

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-80058

(P2010-80058A)

(43) 公開日 平成22年4月8日(2010.4.8)

(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	
	H05B 33/22 B	
	H05B 33/22 D	

審査請求 未請求 請求項の数 32 O L (全 49 頁)

(21) 出願番号	特願2008-220376 (P2008-220376)	(71) 出願人	000002369
(22) 出願日	平成20年8月28日 (2008.8.28)		セイコーエプソン株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2007-223565 (P2007-223565)		東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
(32) 優先日	平成19年8月30日 (2007.8.30)	(74) 代理人	100079108
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 稲葉 良幸
(31) 優先権主張番号	特願2008-184650 (P2008-184650)	(74) 代理人	100080953
(32) 優先日	平成20年7月16日 (2008.7.16)		弁理士 田中 克郎
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(74) 代理人	100093861
(31) 優先権主張番号	特願2008-216287 (P2008-216287)		弁理士 大賀 眞司
(32) 優先日	平成20年8月26日 (2008.8.26)	(72) 発明者	金谷 美春
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
		(72) 発明者	竹本 清彦
			長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内

最終頁に続く

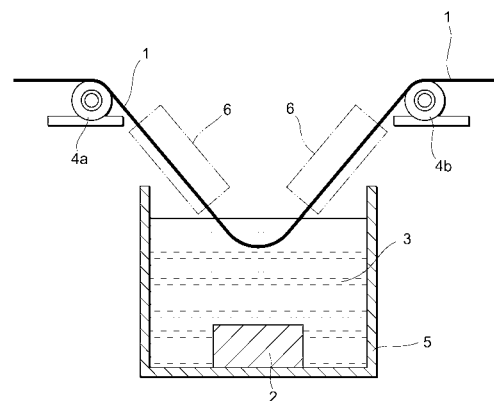
(54) 【発明の名称】 発光体粒子の製造方法、発光体形成用の材料液の製造方法、有機EL表示装置の製造方法、発光体粒子、材料液、有機EL表示装置、電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造方法、電荷移動

(57) 【要約】

【課題】簡便にかつ短時間で精度の高いパターンニングを行い、高性能の有機EL表示体装置を製造する技術を提供する。

【解決手段】発光体形成用の材料液の製造方法であって、シート状基材(1)の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第1の工程と、前記シート状基材を第1有機溶媒(3)に浸漬し、前記基材から前記発光性有機化合物層を随時剥離し微細化することで、発光体粒子を形成する第2の工程と、前記発光体粒子を含有する前記第1有機溶媒を用いて発光体形成用の材料液を調整する第3工程と、を有する。

【選択図】図4



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

基材の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第 1 の工程と、
前記発光体層を前記基材の一面から剥離し微細化する第 2 の工程と、
を有することを特徴とする発光体粒子の製造方法。

【請求項 2】

前記剥離層は、ワックス層であることを特徴とする請求項 1 記載の発光体粒子の製造方法。

【請求項 3】

前記第 2 の工程において、前記発光体層に超音波を印加し、剥離、微細化することを特徴とする請求項 1 または 2 記載の発光体粒子の製造方法。

【請求項 4】

基材の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第 1 の工程と、
前記発光体層を前記基材の一面から剥離し微細化することで、発光体粒子を形成する第 2 の工程と、
前記発光体粒子に第 2 有機溶媒を加え発光体形成用の材料液を調整する第 3 工程と、
を有することを特徴とする発光体形成用の材料液の製造方法。

【請求項 5】

前記剥離層は、ワックス層であることを特徴とする請求項 4 記載の発光体形成用の材料液の製造方法。

【請求項 6】

基材の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第 1 の工程と、
前記発光体層を前記基材の一面から剥離し微細化することで、発光体粒子を形成する第 2 の工程と、
前記発光体粒子に第 2 有機溶媒を加え材料液を調整する第 3 工程と、
前記材料液を基板上に滴下し固化することで、発光層を形成する第 4 工程と、
を有することを特徴とする有機 E L 表示装置の製造方法。

【請求項 7】

前記第 2 の工程は、前記発光体層を剥ぎ取りながら微細化する工程であることを特徴とする請求項 6 記載の有機 E L 表示装置の製造方法。

【請求項 8】

シート状基材の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第 1 の工程と、
前記シート状基材を第 1 有機溶媒に浸漬し、前記剥離層から前記発光性有機化合物層の一部分を随時剥離し微細化することで、発光体粒子を形成する第 2 の工程と、
前記発光体粒子を含有する前記第 1 有機溶媒を用いて材料液を調整する第 3 工程と、
前記材料液を基板上に滴下し固化することで、発光層を形成する第 4 工程と、
を有することを特徴とする有機 E L 表示装置の製造方法。

【請求項 9】

前記第 4 工程は、液滴吐出法により前記基板上の所望の領域に前記材料液を吐出し、固化することで、発光層を形成することを特徴とする請求項 6 乃至 8 のいずれか一項記載の有機 E L 表示装置の製造方法。

【請求項 10】

前記剥離層は、ワックス層であることを特徴とする請求項 6 乃至 9 のいずれか一項記載の有機 E L 表示装置の製造方法。

【請求項 11】

請求項 1 乃至 3 のいずれか一項記載の発光体粒子の製造方法または請求項 4 乃至 5 のい

10

20

30

40

50

ずれか一項記載の発光体形成用の材料液の製造方法により形成された発光体粒子または材料液を用いて発光層を形成する工程を有することを特徴とする有機ＥＬ表示装置の製造方法。

【請求項１２】

剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層が形成された基材から前記発光体層を剥離し微細化してなる発光体粒子であって、

各粒子がリーフ形状であることを特徴とする発光体粒子。

【請求項１３】

前記剥離層は、ワックス層であることを特徴とする請求項１２記載の発光体粒子。

【請求項１４】

請求項１２または１３記載の発光体粒子を含有することを特徴とする材料液。

【請求項１５】

請求項１４記載の材料液を固化してなる発光層を有することを特徴とする有機ＥＬ表示装置。

【請求項１６】

前記発光層中の発光性有機化合物の分子量は、１０００以下であることを特徴とする請求項１５記載の有機ＥＬ表示装置。

【請求項１７】

基材の少なくとも一面に、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層を形成する第１の工程と、

前記積層体層を前記基材の一面から剥離し微細化する第２の工程と、

を有することを特徴とする電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造方法。

【請求項１８】

前記第２の工程において、前記積層体層に超音波を印加することを特徴とする請求項１７記載の電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造方法。

【請求項１９】

前記剥離層は、ワックス層であることを特徴とする請求項１７または１８記載の電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造方法。

【請求項２０】

基材の少なくとも一面に、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層を形成する第１の工程と、

前記積層体層を前記基材の一面から剥離し微細化することで、有機化合物粒子を形成する第２の工程と、

前記有機化合物粒子に第２有機溶媒を加え電荷移動体形成用の材料液を調整する第３工程と、

を有することを特徴とする電荷移動体形成用の材料液の製造方法。

【請求項２１】

前記第２の工程は、前記積層体層を剥ぎ取りながら微細化する工程であることを特徴とする請求項２０記載の電荷移動体形成用の材料液の製造方法。

【請求項２２】

前記剥離層は、ワックス層であることを特徴とする請求項２０または２１記載の電荷移動体形成用の材料液の製造方法。

【請求項２３】

基材の少なくとも一面に、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層を形成する第１の工程と、

前記積層体層を前記基材の一面から剥離し微細化することで、有機化合物粒子を形成する第２の工程と、

前記有機化合物粒子に第２有機溶媒を加え材料液を調整する第３工程と、

前記材料液を基板上に滴下し固化することで、電荷移動層を形成する第４工程と、

を有することを特徴とする有機ＥＬ表示装置の製造方法。

10

20

30

40

50

【請求項 2 4】

シート状基材の少なくとも一面に、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層を形成する第 1 の工程と、

前記シート状基材を第 1 有機溶媒に浸漬し、前記剥離層から前記有機化合物層の一部分を随時剥離し微細化することで、有機化合物粒子を形成する第 2 の工程と、

前記有機化合物粒子を含有する前記第 1 有機溶媒を用いて材料液を調整する第 3 工程と、

前記材料液を基板上に滴下し固化することで、電荷移動層を形成する第 4 工程と、
を有することを特徴とする有機 E L 表示装置の製造方法。

【請求項 2 5】

10

前記第 4 工程は、液滴吐出法により前記基板上の所望の領域に前記材料液を吐出し、固化することで、電荷移動層を形成することを特徴とする請求項 2 3 または 2 4 記載の有機 E L 表示装置の製造方法。

【請求項 2 6】

前記剥離層は、ワックス層であることを特徴とする請求項 2 3 乃至 2 5 のいずれか一項記載の有機 E L 表示装置の製造方法。

【請求項 2 7】

請求項 1 7 乃至 1 9 のいずれか一項記載の電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造方法または請求項 2 0 乃至 2 2 のいずれか一項記載の電荷移動体形成用の材料液の製造方法により形成された有機化合物粒子または材料液を用いて電荷移動層を形成する工程を有することを特徴とする有機 E L 表示装置の製造方法。

20

【請求項 2 8】

剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層が形成された基材から前記積層体層を剥離し微細化してなる有機化合物粒子であって、

各粒子がリーフ形状であることを特徴とする有機化合物粒子。

【請求項 2 9】

前記剥離層は、ワックス層であることを特徴とする請求項 2 8 記載の有機化合物粒子。

【請求項 3 0】

請求項 2 8 または 2 9 記載の有機化合物粒子を含有することを特徴とする材料液。

【請求項 3 1】

30

請求項 3 0 記載の材料液を固化してなる電荷移動層を有することを特徴とする有機 E L 表示装置。

【請求項 3 2】

前記電荷移動層中の有機化合物の分子量は、1 0 0 0 以下であることを特徴とする請求項 3 1 記載の有機 E L 表示装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、発光体粒子の製造方法等、有機 E L (エレクトロルミネッセンス、Electro-Luminescence) 表示装置の製造技術に関する。

40

【背景技術】

【0 0 0 2】

有機 E L 材料を使用した発光装置は低消費電力で発光効率が高いため照明用途としての利用が進んでいる。

【0 0 0 3】

また、有機 E L 材料を使用した有機発光層を特定形状に形成することにより製造された有機 E L 表示装置は視認性、応答速度、寿命、消費電力の点で優れており、将来はプラズマ発光表示装置や液晶表示装置に代わる薄型ディスプレイの主流となることが期待されている。

【0 0 0 4】

50

しかしながら、特に有機ＥＬ表示装置の製造においては様々な課題を有しているのが現状である。例えば、蒸着法により特定の形状の有機発光層を形成する場合には、対応する形状のマスクが必要であり、工程が複雑で装置も大掛かりなものになる。また蒸発させた有機材料の数％～数十％程度しか利用できないため、高価な有機材料がムダになってしまい、製造コストも高いものになってしまう。

【０００５】

そこで、インクジェット法により特定の形状の発光層を形成し、材料のムダを低減することが検討されている（例えば、下記特許文献１および２参照）。

【特許文献１】特開平１０－１２３７７号公報

【特許文献２】特開平１０－１５３９６７号公報

10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００６】

しかしながら、インクジェットヘッドで発光性有機化合物を吐出するための液体を得るためには、有機溶剤に溶解する比較的高分子の発光性有機化合物を使用する必要がある。このため、使用できる材料が限定されてしまい、長寿命の表示装置を得ることが困難であった。

【０００７】

また、上記有機発光層のみならず、有機ＥＬ表示装置に用いられる正孔輸送層、電子輸送層、正孔注入層や電子注入層なども、上記蒸着法による材料のムダやインクジェット法を用いる際の、使用できる材料が限定され、低電圧で電荷を大量に注入・輸送できる層を製造することが困難であるという同様の問題が生じていた。

20

【０００８】

そこで、本発明に係る具体的態様は、簡便にかつ短時間で精度の高いパターンニングを行い、高性能の有機ＥＬ表示体装置を製造する技術を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【０００９】

（１）本発明に係る発光体粒子の製造方法は、基材の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第１の工程と、前記発光体層を前記基材の一面から剥離し微細化する第２の工程と、を有する。かかる方法によれば、簡易に特性の良い発光体粒子を形成することができる。

30

【００１０】

例えば、前記第２の工程は、前記発光体層を剥ぎ取りながら微細化する工程である。この工程は、例えば、シート状基材を有機溶媒に浸漬するなどして、化学的に行ってもよい。また、へら状部材により機械的（物理的）に行ってもよい。また、例えば、前記第２の工程において、前記発光体層に超音波を印加してもよい。かかる方法によれば、超音波により剥離および微細化が促進される。

【００１１】

例えば、前記剥離層は、樹脂で形成され、中でもワックスで形成することが好ましい。

【００１２】

40

（２）本発明に係る発光体形成用の材料液の製造方法は、基材の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第１の工程と、前記発光体層を前記基材の一面から剥離し微細化することで、発光体粒子を形成する第２の工程と、前記発光体粒子に第２有機溶媒を加え発光体形成用の材料液を調整する第３工程と、を有する。かかる方法によれば、簡易に特性の良い発光体形成用の材料液を形成することができる。

【００１３】

例えば、前記剥離層は、樹脂で形成され、中でもワックスで形成することが好ましい。

【００１４】

（３）本発明に係る有機ＥＬ表示装置の製造方法は、基材の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第１の工程と、前記発光体層を前記基

50

材の一面から剥離し微細化することで、発光体粒子を形成する第２の工程と、前記発光体粒子に第２有機溶媒を加え材料液を調整する第３工程と、前記材料液を基板上に滴下し固化することで、発光層を形成する第４工程と、を有する。かかる方法によれば、簡易に特性の良い発光層を形成することができる。また、発光性有機化合物として種々の材料を用いることができ、例えば、有機溶媒に溶解（分散）し難い低分子量の材料を用いることが可能となる。

【００１５】

例えば、前記第２の工程は、前記発光体層を剥ぎ取りながら微細化する工程である。この工程は、例えば、シート状基材を有機溶媒に浸漬するなどして、化学的に行ってもよい。また、へら状部材により機械的（物理的）に行ってもよい。また、例えば、前記第２の工程において、前記発光体層に超音波を印加してもよい。かかる方法によれば、超音波により剥離および微細化が促進される。

10

【００１６】

本発明に係る有機ＥＬ表示装置の製造方法は、シート状基材の少なくとも一面に、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層を形成する第１の工程と、前記シート状基材を第１有機溶媒に浸漬し、前記剥離層から前記発光性有機化合物層の一部分を随時剥離し微細化することで、発光体粒子を形成する第２の工程と、前記発光体粒子を含有する前記第１有機溶媒を用いて材料液を調整する第３工程と、前記材料液を基板上に滴下し固化することで、発光層を形成する第４工程と、を有する。かかる方法によれば、粒子のリーフ効果により簡易に特性の良い発光層を形成することができる。また、発光性有機化合物として種々の材料を用いることができ、例えば、有機溶媒に溶解（分散）し難い低分子量の材料を用いることが可能となる。また、第１有機溶媒を利用することで、短工程で発光層を形成するを調整することができる。

20

【００１７】

例えば、前記第４工程は、液滴吐出法により前記基板上の所望の領域に前記材料液を吐出し、固化することで、発光層を形成する。このように液滴吐出法を用いることで、低コストで特性の良い発光層を形成することができる。

【００１８】

例えば、前記剥離層は、樹脂で形成され、中でもワックスで形成することが好ましい。

【００１９】

本発明に係る有機ＥＬ表示装置の製造方法は、上記発光体粒子の製造方法または上記発光体形成用の材料液の製造方法により形成された発光体粒子または材料液を用いて発光層を形成する工程を有する。かかる方法によれば、粒子のリーフ効果により簡易に特性の良い発光層を形成することができる。

30

【００２０】

（４）本発明に係る発光体粒子は、剥離層と発光性有機化合物層とを含む発光体層が形成された基材から前記発光体層を剥離し微細化してなる発光体粒子であって、各粒子がリーフ形状（または鱗片状ともいう）である。かかる構成によれば、発光体形成用として良好な材料となる。

【００２１】

例えば、前記剥離層は、樹脂などからなり、中でも好ましくはワックスよりなる。

40

【００２２】

本発明に係る材料液は、上記発光体粒子を含有する。かかる構成によれば、発光体形成用として良好な材料となる。

【００２３】

本発明に係る有機ＥＬ表示装置は、上記材料液を固化してなる発光層を有する。かかる構成によれば、粒子のリーフ効果により簡易に特性の良い発光層となる。

【００２４】

例えば、前記発光層中の発光性有機化合物の分子量は、１０００以下である。このように、有機溶媒に溶解（分散）し難い低分子量の材料を発光層として用いることで装置特性

50

が向上する。

【 0 0 2 5 】

(5) 本発明に係る電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造方法は、基材の少なくとも一面に、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層を形成する第 1 の工程と、前記積層体層を前記基材の一面から剥離し微細化する第 2 の工程と、を有する。かかる方法によれば、簡易に特性の良い電荷移動体形成用の有機化合物粒子を形成することができる。

【 0 0 2 6 】

例えば、前記第 2 の工程は、前記積層体層を剥ぎ取りながら微細化する工程である。この工程は、例えば、シート状基材を有機溶媒に浸漬するなどして、化学的に行ってもよい。また、へら状部材により機械的（物理的）に行ってもよい。また、例えば、前記第 2 の工程において、前記積層体層に超音波を印加してもよい。かかる方法によれば、超音波により剥離および微細化が促進される。

【 0 0 2 7 】

例えば、前記剥離層は、樹脂で形成され、中でもワックスで形成することが好ましい。

【 0 0 2 8 】

(6) 本発明に係る電荷移動体形成用の材料液の製造方法は、基材の少なくとも一面に、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層を形成する第 1 の工程と、前記積層体層を前記基材の一面から剥離し微細化することで、有機化合物粒子を形成する第 2 の工程と、前記有機化合物粒子に第 2 有機溶媒を加え電荷移動体形成用の材料液を調整する第 3 工程と、を有する。かかる方法によれば、簡易に特性の良い電荷移動体形成用の材料液を形成することができる。

【 0 0 2 9 】

例えば、前記剥離層は、樹脂などで形成され、中でもワックスで形成することが好ましい。

【 0 0 3 0 】

また、前記第 2 の工程は、前記積層体層を剥ぎ取りながら微細化する工程である。この工程は、例えば、シート状基材を有機溶媒に浸漬するなどして、化学的に行ってもよい。また、へら状部材により機械的（物理的）に行ってもよい。また、例えば、前記第 2 の工程において、前記積層体層に超音波を印加してもよい。かかる方法によれば、超音波により剥離および微細化が促進される。

【 0 0 3 1 】

(7) 本発明に係る有機 E L 表示装置の製造方法は、基材の少なくとも一面に、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層を形成する第 1 の工程と、前記積層体層を前記基材の一面から剥離し微細化することで、有機化合物粒子を形成する第 2 の工程と、前記有機化合物粒子に第 2 有機溶媒を加え材料液を調整する第 3 工程と、前記材料液を基板上に滴下し固化することで、電荷移動層を形成する第 4 工程と、を有する。かかる方法によれば、簡易に特性の良い電荷移動層を形成することができる。また、電荷移動性を有する有機化合物として種々の材料を用いることができ、例えば、有機溶媒に溶解（分散）し難い低分子量の材料を用いることが可能となる。

【 0 0 3 2 】

本発明に係る有機 E L 表示装置の製造方法は、シート状基材の少なくとも一面に、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層を形成する第 1 の工程と、前記シート状基材を第 1 有機溶媒に浸漬し、前記剥離層から前記有機化合物層の一部分を随時剥離し微細化することで、有機化合物粒子を形成する第 2 の工程と、前記有機化合物粒子を含有する前記第 1 有機溶媒を用いて材料液を調整する第 3 工程と、前記材料液を基板上に滴下し固化することで、電荷移動層を形成する第 4 工程と、を有する。かかる方法によれば、粒子のリーフ効果により簡易に特性の良い電荷移動層を形成することができる。また、電荷移動性を有する有機化合物として種々の材料を用いることができ、例えば、有機溶媒に溶解（分散）し難い低分子量の材料を用いることが可能となる。また、第 1 有機溶媒

10

20

30

40

50

を利用することで、短工程で電荷移動層を形成する材料液を調整することができる。

【0033】

例えば、前記第4工程は、液滴吐出法により前記基板上の所望の領域に前記材料液を吐出し、固化することで、電荷移動層を形成する。

【0034】

例えば、前記剥離層は、樹脂などで形成され、中でもワックスで形成することが好ましい。

【0035】

本発明に係る有機EL表示装置の製造方法は、上記電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造方法または上記電荷移動体形成用の材料液の製造方法により形成された有機化合物粒子または材料液を用いて電荷移動層を形成する工程を有する。かかる方法によれば、粒子のリーフ効果により簡易に特性の良い電荷移動層を形成することができる。

【0036】

(8) 本発明に係る有機化合物粒子は、剥離層と電荷移動性を有する有機化合物層とを含む積層体層が形成された基材から前記積層体層を剥離し微細化してなる有機化合物粒子であって、各粒子がリーフ形状（または鱗片状ともいう）である。かかる構成によれば、電荷移動体形成用として良好な材料となる。

【0037】

例えば、前記剥離層は、樹脂などからなり、中でも好ましくはワックスよりなる。

【0038】

本発明に係る材料液は、上記有機化合物粒子を含有する。かかる構成によれば、電荷移動体形成用として良好な材料となる。

【0039】

本発明に係る有機EL表示装置は、上記材料液を固化してなる電荷移動層を有する。かかる構成によれば、粒子のリーフ効果により簡易に特性の良い電荷移動層となる。

【0040】

例えば、前記電荷移動層中の有機化合物の分子量は、1000以下である。このように、有機溶媒に溶解（分散）し難い低分子量の材料を電荷移動層として用いることで装置特性が向上する。

【発明を実施するための最良の形態】

【0041】

<実施の形態1>

本実施の形態の有機EL表示装置の製造方法は、以下の第1～第4の工程を有する。このうち、第1の工程および第2の工程が、発光体粒子（複合化発光体粒子）の製造工程に、第3工程が、インク（材料液）の製造工程に、第4工程が、有機EL表示装置の製造工程に対応する。

【0042】

（第1の工程）

図1は、本実施の形態の第1の工程を示す断面図である。図1(A)～(C)に示すように、シート状基材1上に、少なくとも剥離層11と発光性有機化合物層13からなる発光体層を形成する。

【0043】

（シート状基材）

本工程に使用されるシート状基材1としては、特に限定されないが、ポリテトラフルオロエチレン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステルフィルム、66ナイロン、6ナイロン等のポリアミドフィルム、ポリカーボネートフィルム、トリアセートフィルム、ポリイミドフィルム等の離型性フィルムが挙げられる。

【0044】

好ましいシート状基材1としては、ポリエチレンテレフタレートまたはその共重合体が

10

20

30

40

50

挙げられる。

【 0 0 4 5 】

これらのシート状基材 1 の厚さは、特に限定されないが、 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下が好ましい。 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上であれば、工程等で取り扱い性に問題がなく、 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下であれば、柔軟性に富み、ロール化、剥離等に問題がない。

【 0 0 4 6 】

(剥離層)

本工程に用いられる剥離層 11 は、後述の発光性有機化合物層 13 のアンダーコート層であり、シート状基材 1 の一面と発光性有機化合物層 13 との剥離性を向上させるための層である。従って、当該剥離層材料としては特に限定されるものではないが、各種樹脂、例えば、水や有機溶剤に溶解し易い樹脂、具体的にはセルロース誘導体、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコール、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ポリビニルブチラール、アクリル酸共重合体又は変性ナイロン樹脂等を用いることが好ましい。

10

【 0 0 4 7 】

剥離層 11 の形成は、一般的に用いられるグラビア塗布、ロール塗布、ブレード塗布、エクストルージョン塗布、ディップ塗布、スピンコート等により形成される。塗布・乾燥後必要であれば、カレンダー処理により、表面の平滑化を行ってもよい。この場合、塗布液には粘度調節剤等の添加剤を含有させることもできる。

【 0 0 4 8 】

剥離層 11 の厚さは、特に限定されないが、 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下の範囲が好ましい。 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 未満では機械的強度が不足であり、 $50\text{ }\mu\text{m}$ を超えると強度が高くなり過ぎるため後述の剥離・微細化処理が困難となる場合がある。

20

【 0 0 4 9 】

(発光性有機化合物層)

本工程に用いられる発光性有機化合物層 13 は、発光性有機化合物として、蛍光材料、あるいは燐光材料が用いられ、特に、燐光材料は発光効率の点で好ましい。また、低分子タイプの材料、例えば、分子量 1000 以下の材料が発光効率、寿命の点で好ましい。

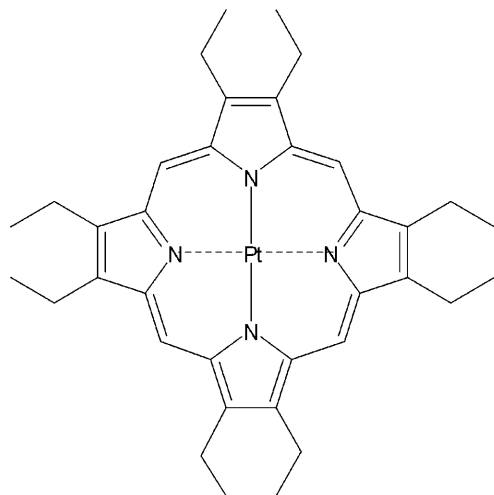
【 0 0 5 0 】

発光性有機化合物は、具体的には以下に示す有機化合物 (化学構造式 (1) ~ (19)) が例として挙げられる。このような化合物は、1種または2種以上混合して用いることができる。

30

【 0 0 5 1 】

【 化 1 】

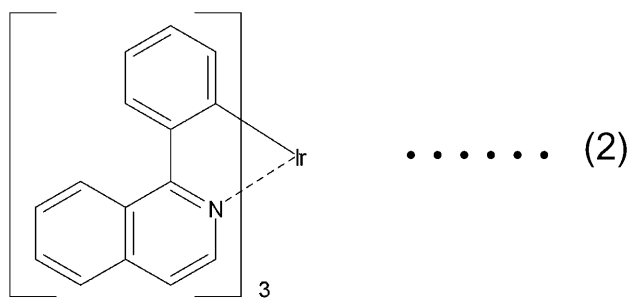


..... (1)

40

【 0 0 5 2 】

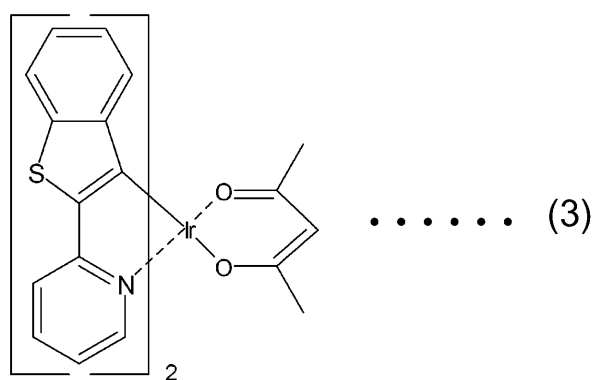
【化 2】



10

【 0 0 5 3 】

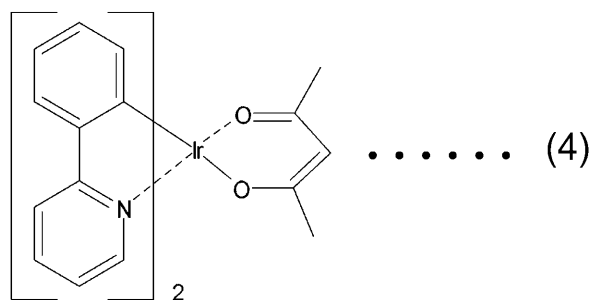
【化 3】



20

【 0 0 5 4 】

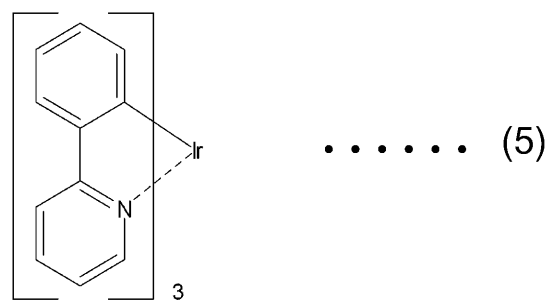
【化 4】



30

【 0 0 5 5 】

【化 5】

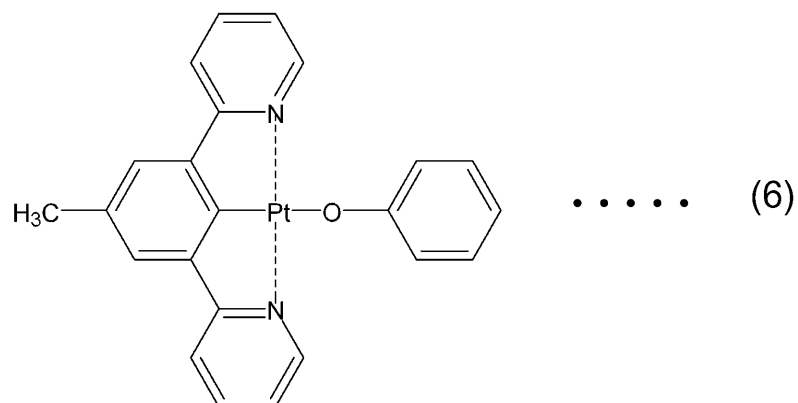


40

【 0 0 5 6 】

50

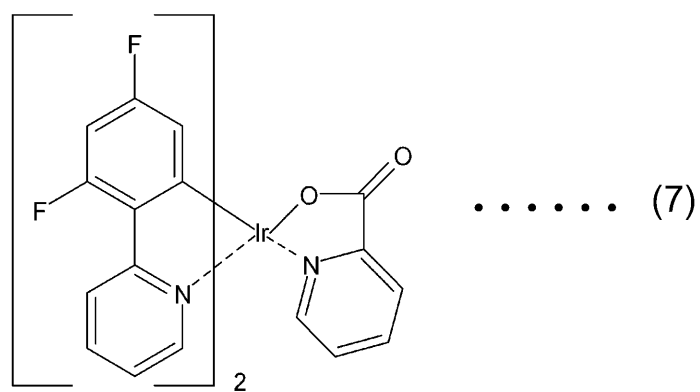
【化 6】



10

【 0 0 5 7 】

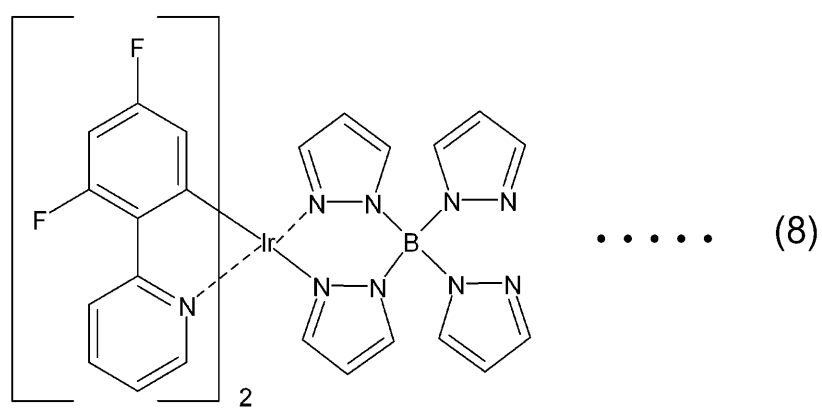
【化 7】



20

【 0 0 5 8 】

【化 8】

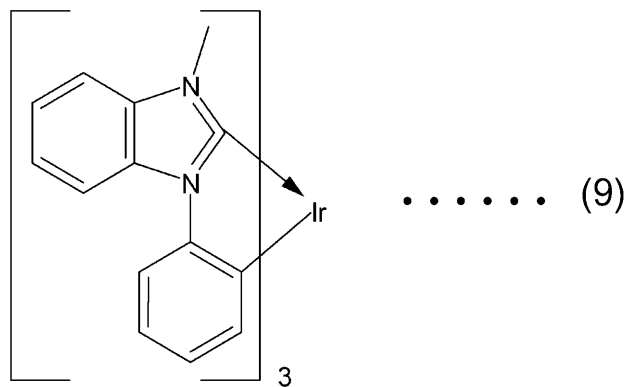


30

40

【 0 0 5 9 】

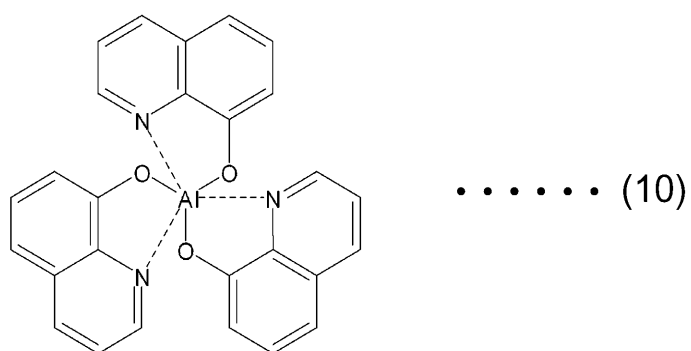
【化 9】



10

【 0 0 6 0 】

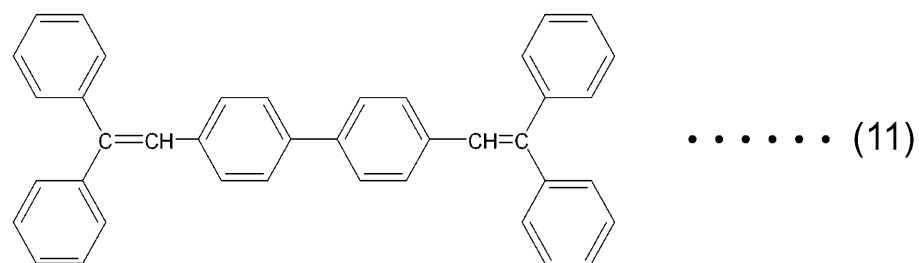
【化 1 0】



20

【 0 0 6 1 】

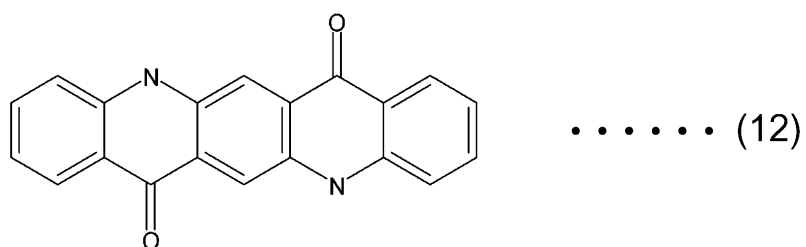
【化 1 1】



30

【 0 0 6 2 】

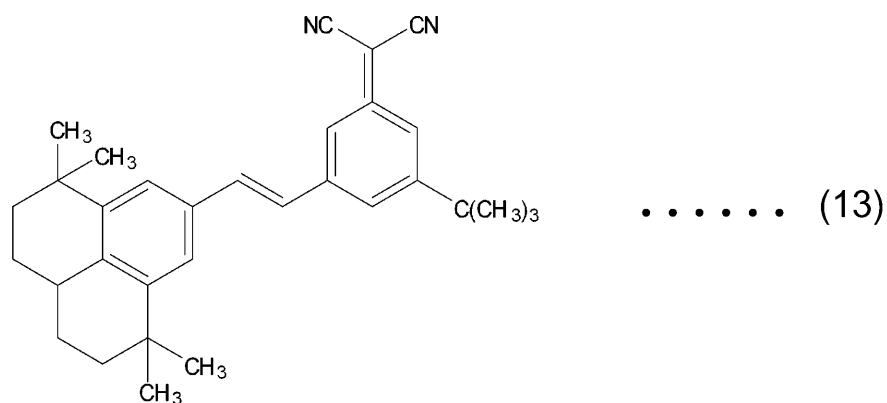
【化 1 2】



40

【 0 0 6 3 】

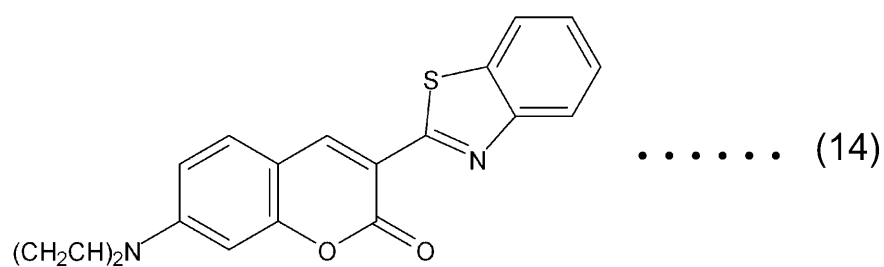
【化 1 3】



10

【 0 0 6 4】

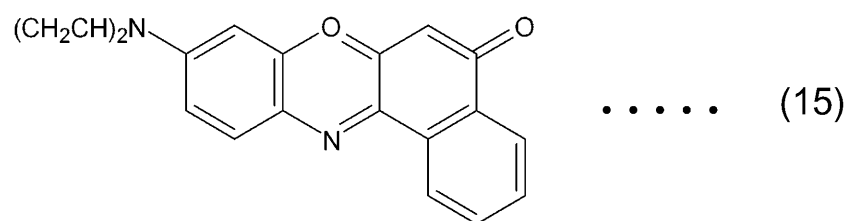
【化 1 4】



20

【 0 0 6 5】

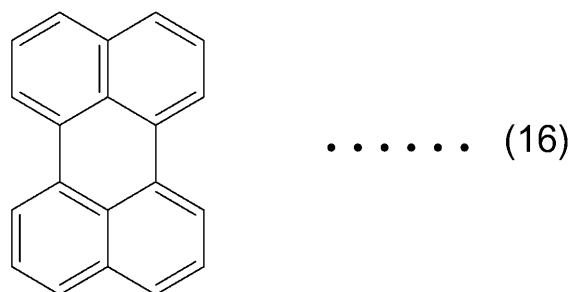
【化 1 5】



30

【 0 0 6 6】

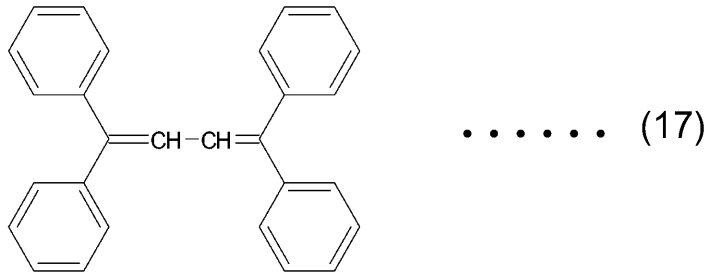
【化 1 6】



40

【 0 0 6 7】

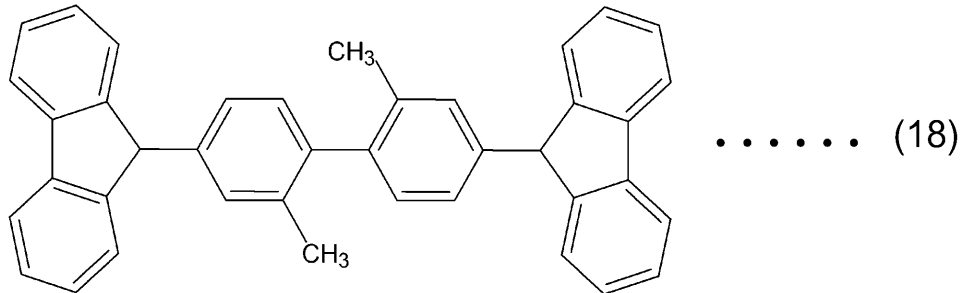
【化 17】



【 0 0 6 8 】

10

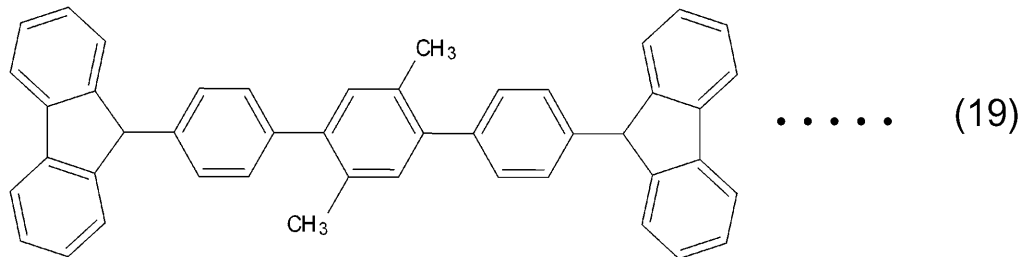
【化 18】



20

【 0 0 6 9 】

【化 19】



30

【 0 0 7 0 】

これらの有機化合物（発光材料）を真空チャンバー内にセットし、抵抗加熱により昇華、蒸発させて上記剥離層 11 を形成したシート状基板 1 の一面に成膜する（図 1（C））。このような、いわゆる真空蒸着法により発光有機化合物層 13 を形成することが好ましい。その他の成膜方法としては、イオンプレーティング又はスパッタリング法等が挙げられる。

【 0 0 7 1 】

また、発光性有機化合物層 13 の厚さは 5 nm 以上 200 nm 以下、より好ましくは 10 nm 以上 100 nm 以下である。

【 0 0 7 2 】

40

これら、少なくとも剥離層 11 と発光性有機化合物層 13 からなる発光体層を形成する工程を第 1 の工程という。

【 0 0 7 3 】

（第 2 の工程）

本工程においては、上記第 1 の工程で形成された剥離層 11 と発光性有機化合物層 13 からなる発光体層を、剥離層 11 を境界として上記シート状基材 1 より剥離し、微細化することにより、発光体粒子を得る。

【 0 0 7 4 】

剥離・微細化処理法としては、特に限定されないが、上記発光体層をスキージ等のへら状部材によって機械的に剥ぎ取る方法や、有機溶媒（剥離液）中に浸漬し、剥離層 11 を

50

溶解するなどしてリフトオフ的に剥離するとともに、微細化（リーフ化）を行う方法、さらには有機溶媒（剥離液）中に浸漬すると同時に超音波処理を行い、微細化を促進する方法等がある。超音波処理の他、サンドミル、アトマイザー、ナノマイザー等で微細化を促進してもよい。

【0075】

また、得られた発光体粒子を有機溶剤で洗浄し、粒子に付着した樹脂を除去する処理を施してもよい。

【0076】

これら、発光体層をシート状基材1から剥離して発光体粒子を製造する工程を第2の工程という。

10

【0077】

（第3の工程）

本工程においては上記第2の工程で得られた発光体粒子を、分散媒中に分散させ、分散液を調整する。上記スキージなどによって機械的に剥ぎ取ることにより形成された発光体粒子を分散媒中に添加する。また、第2工程において液体中で発光体層をシート状基材から剥離するとともに、超音波処理等で粉碎した場合は、当該液体を分散液としてもよい。さらに、当該分散液に対して適宜ろ過処理や遠心分離処理などにより粗大粒子を除去し、粒子径分布を狭くする処理を施しても良い。

【0078】

発光体粒子の平均粒子径としては、例えば、ナノトラックUPAシリーズ（マイクロトラック社製）に代表される動的光散乱法による粒度分布測定装置で測定した場合の50%体積平均粒子径が、0.05 μm 以上3 μm 以下程度が好ましい。50%体積平均粒子径とは、一つの粉体の集合を仮定し、その粒度分布が求められている場合、その粉体の集団の全体積を100%として累積カーブを求めたとき、その累積カーブが所定の割合（ここでは、50%）となる点の粒子径をいう。

20

【0079】

また、必要に応じて界面活性剤や樹脂等の分散剤を添加して分散処理を施しても良い。この場合、界面活性剤や樹脂が保護コロイドとなり、分散安定性を向上させることができる。

【0080】

30

これら発光体粒子を分散媒中に分散し、発光体粒子の分散液を製造する工程を第3の工程という。

【0081】

ここで、第2の工程を液体中で行う場合には、前述の通り第3の工程を第2の工程と同時に実施することも可能である。

【0082】

（第4の工程）

本工程においては、上記第3の工程によって製造された発光体粒子の分散液を少なくとも含むインク（材料液、吐出液）を用いて、所定の形状の有機発光層を形成する。この有機発光層は、フォトリソグラフ法、スクリーン印刷法またはインクジェット法等により、形成することができる。特に、インクジェット法によれば、低コストで大型基板にも容易に対応できるため、より好ましい。

40

【0083】

ここでは、上記インクをインクジェットヘッド（液滴吐出装置）から吐出させて、有機EL装置を構成する画素を形成する。例えば、赤色、緑色、青色の3原色、またはその中間色などのうち、少なくとも1色のインクを所定の領域に吐出する。インクジェット法によれば、微細な領域への吐出を簡易に短時間で行うことができ、インクの吐出量の調整も容易に行うことができる。よって、膜の性状や発色バランス、輝度等の発色性能を容易かつ自由にコントロールすることができる。

【0084】

50

上記インクとしては、発光体粒子の分散液をそのままインクジェットヘッドに充填し、特定の領域に吐出してもよいが、ノズル口での乾燥や凝固などを防ぐため、保湿剤を添加しても良い。保湿剤としては、グリセリン、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリグリセロールなどの多価アルコール類、マルチール、キシリトール、ソルビトールなどの糖類などを用いることができる。また、これらを１種、または２種以上混合させてもよい。

【００８５】

その他、被膜安定化剤として、樹脂エマルジョンや界面活性剤、レベリング剤等も添加できる。また、ｐＨ調整剤、防腐剤、防錆剤などを添加してもよい。

【００８６】

以下に本実施の形態を実施例によって更に具体的に説明するが、もちろん本発明の範囲はこれらによって限定されるものではない。

【００８７】

〔実施例１〕

<シート状基材の調製>

膜厚１００μｍのＰＥＴ（Polyethylene Terephthalate、ポリエチレン・テレフタレート）フィルム上に、次の組成の樹脂塗布液をスピンコート法によって塗布・乾燥し、剥離層を形成した。

【００８８】

（樹脂塗布液）

樹脂塗布液の組成を表１に示す。ｗｔ％は、重量％を意味する。

【００８９】

【表１】

セルロースアセテートブチレート (分子量: 16, 000、ブチル化率: 50~54%)	5. 0wt%
ジエチレングリコールジエチルエーテル	95. 0wt%

【００９０】

（塗布条件）

表１に示す樹脂塗布液を、以下の条件でＰＥＴフィルム上に塗布し、乾燥させ剥離層１を形成した。

【００９１】

コート条件：５００ｒｐｍで１０秒間回転後、２，０００ｒｐｍで３０秒間回転

乾燥条件：１００℃、３０分間

この条件にて形成した剥離層１の厚さは１０μｍであった。

【００９２】

<発光性有機化合物層の形成>

上記剥離層１上に、表２に示す材料を用いて、膜厚２０ｎｍ程度の各種蒸着層（赤色、青色および緑色の発光性有機化合物層１３）を形成した。使用装置を以下に示す。表２に示すように、赤色の発光性有機化合物層１３としては、化学構造式（１０）と（１３）の化合物をそれぞれ９８ｗｔ％、２ｗｔ％の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。青色の発光性有機化合物層１３としては、化学構造式（１１）を１００ｗｔ％用いた材料により成膜し、緑色の発光性有機化合物層１３としては、化学構造式（１０）と（１２）をそれぞれ９８．５ｗｔ％、１．５ｗｔ％の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。

【００９３】

装置：ＶＥ－１０１０形真空蒸着装置（真空デバイス社製）

【 0 0 9 4 】

【 表 2 】

赤色	青色	緑色
式(10) ; 98wt% 式(13) ; 2wt%	式(11) ; 100wt%	式(10) ; 98. 5wt% 式(12) ; 1. 5wt%

10

【 0 0 9 5 】

< 発光体粒子含有インクの製造 >

上記方法にて形成した、剥離層 1 1 および発光性有機化合物層 1 3 よりなる発光体層を有する P E T フィルム（シート状基材 1 ）をジエチレングリコールジエチルエーテル中に浸漬し、超音波を加えることにより、剥離、微細化を行った。

【 0 0 9 6 】

さらに適宜有機溶剤を添加して、赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子のインクとした。

【 0 0 9 7 】

各発光体粒子含有インクの組成を表 3 に示す。

20

【 0 0 9 8 】

【 表 3 】

発光体粒子	20. 0wt%
ジプロピレングリコールモノメチルエーテル	20. 0wt%
ジエチレングリコールジエチルエーテル	残量

30

【 0 0 9 9 】

< 有機 E L 表示装置を製造する工程 >

図 2 は、有機 E L 表示装置の製造工程を示す断面図である。上記赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子含有インクを用いて、図 2（A）～図 2（E）に示す工程で有機 E L 表示装置を製造した。

【 0 1 0 0 】

ガラス基板 1 0 4 上に I T O（インジウムティンオキサイド、Indium Tin Oxide）膜を 0 . 1 μ m 程度の膜厚で全面形成した後、フォトリソグラフィ法により略 1 0 0 μ m 角にパターニングすることにより、I T O 製の赤色画素用の透明画素電極 1 0 1、緑色画素用の透明画素電極 1 0 2、および青色画素用の透明画素電極 1 0 3 を形成する（図 2（A））。次に、これらの透明画素電極上に、樹脂ブラックレジストを塗布し、フォトリソグラフィ法により電極間上に樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 を形成する（図 2（B））。この樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 は、各透明画素電極間を埋め、光遮断層とインク垂れ防止用壁とを兼ねた層である。この樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 は、幅 2 0 μ m、厚さ 2 . 0 μ m とした。

40

【 0 1 0 1 】

さらに、インクジェット装置 2 0 のインクジェットヘッド 2 1 から各色のインク 2 2 をそれぞれ所望の領域に吐出する（図 2（C））。次いで、窒素雰囲気下で 1 5 0 、4 時間加熱処理し、インク中の溶媒を除去することにより、赤色の有機発光層 1 0 6、緑色の有機発光層 1 0 7、青色の有機発光層 1 0 8 を形成した。

50

【 0 1 0 2 】

次に、ドーピングしていないアルミニウムキノリノール錯体を真空蒸着することにより 0.1 μm 程度の電子輸送層 109 を形成した (図 2 (D))。この電子輸送層 109 は、陰極からの電子注入を容易にし、また陰極からの発光部分を遠ざけることによって電極消光を防ぎ、陰極との良いコンタクトを形成することに寄与する。

【 0 1 0 3 】

最後に、電子輸送層 109 上に対向電極 110 として厚さ 0.8 μm の AlLi (アルミニウムとリチウムの合金) 膜を蒸着法により形成した (図 2 (E))。この対向電極 110 は、反射板としての機能も有する。以上の工程により、有機 EL 表示装置を製造した。

10

【 0 1 0 4 】

〔実施例 2〕

<シート状基材の調製>

膜厚 100 μm の PET フィルム (シート状基材 1) 上に、次の組成の樹脂塗布液をスピンコート法によって塗布・乾燥し、剥離層 11 を形成した。

【 0 1 0 5 】

(樹脂塗布液)

樹脂塗布液の組成を表 4 に示す。

【 0 1 0 6 】

【表 4】

20

PVA(ポリビニルアルコール、 平均分子量:10,000けん化度80%)	3.0wt%
N-メチルー2-ピロリドン	3.0wt%
イソプロピルアルコール	残量

【 0 1 0 7 】

(塗布条件)

表 4 に示す樹脂塗布液を、以下の条件で PET フィルム上に塗布し、乾燥させ剥離層 11 を形成した。

【 0 1 0 8 】

コート条件: 500 rpm で 5 秒間回転後、2000 rpm で 30 秒間回転

乾燥条件: 100℃、30 分間。

【 0 1 0 9 】

この条件にて形成した剥離層 11 の厚さは 8 μm であった。

【 0 1 1 0 】

<発光性有機化合物層の形成>

上記剥離層 11 上に、表 5 に示す材料を用いて、膜厚 40 nm 程度の各種蒸着層 (赤色、青色および緑色の発光性有機化合物層 13) を形成した。使用装置を以下に示す。表 5 に示すように、赤色の発光性有機化合物層 13 としては、化学構造式 (18) と (3) をそれぞれ 95 wt%、5 wt% の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。青色の発光性有機化合物層 13 としては、化学構造式 (18) と (7) をそれぞれ 92 wt%、8 wt% の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。緑色の発光性有機化合物層 13 としては、化学構造式 (18) と (5) をそれぞれ 95 wt%、5 wt% の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。

40

【 0 1 1 1 】

装置: VE-1010 形真空蒸着装置 (真空デバイス社製)

50

【 0 1 1 2 】

【 表 5 】

赤色	青色	緑色
式(18)；95wt% 式(3)；5wt%	式(18)；92wt% 式(7)；8wt%	式(18)；95wt% 式(5)；5wt%

10

【 0 1 1 3 】

< 発光体粒子含有インクの製造 >

上記方法にて形成した、剥離層 1 1 および発光性有機化合物層 1 3 よりなる発光体層を有する P E T フィルム（シート状基材 1）をスキージにて剥ぎ取り、発光体粒子を得た。

【 0 1 1 4 】

得られた発光体粒子をイソプロピルアルコールにて洗浄した後、分散剤、有機溶剤および界面活性剤と混合して、サンドミル（安川製作所社製）で、ガラスビーズ（直径 1 . 7 mm、混合物の 1 . 5 倍量（重量））とともに 2 時間分散処理を行った。

【 0 1 1 5 】

ガラスビーズを取り除き、以下の条件下で遠心分離を行い、粗大粒子を除去した。得られた発光体粒子を表 6 に示す組成で溶媒に添加し、赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子含有インクとした。

20

【 0 1 1 6 】

遠心分離条件：1 0 , 0 0 0 r p m × 3 0 m i n

【 0 1 1 7 】

【 表 6 】

発光体粒子	10. 0wt%
HAS-1（分散剤、コルコート社製アルコール性シリカゾル）	5. 0wt%
N-メチルー2-ピロリドン	5. 0wt%
BYK-347（界面活性剤、ビック・ケミー社製ポリシロキサン）	0. 5wt%
超純水	残量

30

【 0 1 1 8 】

< 有機 E L 表示装置を製造する工程 >

上記赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子含有インクを用いて、前述の図 2（A）～図 2（E）に示す工程で有機 E L 表示装置を製造した。ガラス基板 1 0 4 上に I T O 膜を 0 . 1 μ m 程度の膜厚で全面形成した後、フォトリソグラフィ法により略 1 0 0 μ m 角にパターニングすることにより、I T O 製の赤色画素用の透明画素電極 1 0 1、緑色画素用の透明画素電極 1 0 2、および青色画素用の透明画素電極 1 0 3 を形成する（図 2（A））。次に、これらの透明画素電極上に、α - N P D（N,N'-ジナフチル-N,N'-ジフェニル4,4'-ジアミノビフェニル）層を真空蒸着により、厚さ 0 . 0 5 μ m 程度形成し、正孔輸送層（図示せず）とする。次いで、正孔輸送層（透明画素電極）上に、樹脂ブラックレジストを塗布し、フォトリソグラフィ法により電極間上に樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 を形成する（図 2（B））。この樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 は、各透明画素電極間を埋め、光遮断層とインク垂れ防止用壁とを兼ねた層である。この樹脂ブラックレジスト層 1 0 5

40

50

は、幅 $20\ \mu\text{m}$ 、厚さ $2.0\ \mu\text{m}$ とした。

【0119】

さらに、インクジェット装置 20 のインクジェットヘッド 21 から各色のインク 22 をそれぞれ所望の領域に吐出する（図 2（C））。次いで、窒素雰囲気下で 150、4 時間加熱処理し、インク中の溶媒を除去することにより、赤色の有機発光層 106、緑色の有機発光層 107、青色の有機発光層 108 を形成した。

【0120】

次に、正孔が流れ出ることことを防止する目的で、BCP（2,9-ジメチル-4,7-ジフェニル-1,10-フェナントロリン）を真空蒸着により $0.03\ \mu\text{m}$ 程度形成し、正孔阻止層（図示せず）とする。さらに、ドーピングしていないアルミニウムキノリノール錯体を真空蒸着することにより $0.1\ \mu\text{m}$ の電子輸送層 109 を形成した（図 2（D））。この電子輸送層 109 は、陰極からの電子注入を容易にし、また陰極からの発光部分を遠ざけることによって電極消光を防ぎ、陰極との良いコンタクトを形成することに寄与する。

10

【0121】

最後に、電子輸送層 109 上に対向電極 110 として厚さ $0.8\ \mu\text{m}$ の AlLi 膜を蒸着法により形成した（図 2（E））。この対向電極 110 は、反射板としての機能も有する。以上の工程により、有機 EL 表示装置を製造した。

【0122】

〔実施例 3〕

<シート状基材の調製>

20

膜厚 $100\ \mu\text{m}$ の PET フィルム上に、次の組成の樹脂塗布液をスピンコート法によって塗布・乾燥し、剥離層 11 を形成した。

【0123】

（樹脂塗布液）

樹脂塗布液の組成は前述の表 4 と同様である。

【0124】

（塗布条件）

表 4 に示す樹脂塗布液を、以下の条件で PET フィルム上に塗布し、乾燥させ剥離層を形成した。

30

【0125】

コート条件：500 rpm で 5 秒間回転後、2000 rpm で 30 秒間回転

乾燥条件：100、30 分間。

【0126】

この条件にて形成した剥離層の厚さは $8\ \mu\text{m}$ であった。

【0127】

<発光性有機化合物層の形成>

上記剥離層上に、前述の表 2 に示す材料を用いて、膜厚 $40\ \text{nm}$ 程度の各種蒸着層を形成した。使用装置を以下に示す。

【0128】

装置：VE-1010 形真空蒸着装置（真空デバイス社製）

40

<発光体粒子含有インクの製造>

上記方法にて形成した、剥離層 11 および発光性有機化合物層 13 よりなる発光体層を有する PET フィルム（シート状基材 1）をイソプロピルアルコール中に浸漬し、超音波を加えることにより、剥離、微細化を行った。

【0129】

さらに適宜有機溶剤を添加して、赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子含有インクとした。

【0130】

各インクの組成を表 7 に示す。

【0131】

50

【表 7】

発光体粒子	2. 0wt%
N-メチルー2-ピロリドン	5. 0wt%
イソプロピルアルコール	25. 0wt%
超純水	残量

10

【0132】

< 有機 E L 表示装置を製造する工程 >

上記赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子含有インクを用いて、前述の図 2 (A) ~ 図 1 (E) に示す工程で有機 E L 表示装置を製造した。ガラス基板 104 上に I T O 膜を 0 . 1 μ m 程度の膜厚で全面形成した後、フォトリソグラフィ法により略 100 μ m 角にパターンングすることにより、I T O 製の赤色画素用の透明画素電極 101、緑色画素用の透明画素電極 102、および青色画素用の透明画素電極 103 を形成する (図 2 (A)) 。次に、これらの透明画素電極上に、 α - N P D 層を真空蒸着により、厚さ 0 . 05 μ m 程度形成し、正孔輸送層 (図示せず) とする。次いで、正孔輸送層 (透明画素電極) 上に、樹脂ブラックレジストを塗布し、フォトリソグラフィ法により電極間上に樹脂ブラック 20 レジスト層 105 を形成する (図 2 (B)) 。この樹脂ブラックレジスト層 105 は、各透明画素電極間を埋め、光遮断層とインク垂れ防止用壁とを兼ねた層である。この樹脂ブラックレジスト層 105 は、幅 20 μ m、厚さ 2 . 0 μ m とした。

20

【0133】

さらに、インクジェットプリント装置 20 のインクジェットヘッド 21 から各色のインク 22 をそれぞれ所望の領域に吐出する (図 2 (C)) 。次いで、窒素雰囲気下で 150、4 時間加熱処理し、インク中の溶媒を除去することにより、赤色の有機発光層 106、緑色の有機発光層 107、青色の有機発光層 108 を形成した。

【0134】

次に、正孔が流れ出ることことを防止する目的で、B C P を真空蒸着により 0 . 03 μ m 程度形成し、正孔阻止層 (図示せず) とする。さらに、ドーピングしていないアルミニウムキノリノール錯体を真空蒸着することにより 0 . 1 μ m の電子輸送層 109 を形成した (図 2 (D)) 。この電子輸送層 109 は、陰極からの電子注入を容易にし、また陰極からの発光部分を遠ざけることによって電極消光を防ぎ、陰極との良いコンタクトを形成することに寄与する。

30

【0135】

最後に、電子輸送層 109 上に対向電極 110 として厚さ 0 . 8 μ m の A l L i 膜を蒸着法により形成した (図 2 (E)) 。この対向電極 110 は、反射板としての機能も有する。以上の工程により、有機 E L 表示装置を製造した。

【0136】

40

〔評価〕

実施例 1 から 3 で作成した有機 E L 表示装置の発光特性について、安定化処理後の初期輝度を 100 % とし、標準波形で一定の電流を印加して連続して発光させ、輝度の変化を測定し、初期輝度に対し 50 % に低下するまでの時間を測定して、発光寿命とをし、寿命評価を行った。

【0137】

その結果を表 8 に示す。実施例 1 および 3 においては、10000 時間を超える寿命を確認できた。

【0138】

【表 8】

実施例	発光寿命(時間)
1	>10, 000
2	200~500
3	>10, 000

10

【0139】

このように、上記有機EL表示装置の製造方法によれば、工程の短縮化と設備の簡素化が可能となると共に、高価な有機材料の利用効率を2倍以上に高めることができる。即ち、蒸着法およびフォトリソグラフ法により所望の形状の発光性有機化合物層を形成する場合には、不要な箇所にも蒸着膜が形成され利用効率が低下する。これに対し、上記方法では、製造コストも低くすることが可能となる。

【0140】

また、上記有機EL表示装置の製造方法によれば、低分子の化合物でも粒子状に成型することができ、分散性よくインクとして使用することができる。即ち、比較的高分子の化合物であれば種々の溶媒に分散できるが、低分子の化合物の場合、溶解性や分散性が悪くインクとして使用し難かった。よって、低分子の発光性有機化合物の特性である良好な発色バランスや輝度、長寿命であるという性質を活かすことが困難であったが、上記方法によれば、膜の性状や発色バランス、輝度等の発色性能を容易かつ自由にコントロールすることができる。

20

【0141】

よって、上記発光体粒子を用いた有機EL表示装置は、広い色表現範囲を有し、長寿命化が可能となるなど、装置特性の良好なものとなる。

【0142】

<実施の形態2>

本実施の形態の有機EL表示装置の製造方法は、以下の第1～第5の工程を有する。このうち、第1の工程および第2の工程が、発光体粒子の製造工程に、第3および第4工程が、インク（材料液）の製造工程に、第5工程が、有機EL表示装置の製造工程に対応する。本実施の形態においては、実施の形態1で説明した剥離層としてワックス層11Aを用いる。

30

【0143】

(第1の工程)

図3は、本実施の形態の第1の工程を示す断面図である。図3(A)～(C)に示すように、シート状基材1上に、少なくともワックス層11Aと発光性有機化合物層13からなる発光体層を形成する。

【0144】

(シート状基材)

本工程に使用されるシート状基材1としては、特に限定されないが、ポリテトラフルオロエチレン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステルフィルム、66ナイロン、6ナイロン等のポリアミドフィルム、ポリカーボネートフィルム、トリアセテートフィルム、ポリイミドフィルム等の離型性フィルムが挙げられる。

40

【0145】

好ましいシート状基材1としては、ポリエチレンテレフタレートまたはその共重合体が挙げられる。

【0146】

50

これらのシート状基材 1 の厚さは、特に限定されないが、 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下が好ましい。 $10\text{ }\mu\text{m}$ 以上であれば、工程等で取り扱い性に問題がなく、 $150\text{ }\mu\text{m}$ 以下であれば、柔軟性に富み、ロール化、剥離等に問題がない。

【0147】

(ワックス層 (剥離層))

本工程に用いられるワックス層 11A は、後述の発光性有機化合物層 13 のアンダーコート層であり、シート状基材 1 の一面と発光性有機化合物層 13 との剥離性を向上させるための層である。また、追って詳細に説明するように、有機 EL 表示装置において、有機発光層の発光性能を向上させるためには、当該層中に残存する剥離層材料は可能な限り少なくする方が好ましい。そのため、剥離層として実施の形態 1 で説明したセルロース誘導体等の水や有機溶剤に溶解し易い樹脂材料を用いてもよいが、樹脂として以下のワックス材料を用いることで有機発光層中の残留物を抑制できる。

10

【0148】

ワックス材料としては特に限定されるものではないが、常温で固体であるものであれば使用可能である。例えば、トリコサノン、ヘプタコサノン、1-ヘキサデカノール、1-オクタデカノール、1,2-デカンジオール、1,10-デカンジオール、1,12-ドデカンジオール、2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキサノール、モノラウリン、モノステアリン、モノオレイン、アセトアミド、ラウリン酸アミド、ステアリン酸アミド、オレイン酸アミド等が好ましい。さらに、水や有機溶剤に溶解し易いワックス、 $40\sim 150$ 程度の比較的低い融点のワックス、さらには加熱によって気化し易い昇華性のワックス等がより好ましい。

20

【0149】

ワックス層 11A の形成は、一般的に用いられるグラビア塗布、ロール塗布、ブレード塗布、エクストルージョン塗布、ディップ塗布、スピンコート等により形成される。塗布・乾燥後必要であれば、カレンダー処理により、表面の平滑化を行ってもよい。この場合、塗布液には粘度調節剤等の添加剤を含有させることもできる。

【0150】

ワックス層 11A の厚さは、特に限定されないが、 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $50\text{ }\mu\text{m}$ 以下の範囲が好ましい。 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 未満では機械的強度が不足であり、 $50\text{ }\mu\text{m}$ を超えると強度が高くなり過ぎるため後述の剥離・微細化処理が困難となる場合がある。

30

【0151】

(発光性有機化合物層)

本工程に用いられる発光性有機化合物層 13 は、発光性有機化合物として、蛍光材料、あるいは燐光材料が用いられ、特に、燐光材料は発光効率の点で好ましい。また、低分子タイプの材料、例えば、分子量 1000 以下の材料が発光効率、寿命の点で好ましい。

【0152】

発光性有機化合物は、具体的には実施の形態 1 で示した有機化合物 (化学構造式 (1) ~ (19)) が例として挙げられる。このような化合物は、1 種または 2 種以上混合して用いることができる。

【0153】

これらの有機化合物 (発光材料) を真空チャンバー内にセットし、抵抗加熱により昇華、蒸発させて上記ワックス層 11A を形成したシート状基板 1 の一面に成膜する (図 3 (C))。このような、いわゆる真空蒸着法により発光有機化合物層 13 を形成することが好ましい。その他の成膜方法としては、イオンプレーティング又はスパッタリング法等が挙げられる。

40

【0154】

また、発光性有機化合物層 13 の厚さは 5 nm 以上 200 nm 以下、より好ましくは 10 nm 以上 100 nm 以下である。

【0155】

これら、少なくともワックス層 11A と発光性有機化合物層 13 からなる発光体層を形

50

成する工程を第 1 の工程という。

【 0 1 5 6 】

(第 2 の工程)

本工程においては、上記第 1 の工程で形成されたワックス層 1 1 A と発光性有機化合物層 1 3 からなる発光体層を、ワックス層 1 1 A を境界として上記シート状基材 1 より剥離し、微細化することにより、発光体粒子を得る。

【 0 1 5 7 】

剥離・微細化処理法としては、特に限定されないが、上記発光体層をスキージ等のへら状部材によって機械的に剥ぎ取る方法や、有機溶媒（剥離液）中に浸漬し、ワックス層 1 1 A を溶解するなどしてリフトオフ的に剥離するとともに、微細化（リーフ化）を行う方法、さらには有機溶媒（剥離液）中に浸漬すると同時に超音波処理を行い、微細化を促進する方法等がある。超音波処理の他、サンドミル、アトマイザー、ナノマイザー等で微細化を促進してもよい。

10

【 0 1 5 8 】

また、得られた発光体粒子を有機溶剤で洗浄し、粒子に付着したワックスを除去する処理を施してもよい。

【 0 1 5 9 】

ここで、超音波粉碎装置について具体的に説明する。図 4 は、シート状基材 1 に形成された発光体層を液体中で剥離、粉碎する超音波粉碎装置の断面図である。なお、図 4 においては、シート状基材 1 上の発光体層（ワックス層 1 1 A および発光性有機化合物層 1 3 ）の記載を省略してある。

20

【 0 1 6 0 】

図示するように、当該装置は、発光体層を剥離するための有機溶媒（剥離液）3 が充填される浴槽 5 と、浴槽 5 の底部に配置された超音波発振部 2 とを備えている。印加される超音波の周波数は、例えば 3 8 K H z である。さらに、当該装置は、シート搬送機構 4 a、4 b を有し、当該機構は、4 a、4 b 間において、シート状基材 1 が有機溶媒（剥離液）3 に浸漬されるよう支持する。さらに、当該機構は、所定の速度、張力でシート状基材 1 を搬送するよう構成されている。超音波が効率良く発光体層に供給されるよう、浸漬面積、速度、張力などを調整することが好ましい。また、生産効率向上のためシート状基材 1 の両面に発光体層を形成した場合においても発光体層を傷つけることなく搬送するためのシート支持部 6 を設けてもよい。例えば、シート状基材 1 の両サイドを保持しつつ所定の方向に搬送するシート支持部 6 を設けてもよい。当該シート支持部 6 においても、速度調整機能および張力調整機能を備えるよう構成する。また、必要に応じて複数回、シート状基材 1 を液体内に搬送するため、双方向に搬送可能な構成としてもよい。

30

【 0 1 6 1 】

この超音波粉碎装置に、発光体層が形成されたシート状基材 1 をセットし、超音波を印加しながら、順次シート状基材 1 を有機溶媒（剥離液）3 に浸漬する。浸漬部においては、ワックス層 1 1 A が溶解し、その上層の発光性有機化合物層 1 3 が部分的に剥離し、リーフ状（または鱗片状ともいう）の発光体粒子が有機溶媒（剥離液）3 中に浮遊する。なお、溶解は完全溶解である必要はなく、剥離が進む程度の溶解でよい。

40

【 0 1 6 2 】

この剥離・微細化処理後の液体に対してろ過処理を行い複数の発光体粒子を固まりとして得る。また、ろ集後、有機溶剤で洗浄することにより、粒子に付着したワックス層 1 1 A を除去してもよい。また、遠心分離を行い、粗大粒子を沈殿除去し、粒子径分布を狭くする処理を施しても良い。

【 0 1 6 3 】

これら、発光体層をシート状基材 1 から剥離して発光体粒子を製造する工程を第 2 の工程という。

【 0 1 6 4 】

(第 3 の工程)

50

本工程においては上記第2の工程で得られた発光体粒子を、分散媒中に分散させ、分散液を調整する。上記スキージなどによって機械的に剥ぎ取ることにより形成された発光体粒子を分散媒中に添加する。また、液体中で剥離・微細化処理した場合は、ろ過後の固形物又は遠心分離後の上澄み液に対して分散媒を添加する。ここで、分散媒とは、主として有機溶媒である。必要に応じて分散剤を添加することが好ましい。分散剤としては界面活性剤や樹脂等が利用される。この場合、界面活性剤や樹脂が保護コロイドとなり、分散安定性を向上させることができる。

【0165】

発光体粒子は、前述の通りリーフ状である。リーフ状の発光体粒子の厚さは、5 nm以上200 nm以下、より好ましくは10 nm以上100 nm以下である。また、発光体粒子の平均粒子径としては、動的光散乱法による50%体積平均粒子径が、0.05 μm以上3 μm以下程度が好ましい。粒度分布測定装置としては、例えば、ナノトラックUPAシリーズ（マイクロトラック社製）を使用できる。なお、50%体積平均粒子径とは、一つの粉体の集合を仮定し、その粒度分布が求められている場合、その粉体の集団の全体積を100%として累積カーブを求めたとき、その累積カーブが所定の割合（ここでは、50%）となる点の粒子径をいう。

【0166】

上記発光体粒子の分散液を製造する工程を第3の工程という。

【0167】

ここで、第2の工程で用いられる有機溶媒（剥離液）3を分散媒と兼ねる場合には、第2の工程により分散液を得ることができる。即ち、剥離・微細化処理後の溶液を分散液として使用する。この場合、必要に応じて分散剤（界面活性剤や樹脂等）を添加してもよい。このように、第2の工程で得られた液体（図4の有機溶媒3）をそのまま利用することで、短工程で発光体粒子の分散安定化を図ることができる。

【0168】

（第4の工程）

本工程においては、上記第3の工程によって形成された発光体粒子の分散液を用いて、インク（材料液、吐出液）を調整する。各種添加剤を使用してインクを調整することで、高性能の有機発光層を、スピンコート装置やインクジェット装置のような簡便な装置で容易に形成することができる。

【0169】

特にインクジェット法を用いる場合には粘度、表面張力、基板と吐出液との接触角、溶媒の蒸発過程に伴う動的物性値等の多岐にわたる特性値を調整するため、各種添加剤（調整液）を加えることが好ましい。例えば、被膜安定化剤として樹脂エマルジョン、界面活性剤、レベリング剤等を添加してもよい。また、pH調整剤、防腐剤、防錆剤などを添加してもよい。

【0170】

ここで、上記第2、第3の工程において用いられる有機溶媒（剥離液、分散媒）および本工程においても用いられるインクの調整液の選定は特に重要である。使用可能な溶媒としては、水および/または有機溶剤、例えば、エチレングリコール、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、ジエチレングリコール、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、トリエチレングリコール、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコールジエチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコール-n-プロピルエーテル、プロピレングリコール-n-ブチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、トリプロピレングリコール-n-ブチルエーテル、テト

10

20

30

40

50

ラエチレングリコールジメチルエーテル、テトラエチレングリコールモノブチルエーテル、1,3-ブチレングリコール、1,3-ブチレングリコールジアセテート、2-ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、 γ -ブチロラクトン等が挙げられるが、20の蒸気圧が0.01 mmHg ~ 20 mmHgのものがより好ましい。蒸気圧が低すぎる有機溶剤を使用した場合には有機発光層中に残留し易いため所望の発光性能を得ることが難しくなる。逆に、蒸気圧が高すぎる有機溶剤を使用した場合には、揮発により濃度、粘度変化が大きく、特にインクジェット法を用いた場合、ノズル孔からの安定した吐出が困難となる。

【0171】

インク中の発光体粒子の濃度は1重量% ~ 30重量%が好ましく、2重量% ~ 20重量%がより好ましい。

10

【0172】

発光体粒子の分散液を少なくとも含み、液体プロセスによって所定形状の有機発光層を形成するために好適な組成のインクを調整する工程を第4の工程という。

【0173】

(第5の工程)

本工程においては、上記工程によって製造されたインクを用いて、所定の形状の有機発光層を形成する。この工程を第5の工程という。上記有機発光層は、スピンコートおよびフォトリソグラフィ法、スクリーン印刷法またはインクジェット法等により形成することができる。特に、インクジェット法によれば、低コストで大型基板にも容易に対応できるため、より好ましい。

20

【0174】

ここでは、上記インクをインクジェットヘッド(液滴吐出装置)から吐出させて、有機EL装置の画素を構成する有機発光層を形成する。例えば、赤色、緑色、青色の3原色、またはその中間色などのうち、少なくとも1色のインクを所定の領域に吐出する。インクジェット法によれば、微細な領域への吐出を簡易に短時間で行うことができ、インクの吐出量の調整も容易に行うことができる。よって、膜の形状や膜厚等の膜の性状や発色バランス、輝度等の発色性能を容易かつ自由にコントロールすることができる。

【0175】

次いで、所定の形状の吐出液に加熱処理を施し、乾燥(固化)することにより有機発光層を形成する。この際、層中に残留しているワックス成分などの不純物を揮発させる程度の加熱処理を行うことが好ましい。

30

【0176】

加熱処理をすることにより吐出液に加熱処理を施し、乾燥(固化)するとともに、有機発光層中に残留しているワックス成分、分散媒、当該液中の界面活性剤、樹脂等、およびインクの調整に用いた樹脂エマルジョン、界面活性剤、レベリング剤、有機溶剤等の不純物を揮発させることができる。これにより、発光性有機化合物間(粒子間)の密着性が良くなり、発光性能を向上させることができる。

【0177】

加熱処理は通常大気中で行われるが、必要に応じて、窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性ガス雰囲気中に行うこともできる。加熱処理温度は、50以上、好ましくは150以上、より好ましくは250以上である。また、減圧下で加熱するとことにより上記不純物の揮発を促進させることができる。よって、低温、短時間での処理が可能となる。また、加熱処理は2回以上行ってもよい。また、加熱処理を行う時間(複数回行う場合は合計時間)は、特に限定されるものではないが、5分以上5時間以内であることが好ましい。

40

【0178】

以下に本実施の形態を実施例によって更に具体的に説明するが、もちろん本発明の範囲はこれらによって限定されるものではない。

【0179】

50

〔実施例４〕

<シート状基材の調製>

膜厚 100 μm の PET フィルム（シート状基材 1）上に、80 で溶融させたアセトアミド（昇華性のワックス成分）をロールコーターによって塗布・乾燥し、ワックス層 11A を形成した。この条件にて形成したワックス層 11A の厚さは 5 μm であった。

【0180】

<発光性有機化合物層の形成>

上記ワックス層 11A 上に、表 9 に示す材料を用いて、膜厚 10 nm 程度の蒸着層（赤色、青色および緑色の発光性有機化合物層 13）を形成した。使用装置を以下に示す。表 9 に示すように、赤色の発光性有機化合物層 13 としては、化学構造式（10）と（13）をそれぞれ 98 wt %、2 wt % の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。青色の発光性有機化合物層 13 としては、化学構造式（10）または（11）を 100 wt % とした材料を用い蒸着法により成膜した。緑色の発光性有機化合物層 13 としては、化学構造式（11）と（13）をそれぞれ 98 wt %、2 wt % の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。

10

【0181】

装置：VE - 1010 形真空蒸着装置（真空デバイス社製）

【0182】

【表 9】

20

赤色	青色	緑色
式(10) ; 98wt% 式(13) ; 2wt%	式(10) ; 100wt% または 式(11) ; 100wt%	式(11) ; 98wt% 式(13) ; 2wt%

【0183】

<発光体粒子含有インクの製造>

30

上記方法にて形成した、ワックス層 11A および発光性有機化合物層 13 よりなる発光体層を有する PET フィルム（シート状基材 1）を図 4 に示す超音波粉碎装置にセットし、ジエチレングリコールジエチルエーテル中に浸漬し、超音波を加えることにより、剥離・微細化処理を行った。

【0184】

上記剥離・微細化処理後のジエチレングリコールジエチルエーテルにジプロピレングリコールモノメチルエーテルを添加して、赤色用、青色用、緑色用のインクを調整した。各インクには、それぞれ赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子が分散している。

【0185】

各インクの組成を表 10 に示す。

40

【0186】

【表 10】

発光体粒子	20.0wt%
ジプロピレングリコールモノメチルエーテル	20.0wt%
ジエチレングリコールジエチルエーテル	残量

50

【 0 1 8 7 】

< 有機 E L 表示装置を製造する工程 >

上記赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子含有インクを用いて有機 E L 表示装置を製造した。本実施例における有機 E L 表示装置の製造工程は、前述の図 2 と同様であるため、図 2 を参照しながら説明する。

【 0 1 8 8 】

ガラス基板 1 0 4 上に I T O 膜を 0 . 1 μ m 程度の膜厚で全面形成した後、フォトリソグラフィ法により略 1 0 0 μ m 角にパターニングすることにより、I T O 製の赤色画素用の透明画素電極 1 0 1、緑色画素用の透明画素電極 1 0 2、および青色画素用の透明画素電極 1 0 3 を形成する (図 2 (A))。次に、これらの透明画素電極上に、樹脂ブラックレジストを塗布し、フォトリソグラフィ法により電極間上に樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 を形成する (図 2 (B))。この樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 は、各透明画素電極間を埋め、光遮断層とインク垂れ防止用壁とを兼ねた層である。この樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 は、幅 2 0 μ m、厚さ 2 . 0 μ m とした。

【 0 1 8 9 】

さらに、インクジェット装置 2 0 のインクジェットヘッド 2 1 から各色のインク 2 2 をそれぞれ所望の領域に吐出する (図 2 (C))。次いで、窒素雰囲気下で 1 5 0 、 4 時間加熱処理し、インク中の溶媒を除去することにより、赤色の有機発光層 1 0 6、緑色の有機発光層 1 0 7、青色の有機発光層 1 0 8 を形成した。

【 0 1 9 0 】

次に、ドーピングしていないアルミニウムキノリノール錯体を真空蒸着することにより 0 . 1 μ m 程度の電子輸送層 1 0 9 を形成した (図 2 (D))。この電子輸送層 1 0 9 は、陰極からの電子注入を容易にし、また陰極からの発光部分を遠ざけることによって電極消光を防ぎ、陰極との良いコンタクトを形成することに寄与する。

【 0 1 9 1 】

最後に、電子輸送層 1 0 9 上に対向電極 1 1 0 として厚さ 0 . 8 μ m の A l L i 膜を蒸着法により形成した (図 2 (E))。この対向電極 1 1 0 は、反射板としての機能も有する。以上の工程により、有機 E L 表示装置を製造した。

【 0 1 9 2 】

〔 実施例 5 〕

< シート状基材の調製 >

膜厚 5 0 μ m の P E T フィルム (シート状基材 1) 上に、次の組成のワックス塗布液をスピンコート法によって塗布・乾燥し、ワックス層 1 1 A を形成した。

【 0 1 9 3 】

ワックス塗布液の組成を表 1 1 に示す。

【 0 1 9 4 】

【 表 1 1 】

1, 10-デカンジオール(ワックス成分)	3. 0wt%
γ -ブチロラクトン	5. 0wt%
イソプロピルアルコール	残量

【 0 1 9 5 】

(塗布条件)

表 1 1 に示すワックス塗布液を、以下の条件で P E T フィルム (シート状基材 1) 上に塗布し、乾燥させワックス層 1 1 A を形成した。

【 0 1 9 6 】

コート条件：500rpmで5秒間回転後、2000rpmで30秒間回転

乾燥条件：50、30分間。

【0197】

この条件にて形成したワックス層11Aの厚さは8μmであった。

【0198】

<発光性有機化合物層の形成>

上記ワックス層11A上に、表12に示す材料を用いて、膜厚30nm程度の蒸着層（赤色、青色および緑色の発光性有機化合物層）を形成した。使用装置を以下に示す。表12に示すように、赤色の発光性有機化合物層13としては、化学構造式(18)と(3)をそれぞれ95wt%、5wt%の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。青色の発光性有機化合物層13としては、化学構造式(3)、(7)および(18)のいずれか1つを100wt%とした材料を用い蒸着法により成膜した。緑色の発光性有機化合物層13としては、化学構造式(18)と(7)をそれぞれ95wt%、5wt%の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。

10

【0199】

装置：VE-1010形真空蒸着装置（真空デバイス社製）

【0200】

【表12】

20

赤色	青色	緑色
式(18);95wt% 式(3);5wt%	式(3);100wt% または 式(7);100wt% または 式(18);100wt%	式(18);95wt% 式(7);5wt%

【0201】

<発光体粒子含有インクの製造>

上記方法にて形成した、ワックス層11Aおよび発光性有機化合物層13よりなる発光体層を有するPETフィルム（シート状基材1）をスキージにて剥ぎ取り、発光体粒子を得た。

30

【0202】

得られた発光体粒子をイソプロピルアルコールにて洗浄した後、適宜有機溶媒を添加して、サンドミル（安川製作所社製）で、ガラスビーズ（直径1.7mm、混合物の1.5倍量（重量））とともに2時間分散処理を行った。

【0203】

ガラスビーズを取り除き、以下の条件下で遠心分離を行い、粗大粒子を除去した。得られた発光体粒子を表13に示す組成で溶剤に添加し、赤色用、青色用、緑色用のインクを調整した。

40

【0204】

遠心分離条件：10,000rpm×30min

各インクの組成を表13に示す。

【0205】

【表 13】

発光体粒子	1. 5wt%
γ-ブチロラクトン	10. 0wt%
イソプロピルアルコール	5. 0wt%
超純水	残量

10

【0206】

< 有機EL表示装置を製造する工程 >

上記インクを用いて有機EL表示装置を製造した。本実施例における有機EL表示装置の製造工程は、前述の図2と同様であるため、図2を参照しながら説明する。

【0207】

ガラス基板104上にITO膜を0.1μm程度の膜厚で全面形成した後、フォトリソグラフィ法により略100μm角にパターニングすることにより、ITO製の赤色画素用の透明画素電極101、緑色画素用の透明画素電極102、および青色画素用の透明画素電極103を形成する(図2(A))。次に、これらの透明画素電極上に、樹脂ブラックレジストを塗布し、フォトリソグラフィ法により電極間上に樹脂ブラックレジスト層105を形成する(図2(B))。この樹脂ブラックレジスト層105は、各透明画素電極間を埋め、光遮断層とインク垂れ防止用壁とを兼ねた層である。この樹脂ブラックレジスト層105は、幅20μm、厚さ2.0μmとした。

20

【0208】

さらに、インクジェット装置20のインクジェットヘッド21から赤色用、青色用、緑色用のインク22をそれぞれ所望の領域に吐出する(図2(C))。次いで、窒素雰囲気下で150℃、4時間加熱処理し、インク中の溶媒を除去することにより、赤色の有機発光層106、緑色の有機発光層107、青色の有機発光層108を形成した。

【0209】

次に、正孔が流れ出ることことを防止する目的で、BCPを真空蒸着により0.03μm程度形成し、正孔阻止層(図示せず)とする。さらに、ドーピングしていないアルミニウムキノリノール錯体を真空蒸着することにより0.1μmの電子輸送層109を形成した(図2(D))。この電子輸送層109は、陰極からの電子注入を容易にし、また陰極からの発光部分を遠ざけることによって電極消光を防ぎ、陰極との良いコンタクトを形成することに寄与する。

30

【0210】

最後に、電子輸送層109上に対向電極110として厚さ0.8μmのAlLi膜を蒸着法により形成した(図2(E))。この対向電極110は、反射板としての機能も有する。以上の工程により、有機EL表示装置を製造した。

40

【0211】

〔実施例6〕

< シート状基材の調製 >

膜厚100μmのPETフィルム(シート状基材1)上に、50℃で溶融させた2-イソプロピル-5-メチルシクロヘキサノール(昇華性のワックス成分)をスピンコート法によって塗布・乾燥し、ワックス層11Aを形成した。この条件にて形成したワックス層11Aの厚さは5μmであった。

【0212】

< 発光性有機化合物層の形成 >

上記ワックス層11A上に、表14に示す材料を用いて、膜厚10nm程度の蒸着層(

50

赤色、青色および緑色の発光性有機化合物層)を形成した。使用装置を以下に示す。表 1 4 に示すように、赤色の発光性有機化合物層としては、化学構造式(10)と(13)をそれぞれ 98wt%、2wt%の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。青色の発光性有機化合物層としては、化学構造式(10)または(11)を 100wt%とした材料を用い蒸着法により成膜した。緑色の発光性有機化合物層としては、化学構造式(11)と(13)をそれぞれ 98wt%、2wt%の割合で混合した材料を用い蒸着法により成膜した。

【0213】

装置：VE-1010 形真空蒸着装置(真空デバイス社製)

【0214】

【表 1 4】

10

赤色	青色	緑色
式(10);98wt% 式(13);2wt%	式(10);100wt% または 式(11);100wt%	式(11);98wt% 式(13);2wt%

20

【0215】

<発光体粒子含有インクの製造>

上記方法にて形成した、ワックス層 11A および発光性有機化合物層よりなる発光体層を有する PET フィルム(シート状基材 1)を図 4 に示す超音波粉碎装置にセットし、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル中に浸漬し、超音波を加えることにより、剥離・微細化処理を行った。

【0216】

上記剥離・微細化処理後のジプロピレングリコールモノメチルエーテルに超純水を添加して、赤色用、青色用、緑色用のインクを調整した。各インクには、それぞれ赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子が分散している。

30

【0217】

各インクの組成を表 1 5 に示す。

【0218】

【表 1 5】

発光体粒子	20.0wt%
ジプロピレングリコールモノメチルエーテル	50.0wt%
超純水	残量

40

【0219】

<有機 EL 表示装置を製造する工程>

上記赤色用、青色用、緑色用のインクを用いて有機 EL 表示装置を製造した。本実施例における有機 EL 表示装置の製造工程は、本実施の形態の実施例 4 と同様である。

【0220】

即ち、ガラス基板 104 上に、透明画素電極、樹脂ブラックレジスト層 105 を形成した後、インクジェット装置 20 のインクジェットヘッド 21 から各色のインク(上記赤色用、青色用、緑色用の発光体粒子の分散液)22 をそれぞれ所望の領域に吐出する(図 2

50

(A)～(C))。次いで、窒素雰囲気下で200、3時間加熱処理し、インク中の溶媒を除去することにより、赤色の有機発光層106、緑色の有機発光層107、青色の有機発光層108を形成した。

【0221】

次に、ドーピングしていないアルミニウムキノリノール錯体を真空蒸着することにより0.1μm程度の電子輸送層109を形成し(図2(D))、最後に、対向電極110として厚さ0.8μmのAlLi膜を蒸着法により形成した(図2(E))。以上の工程により、有機EL表示装置を製造した。

【0222】

〔評価〕

実施例4から6で作成した有機EL表示装置の発光特性について、寿命評価を行った。安定化処理後の初期輝度を100%とし、標準波形で一定の電流を印加して連続して発光させ、輝度の変化を測定し、初期輝度に対し50%に低下するまでの時間を測定し、これを発光寿命とした。

【0223】

その結果を表16に示す。実施例4から6において、15000時間を超える寿命を確認できた。

【0224】

また、初期輝度については、赤、緑、青の平均輝度において、実施例4が800cd/m²、実施例5が1200cd/m²、実施例6が1100cd/m²であった。

【0225】

【表16】

実施例	発光寿命(時間)
4	>15,000
5	>15,000
6	>15,000

【0226】

このように、上記有機EL表示装置の製造方法によれば、工程の短縮化と設備の簡素化が可能となると共に、高価な有機材料の利用効率を2倍以上に高めることができる。即ち、蒸着法およびフォトリソグラフ法により所望の形状の発光性有機化合物層を形成する場合には、不要な箇所にも蒸着膜が形成され利用効率が低下する。これに対し、上記方法では、製造コストも低くすることが可能となる。

【0227】

また、上記有機EL表示装置の製造方法によれば、低分子の化合物でも粒子状に成型することができ、分散性よくインクとして使用することができる。即ち、比較的高分子の化合物であれば種々の溶媒に分散できるが、低分子の化合物の場合、溶解性や分散性が悪くインクとして使用し難かった。よって、低分子の発光性有機化合物の特性である良好な発色バランスや輝度、長寿命であるという性質を活かすことが困難であったが、上記方法によれば、膜の性状や発色バランス、輝度等の発色性能を容易かつ自由にコントロールすることができる。

【0228】

よって、上記発光体粒子を用いた有機EL表示装置は、広い色表現範囲を有し、長寿命化が可能となるなど、装置特性の良好なものとなる。

【0229】

10

20

30

40

50

< 実施の形態 3 >

本実施の形態の有機 E L 表示装置の製造方法は、以下の第 1 ~ 第 5 の工程を有する。このうち、第 1 の工程および第 2 の工程が、電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造工程に、第 3 および第 4 工程が、インク（材料液）の製造工程に、第 5 工程が、有機 E L 表示装置の製造工程に対応する。

【 0 2 3 0 】

（ 第 1 の工程 ）

図 5 は、本実施の形態の第 1 の工程を示す断面図である。図 5（ A ） ~ （ C ） に示すように、シート状基材 1 上に、少なくとも剥離層 1 1 と電荷移動材料層（電荷移動性を有する有機化合物層） 1 3 A からなる積層体層を形成する。ここで、電荷移動材料層 1 3 A とは、後述の有機 E L 表示装置の電荷移動層を形成するための材料となる層である。この電荷移動層には、正孔移動層および電子移動層が含まれる。また、正孔移動層には、正孔注入層および正孔輸送層が含まれ、電子移動層には、電子注入層および電子輸送層が含まれる。注入層と輸送層は同じ意味で用いられることもあるが、移動層を積層して構成した場合には、電極と接している層を注入層と、残りの層を輸送層と区別して呼ばれることもある。

10

【 0 2 3 1 】

（ シート状基材 ）

本工程に使用されるシート状基材 1 としては、特に限定されないが、ポリテトラフルオロエチレン、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステルフィルム、66 ナイロン、6 ナイロン等のポリアミドフィルム、ポリカーボネートフィルム、トリアセテートフィルム、ポリアミドフィルム等の離型性フィルムが挙げられる。

20

【 0 2 3 2 】

好ましいシート状基材 1 としては、ポリエチレンテレフタレートまたはその共重合体が挙げられる。

【 0 2 3 3 】

これらのシート状基材 1 の厚さは、特に限定されないが、10 μm 以上 150 μm 以下が好ましい。10 μm 以上であれば、工程等で取り扱い性に問題がなく、150 μm 以下であれば、柔軟性に富み、ロール化、剥離等に問題がない。

30

【 0 2 3 4 】

（ 剥離層 ）

本工程に用いられる剥離層 1 1 は、後述の電荷移動材料層 1 3 A のアンダーコート層であり、シート状基材 1 の一面と電荷移動材料層 1 3 A との剥離性を向上させるための層である。剥離層材料としては特に限定されるものではないが、各種樹脂、例えば、水や有機溶剤に溶解し易い樹脂、具体的にはセルロース誘導体、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコール、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ポリビニルブチラール、アクリル酸共重合体又は変性ナイロン樹脂等が好ましい。

【 0 2 3 5 】

剥離層 1 1 の形成は、一般的に用いられるグラビア塗布、ロール塗布、ブレード塗布、エクストルージョン塗布、ディップ塗布、スピンコート等により形成される。塗布・乾燥後必要であれば、カレンダー処理により、表面の平滑化を行ってもよい。この場合、塗布液には粘度調節剤等の添加剤を含有させることもできる。

40

【 0 2 3 6 】

剥離層 1 1 の厚さは、特に限定されないが、0.5 μm 以上 50 μm 以下の範囲が好ましい。0.5 μm 未満では機械的強度が不足であり、50 μm を超えると強度が高くなり過ぎるため後述の剥離・微細化処理が困難となる場合がある。

【 0 2 3 7 】

（ 電荷移動材料層 ）

上記電荷移動材料層の形成に用いられる材料としては、次のような化合物が挙げられる

50

。正孔移動材料としては、TPB（テトラ - N - フェニルベンジジン）、TDAB（1, 3, 5 - トリス（ジフェニルアミノベンゼン））などの低分子のフェニルアミン誘導体やフタロシアン化合物などがあげられる。また、電子移動材料としては、キノリノールアルミニウム誘導体、オキサジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、パソフェナントロリン誘導体、シロール誘導体などがあげられる。

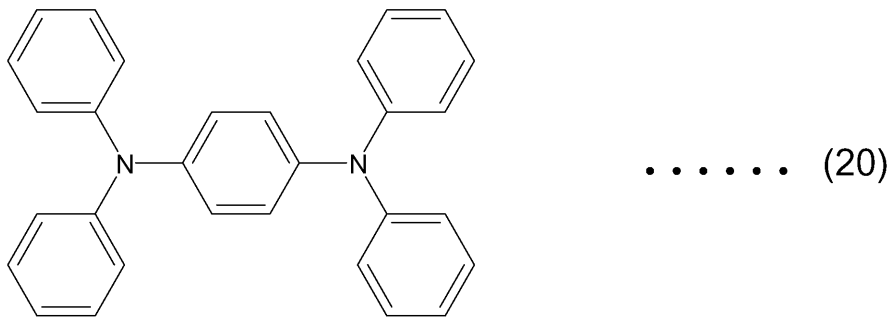
【0238】

より具体的には、正孔移動材料としては以下の化学構造式（20）～（30）で示される化合物、電子移動材料としては以下の化学構造式（31）～（37）で示される化合物が例として挙げられる。このような化合物は、1種または2種以上混合して用いることができる。

10

【0239】

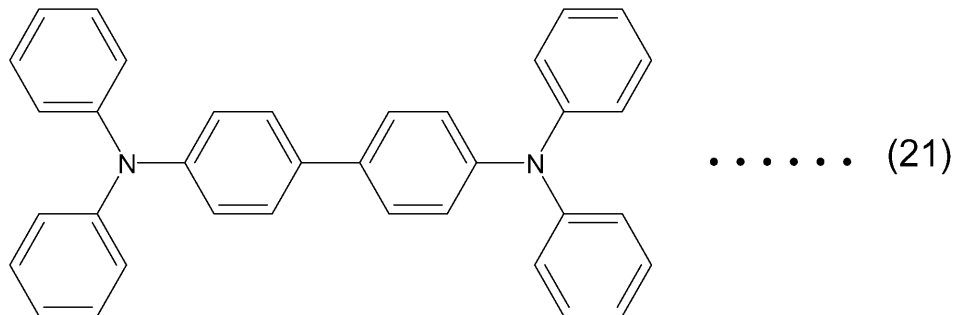
【化20】



20

【0240】

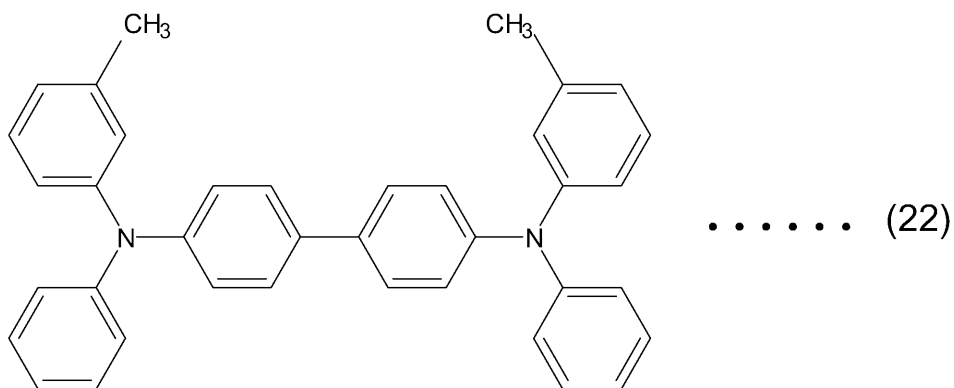
【化21】



30

【0241】

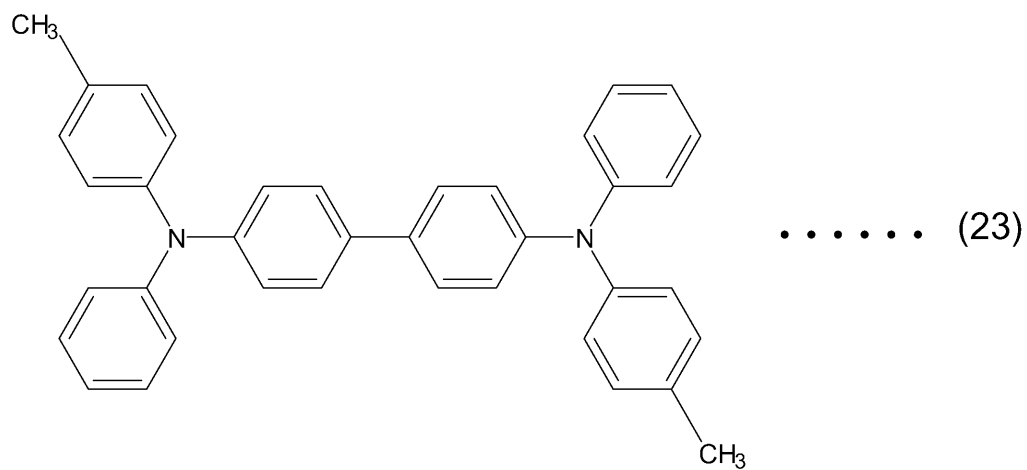
【化22】



40

【0242】

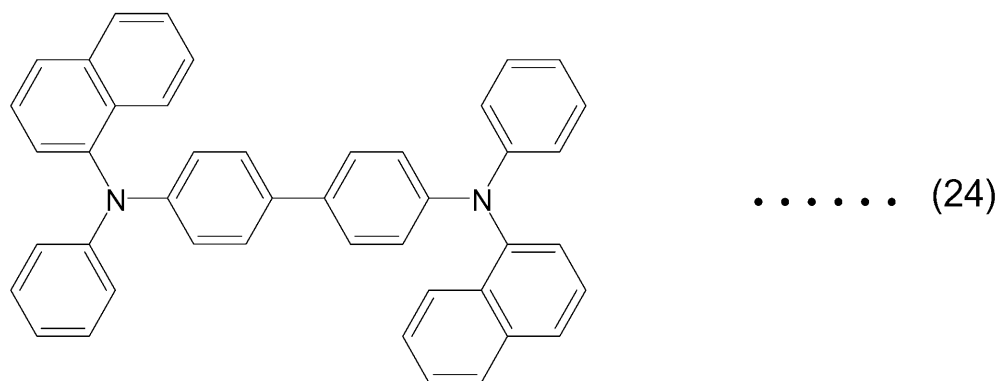
【化 2 3】



10

【 0 2 4 3】

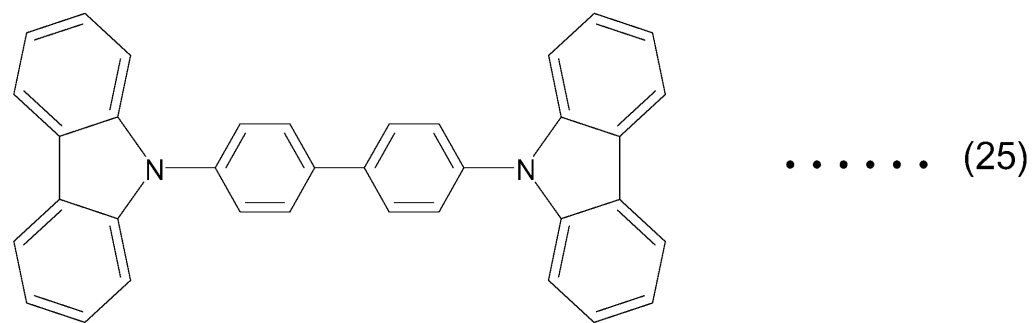
【化 2 4】



20

【 0 2 4 4】

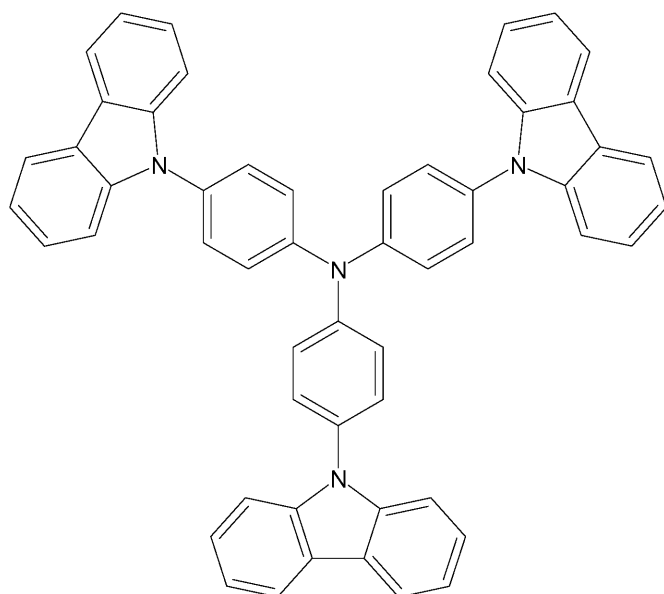
【化 2 5】



30

【 0 2 4 5】

【化 2 6】

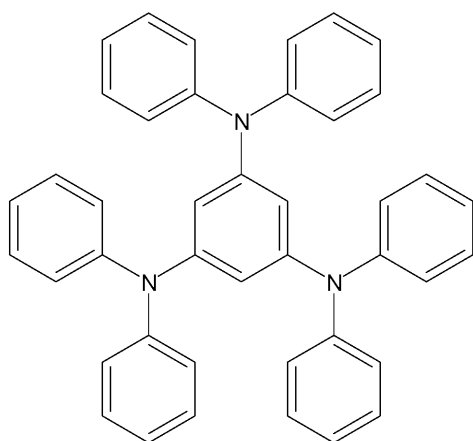


..... (26)

10

【 0 2 4 6】

【化 2 7】



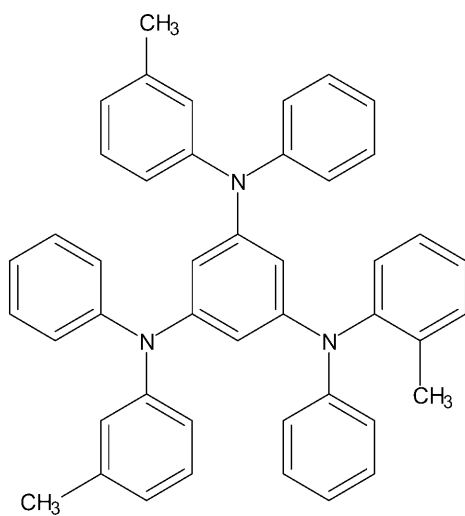
..... (27)

20

30

【 0 2 4 7】

【化 2 8】

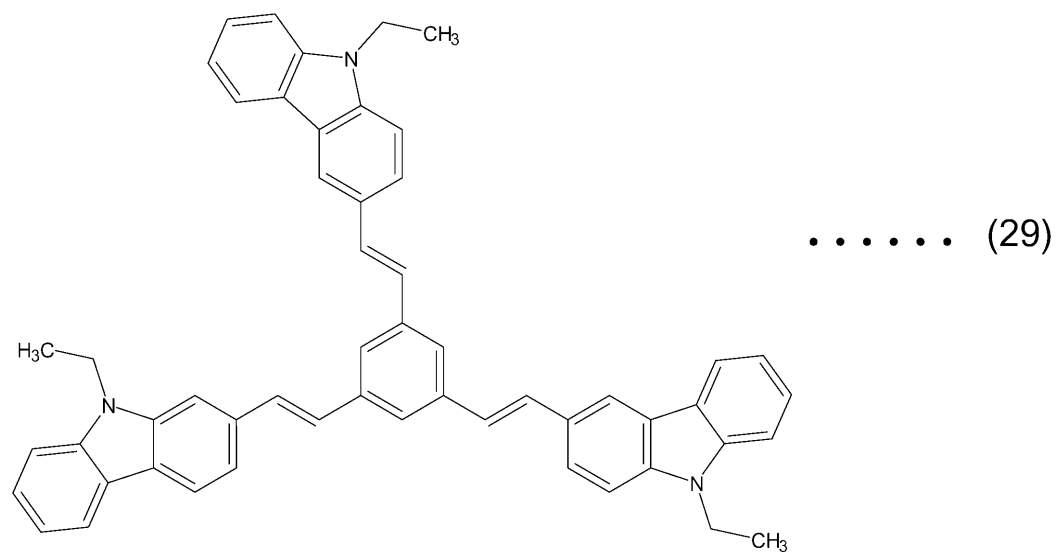


..... (28)

40

【 0 2 4 8】

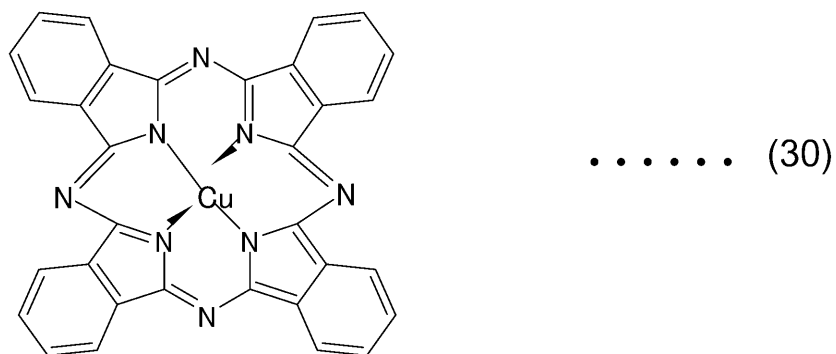
【化 2 9】



10

【 0 2 4 9】

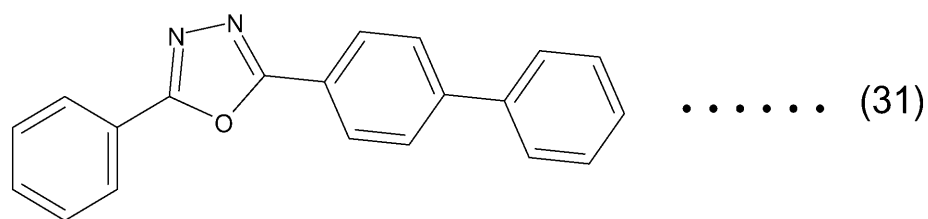
【化 3 0】



20

【 0 2 5 0】

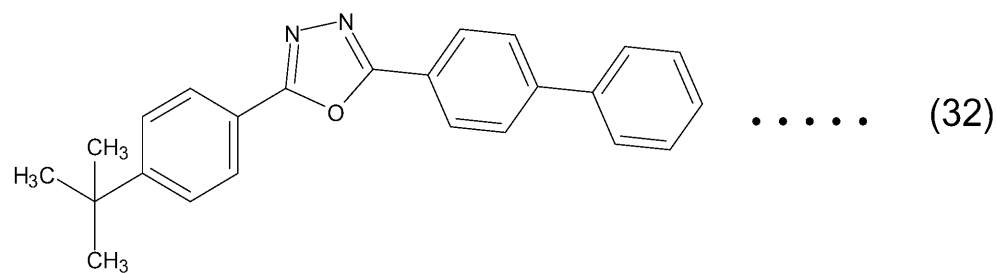
【化 3 1】



30

【 0 2 5 1】

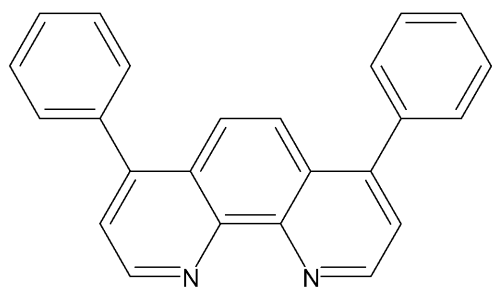
【化 3 2】



40

【 0 2 5 2】

【化 3 3】

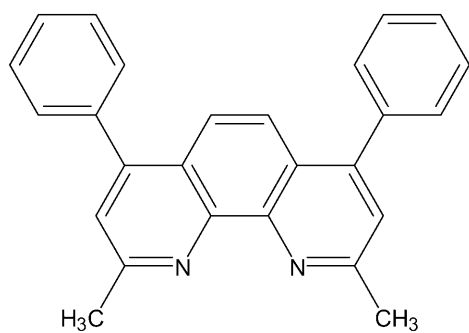


..... (33)

10

【 0 2 5 3 】

【化 3 4】

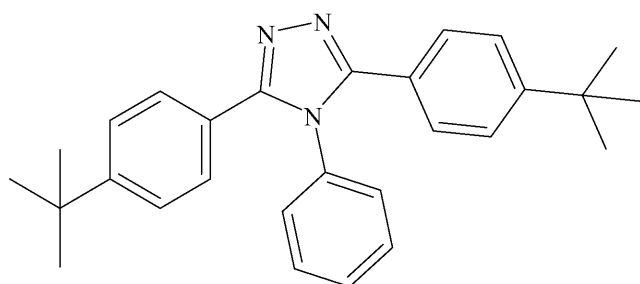


..... (34)

20

【 0 2 5 4 】

【化 3 5】

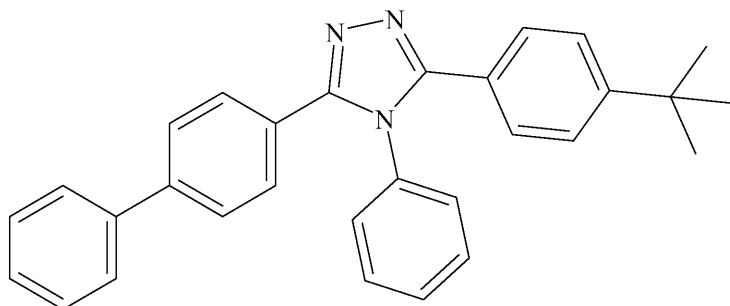


..... (35)

30

【 0 2 5 5 】

【化 3 6】

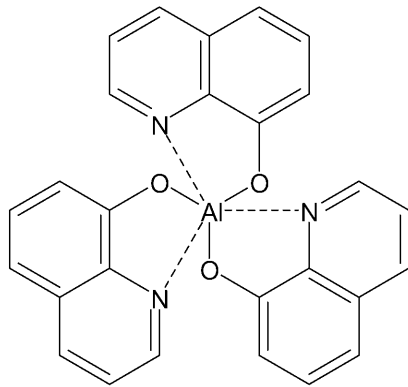


..... (36)

40

【 0 2 5 6 】

【化 3 7】



..... (37)

10

【 0 2 5 7】

これらの化合物を真空チャンバー内にセットし、抵抗加熱により昇華、蒸発させて上記剥離層 11 を形成したシート状基板 1 の一面に成膜する（図 5（C））。このような、いわゆる真空蒸着法により電荷移動材料層 13 A を形成することが好ましい。その他の成膜方法としては、イオンプレーティング又はスパッタリング法等が挙げられる。

【 0 2 5 8】

また、電荷移動材料層 13 A の厚さは 5 nm 以上 200 nm 以下、より好ましくは 10 nm 以上 100 nm 以下である。

20

【 0 2 5 9】

これら、少なくとも剥離層 11 と電荷移動材料層 13 A からなる積層体層を形成する工程を第 1 の工程という。

【 0 2 6 0】

（第 2 の工程）

本工程においては、上記第 1 の工程で形成された剥離層 11 と電荷移動材料層 13 A からなる積層体層を、剥離層 11 を境界として上記シート状基材 1 より剥離し、微細化することにより、移動体粒子（電荷移動体形成用の有機化合物粒子）を得る。

【 0 2 6 1】

剥離・微細化処理法としては、特に限定されないが、上記積層体層をスキージ等のへら状部材によって機械的に剥ぎ取る方法や、有機溶媒（剥離液）中に浸漬し、剥離層 11 を溶解するなどしてリフトオフ的に剥離するとともに、微細化（リーフ化）を行う方法、さらには有機溶媒（剥離液）中に浸漬すると同時に超音波処理を行い、微細化を促進する方法等がある。超音波処理の他、サンドミル、アトマイザー、ナノマイザー等で微細化を促進してもよい。

30

【 0 2 6 2】

また、得られた移動体粒子を有機溶剤で洗浄し、粒子に付着した樹脂を除去する処理を施してもよい。

【 0 2 6 3】

ここで、前述の超音波粉碎装置（図 4）に、積層体層が形成されたシート状基材 1 をセットし、超音波を印加しながら、順次シート状基材 1 を有機溶媒（剥離液）3 に浸漬する。浸漬部においては、剥離層 11 が溶解し、その上層の電荷移動材料層 13 A が部分的に剥離し、リーフ状の移動体粒子が有機溶媒（剥離液）3 中に浮遊する。この剥離・微細化処理後の液体に対して過処理を行い複数の移動体粒子を固まりとして得る。また、ろ集後、有機溶剤で洗浄することにより、粒子に付着した剥離層 11 を除去してもよい。また、遠心分離を行い、粗大粒子を沈殿除去し、粒子径分布を狭くする処理を施しても良い。

40

【 0 2 6 4】

これら、移動体層をシート状基材 1 から剥離して移動体粒子を製造する工程を第 2 の工程という。

【 0 2 6 5】

50

(第3の工程)

本工程においては上記第2の工程で得られた移動体粒子を、分散媒中に分散させ、分散液を調整する。上記スキージなどによって機械的に剥ぎ取ることにより形成された移動体粒子を分散媒中に添加する。また、液体中で剥離・微細化処理した場合は、ろ過後の固形物又は遠心分離後の上澄み液に対して分散媒を添加する。ここで、分散媒とは、主として有機溶媒である。必要に応じて分散剤を添加することが好ましい。分散剤としては界面活性剤や樹脂等が利用される。この場合、界面活性剤や樹脂が保護コロイドとなり、分散安定性を向上させることができる。

【0266】

移動体粒子は、前述の通りリーフ状である。移動体粒子の平均粒子径としては、動的光散乱法による50%体積平均粒子径が、0.05 μ m以上3 μ m以下程度が好ましい。粒度分布測定装置としては、例えば、ナノトラックUPAシリーズ(マイクロトラック社製)を使用できる。なお、50%体積平均粒子径とは、一つの粉体の集合を仮定し、その粒度分布が求められている場合、その粉体の集団の全体積を100%として累積カーブを求めたとき、その累積カーブが所定の割合(ここでは、50%)となる点の粒子径をいう。

10

【0267】

上記移動体粒子の分散液を製造する工程を第3の工程という。

【0268】

ここで、第2の工程で用いられる有機溶媒(剥離液)3を分散媒と兼ねる場合には、第2の工程により分散液を得ることができる。即ち、剥離・微細化処理後の溶液を分散液として使用する。この場合、必要に応じて分散剤(界面活性剤や樹脂等)を添加してもよい。このように、第2の工程で得られた液体(図4の有機溶媒3)をそのまま利用することで、短工程で移動体粒子の分散安定化を図ることができる。

20

【0269】

(第4の工程)

本工程においては、上記第3の工程によって形成された移動体粒子の分散液を用いて、インク(材料液、吐出液)を調整する。各種添加剤を使用してインクを調整することで、高性能の電荷移動層を、スピンコート装置やインクジェット装置のような簡便な装置で容易に形成することができる。

【0270】

30

特にインクジェット法を用いる場合には粘度、表面張力、基板と吐出液との接触角、溶媒の蒸発過程に伴う動的物性値等の多岐にわたる特性値を調整するため、各種添加剤(調整液)を加えることが好ましい。例えば、ノズル口での乾燥・凝固などを防ぐ目的で、保湿剤を添加してもよい。保湿剤としては、グリセリン、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール、ポリグリセロールなどの多価アルコール類、マルチトール、キシリトール、ソルビトールなどの糖類などが用いられる。また、被膜安定化剤として樹脂エマルジョン、界面活性剤、レベリング剤等を添加してもよい。また、pH調整剤、防腐剤、防錆剤などを添加してもよい。

【0271】

40

ここで、上記第2、第3の工程において用いられる有機溶媒(剥離液、分散媒)および本工程においてもいられるインクの調整液の選定は特に重要である。使用可能な溶媒としては、水および/または有機溶剤、例えば、エチレングリコールから γ -ブチロラクトン等、実施の形態2で説明した溶媒が挙げられる。ここで、20の蒸気圧が0.01mmHg~20mmHgのものがより好ましい。蒸気圧が低すぎる有機溶剤を使用した場合には電荷移動層中に残留し易いため所望の移動性能を得ることが難しくなる。逆に、蒸気圧が高すぎる有機溶剤を使用した場合には、揮発により濃度、粘度変化が大きく、特にインクジェット法を用いた場合、ノズル孔からの安定した吐出が困難となる。

【0272】

インク中の移動体粒子の濃度は1重量%~30重量%が好ましく、2重量%~20重量%がより好ましい。

50

【 0 2 7 3 】

移動体粒子の分散液を少なくとも含み、液体プロセスによって所定形状の電荷移動層を形成するために好適な組成のインクを調整する工程を第 4 の工程という。

【 0 2 7 4 】

(第 5 の工程)

本工程においては、上記工程によって製造された移動体粒子の分散液を少なくとも含むインクを用いて、所定の形状の電荷移動層を形成する。この工程を第 5 の工程という。上記電荷移動層は、スピンコートおよびフォトリソグラフィ法、スクリーン印刷法またはインクジェット法等により形成することができる。特に、インクジェット法によれば、低コストで大型基板にも容易に対応できるため、より好ましい。

10

【 0 2 7 5 】

ここでは、上記インクをインクジェットヘッド（液滴吐出装置）から吐出させて、有機 EL 装置の画素を構成する電荷移動層を形成する。例えば、正孔移動層又は電子移動層のインクを所定の領域に吐出する。インクジェット法によれば、微細な領域への吐出を簡易に短時間で行うことができ、インクの吐出量の調整も容易に行うことができる。

【 0 2 7 6 】

次いで、所定の形状の吐出液に加熱処理を施し、乾燥（固化）することにより電荷移動層（正孔移動層又は電子移動層）を形成する。この際、層中に残留している樹脂成分などの不純物を揮発させる程度の加熱処理を行うことが好ましい。

【 0 2 7 7 】

加熱処理をすることにより吐出液に加熱処理を施し、乾燥（固化）するとともに、電荷移動層中に残留している樹脂成分、分散媒、当該液中の界面活性剤、樹脂等、およびインクの調整に用いた樹脂エマルジョン、界面活性剤、レベリング剤、有機溶剤等の不純物を揮発させることができる。これにより、移動体粒子間の密着性が良くなり、移動性能を向上させることができる。

20

【 0 2 7 8 】

加熱処理は通常大気中で行われるが、必要に応じて、窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性ガス雰囲気中で行うこともできる。加熱処理温度は、50 以上、好ましくは 150 以上、より好ましくは 250 以上である。また、減圧下で加熱するとことにより上記不純物の揮発を促進させることができる。よって、低温、短時間での処理が可能となる。また、加熱処理は 2 回以上行ってもよい。また、加熱処理を行う時間（複数回行う場合は合計時間）は、特に限定されるものではないが、5 分以上 5 時間以内であることが好ましい。

30

【 0 2 7 9 】

以下に本実施の形態を実施例によって更に具体的に説明するが、もちろん本発明の範囲はこれらによって限定されるものではない。

【 0 2 8 0 】

〔実施例 7〕

< シート状基材の調製 >

膜厚 100 μm の PET フィルム（シート状基材 1）上に、次の組成の樹脂塗布液をスピンコート法によって塗布・乾燥し、剥離層 11 を形成した。

40

【 0 2 8 1 】

（樹脂塗布液）

樹脂塗布液の組成を表 17 に示す。

【 0 2 8 2 】

【表 17】

セルロースアセテートブチレート (分子量:16,000、ブチル化率:50-54%)	5.0wt%
ジエチレングリコールジエチルエーテル	95.0wt%

【0283】

10

(塗布条件)

表17に示す樹脂塗布液を、以下の条件でPETフィルム上に塗布し、乾燥させ剥離層11を形成した。

【0284】

コート条件：500rpmで10秒間回転後、2,000rpmで30秒間回転

乾燥条件：100℃、30分間

この条件にて形成した剥離層11の厚さは10μmであった。

【0285】

<電荷移動材料層の形成>

上記剥離層11上に、化学構造式(24)に示す材料を用いて、膜厚15nm程度の蒸着層(電荷移動材料層13、この場合正孔移動材料層)を形成した。使用装置を以下に示す。

20

【0286】

装置：VE-1010形真空蒸着装置(真空デバイス社製)

<移動体粒子含有インクの製造>

上記方法にて形成した、剥離層11および電荷移動材料層13Aよりなる積層体層を有するPETフィルム(シート状基材1)を図4に示す超音波粉碎装置にセットし、ジエチレングリコールジエチルエーテル中に浸漬し、超音波を加えることにより、剥離・微細化処理を行った。

【0287】

30

上記剥離・微細化処理後のジエチレングリコールジエチルエーテルにジプロピレングリコールモノメチルエーテルを添加してインクを調整した。インクには、移動体粒子が分散している。

【0288】

インクの組成を表18に示す。

【0289】

【表18】

移動体粒子	20.0wt%
ジプロピレングリコールモノメチルエーテル	20.0wt%
ジエチレングリコールジエチルエーテル	残量

40

【0290】

<有機EL表示装置を製造する工程>

図6は、有機EL表示装置の製造工程を示す断面図である。上記インク(表18)を用いて、図6(A)~図6(E)に示す工程で有機EL表示装置を製造した。

【0291】

50

ガラス基板 104 上に ITO 膜を 0.1 μm 程度の膜厚で全面形成した後、フォトリソグラフィ法により略 100 μm 角にパターニングすることにより、ITO 製の赤色画素用の透明画素電極 101 を形成する (図 6 (A))。次に、透明画素電極 101 上に、樹脂ブラックレジストを塗布し、フォトリソグラフィ法により電極間上に樹脂ブラックレジスト層 105 を形成する (図 6 (B))。この樹脂ブラックレジスト層 105 は、透明画素電極 101 間を埋め、光遮断層とインク垂れ防止用壁とを兼ねた層である。この樹脂ブラックレジスト層 105 は、幅 20 μm 、厚さ 2.0 μm とした。

【0292】

次いで、インクジェット装置 20 のインクジェットヘッド 21 から表 18 に示すインク 22A を所望の領域に吐出する (図 6 (C))。次いで、熱処理を施し、0.1 μm 程度の電荷移動層 (この場合、正孔移動層) 202 を形成した。

10

【0293】

さらに、前述の化学構造式 (18) と (3) をそれぞれ 95 wt%、5 wt% の割合で混合した材料を真空蒸着することにより、0.1 μm 程度の赤色の有機発光層 106 を形成した。

【0294】

次に、ドーピングしていないアルミニウムキノリノール錯体を真空蒸着することにより 0.1 μm 程度の電子輸送層 109 を形成した (図 6 (D))。この電子輸送層 109 は、陰極からの電子注入を容易にし、また陰極からの発光部分を遠ざけることによって電極消光を防ぎ、陰極との良いコンタクトを形成することに寄与する。

20

【0295】

最後に、電子輸送層 109 上に対向電極 110 として厚さ 0.8 μm の AlLi 膜を蒸着法により形成した (図 6 (E))。この対向電極 110 は、反射板としての機能も有する。以上の工程により、有機 EL 表示装置を製造した。

【0296】

〔実施例 8〕

<シート状基材の調製>

膜厚 100 μm の PET フィルム (シート状基材 1) 上に、次の組成の樹脂塗布液をスピンコート法によって塗布・乾燥し、剥離層 11 を形成した。

30

【0297】

(樹脂塗布液)

樹脂塗布液の組成を表 19 に示す。

【0298】

【表 19】

PVA(ポリビニルアルコール、 平均分子量:10,000、けん化度80%)	3.0wt%
N-メチル-2-ピロリドン	3.0wt%
イソプロピルアルコール	残量

40

【0299】

(塗布条件)

表 19 に示す樹脂塗布液を、以下の条件で PET フィルム上に塗布し、乾燥させ剥離層 11 を形成した。

【0300】

コート条件: 500 rpm で 5 秒間回転後、2,000 rpm で 30 秒間回転

乾燥条件: 100、30 分間

50

この条件にて形成した剥離層 11 の厚さは 8 μm であった。

【0301】

< 電荷移動材料層の形成 >

上記剥離層 11 上に、化学構造式 (27) に示す材料を用いて、膜厚 10 nm 程度の蒸着層 (電荷移動材料層 13、この場合正孔移動材料層) を形成した。使用装置を以下に示す。

【0302】

装置: VE-1010 形真空蒸着装置 (真空デバイス社製)

< 移動体粒子含有インクの製造 >

上記方法にて形成した、剥離層 11 および電荷移動材料層 13A よりなる積層体層を有する PET フィルム (シート状基材 1) をスキージにて剥ぎ取り、移動体粒子を得た。

【0303】

得られた移動体粒子を超音波粉碎装置を用いて更なる微細化を行い、インクを調整した。当該インクの組成を表 20 に示す。

【0304】

【表 20】

移動体粒子	20.0wt%
ジプロピレングリコールモノメチルエーテル	20.0wt%
ジエチレングリコールジエチルエーテル	残量

【0305】

< 有機 EL 表示装置を製造する工程 >

本実施の形態の上記実施例 7 と同様の工程 (図 6 参照) で、ITO 製の赤色画素用の透明画素電極 101 および樹脂ブラックレジスト層 105 を形成した。次いで、インクジェット装置 20 のインクジェットヘッド 21 から表 20 に示すインク 22A を所望の領域に吐出し、熱処理を施し、0.1 μm 程度の正孔移動層 202 を形成した。この後、上記実施例 7 と同様の工程で、赤色の有機発光層 106 を形成した。

【0306】

次に、正孔が流れ出ることことを防止する目的で、BCP を真空蒸着により 0.03 μm 程度形成し、正孔阻止層 (図示せず) とする。さらに、ドーピングしていないアルミニウムキノリノール錯体を真空蒸着することにより 0.1 μm の電子輸送層 109 を形成した。この電子輸送層 109 は、陰極からの電子注入を容易にし、また陰極からの発光部分を遠ざけることによって電極消光を防ぎ、陰極との良いコンタクトを形成することに寄与する。

【0307】

最後に、電子輸送層 109 上に対向電極 110 として厚さ 0.8 μm の AlLi 膜を蒸着法により形成した。この対向電極 110 は、反射板としての機能も有する。以上の工程により、有機 EL 表示装置を製造した。

【0308】

〔実施例 9〕

< シート状基材の調製 >

膜厚 100 μm の PET フィルム (シート状基材 1) 上に、次の組成の樹脂塗布液をスピンコート法によって塗布・乾燥し、剥離層 11 を形成した。

【0309】

(樹脂塗布液)

樹脂塗布液の組成を表 21 に示す。

【 0 3 1 0 】

【 表 2 1 】

セルロースアセテートブチレート (分子量:16, 000、ブチル化率:50ー54%)	5. 0wt%
ジエチレングリコールジエチルエーテル	95. 0wt%

10

【 0 3 1 1 】

(塗布条件)

表 2 1 に示す樹脂塗布液を、以下の条件で P E T フィルム上に塗布し、乾燥させ剥離層 1 1 を形成した。

【 0 3 1 2 】

コート条件：5 0 0 r p m で 5 秒間回転後、2 , 0 0 0 r p m で 3 0 秒間回転

乾燥条件：1 0 0 、 3 0 分間

この条件にて形成した剥離層 1 1 の厚さは 1 0 μ m であった。

【 0 3 1 3 】

< 電荷移動材料層の形成 >

上記剥離層 1 1 上に、化学構造式 (3 1) に示す材料を用いて、膜厚 1 0 n m 程度の蒸着層 (電荷移動材料層 1 3 、この場合電子移動材料層) を形成した。使用装置を以下に示す。

20

【 0 3 1 4 】

装置：V E - 1 0 1 0 形真空蒸着装置 (真空デバイス社製)

< 移動体粒子含有インクの製造 >

上記方法にて形成した、剥離層 1 1 および電荷移動材料層 1 3 A よりなる積層体層を有する P E T フィルム (シート状基材 1) を図 4 に示す超音波粉碎装置にセットし、ジエチレングリコールジエチルエーテル中に浸漬し、超音波を加えることにより、剥離・微細化処理を行った。

30

【 0 3 1 5 】

上記剥離・微細化処理後のジエチレングリコールジエチルエーテルにジプロピレングリコールモノメチルエーテルを添加してインクを調整した。インクには、移動体粒子が分散している。

【 0 3 1 6 】

インクの組成を表 2 2 に示す。

【 0 3 1 7 】

【 表 2 2 】

移動体粒子	20. 0wt%
ジプロピレングリコールモノメチルエーテル	20. 0wt%
ジエチレングリコールジエチルエーテル	残量

40

【 0 3 1 8 】

< 有機 E L 表示装置を製造する工程 >

本実施の形態の上記実施例 7 と同様の工程 (図 6 参照) で、I T O 製の赤色画素用の透明画素電極 1 0 1 および樹脂ブラックレジスト層 1 0 5 を形成した。次いで、化学構造式

50

(24) に示す材料を用いて真空蒸着することにより電荷移動層(この場合、正孔移動層)202を形成した。さらに、前述の化学構造式(18)と(3)をそれぞれ95wt%、5wt%の割合で混合した材料を真空蒸着することにより、0.1μm程度の赤色の有機発光層106を形成した。次いで、インクジェット装置20のインクジェットヘッド21から表22に示すインク22Aを赤色の有機発光層106上に吐出し、熱処理を施し、0.1μm程度の電荷移動層(この場合、電子輸送層109)を形成した(図6(D))。最後に、電子輸送層109上に対向電極110として厚さ0.8μmのAlLi膜を蒸着法により形成した(図6(E))。以上の工程により、有機EL表示装置を製造した。

【0319】

〔評価〕

実施例7から9で作成した有機EL表示装置の発光特性について、寿命評価を行った。安定化処理後の初期輝度を100%とし、標準波形で一定の電流を印加して連続して発光させ、輝度の変化を測定し、初期輝度に対し50%に低下するまでの時間を測定し、これを発光寿命とした。

【0320】

その結果、実施例7から9において、10000時間を超える寿命を確認できた。

【0321】

このように、上記有機EL表示装置の製造方法によれば、工程の短縮化と設備の簡素化が可能となると共に、高価な有機材料の利用効率を2倍以上に高めることができる。即ち、蒸着法およびフォトリソグラフ法により所望の形状の電荷移動層を形成する場合には、不要な箇所にも蒸着膜が形成され利用効率が低下する。これに対し、上記方法では、製造コストも低くすることが可能となる。

【0322】

また、上記有機EL表示装置の製造方法によれば、低分子の化合物でも粒子状に成型することができ、分散性よくインクとして使用することができる。即ち、比較的高分子の化合物であれば種々の溶媒に分散できるが、低分子の化合物の場合、溶解性や分散性が悪くインクとして使用し難かった。よって、低分子の電荷移動層の特性である良好な移動性や、長寿命であるという性質を活かすことが困難であったが、上記方法によれば、特性の良好な長寿命膜を形成することができる。

【0323】

また、上記実施の形態1~3を通じて説明された実施例や応用例は、用途に応じて適宜に組み合わせ、又は変更若しくは改良を加えて用いることができ、本発明は上述した実施形態の記載に限定されるものではない。

【0324】

例えば、上記実施の形態1~3においては、シート状基材を用いたが、他の基材を用いてもよい。また、上記実施の形態3においては、赤色の有機発光層のみを形成したが、他の色の有機発光層も形成してもよい。また、この際、実施の形態1および2で説明した各色のインクを用いてもよい。また、上記実施の形態3においては、剥離層として樹脂材料を用いたが、実施の形態2で説明したワックス層を用いてもよい。また、実施の形態1~3においては、有機EL表示装置を例に説明したが、表示装置に限らず、照明装置など、発光層や電荷移動層を有する装置に広く適用可能である。また、発光層や電荷移動層に限らず、装置を構成する他の有機層(阻止層)などにも適用可能である。特に、電極間に用いられる各種有機層に適用して好適である。

【図面の簡単な説明】

【0325】

【図1】実施の形態1の第1の工程を示す断面図である。

【図2】有機EL表示装置の製造工程を示す断面図である。

【図3】実施の形態2の第1の工程を示す断面図である。

【図4】シート状基材1に形成された発光体層を液体中で剥離、微細化する超音波粉碎装置の断面図である。

10

20

30

40

50

【図 5】実施の形態 3 の第 1 の工程を示す断面図である。

【図 6】有機 EL 表示装置の製造工程を示す断面図である。

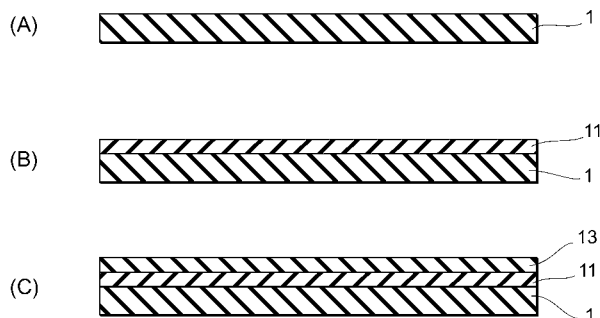
【符号の説明】

【 0 3 2 6 】

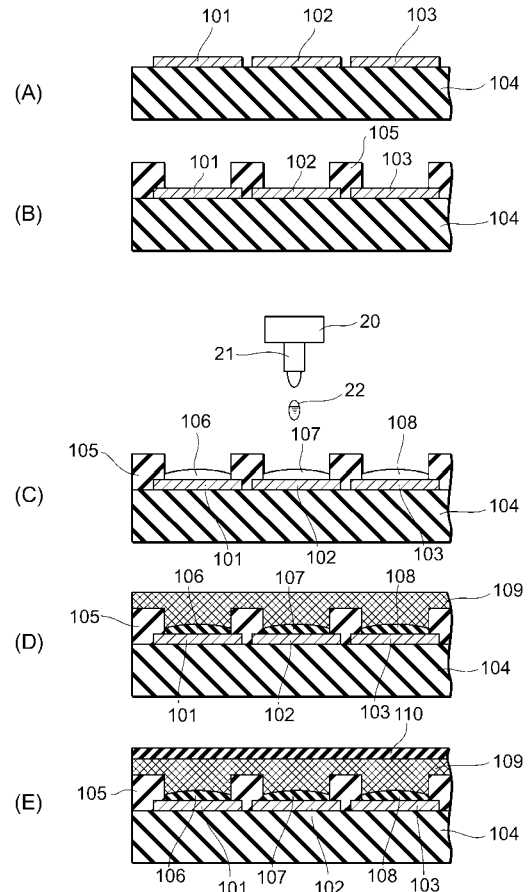
1 ... シート状基材、2 ... 超音波発振部、3 ... 有機溶媒（剥離液）、4 a、4 b ... シート搬送機構、5 ... 浴槽、6 ... シート支持部、11 ... 剥離層、11 A ... ワックス層、13 ... 発光性有機化合物層、13 A ... 電荷移動材料層、20 ... インクジェット装置、21 ... インクジェットヘッド、22 ... インク、22 A ... インク、101、102、103 ... 透明画素電極、104 ... ガラス基板、105 ... 樹脂ブラックレジスト層、106 ... 赤色の有機発光層、107 ... 緑色の有機発光層、108 ... 青色の有機発光層、109 ... 電子輸送層、110 ... 対向電極、202 ... 電荷移動層

10

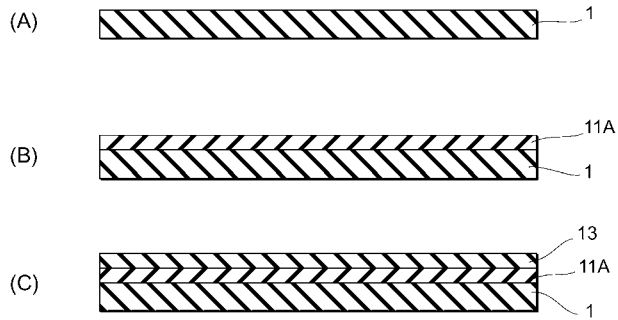
【図 1】



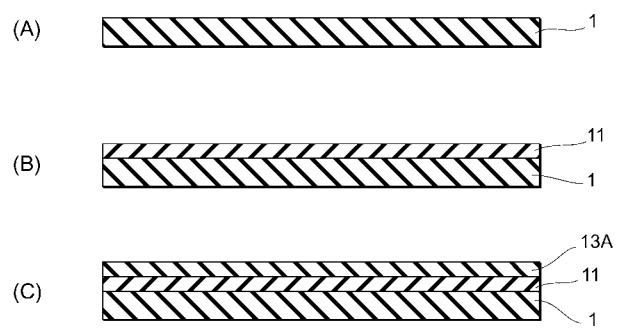
【図 2】



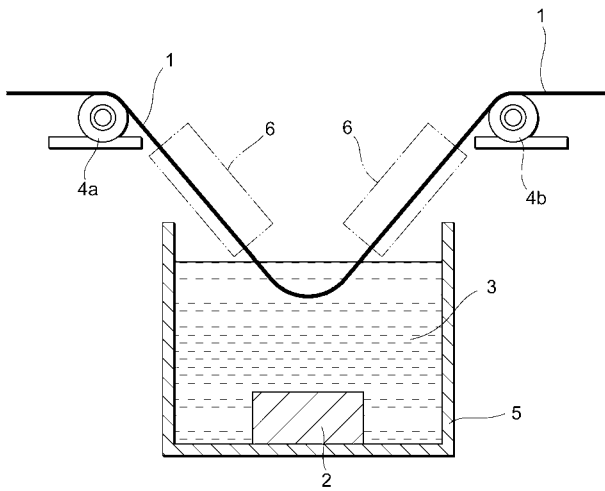
【図 3】



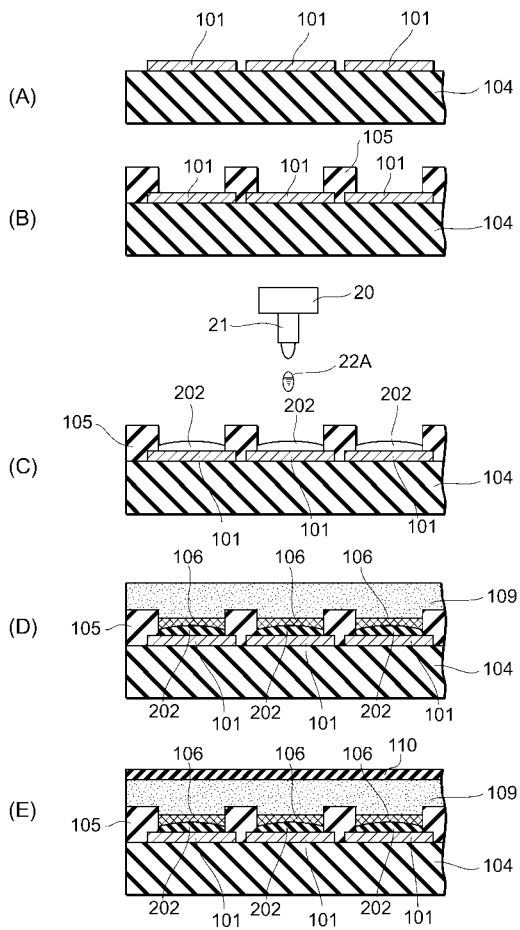
【図 5】



【図 4】



【図 6】



フロントページの続き

F ターム(参考) 3K107 AA01 BB02 CC12 CC22 CC45 DD59 DD71 DD74 DD78 FF18
GG06 GG08

(54)【発明の名称】発光体粒子の製造方法、発光体形成用の材料液の製造方法、有機 E L 表示装置の製造方法、発光体粒子、材料液、有機 E L 表示装置、電荷移動体形成用の有機化合物粒子の製造方法、電荷移動体形成用の材料液の製造方法および有機化合物粒子

专利名称(译)	用于生产发光微生物的方法，用于生产用于形成发光装置的材料溶液的方法，用于生产有机EL显示装置的方法，一种制备用于形成电荷转移材料的材料液的方法，和有机化合物颗粒		
公开(公告)号	JP2010080058A	公开(公告)日	2010-04-08
申请号	JP2008220376	申请日	2008-08-28
[标]申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
申请(专利权)人(译)	精工爱普生公司		
[标]发明人	金谷美春 竹本清彦		
发明人	金谷 美春 竹本 清彦		
IPC分类号	H05B33/10 H01L51/50		
CPC分类号	H05B33/10 B82Y20/00 B82Y30/00 H01L27/3211 H01L51/0005 H01L51/0007 H01L51/5012 H01L51/5284 H01L51/56 H01L2251/5369 H05B33/14		
FI分类号	H05B33/10 H05B33/14.B H05B33/22.B H05B33/22.D		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB02 3K107/CC12 3K107/CC22 3K107/CC45 3K107/DD59 3K107/DD71 3K107/DD74 3K107/DD78 3K107/FF18 3K107/GG06 3K107/GG08		
代理人(译)	田中 克郎		
优先权	2007223565 2007-08-30 JP 2008184650 2008-07-16 JP 2008216287 2008-08-26 JP		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题通过在短时间内轻松地进行高精度图案化，提供制造高性能有机EL显示器件的技术。 解决方案：这种用于制造用于形成发光体的材料液的方法包括在片状基板（1）的至少一侧上形成包含剥离层和发光有机化合物层的发光材料层的第一步骤第二步骤：通过将片状基材浸入第一有机溶剂（3）中，根据需从基材上剥离发光有机化合物层，并精制发光有机化合物层，形成荧光体颗粒并且，第三步骤是通过使用含有发光体颗粒的第一有机溶剂来调节用于形成发光体的原料液。 点域4

