を有する単色表示の有機EL表示パネルとしてもよい。

【0159】

20

(18) 上記の実施の態様では、バンク材料として、有機材料が用いられていたが、無機材料も用いることができる。この場合、バンク材料層の形成は、有機材料を用いる場合と同様、例えば塗布成膜法等により行うことができる。さらに、上記の有機EL表示パネルでは、複数のライン状のバンクを並設し、有機発光層をストライプ状に区画するラインバンク方式を採用しているが、本発明はこれに限られない。例えば、バンクを井桁状(格子状)に形成し、バンクによって各サブピクセルの周囲を囲繞する、いわゆるピクセルバンク方式であってもよい。

【0160】

(19) 上記の実施の態様においては、トップエミッション型有機EL表示パネルの製造方法を例に挙げて説明したが、本発明はこれに限定されない。基板11(図1)側を表示面とするいわゆるボトムエミッション型有機EL表示パネルの製造方法においても、本発明を適用することが可能である。さらに、陽極の材料を陰極と同じく透明導電性材料とすることで、陽極側および陰極側の両方から光を取り出す両面発光方式の有機EL表示パネルの製造方法にも適用することが可能である。

30

【0161】

(20) 上記の実施の態様においては、第1電極が陽極、第2電極が陰極である有機EL素子について説明したが、本発明はこれに限定されない。第1電極が陰極、第2電極が陽極である有機EL素子であってもよい。

【0162】

(21) 上記の実施の態様で使用している、材料、数値等は好ましい例を例示しているだけであり、この態様に限定されることはない。また、本発明の技術的思想の範囲を逸脱しない範囲で、適宜変更は可能である。さらに、各図面における部材の縮尺は実際のものとは異なる。なお、数値範囲を示す際に用いる符号「～」は、その両端の数値を含む。

40

【産業上の利用可能性】

【0163】

本発明は、例えば、家庭用もしくは公共施設、あるいは業務用の各種ディスプレイ、テレビジョン装置、携帯型電子機器用ディスプレイ等に用いられる有機EL素子の製造方法等に好適に利用可能である。

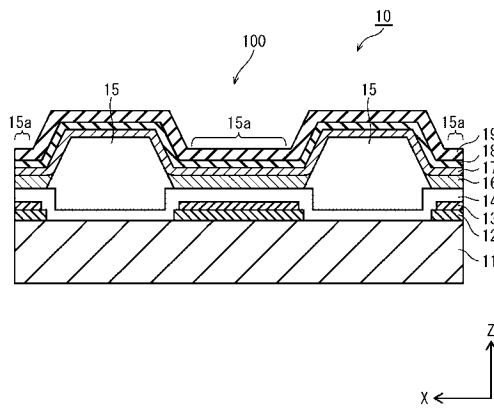
【符号の説明】

【0164】

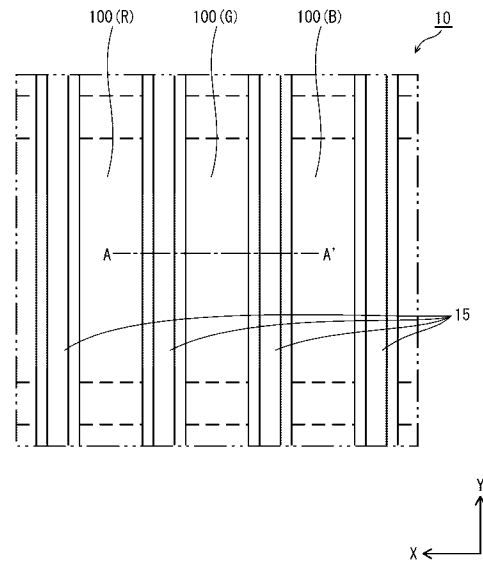
50

1 0	有機 E L 表示パネル	
1 1	基板	
1 2	陽極	
1 3	I T O 層	
1 4	正孔注入層	
1 5	バンク	
1 5 a	開口部	
1 6	有機発光層	
1 6 a	有機発光層材料の塗布膜	
1 7	電子輸送層	10
1 8	陰極	
1 9	封止層	
2 0	駆動制御部	
2 1 ~ 2 4	駆動回路	
2 5	制御回路	
2 6	付着物	
2 7	吸収物	
2 8	有機発光層と電子輸送層との界面	
2 9	真空チャンバー	
3 0	真空ポンプ	20
3 1、3 2	排気管	
3 3	真空ポンプ由来物質	
3 4	有機発光層材料の塗布膜が形成された基板	
3 5	線形近似曲線	
2 0 0	有機 E L 発光装置	
2 1 0	有機 E L 素子	
2 2 0	ベース	
2 3 0	反射部材	
1 0 0	サブピクセル	
1 0 0 0	有機 E L 表示装置	30

【図 1】

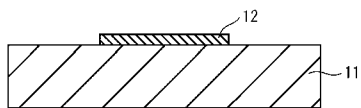


【図 2】

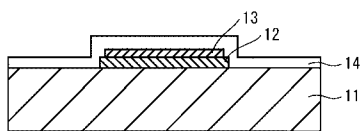


【図 3】

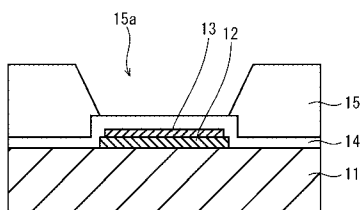
(a)



(b)

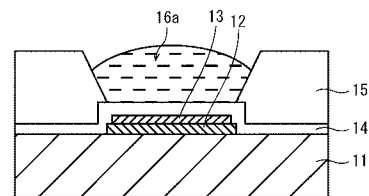


(c)

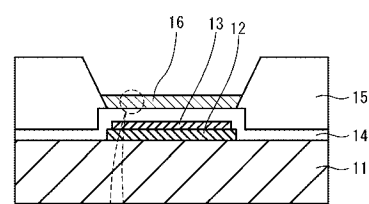


【図 4】

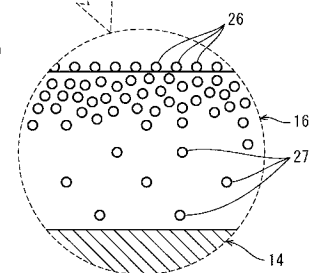
(a)



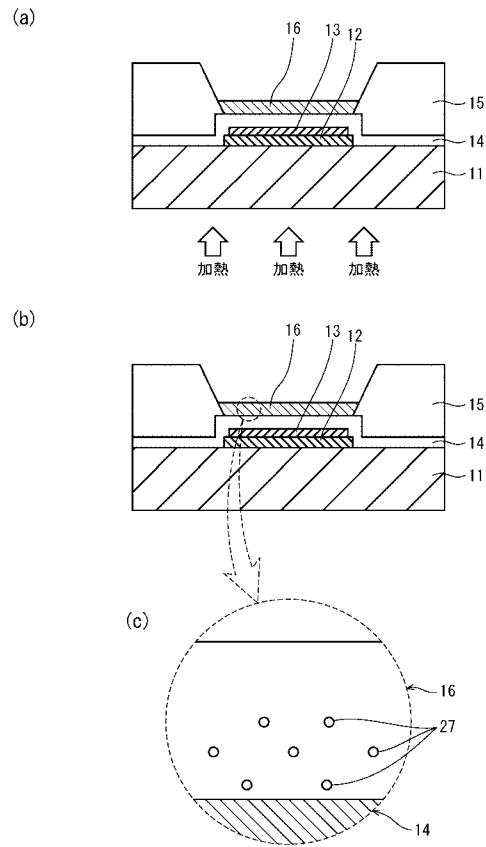
(b)



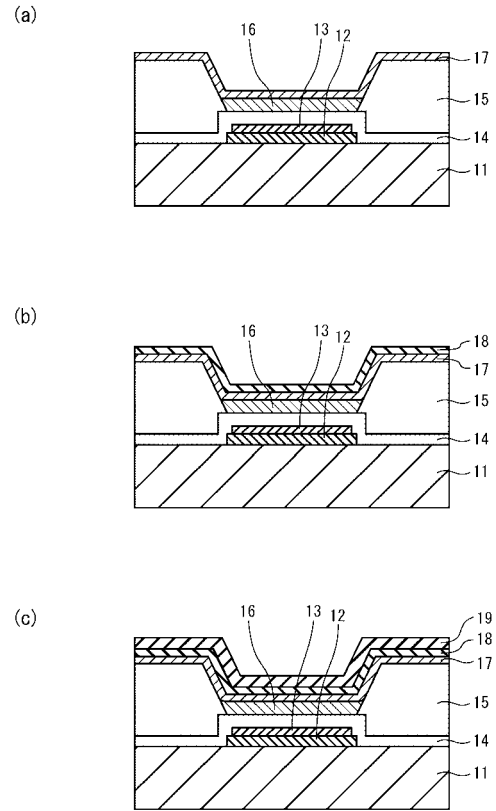
(c)



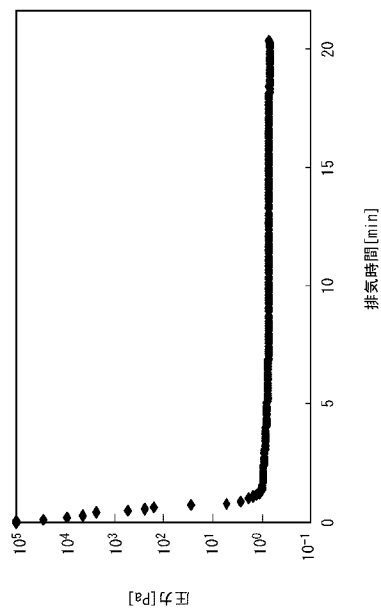
【図 5】



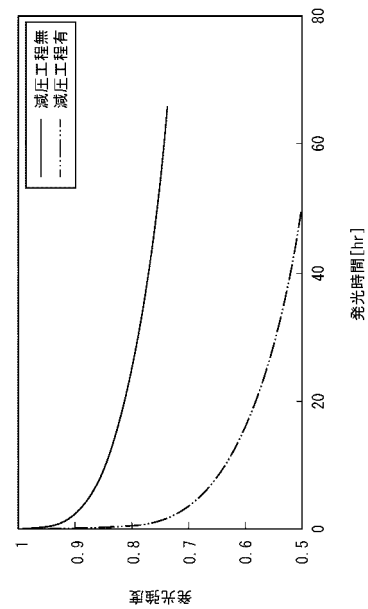
【図 6】



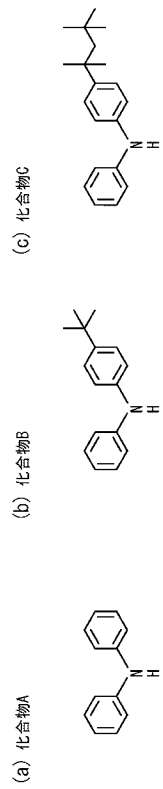
【図 7】



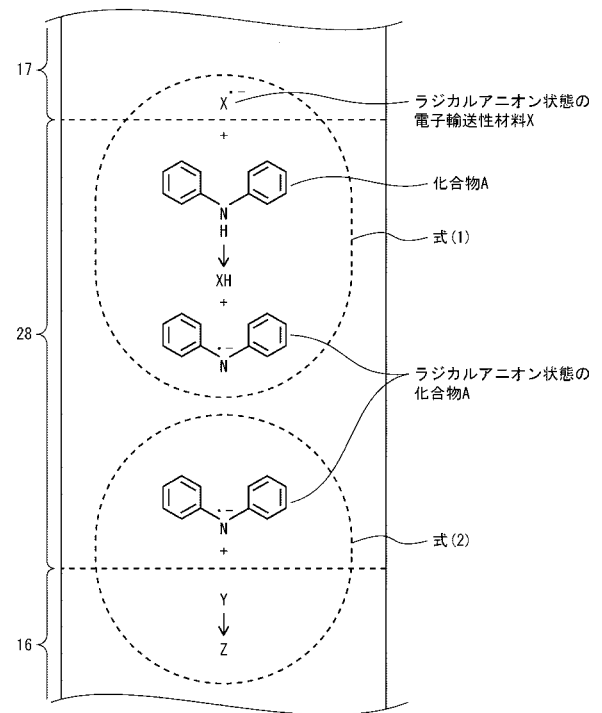
【図 8】



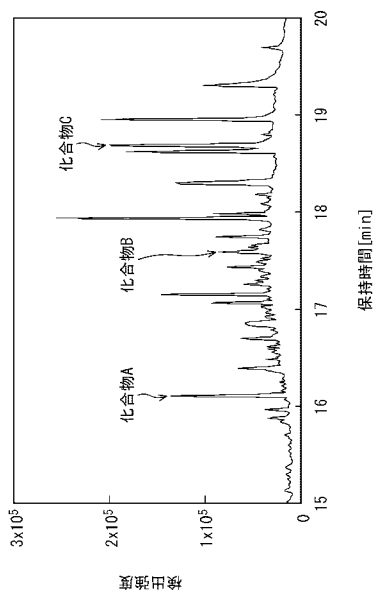
【図 9】



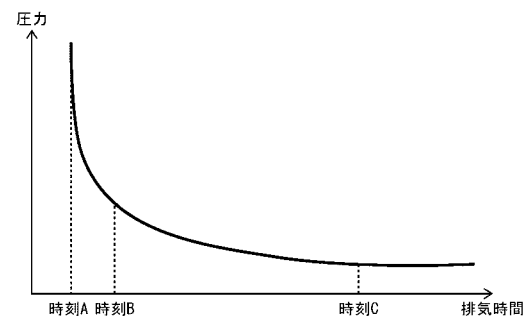
【図 10】



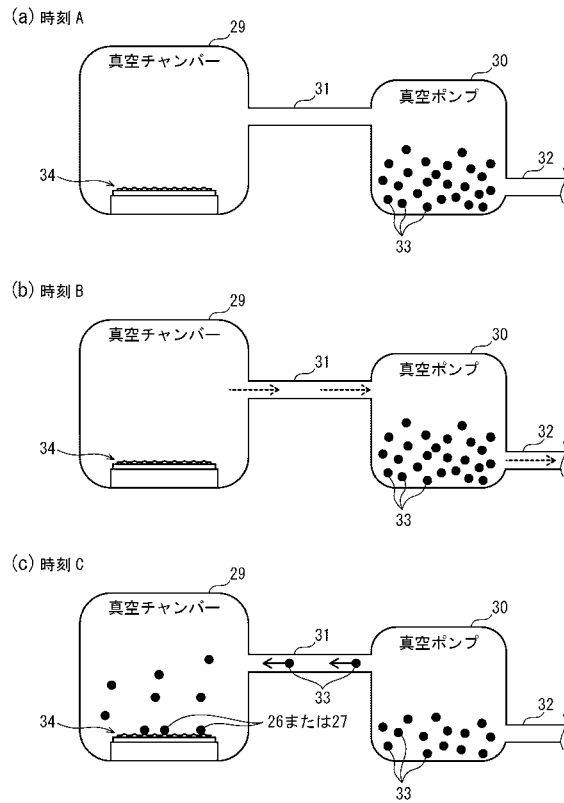
【図 11】



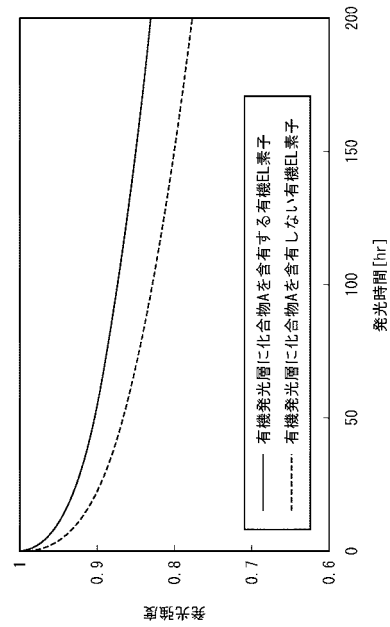
【図 12】



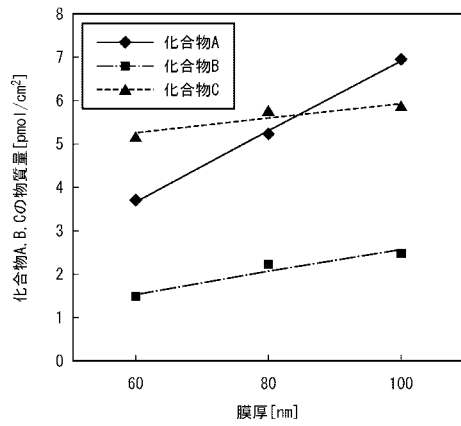
【図 1 3】



【図 1 4】

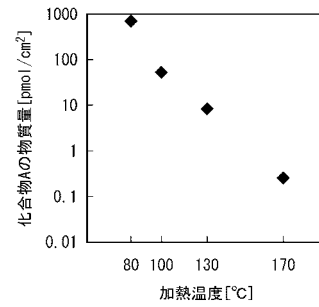


【図 1 5】

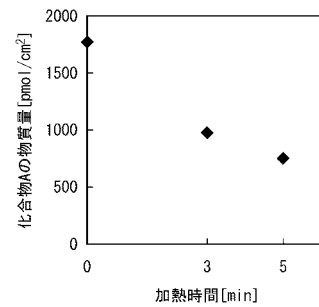


【図 1 6】

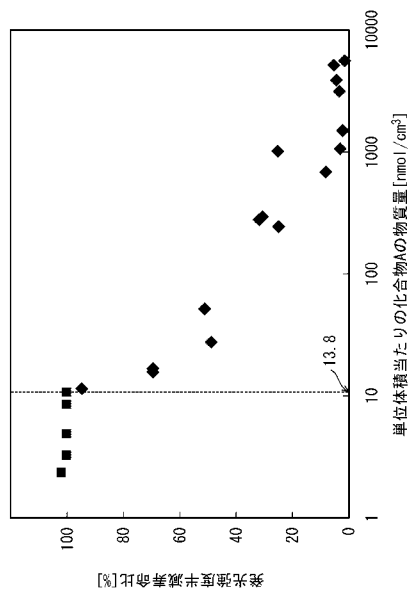
(a)



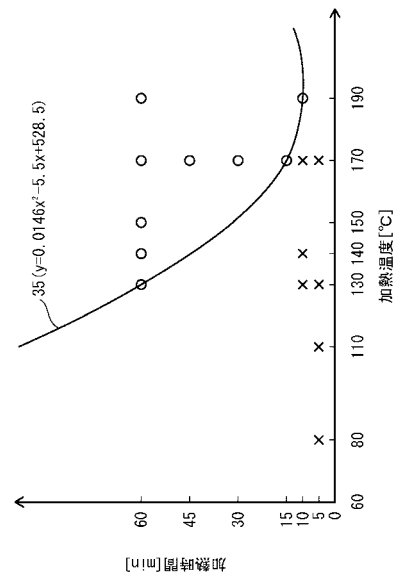
(b)



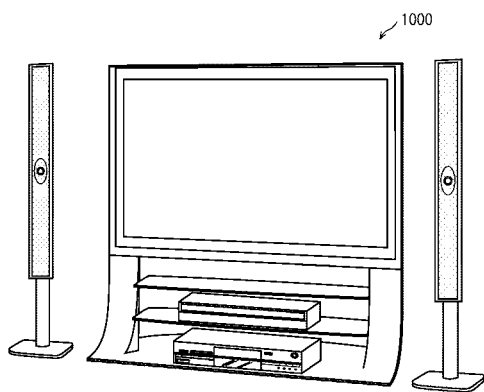
【図 17】



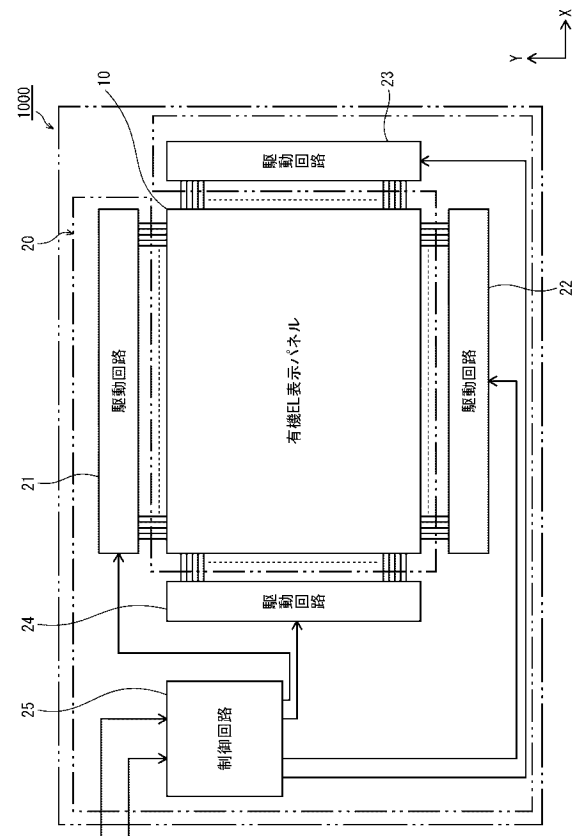
【図 18】



【図 19】

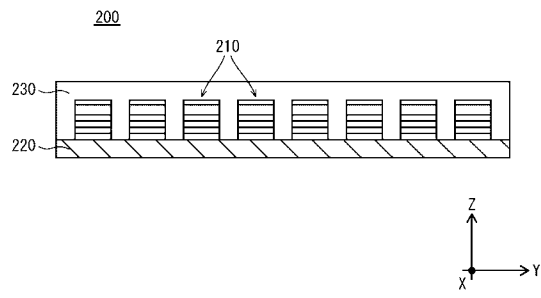


【図 20】

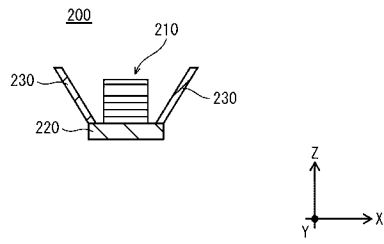


【 図 2 1 】

(a)



(b)



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/002987

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H05B33/10 (2006.01) i, H01L51/50 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
H05B33/10, H01L51/50

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	WO 2012/043774 A1 (Fujifilm Corp.), 05 April 2012 (05.04.2012), claims; paragraphs [0016] to [0022], [0187] (Family: none)	10 1-9, 11-13
Y A	JP 10-255981 A (Sumitomo Chemical Co., Ltd.), 25 September 1998 (25.09.1998), claims; paragraphs [0010] to [0013] (Family: none)	10 1-9, 11-13

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
31 May, 2013 (31.05.13)Date of mailing of the international search report
11 June, 2013 (11.06.13)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 3 / 0 0 2 9 8 7									
A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） Int.Cl. H05B33/10(2006.01)i, H01L51/50(2006.01)i											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） Int.Cl. H05B33/10, H01L51/50											
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2013年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2013年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2013年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2013年	日本国実用新案登録公報	1996-2013年	日本国登録実用新案公報	1994-2013年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2013年										
日本国実用新案登録公報	1996-2013年										
日本国登録実用新案公報	1994-2013年										
国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
Y A	WO 2012/043774 A1（富士フイルム株式会社）2012.04.05, 特許請求の範囲、段落【0016】-【0022】、【0187】（ファミリーなし）	10 1-9, 11-13									
Y A	JP 10-255981 A（住友化学工業株式会社）1998.09.25, 特許請求の範囲、段落【0010】-【0013】（ファミリーなし）	10 1-9, 11-13									
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。											
<table border="0"> <tr> <td> * 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 </td> <td> の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献 </td> </tr> </table>				* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献						
* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献										
国際調査を完了した日 31.05.2013		国際調査報告の発送日 11.06.2013									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA/J P） 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官（権限のある職員） 越河 勉 電話番号 03-3581-1101 内線 3271	20 9313								

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC

Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 CC21 DD53 DD59 DD70 FF14 FF17 GG06
GG26 GG28

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。

专利名称(译)	有机EL器件的制造方法，有机EL器件，有机EL显示器面板，有机EL显示器件和有机EL发光器件		
公开(公告)号	JPWO2013190764A1	公开(公告)日	2016-02-08
申请号	JP2014501335	申请日	2013-05-09
[标]申请(专利权)人(译)	日本有机雷特显示器股份有限公司		
申请(专利权)人(译)	株式会社JOLED		
[标]发明人	川浪悠子 黒澤貴子 楠亀晴香		
发明人	川浪 悠子 黒澤 貴子 楠亀 晴香		
IPC分类号	H05B33/10 H01L51/50		
CPC分类号	H01L51/0029 H01L27/3244 H01L51/001 H01L51/0025 H01L51/0059 H01L51/5012 H01L51/5056 H01L51/56		
FI分类号	H05B33/10 H05B33/14.B		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/CC21 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD70 3K107/FF14 3K107/FF17 3K107/GG06 3K107/GG26 3K107/GG28		
优先权	2012138358 2012-06-20 JP		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

当通过涂膜形成方法形成有机发光层时，由于减压步骤而导致的有机发光层的性能劣化被尽可能地抑制。将其上形成有有机发光层材料的涂膜的基板11放置在与真空泵相连的真空室中，并通过真空泵对真空室的内部进行减压的减压步骤和经过减压步骤的涂膜被纯化。并且，在真空泵的与真空室内部连通的部分中，使用了清洗工序和二苯胺。纯化有机发光层16，以使摄入的二苯胺27的含量大于0 [nmol / cm³]且不大于13.8 [nmol / cm³]。

