

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4168999号  
(P4168999)

(45) 発行日 平成20年10月22日(2008.10.22)

(24) 登録日 平成20年8月15日(2008.8.15)

(51) Int.Cl. F I  
 H O 1 L 51/50 (2006.01) H O 5 B 33/14 B  
 H O 5 B 33/10 (2006.01) H O 5 B 33/10

請求項の数 4 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2004-347203 (P2004-347203)	(73) 特許権者	000002369
(22) 出願日	平成16年11月30日(2004.11.30)		セイコーエプソン株式会社
(65) 公開番号	特開2006-156824 (P2006-156824A)		東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
(43) 公開日	平成18年6月15日(2006.6.15)	(74) 代理人	100107836
審査請求日	平成17年6月2日(2005.6.2)		弁理士 西 和哉
		(74) 代理人	100064908
			弁理士 志賀 正武
		(74) 代理人	100101465
			弁理士 青山 正和
		(72) 発明者	深瀬 章夫
			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
		審査官	磯貝 香苗

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発光材料及び有機EL装置の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

液相法による成膜に用いられる成膜材料であり、かつ、有機EL装置における発光層を形成するための発光材料であって、

2種類の膜形成成分とこれら膜形成成分を溶解する溶媒とからなる溶液であり、

形成する前記発光層中での各膜形成成分の、前記発光層の発光特性が最も良い特性を呈するときの重量比となる所望比が  $x : y$  (ただし、 $x > y$ ) であり、前記各膜形成成分が前記所望比と同じ比に調製されて前記溶媒に溶解されてなり、

前記溶液の、発光層形成時の乾燥温度である所定温度における前記各膜形成成分の飽和濃度の比が、 $(x \pm 0.2x) : y$ であることを特徴とする発光材料。

10

【請求項2】

前記膜形成成分が、燐光材料におけるホスト成分とゲスト成分であることを特徴とする請求項1記載の発光材料。

【請求項3】

前記発光材料が、液滴吐出法による成膜に用いられる材料であることを特徴とする請求項1又は2に記載の発光材料。

【請求項4】

請求項1～3のいずれか一項に記載の発光材料を用いて成膜し、その後、前記の所定温度で乾燥することにより、発光層を形成することを特徴とする有機EL装置の製造方法。

【発明の詳細な説明】

20

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、有機EL装置における発光層の形成に好適に用いられる発光材料と、この発光材料を用いた有機EL装置の製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

近年、自発発光型ディスプレイとして、発光層に有機物を用いた有機エレクトロルミネセンス素子（以下、有機EL素子と称する）の開発が進められている。有機EL素子は、有機材料からなる薄膜を第1の電極と第2の電極との間に挟んだ構造を有し、二つの電極から注入したキャリアを有機薄膜中で再結合させることにより、発光をなす素子である。

このような有機EL素子を多数備えてなる有機EL装置は、薄型・軽量といった特徴を有している。また、例えば特許文献1に示されるようなインクジェット法に代表される液相法によって塗布・成膜を行うようにすれば、有機薄膜を広範囲に均一に成膜することができ、したがって大型のフラットパネルディスプレイへの応用も期待できる。

## 【0003】

また、近年では、発光材料の三重項励起状態に起因する燐光を発光に用いるようにした、高効率な有機EL素子が提案されており、より消費電力の小さいディスプレイへの応用が期待されている。このような燐光による発光を可能にした発光材料、すなわち燐光材料は、一般にはキャリア輸送機能を有するホスト材料と、燐光発光機能を有するゲスト材料とからなる二成分系の混合材料である。したがって、このような燐光材料からなる発光層としては、前記のホスト材料とゲスト材料とが均一に混在した（混ざり合った）状態にある必要がある。

【特許文献1】特開2004-140004号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

しかしながら、二成分系の混合材料である燐光材料を用い、インクジェット法等の液相法で発光層を形成しようとした場合には、以下に述べる課題がある。

二つの異なった材料（溶質）からなる二成分系の材料を用いて成膜する場合、まず、これら二つの異なる材料を一つの溶媒系に溶解させる必要がある。そして、このように二つの材料（溶質）を一つの溶媒系に溶解させてなる溶液を、画素等の所望箇所に配した後、溶媒を乾燥させることにより、各材料（溶質）を析出させて膜とする。

## 【0005】

ところが、得られる膜について、その二つの異なる成分（材料）を均一に混在させるためには、所定の温度、例えば乾燥温度において、二つの溶質（成分）が同時に析出する必要がある。このように同時に析出せずに時間的にずれて析出してしまうと、二つの溶質（成分）が例えば画素内における位置によって偏って存在し、いわゆる相分離を起こしてしまう。その結果、良好な発光を得ることができなくなってしまうのである。

## 【0006】

本発明は前記事情に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、複数の成分が相分離を起こすことなく、所望の比で均一に混在する発光層の形成を可能にした発光材料と、これを用いた有機EL装置の製造方法を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本発明の発光材料は、液相法による成膜に用いられる成膜材料であり、かつ、有機EL装置における発光層を形成するための発光材料であって、

複数の膜形成成分とこれら膜形成成分を溶解する溶媒とからなる溶液であり、

形成する前記発光層中での各膜形成成分の、前記発光層の発光特性が最も良い特性を呈するときの比となる所望比に偏りを有し、前記各膜形成成分が前記所望比とほぼ同じ比に調製されて前記溶媒に溶解されてなり、

10

20

30

40

50

前記溶液の所定温度における前記各膜形成成分の飽和濃度が、前記の偏りに対応して偏っていることを特徴としている。

【0008】

この発光材料によれば、前記各膜形成成分が前記所望比とほぼ同じ比に調製されて前記溶媒に溶解され、溶液に形成されているので、例えばこの溶液（発光材料）を前記所定温度で乾燥することにより、この溶液中で前記各膜形成成分がほぼ同時に飽和濃度に達する。その際、この溶液中での前記所定温度における各膜形成成分の飽和濃度が、形成する発光層中での各膜形成成分の所望比の偏りに対応して偏っているため、各膜形成成分は前記所望比に対応した偏りでそれぞれ析出する。したがって、各膜形成成分が析出することで得られる発光層（膜）は、前記所望比に対応した偏りのままで連続的に成長し形成されることにより、各膜形成成分が相分離を起こすことなく、所望の比（偏り）で均一に混在したものとなる。よって、このようにして得られた発光層は、良好な発光特性を有するものとなる。

10

【0009】

また、前記発光材料においては、前記膜形成成分が2種類であり、形成する発光層中での各膜形成成分の所望比が $x : y$ （ただし、 $x > y$ ）であるとするとき、前記溶液の前記所定温度における前記各膜形成成分の飽和濃度の比が、 $(x \pm 0.2x) : y$ であるのが好ましい。

このように、各膜形成成分の所望比に対し、前記所定温度における前記各膜形成成分の飽和濃度の比をほぼ $\pm 20\%$ 以内としたことにより、例えば乾燥温度を前記所定温度よりわずかにずらすなどの操作によって、析出する際の各膜形成成分の比を、前記所望比にほぼ一致させることが可能になる。

20

【0010】

また、前記発光材料においては、前記膜形成成分が、燐光材料におけるホスト成分とゲスト成分であるのが好ましい。

このように燐光材料によって発光材料を形成すれば、より高効率での発光を実現することが可能になり、したがって、例えばこれを用いて有機EL装置の発光層を形成することにより、得られる有機EL装置の発光特性の向上を図ることができる。

【0011】

また、前記発光材料においては、前記発光材料が、液滴吐出法による成膜に用いられる材料であるのが好ましい。

30

このようにすれば、インクジェット法等の液滴吐出法による成膜が可能になることから、必要量のみを所望箇所に選択的に配することが可能になり、したがってリソグラフィ法等を用いたパターンニングが不要になるなど、生産性を向上し、生産コストの低減化を図ることができる。

【0012】

本発明の有機EL装置の製造方法は、前記の発光材料を用いて成膜し、その後、前記の所定温度で乾燥することにより、発光層を形成することを特徴としている。

この有機EL装置の製造方法によれば、前記の発光材料を用い、前記所定温度で乾燥することにより、各膜形成成分が析出することで得られる発光層（膜）が、前述したように各膜形成成分が相分離を起こすことなく、所望の比（偏り）で均一に混在したものとなる。よって、このようにして発光層を形成することにより、得られる有機EL装置は良好な発光特性を有するものとなる。

40

【0013】

本発明の有機EL装置は、前記の有機EL装置の製造方法によって得られたものである。したがって、前述したように良好な発光特性を有するものとなる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

以下、本発明を詳しく説明する。

本発明の発光材料は、液滴吐出法等の液相法による成膜に用いられる成膜材料であり、

50

かつ、有機EL装置等における発光層を形成するための発光材料である。そして、この発光材料は、特に複数の膜形成成分（溶質）と、これら膜形成成分を溶解する溶媒とからなる溶液である。

【0015】

膜形成成分は、形成する発光層の構成成分である。したがって、形成する発光層の成分が複数である場合、溶液（発光材料）中の前記膜形成成分も、前述したように複数となる。これは、複数の成分からなる発光層が発光層として良好に機能するためには、前述したように均一に混在した（混ざり合った）状態にある必要があるからである。具体的には、この発光材料が燐光材料である場合、膜形成成分は、燐光材料におけるホスト成分とゲスト成分との二成分からなっており、これらが均一に混ざり合っている必要がある。

10

【0016】

ここで、この複数の成分（二成分）は、形成する発光層中での各膜形成成分の所望比とほぼ同じ比（重量比）に調製されて前記溶媒に溶解されている。すなわち、複数成分からなる発光層は、その発光特性が、各成分の比（重量比）によって異なり、通常は特定の比において最も良い特性を呈する。したがって、この特定の比を、本発明においては「所望比」と規定しているのである。なお、このような所望比（特定の比）は、予め実験等によって容易に求めることができる。

また、本発明においては、溶液中の各膜形成成分の比を、形成する発光層中での各膜形成成分の所望比とほぼ同じにしているが、ここでの「ほぼ同じ」とは、材料の計量誤差などによって生じた所望比との微小な差は、本発明においては許容される範囲であるとの意味である。

20

【0017】

このような発光材料にあっては、形成する発光層中での各膜形成成分の所望比に偏りがある場合、すなわち、各膜形成成分の比が均等でない場合、この発光材料（溶液）中の各膜形成成分の比も、均等でなく、偏りを有した状態に調製されている。

そして特に、この発光材料では、その所定温度における前記各膜形成成分の飽和濃度が、前記の偏りに対応して偏るように調製されている。

【0018】

具体的には、前記膜形成成分が例えば前記燐光材料におけるホスト成分とゲスト成分との2種類であり、形成する発光層中での各膜形成成分の所望比が、 $x : y$ （ただし、 $x > y$ ）であるとすると、前記溶液の前記所定温度における前記各膜形成成分の飽和濃度の比が、 $(x \pm 0.2x) : y$ となっている。すなわち、発光層を形成する複数の膜形成成分に対し、前記の条件を満たすような溶媒が選択され用いられることにより、本発明の発光材料が形成されるのである。

30

【0019】

ここで、発光層を形成する膜形成成分としては、ホスト成分とゲスト成分とからなる従来公知の各種の燐光材料が好適に用いられるが、同様に二成分系で形成される蛍光材料についても、本発明においては使用可能である。

また、これらを溶解する溶媒としては、限定されないものの、特に本発明の発光材料（溶液）をインクジェット法等の液滴吐出法で配する場合には、その沸点が大気圧下で200～400であるのが好ましい。

40

【0020】

このような高沸点溶媒として具体的には、ドデシルベンゼン（沸点331）、シクロヘキシルベンゼン（沸点240）、1, 2, 3, 4-テトラメチルベンゼン（沸点203）、3-イソプロピルピフェニル（沸点290）、3-メチルピフェニル（沸点272）、4-メチルピフェニル（沸点267）、p-アニシルアルコール（沸点259）、1-メチルナフタレン（沸点240～243）、1, 2, 3, 4-テトラヒドロナフタレン（沸点207）、あるいはこれらの誘導体等を挙げることができ、これらを単独で、もしくは混合物として使用することができる。

【0021】

50

このような高沸点溶媒が用いられて調製されることにより、本発明の発光材料は、例えばインクジェット法で吐出され所望箇所に配された際、溶媒がすぐに完全に蒸発することなく、有機薄膜中に残存する。そして、加熱や減圧等の乾燥処理がなされることによって全て蒸発し、表面の平滑性や、膜同士の密着性に優れた有機薄膜（発光層）となるのである。

なお、本発明の発光材料は、インクジェット法等の液滴吐出法にのみ用いられることなく、スピンコート法等の他の液相法による成膜法にも適用可能である。

【0022】

このような発光材料にあつては、前記各膜形成成分が前記所望比とほぼ同じ比に調製されて前記溶媒に溶解され、溶液に形成されている。したがって、例えばこの溶液（発光材料）を前記所定温度で乾燥することにより、この溶液中の溶媒が蒸発していき、ついには溶液中で前記各膜形成成分がほぼ同時に飽和濃度に達する。

すなわち、この溶液中での前記所定温度における各膜形成成分の飽和濃度が、形成する発光層中での各膜形成成分の所望比の偏りに対応して偏っているため、各膜形成成分間で時間的なずれを生じることなく、ほぼ同時に飽和濃度に達するのである。そして、その後、各膜形成成分は前記所望比に対応した偏りで、それぞれ析出するのである。

【0023】

したがって、各膜形成成分が析出することで得られる発光層（膜）は、前記所望比に対応した偏りのままで連続的に成長し形成されることにより、各膜形成成分が相分離を起こすことなく、所望の比（偏り）で均一に混在したものとなる。よって、このようにして得られた発光層は、良好な発光特性を有するものとなるのである。

【0024】

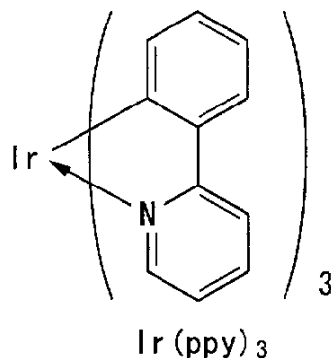
なお、前記発光材料においては、前記膜形成成分が前記燐光材料におけるホスト成分とゲスト成分との2種類であり、形成する発光層中での各膜形成成分の所望比が $x : y$ （ただし、 $x > y$ ）である場合に、前記溶液の前記所定温度における前記各膜形成成分の飽和濃度の比を、前述したように $(x \pm 0.2x) : y$ となるように調製するのが好ましい。このように、各膜形成成分の所望比に対し、前記所定温度における前記各膜形成成分の飽和濃度の比をほぼ $\pm 20\%$ 以内としたことにより、例えば乾燥温度を前記所定温度よりわずかにずらすなどの操作によって、析出する際の各膜形成成分の比を、前記所望比にほぼ一致させることができる。よって、得られる発光層の発光特性を、より良好にすることができる。

【0025】

（実験例）

二成分系の材料として、燐光発光材料である「Tris(4-phenylpyridinato)Ir(III)」(以下、 $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ と記す)と、「4,4-dicarbazole-4,4'-biphenyl」(以下、CBPと記す)とを使用した。ここで、これら化合物のうち、 $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ はゲスト材料となるもので、以下に示す構造を有している。

【化1】



【0026】

10

20

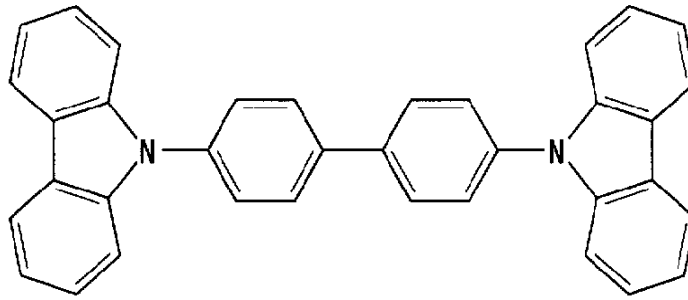
30

40

50

また、CBPはホスト材料となるもので、以下に示す構造を有している。

【化2】



4,4'-dicarbazole-4,4'-biphenyl (CBP)

10

【0027】

まず、これら二種類の材料を有機EL素子の発光層として用いた場合の、二つの材料間の比率（重量比）として、その発光特性が最も良くなる特定の比、つまり本発明における「所望比」を求めた。すなわち、二つの材料間の比率（重量比）を段階的に変えた多種類の溶液を形成し、得られた各溶液をスピコート法で成膜して発光層を形成し、有機EL素子を形成した。なお、これらの溶液については、溶媒としてその沸点が低いものを用いた。これにより、スピコート法で塗布した際、溶媒を迅速に蒸発させることによって溶質である前記各材料（Ir(pppy)<sub>3</sub>とCBP）をほぼ同時に析出させ、相分離をおこさせることなく発光層を形成した。

20

このようにして各発光層を形成し、得られた有機EL素子の発光特性（発光効率）を測定した結果、その重量比が、Ir(pppy)<sub>3</sub>：CBP = 1：10のときに最も高効率となることが分かった。そこで、この重量比を本発明における「所望比」とした。

【0028】

次に、これらIr(pppy)<sub>3</sub>とCBPとを、その「所望比」である1：10（重量比）となるようにして、溶媒に溶解した。この溶媒としては、特にインクジェット法に適用可能とするため、比較的高沸点（240）のシクロヘキシルベンゼン（以下、CHBと記す）を使用した。このCHBは、比較的高い沸点のため、これを溶媒とした溶液をインクジェット装置で吐出（塗布）すると、前述したように平滑な薄膜（発光層）を得ることができる。

30

【0029】

この溶媒（CHB）に対するIr(pppy)<sub>3</sub>とCBPとの溶解性については、特に室温（20）において、Ir(pppy)<sub>3</sub>とCBPとの飽和濃度の比が、重量比で約1：10である。すなわち、CHBに対しては、室温（20）において、CBPの方がIr(pppy)<sub>3</sub>に比べて、約10倍、溶解し易いことになる。

そこで、実際にCHBに対し、Ir(pppy)<sub>3</sub>とCBPとを、重量比で1：10の比率となるように加え、溶解させることで、前述したように溶液（発光材料）を作製した。

【0030】

次いで、この溶液を、公知のインクジェット装置によって基板上に吐出し、その後、この基板を真空乾燥炉に入れ、本発明における所定温度となる室温（20）にて、約10<sup>-4</sup>Torrの真空中で真空（減圧）乾燥し、溶媒を蒸発させて基板上に薄膜（発光層）を形成した。

40

このようにして形成した薄膜（発光層）を電子顕微鏡等で観察したところ、薄膜のいずれの場所においても、Ir(pppy)<sub>3</sub>とCBPとが1：10の比率で均一に混在しており、相分離していないことがわかった。

【0031】

なお、所定温度におけるIr(pppy)<sub>3</sub>とCBPとの飽和濃度の比が、段階的に変化するよう溶媒の種類や飽和濃度の基準となる所定温度を変え、同様に薄膜（発光層）を

50

形成したところ、前記飽和濃度の比が1 : 8から1 : 12の範囲にある溶液についても、例えば乾燥温度を前記所定温度よりわずかにずらすなどの操作により、 $Ir(ppy)_3$ とCBPとが相分離することなく、前記所望比にほぼ一致した状態で均一に混在する薄膜を形成できることがわかった。

#### 【0032】

次に、このような発光材料を用いた有機EL装置の製造方法について説明する。

本実施形態の製造方法は、隔壁形成工程と、プラズマ処理工程と、正孔注入/輸送層形成工程と、表面改質工程と、発光層形成工程と、陰極形成工程と、封止工程とを具備して構成されている。

#### 【0033】

図1に示すように、隔壁形成工程では、必要に応じてTFT等(図示せず)が予め設けられている基板10に形成されたITO等からなる透明電極11上に、無機物バンク層12aと有機物バンク層12bを順次積層することにより、各画素領域を隔てるバンク層(隔壁)12を形成する。

#### 【0034】

無機物バンク層12aは、例えばCVD法、スパッタ法、蒸着法等によって基板10及び透明電極11の全面に $SiO_2$ 、 $TiO_2$ 、 $SiN$ 等の無機物膜(図示せず)を形成し、次にこの無機物膜をエッチング等によりパターンニングして、透明電極11上の画素領域に開口部13aを設けることにより形成する。ただし、このとき、無機物バンク層12aを透明電極11の周縁部まで残しておくものとする。また、無機物バンク層12aの膜厚は50~200nmの範囲が好ましく、特に150nmがよい。

#### 【0035】

次に、基板10、透明電極11、無機物バンク層12aの全面に、有機物膜(図示せず)を形成する。この有機物膜は、アクリル樹脂、ポリイミド樹脂等の有機樹脂を溶媒に溶かしたものを、スピコート、ディップコート等により塗布して形成する。そして、この有機物膜をフォトリソグラフィ技術等によりエッチングし、開口部13bを形成することにより、有機物バンク層12bとする。この有機物バンク層12bの開口部13bは、図1に示すように、無機物バンク層12aの開口部13aよりやや広く形成することが好ましい。これにより、透明電極11上に、無機物バンク層12a及び有機物バンク層12bを貫通する開口部13が形成される。なお、開口部13の平面形状は、円形、楕円、四角、ストライプいずれの形状でも構わないが、インク組成物には表面張力があるため、四角形等の場合には、角部に丸みを持たせる方が好ましい。

#### 【0036】

次にプラズマ処理工程では、バンク層12の表面に、親インク性を示す領域と、撥インク性を示す領域を形成する。このプラズマ処理工程は、予備加熱工程と、全面を親インク性にする親インク化工程と、有機物バンク層12bを撥インク性にする撥インク化工程と、冷却工程とに大別される。

#### 【0037】

予備加熱工程では、バンク層12を含む基板10を所定の温度まで加熱する。加熱は、例えばプラズマ処理室内にて基板10を載せるステージにヒータを取り付け、このヒータで当該ステージごと基板10を、例えば70~80に加熱することにより行う。予備加熱を行うことにより、多数の基板にプラズマ処理を連続的に行った場合でも、処理開始直後と処理終了直前でのプラズマ処理条件をほぼ一定にすることができる。これにより、基板10間のバンク層12のインク組成物に対する親和性を均一化することができる。一定の品質を有する表示装置を製造することができる。また、基板10を予め予備加熱しておくことで、後のプラズマ処理における処理時間を短縮することができる。

#### 【0038】

親インク化工程では、大気雰囲気中で酸素を反応ガスとするプラズマ処理( $O_2$ プラズマ処理)を行う。具体的には、バンク層12を含む基板10を加熱ヒータ内蔵の試料ステージ上に載置し、これにプラズマ状態の酸素を照射する。 $O_2$ プラズマ処理の条件は、例

10

20

30

40

50

例えば、プラズマパワー100～800kW、酸素ガス流量50～100cc/min、基板搬送速度0.5～10mm/sec、基板温度70～90の条件で行われる。このO<sub>2</sub>プラズマ処理により、透明電極11及び無機物バンク層12aの露出面、並びに有機物バンク層12bの全面に水酸基が導入され、親インク性が付与される。

#### 【0039】

次に、撥インク化工程では、大気雰囲気中でテトラフルオロメタン（四フッ化炭素）を反応ガスとするプラズマ処理（CF<sub>4</sub>プラズマ処理）を行う。具体的には、バンク層12を含む基板10を加熱ヒータ内蔵の試料ステージ上に載置し、これにプラズマ状態のテトラフルオロメタン（四フッ化炭素）を照射する。CF<sub>4</sub>プラズマ処理の条件は、例えば、プラズマパワー100～800kW、テトラフルオロメタン（四フッ化炭素）ガス流量50～100SCCM、基板搬送速度0.5～10mm/sec、基板温度70～90の条件で行われる。なお、処理ガスは、テトラフルオロメタン（四フッ化炭素）に限らず、他のフルオロカーボン系のガスを用いることができる。CF<sub>4</sub>プラズマ処理により、先の工程で親インク性が付与された有機物バンク層にフッ素基が導入されて撥インク性が付与される。有機物バンク層12bを構成するアクリル樹脂、ポリイミド樹脂等の有機物は、プラズマ状態のフルオロカーボンを照射することで容易に水酸基がフッ素基で置換され、撥インク化させることができるものである。一方、透明電極11及び無機物バンク層12aの露出面もこのCF<sub>4</sub>プラズマ処理の影響を多少受けるが、親和性に影響を与えることはない。

#### 【0040】

次に、冷却工程として、プラズマ処理のために加熱された基板10を室温にまで冷却する。具体的には、例えば、プラズマ処理後の基板10を、水冷プレート上に載置して冷却する。プラズマ処理後の基板10を室温、または所定の温度（例えばインクジェット工程を行う管理温度）まで冷却することにより、次の正孔注入/輸送層形成工程を一定の温度で行うことができる。これにより、インクジェット法で正孔注入/輸送層材料を含む液状体を吐出させる際に、液滴を一定の容積で連続して吐出させることができ、正孔注入/輸送層を均一に形成することができる。

#### 【0041】

前記のプラズマ処理工程では、材質が異なる有機物バンク層12a及び無機物バンク層12bに対して、O<sub>2</sub>プラズマ処理とCF<sub>4</sub>プラズマ処理とを順次行うことにより、バンク層12に親インク性の領域と撥インク性の領域を容易に設けることができる。

#### 【0042】

次に、正孔注入/輸送層形成工程では、インクジェット法により、正孔注入/輸送層材料を含む液状体（インク組成物）15を透明電極11上の開口部13に吐出した後に乾燥処理及び熱処理を行い、正孔注入/輸送層16を形成する。なお、この正孔注入/輸送層形成工程以降は、水分、酸素の無い、窒素雰囲気、アルゴン雰囲気等の不活性ガス雰囲気で行うことが好ましい。図2に示すように、インクジェットヘッド14に正孔注入/輸送層材料を含む液状体（インク組成物）15を充填し、インクジェットヘッド14の吐出ノズルを開口部13に対向させ、インクジェットヘッド14と基板10とを相対移動させながら、インクジェットヘッド14から1滴当たりの液量が制御された液状体15を透明電極11上に吐出する。

#### 【0043】

ここで用いる液状体15としては、例えば、ポリエチレンジオキシチオフェン（PEDOT）等のポリチオフェン誘導体とポリスチレンスルホン酸（PSS）等の混合物を、極性溶媒に溶解させたインク組成物を用いることができる。極性溶媒としては、例えば、イソプロピルアルコール（IPA）、ノルマルブタノール、 $\gamma$ -ブチロラクトン、N-メチルピロリドン（NMP）、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン（DMI）及びその誘導体、カルビト-ルアセテート、ブチルカルビト-ルアセテート等のグリコールエーテル類等を挙げることができる。なお、正孔注入/輸送層16の材料については、赤色（R）・緑色（G）・青色（B）の各発光層に対して同じ材料を用いても良く、各発光層毎に

10

20

30

40

50

変えても良い。

【0044】

吐出された液状体15は、開口部13の親インク処理された透明電極11及び無機物バンク層12aに広がる。そして、液状体15が所定の吐出位置からはずれて有機物バンク層12b上に吐出されたとしても、有機物バンク層12bが液状体15で濡れることなく、はじかれた液状体15が開口部13内に転がり込む。

【0045】

液状体15の吐出量は、開口部13の大きさ、形成しようとする正孔注入/輸送層の厚さ、液状体15中の正孔注入/輸送層材料の濃度等により決定される。また、液状体15は1回のみならず、数回に分けて同一の開口部13に吐出しても良い。この場合、各回における液状体15の量は同一でも良く、各回毎にインク量を変えても良い。さらに同一の開口部13内の同一箇所のみならず、各回毎に開口部13内の異なる箇所に液状体15を吐出しても良い。

10

【0046】

次に、図3に示すように、吐出後の液状体15を乾燥処理して液状体15に含まれる極性溶媒を蒸発させることにより、正孔注入/輸送層16を形成する。この乾燥処理は、例えば窒素雰囲気中、室温で圧力を133.3Pa(1Torr)程度にして行う。圧力が低すぎると液状体15が突沸してしまうので好ましくない。また、液状体15はバンク12の周壁面にも若干残留して付着するが、温度が室温を越えると、極性溶媒の蒸発速度が高まり、この残留付着量が過剰になってしまう。したがって、乾燥処理の温度は室温以下とすることが好ましい。乾燥処理後は、窒素中、好ましくは真空中で200で10分程度加熱する熱処理を行うことで、正孔注入/輸送層16内に残存する極性溶媒や水を除去することが好ましい。

20

【0047】

上記の正孔注入/輸送層形成工程では、吐出された液状体15が、親インク性の透明電極11及び無機物バンク層12aの露出面部になじむ一方で、撥インク処理された有機物バンク層12bにはほとんど付着しないので、液状体15が有機物バンク層12bの上に誤って吐出された場合でも、液状体15がはじかれて透明電極11及び無機物バンク層12aの露出面部に転がり込む。これにより、透明画素電極11上に正孔注入/輸送層16を確実に形成することができる。

30

【0048】

次に、発光層形成工程では、前述した本発明の発光材料17をインク組成物として用い、インクジェット法により、図4に示すように前記正孔注入/輸送層16上に吐出する。なお、発光層を形成するための発光材料としては、赤色(R)、緑色(G)、青色(B)の各色に対応した材料(インク組成物)全てについて、前記本発明の発光材料を用いることなく、これらのうちの一種または二種については、従来より用いられている単成分系の発光材料、例えば蛍光発光材料(蛍光材料)を用いることもできる。

このような単成分系の発光材料としては、フルオレン系高分子誘導体や、(ポリ)パラフェニレンピニレン誘導体、ポリフェニレン誘導体、ポリフルオレン誘導体、ポリビニルカルバゾール、ポリチオフェン誘導体、ペリレン系色素、クマリン系色素、ローダミン系色素等を用いることができる。

40

【0049】

そして、これら発光材料17を前記正孔注入/輸送層16上に吐出した後、各発光材料毎に乾燥処理することで、図5に示すように発光層18a、18b、18cを順次形成する。ここで、乾燥処理については、特に発光材料として前述した本発明の発光材料を用いた場合、前記の本発明における所定温度を乾燥温度として乾燥することにより、発光層18a、18b、18cを形成する。このようにして乾燥することで、特に本発明の発光材料から形成された発光層17は、前述したように各膜形成成分(溶質)が相分離を起こすことなく、配合された所望の比で均一に混在したものとなる。すなわち、単一の画素内(バンク層12内)において、各膜形成成分がむらなく均一に混ざり合った状態となるので

50

ある。なお、乾燥に際しては、特に前記所定温度が室温程度である場合、加熱乾燥でなく真空乾燥や減圧乾燥を採用することで、迅速にかつ良好に発光層 18 a、18 b、18 c を形成することができる。

#### 【0050】

次いで、陰極形成工程では、図 6 に示すように発光層 18 a、18 b、18 c 及び有機物バンク層 12 b の全面に、陰極 19 を形成する。陰極 19 は、複数の材料を積層して形成しても良い。例えば、発光層に近い側には仕事関数が小さい材料で形成することが好ましく、例えば Ca、Ba 等を用いることが可能である。また、上部側（封止側）には下部側（発光層側）の陰極層よりも仕事関数が高いものが好ましく、例えば Al 膜、Ag 膜、Mg / Ag 積層膜等からなることが好ましい。また、その厚さは、例えば 100 ~ 1000 nm の範囲が好ましく、特に 200 ~ 500 nm 程度がよい。これらの陰極（陰極層）は、例えば蒸着法、スパッタ法、CVD 法等で形成することが好ましく、特に蒸着法で形成することが、発光層 18 a、18 b、18 c の熱による損傷を防止できる点で好ましい。また、陰極 19 上に、酸化防止のため SiO、SiO<sub>2</sub>、SiN 等の保護層を設けても良い。

10

#### 【0051】

最後に封止工程では、陰極 19 上の全面に熱硬化樹脂または紫外線硬化樹脂からなる封止材を塗布し、封止層 20 を形成する。さらに、封止層 20 上に封止用基板（図示せず）を積層する。封止工程は、窒素、アルゴン、ヘリウム等の不活性ガス雰囲気で行うことが好ましい。大気中で行うと、反射層にピンホール等の欠陥が生じていた場合にこの欠陥部分から水や酸素等が陰極 19 に侵入して陰極 19 が酸化されるおそれがあるので好ましくない。このようにして、図 6 に示すような有機 EL 装置 100 が得られる。

20

#### 【0052】

このようにして得られた有機 EL 装置 100 にあっては、前述したように発光層 17 が、各膜形成成分（溶質）間で相分離を起こすことなく、配合された所望の比で均一に混在したものとなっているので、良好な発光特性を有するものとなる。

なお、本発明の有機 EL 装置は、前記実施形態に限定されることなく、種々の変形が可能である。例えば、R、G、B の発光層を備えることでフルカラー表示としているが、いずれか一つの単色光のみを発光するようにして、光源として用いることもできる。また、特に光源として前記有機 EL 装置 100 を用いる場合、前記の R、G、B の発光層 18 a、18 b、18 c を同時に発光させることで、白色光を出射する白色光源とすることもできる。

30

#### 【0053】

次に、前記の有機 EL 装置 100 を表示部として備えた電子機器の具体例について説明する。図 7 (a) は、携帯電話の一例を示した斜視図である。図 7 (a) において、符号 600 は携帯電話本体を示し、符号 601 は表示部としての前記有機 EL 装置を示している。図 7 (b) は、ワープロ、パソコンなどの携帯型情報処理装置の一例を示した斜視図である。図 7 (b) において、符号 700 は情報処理装置、符号 701 はキーボードなどの入力部、符号 703 は情報処理装置本体、符号 702 は表示部としての前記有機 EL 装置を示している。図 7 (c) は、腕時計型電子機器の一例を示した斜視図である。図 7 (c) において、符号 800 は時計本体を示し、符号 801 は表示部としての前記有機 EL 装置を示している。本実施形態によれば、発光特性に優れた表示装置を備える電子機器となる。

40

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0054】

【図 1】本発明に係る有機 EL 装置の製造方法の工程を示す断面図。

【図 2】図 1 に続く有機 EL 装置の製造方法の工程を示す断面図。

【図 3】図 2 に続く有機 EL 装置の製造方法の工程を示す断面図。

【図 4】図 3 に続く有機 EL 装置の製造方法の工程を示す断面図。

【図 5】図 4 に続く有機 EL 装置の製造方法の工程を示す断面図。

50

【図6】図5に続く有機EL装置の製造方法の工程を示す断面図。

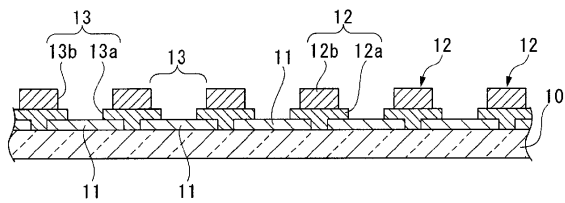
【図7】電子機器の一実施形態を示す図。

【符号の説明】

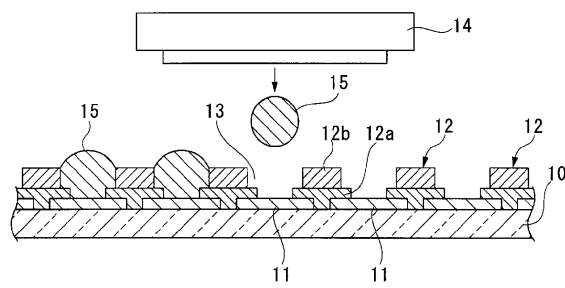
【0055】

17...液状体(発光材料)、18a、18b、18c...発光層、100...有機EL装置

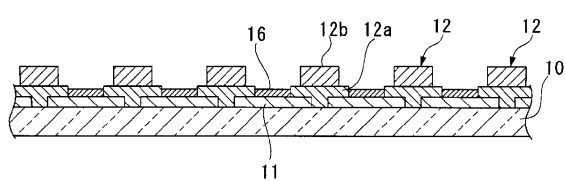
【図1】



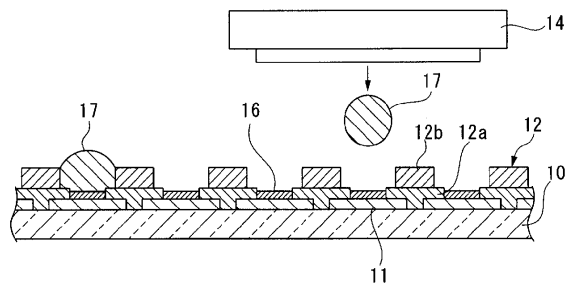
【図2】



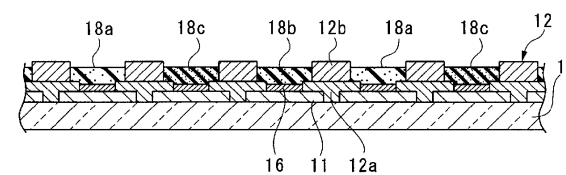
【図3】



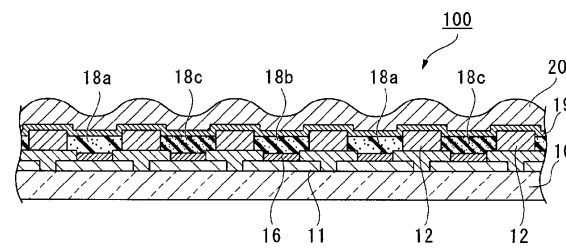
【図4】



【図5】

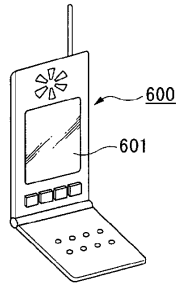


【図6】

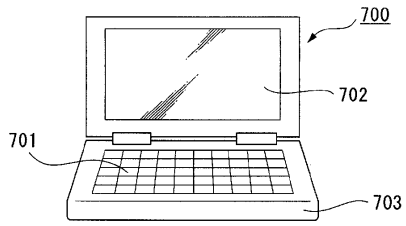


【 図 7 】

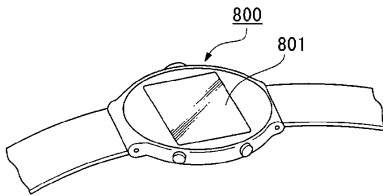
( a )



( b )



( c )



---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2001-279134(JP,A)  
特表2005-518079(JP,A)  
特開2002-371196(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
H05B 33/00 - 33/28  
H01L 51/50 - 51/56

专利名称(译)	发光材料和制造有机EL器件的方法		
公开(公告)号	<a href="#">JP4168999B2</a>	公开(公告)日	2008-10-22
申请号	JP2004347203	申请日	2004-11-30
[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		
当前申请(专利权)人(译)	精工爱普生公司		
[标]发明人	深瀬章夫		
发明人	深瀬 章夫		
IPC分类号	H01L51/50 H05B33/10		
CPC分类号	H05B33/10 H01L27/3211 H01L51/0005 H01L51/0007 H01L51/0085 H01L51/5016 H01L51/56		
FI分类号	H05B33/14.B H05B33/10		
F-TERM分类号	3K007/AB01 3K007/AB18 3K007/DB03 3K007/FA01 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC21 3K107/CC33 3K107/CC45 3K107/DD53 3K107/DD67 3K107/DD68 3K107/DD70 3K107/FF14 3K107/GG08 3K107/GG28		
代理人(译)	正和青山		
其他公开文献	JP2006156824A		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		

摘要(译)

要解决的问题：提供能够形成以所需比率均匀混合而不引起多个组分相分离的发光层的发光材料，使用该发光材料制造有机EL器件的方法，以及有机EL器件到。用于形成发光层的发光材料是用于通过液相法成膜的成膜材料。由多个成膜组分和能够溶解这些成膜组分的溶剂组成的溶液，其偏向所形成的发光层中每个成膜组分的所需比例，并且每个成膜组分具有所需的比例它以几乎相同的比例制备并溶解在溶剂中。在溶液的预定温度下每种成膜组分的饱和浓度对应于所需比率的偏差而偏置。

【选择图】无

