

(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2006-331677

(P2006-331677A)

(43) 公開日 平成18年12月7日(2006.12.7)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
H05B 33/10	(2006.01)	H05B 33/10		3K007
H01L 51/50	(2006.01)	H05B 33/14	A	

審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 26 頁)

(21) 出願番号	特願2005-149356 (P2005-149356)	(71) 出願人	000001270
(22) 出願日	平成17年5月23日 (2005.5.23)		コニカミノルタホールディングス株式会社
			東京都千代田区丸の内一丁目6番1号
		(72) 発明者	高嶋 伸彦
			東京都日野市さくら町1番地コニカミノル
			タテクノロジーセンター株式会社内
		(72) 発明者	▲高▼島 洋祐
			東京都日野市さくら町1番地コニカミノル
			タテクノロジーセンター株式会社内
		(72) 発明者	村山 真昭
			東京都日野市さくら町1番地コニカミノル
			タテクノロジーセンター株式会社内
		(72) 発明者	吉田 哲也
			東京都日野市さくら町1番地コニカミノル
			タテクノロジーセンター株式会社内
		Fターム(参考)	3K007 AB18 DB03 FA01

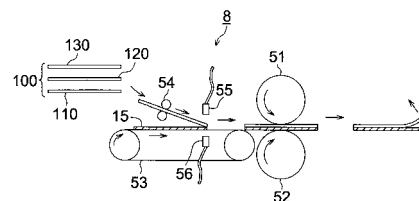
(54) 【発明の名称】 転写材料の形成方法、有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法及び有機エレクトロルミネッセンス素子

(57) 【要約】

【課題】 有機化合物を樹脂材料からなる仮支持体に形成した転写材を、支持体に転写して有機EL素子を作成することにおいて、転写材形成時および転写時の加熱による仮支持体の熱収縮にともなう、転写時の画素の転写位置ずれを防止する。

【解決手段】 仮支持体に有機化合物を形成する前に、予め仮支持体を50℃乃至200℃において1分間以上加熱処理して熱収縮させ、転写材形成時および転写時の加熱による仮支持体の熱収縮を減少させる。

【選択図】 図8



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

仮支持体上に、有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料を有する転写材料の形成方法において、

前記仮支持体を 50℃以上 200℃以下の雰囲気中で 1 分間以上加熱処理する熱処理工程と、前記熱処理工程で熱処理された仮支持体上に有機エレクトロルミネッセンス用有機材料を塗設する工程とを含むことを特徴とする転写材料の形成方法。

【請求項 2】

前記仮支持体が、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、ポリエーテルサルホンまたはポリカーボネイトの何れかであることを特徴とする請求項 1 に記載の転写材料の形成方法。

10

【請求項 3】

前記有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料が、発光材料であることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の転写材料の形成方法。

【請求項 4】

前記有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料が、正孔輸送材料であることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の転写材料の形成方法。

【請求項 5】

前記有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料が、電子輸送材料であることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の転写材料の形成方法。

20

【請求項 6】

前記熱処理工程における仮支持体の雰囲気温度は、60℃以上 150℃以下であることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 5 の何れか 1 項に記載の転写材料の形成方法。

【請求項 7】

前記仮支持体の熱処理時間は、5 分以上 3 時間以下であることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 6 の何れか 1 項に記載の転写材料の形成方法。

【請求項 8】

有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法において、支持体に、請求項 1 乃至請求項 7 の何れか 1 項に記載の転写材料の形成方法で形成された転写材料を重ねて、該支持体に前記有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料を転写する転写工程を含むことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法。

30

【請求項 9】

請求項 8 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法で製造されたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、転写材料の形成方法、有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法及び有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【背景技術】

40

【0002】

近年、フラットディスプレイなどの表示装置や、電子写真複写機、プリンターなどの光源に有機エレクトロルミネッセンス（EL）素子の使用が検討されている。

【0003】

この有機 EL 素子は蛍光性有機化合物の非常に薄い薄膜を陽極と陰極ではさみ電流を流すことで発光する電流駆動型発光素子である。通常、有機物は絶縁体であるが有機層の膜厚を非常に薄くすることにより電流注入が可能となり有機 EL 素子として駆動する事が可能となる。そして 10 V 以下の低電圧で駆動することが可能であり、これにより高効率な発光を得ることも可能なため将来のディスプレイとして注目を浴びている。

【0004】

50

特に最近においては従来の励起一重項を用いる有機EL素子の効率を遙かにしのぐ励起三重項を用いるリン光発光有機EL素子がS. R. Forrest等により見い出されている (Appl. Phys. Lett. (1999), 75 (1), 4-6)。さらにC. Adachi等が報告 (J. Appl. Phys., 90, 5048 (2001)) しているように60 lm/Wにも及ぶ視感度効率を出すまでに及び、このような素子はディスプレイのみならず、照明への応用が期待される。

【0005】

現在、有機EL材料には低分子系材料のものと高分子系材料のものが有る。

【0006】

低分子系材料を用いてEL素子を製造するには高真空での蒸着を行う。低分子系材料は昇華精製する事が可能で、精製が行いやすく、高純度な有機EL材料を用いることができ、更に積層構造を作るのが容易なため、効率、寿命という面で非常に優れている。 10

【0007】

しかしながら 10^{-4} Pa以下という高真空条件下で蒸着を行うため、操作が複雑でコストも高く製造の観点からは必ずしも好ましくない。また、リン光発光有機EL素子で用いられるようなリン光ドーパントについても、大面積でムラ無く、複数のドーパントを蒸着で素子に導入するのは困難であり、コスト的にも技術的にも難しいと言わざるを得ない。

【0008】

それに対し高分子系材料及び低分子系材料でも溶液化されたものは製造にスピンコート、インクジェット、印刷といったウェットプロセス (湿式法) を採用することができる。つまり大気圧下で製造することができるためコストが安くすむメリットがある。更に溶液で調製して薄膜にするため、ドーパント等の調整がしやすく、大面積に対してもムラができにくいという特徴がある。これは有機EL素子の照明用途やフルカラーのパネルにはコスト、製造技術という面で非常にメリットがあると言える。 20

【0009】

しかしながら、ウェットプロセスを用いて積層構造を得るためには、界面での溶解の影響があり、材料と溶媒の選定に制約があること及び材料の化学的処理や物理的処理が可能な形態にしなければならないことが生じる。

【0010】

この点で転写による、有機EL用有機材料の積層は界面での混合の影響が少なく、材料処方の制約が少なくなるため、積層化がし易いという利点を有する。 30

【0011】

前述の有機EL素子の製造方法において、転写材料を構成する仮基材 (仮支持体) に青、緑及び赤の3色の発光画素がパターンニングされた有機薄膜層を設けてなる転写材料を、支持基材 (支持体) の被成膜面に密着させ、加熱した後、前記仮基材を引き剥がし、青、緑及び赤の3色の発光画素がパターンニングされた有機薄膜層を前記支持基材に転写する方法が開示されている (例えば、特許文献1参照)。

【特許文献1】特開2002-260854号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

特許文献1には、湿式有機薄膜形成法による有機EL素子の転写材料及びそれを用いた有機EL素子の製造方法が開示されている。しかし、前記転写材料を構成する仮基材は樹脂材料が用いられており、転写材形成時および転写時の加熱により熱収縮をとまなうため、転写時に所定の画素位置からずれた位置に転写されるという問題が発生し易いことがわかった。

【0013】

本発明は、上記状況に鑑みなされたもので、転写時の画素ズレを防止し、転写による有機EL層形成時のパターンニング精度向上と生産安定性図り、高品質で生産性の高い有機EL素子を製造する製造方法を提供することを目的とする。 50

【課題を解決するための手段】

【0014】

上記目的は、下記の構成により達成される。

(請求項1)

仮支持体上に、有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料を有する転写材料の形成方法において、

前記仮支持体を50℃以上200℃以下の雰囲気中で1分間以上加熱処理する熱処理工程と、前記熱処理工程で熱処理された仮支持体上に有機エレクトロルミネッセンス用有機材料を塗設する工程とを含むことを特徴とする転写材料の形成方法。

(請求項2)

前記仮支持体が、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、ポリエーテルサルホンまたはポリカーボネイトの何れかであることを特徴とする請求項1に記載の転写材料の形成方法。

(請求項3)

前記有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料が、発光材料であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の転写材料の形成方法。

(請求項4)

前記有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料が、正孔輸送材料であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の転写材料の形成方法。

(請求項5)

前記有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料が、電子輸送材料であることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の転写材料の形成方法。

(請求項6)

前記熱処理工程における仮支持体の雰囲気温度は、60℃以上150℃以下であることを特徴とする請求項1乃至請求項5の何れか1項に記載の転写材料の形成方法。

(請求項7)

前記仮支持体の熱処理時間は、5分以上3時間以下であることを特徴とする請求項1乃至請求項6の何れか1項に記載の転写材料の形成方法。

(請求項8)

有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法において、支持体に、請求項1乃至請求項7の何れか1項に記載の転写材料の形成方法で形成された転写材料を重ねて、該支持体に前記有機エレクトロルミネッセンス素子用有機材料を転写する転写工程を含むことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法。

(請求項9)

請求項8に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子の製造方法で製造されたことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【発明の効果】

【0015】

本発明によれば、仮支持体に有機EL用有機材料を塗設する前に、前記仮支持体に加熱処理を行い、予め熱収縮させておくことにより、前述の有機EL用有機材料の塗設時及び転写時の加熱による仮支持体の熱収縮を減少させることができ、転写時に所定の画素位置からずれた位置に転写されるという問題を防止できる。これにより、転写による有機EL層形成時のパターンニング精度向上が図れ、生産安定性があり高品質な有機EL素子の形成方法を提供することが可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

以下に本発明に係る有機EL素子の構成層と一般構成、及び有機EL用転写材料と有機EL層の形成方法の形態について順次説明する。

【0017】

なお、図10に、本発明に係る有機EL素子の一実施形態として、パッシブマトリック

10

20

30

40

50

ス方式のフルカラー有機EL素子の層構成（図10（a））、及び図10（a）の矢示A方向から見た正面図（図10（b））を示したが、本発明に係る有機EL素子はこれに限定されるものではない。

【0018】

フルカラー有機EL素子800は、支持体15上に、陽極802、正孔輸送層803、発光層804、電子輸送層805、陰極806をそれぞれパターン様に形成し、支持体15、バリアフィルム807及び接着層808でこれらの各層を封入した構成となっている。

【0019】

＜有機EL素子の構成層と一般構成＞

本発明に係る有機EL素子の層構成の好ましい具体例を下記に示すが、以下の形態に限定されるものではない。

- （1）陽極／発光層／電子輸送層／陰極
- （2）陽極／正孔輸送層／発光層／電子輸送層／陰極
- （3）陽極／正孔輸送層／発光層／正孔阻止層／電子輸送層／陰極
- （4）陽極／正孔輸送層／発光層／正孔阻止層／電子輸送層／陰極バッファ層（以下、電子注入層とも言う）／陰極
- （5）陽極／陽極バッファ層（以下、正孔注入層とも言う）／正孔輸送層／発光層／正孔阻止層／電子輸送層／陰極バッファ層／陰極

ここで、発光層は、発光極大波長が各々430nm～480nm、510nm～550nm、600nm～640nmの範囲にある少なくとも3層の発光層を有する。

【0020】

発光層は、フルカラーの場合においては、各色をパターンニングすることで達成される。

【0021】

《陽極》

有機EL素子における陽極としては、仕事関数の大きい（4eV以上）金属、合金、電気伝導性化合物及びこれらの混合物を電極物質とするものが好ましく用いられる。このような電極物質の具体例としてはAu等の金属、CuI、インジウムチンオキシド（ITO）、SnO₂、ZnO等の導電性透明材料が挙げられる。また、IDIXO（In₂O₃-ZnO）等非晶質で透明導電膜を作製可能な材料を用いてもよい。陽極はこれらの電極物質を蒸着やスパッタリング等の方法により、薄膜を形成させ、フォトリソグラフィー法で所望の形状のパターンを形成してもよく、あるいはパターン精度をあまり必要としない場合は（100μm以上程度）、上記電極物質の蒸着やスパッタリング時に所望の形状のマスクを介してパターンを形成してもよい。あるいは、有機導電性化合物のように塗布可能な物質を用いる場合には、印刷方式、コーティング方式など湿式製膜法を用いることもできる。この陽極より発光を取り出す場合には、透過率を10%より大きくすることが望ましく、また陽極としてのシート抵抗は数百Ω/□以下が好ましい。更に膜厚は材料にもよるが、通常10nm～1000nm、好ましくは10nm～200nmの範囲で選ばれる。

【0022】

《陰極》

一方、陰極としては、仕事関数の小さい（4eV以下）金属（電子注入性金属と称する）、合金、電気伝導性化合物及びこれらの混合物を電極物質とするものが用いられる。このような電極物質の具体例としては、ナトリウム、ナトリウム-カリウム合金、マグネシウム、リチウム、マグネシウム／銅混合物、マグネシウム／銀混合物、マグネシウム／アルミニウム混合物、マグネシウム／インジウム混合物、アルミニウム／酸化アルミニウム（Al₂O₃）混合物、インジウム、リチウム／アルミニウム混合物、希土類金属等が挙げられる。これらの中で、電子注入性及び酸化等に対する耐久性の点から、電子注入性金属とこれより仕事関数の値が大きく安定な金属である第二金属との混合物、例えば、マグネシウム／銀混合物、マグネシウム／アルミニウム混合物、マグネシウム／インジウム混合

10

20

30

40

50

物、アルミニウム／酸化アルミニウム (Al_2O_3) 混合物、リチウム／アルミニウム混合物、アルミニウム等が好適である。陰極はこれらの電極物質を蒸着やスパッタリング等の方法により薄膜を形成させることにより、作製することができる。また、陰極としてのシート抵抗は数百 $\Omega/\square$ 以下が好ましく、膜厚は通常 10 nm $\sim$ 5 μm 、好ましくは 50 nm $\sim$ 200 nm の範囲で選ばれる。なお、発光した光を透過させるため、有機 EL 素子の陽極または陰極のいずれか一方が、透明または半透明であれば発光輝度が向上し好都合である。

【0023】

また、陰極に上記金属を 1 nm $\sim$ 20 nm の膜厚で作製した後に、陽極の説明で挙げた導電性透明材料をその上に作製することで、透明または半透明の陰極を作製することができる。10

【0024】

次に、有機 EL 素子の構成層として用いられる、機能層に関し説明する。

【0025】

《注入層：電子注入層、正孔注入層》

注入層は必要に応じて設け、電子注入層と正孔注入層があり、上記の如く陽極と発光層または正孔輸送層の間、及び陰極と発光層または電子輸送層との間に存在させてもよい。

【0026】

注入層とは、駆動電圧低下や発光輝度向上のために電極と有機層間に設けられる層のことで、「有機 EL 素子とその工業化最前線（1998 年 11 月 30 日エヌ・ティー・エス社発行）」の第 2 編第 2 章「電極材料」（123 $\sim$ 166 頁）に詳細に記載されており、正孔注入層（陽極バッファ層）と電子注入層（陰極バッファ層）とがある。20

【0027】

陽極バッファ層（正孔注入層）は、特開平 9-45479 号公報、同 9-260062 号公報、同 8-288069 号公報等にもその詳細が記載されており、具体例として、銅フタロシアニンに代表されるフタロシアニンバッファ層、酸化バナジウムに代表される酸化物バッファ層、アモルファスカーボンバッファ層、ポリアニリン（エメラルディン）やポリチオフェン等の導電性高分子を用いた高分子バッファ層等が挙げられる。

【0028】

陰極バッファ層（電子注入層）は、特開平 6-325871 号公報、同 9-17574 号公報、同 10-74586 号公報等にもその詳細が記載されており、具体的にはストロンチウムやアルミニウム等に代表される金属バッファ層、フッ化リチウムに代表されるアルカリ金属化合物バッファ層、フッ化マグネシウムに代表されるアルカリ土類金属化合物バッファ層、酸化アルミニウムに代表される酸化物バッファ層等が挙げられる。上記バッファ層（注入層）はごく薄い膜であることが望ましく、素材にもよるがその膜厚は 0.1 nm $\sim$ 5 μm の範囲が好ましい。30

【0029】

《阻止層：正孔阻止層、電子阻止層》

阻止層は、上記の如く、有機化合物薄膜の基本構成層の他に必要に応じて設けられるものである。例えば、特開平 11-204258 号公報、同 11-204359 号公報、及び「有機 EL 素子とその工業化最前線（1998 年 11 月 30 日エヌ・ティー・エス社発行）」の 237 頁等に記載されている正孔阻止（ホールブロック）層がある。40

【0030】

正孔阻止層とは広い意味では電子輸送層の機能を有し、電子を輸送する機能を有しつつ正孔を輸送する能力が著しく小さい正孔阻止材料からなり、電子を輸送しつつ正孔を阻止することで電子と正孔の再結合確率を向上させることができる。また、後述する電子輸送層の構成を必要に応じて、本発明に係る正孔阻止層として用いることができる。

【0031】

一般に有機 EL 素子の正孔阻止層は、発光層に隣接して設けられていることが好ましい 50

。

【0032】

一方、電子阻止層とは広い意味では正孔輸送層の機能を有し、正孔を輸送する機能を有しつつ電子を輸送する能力が著しく小さい材料からなり、正孔を輸送しつつ電子を阻止することで電子と正孔の再結合確率を向上させることができる。また、後述する正孔輸送層の構成を必要に応じて電子阻止層として用いることができる。本発明に係る正孔阻止層、電子輸送層の膜厚としては好ましくは3 nm～100 nmで有り、更に好ましくは5 nm～30 nmである。

【0033】

本発明においては、注入層、阻止層は形成していないが、適宜使用することも可能である。 10

【0034】

《発光層》

本発明に係る発光層は、電極または電子輸送層、正孔輸送層から注入されてくる電子及び正孔が再結合して発光する層であり、発光する部分は発光層の層内であっても発光層と隣接層との界面であってもよい。

【0035】

(ホスト化合物)

本発明の有機EL素子の発光層には、以下に示すホスト化合物とリン光性化合物（リン光発光性化合物ともいう）が含有されることが好ましい。 20

【0036】

ここで、本発明においてホスト化合物とは、発光層に含有される化合物の中で、その層中での質量比が20%以上であり、かつ室温（25℃）においてリン光発光のリン光量子収率が、0.1未満の化合物と定義される。好ましくはリン光量子収率が0.01未満である。

【0037】

ホスト化合物としては、公知のホスト化合物を単独で用いてもよく、または複数種併用して用いてもよい。ホスト化合物を複数種用いることで、電荷の移動を調整することが可能であり、有機EL素子を高効率化することができる。また、リン光性化合物を複数種用いることで、異なる発光を混ぜることが可能となり、これにより任意の発光色を得ることができる。リン光性化合物の種類、ドーパ量を調整することで白色発光が可能であり、照明、バックライトへの応用もできる。 30

【0038】

これらの公知のホスト化合物としては、正孔輸送能、電子輸送能を有しつつ、且つ発光の長波長化を防ぎ、なお且つ高T_g（ガラス転移温度）である化合物が好ましい。

【0039】

公知のホスト化合物の具体例としては、以下の文献に記載されている化合物が挙げられる。

【0040】

特開2001-257076号公報、同2002-308855号公報、同2001-313179号公報、同2002-319491号公報、同2001-357977号公報、同2002-334786号公報、同2002-8860号公報、同2002-334787号公報、同2002-15871号公報、同2002-334788号公報、同2002-43056号公報、同2002-334789号公報、同2002-75645号公報、同2002-338579号公報、同2002-105445号公報、同2002-343568号公報、同2002-141173号公報、同2002-352957号公報、同2002-203683号公報、同2002-363227号公報、同2002-231453号公報、同2003-3165号公報、同2002-234888号公報、同2003-27048号公報、同2002-255934号公報、同2002-260861号公報、同2002-280183号公報、同2002-299060号公 40 50

報、同2002-302516号公報、同2002-305083号公報、同2002-305084号公報、同2002-308837号公報等。

【0041】

本発明においては、複数の発光層を有するが、これら各層のホスト化合物の50質量%以上が同一の化合物であることが、有機層全体に渡って均質な膜性状を得やすいことから好ましく、更には該化合物の燐光発光エネルギーが2.9 eV以上であることが、ドープメントからのエネルギー移動を効率的に抑制し、高輝度を得る上で有利となることから好ましい。

【0042】

(リン光性化合物(リン光発光性化合物))

10

発光層に使用される材料(以下、発光材料という)としては、上記のホスト化合物を含有すると同時に、リン光性化合物を含有することが好ましい。これにより、より発光効率の高い有機EL素子とすることができる。

【0043】

本発明に係るリン光性化合物は、励起三重項からの発光が観測される化合物であり、室温(25℃)にてリン光発光する化合物であり、リン光量子収率が、25℃において0.01以上の化合物である。リン光量子収率は好ましくは0.1以上である。上記リン光量子収率は、第4版実験化学講座7の分光IIの398頁(1992年版、丸善)に記載の方法により測定できる。溶液中でのリン光量子収率は種々の溶媒を用いて測定できるが、本発明に用いられるリン光性化合物は、任意の溶媒のいずれかにおいて上記リン光量子収率が達成されればよい。

20

【0044】

リン光性化合物の発光は原理としては2種挙げられ、一つはキャリアが輸送されるホスト化合物上でキャリアの再結合が起こってホスト化合物の励起状態が生成し、このエネルギーをリン光性化合物に移動させることでリン光性化合物からの発光を得るというエネルギー移動型、もう一つはリン光性化合物がキャリアトラップとなり、リン光性化合物上でキャリアの再結合が起こりリン光性化合物からの発光が得られるというキャリアトラップ型であるが、いずれの場合においても、リン光性化合物の励起状態のエネルギーはホスト化合物の励起状態のエネルギーよりも低いことが条件である。

【0045】

30

リン光性化合物は、有機EL素子の発光層に使用される公知のものの中から適宜選択して用いることができる。

【0046】

本発明で用いられるリン光性化合物としては、好ましくは元素の周期表で8族~10族の金属を含有する錯体系化合物であり、更に好ましくはイリジウム化合物、オスmium化合物、または白金化合物(白金錯体系化合物)、希土類錯体であり、中でも最も好ましいのはイリジウム化合物である。

【0047】

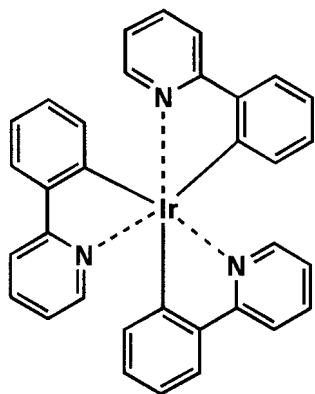
以下に、リン光性化合物の具体例を示すが、本発明はこれらに限定されない。これらの化合物は、例えば、Inorg. Chem. 40巻、1704~1711に記載の方法等により合成できる。

40

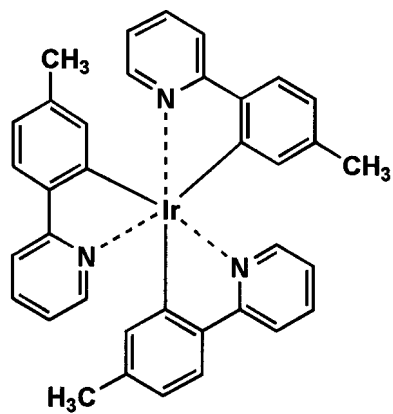
【0048】

【化 1】

Ir-1

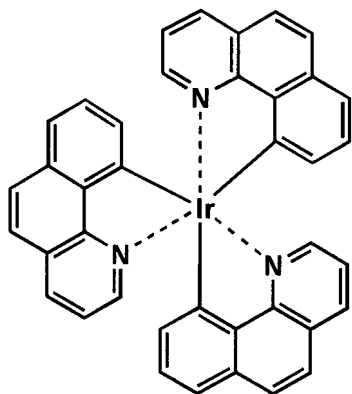


Ir-2

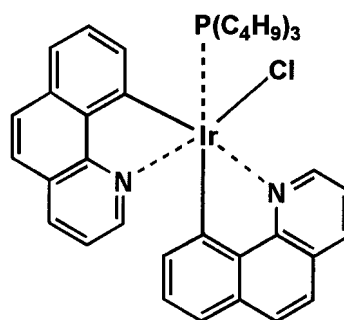


10

Ir-3

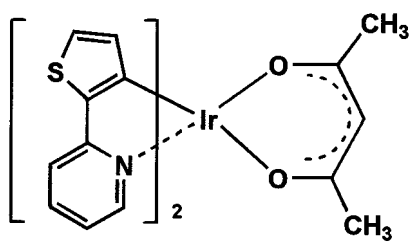


Ir-4



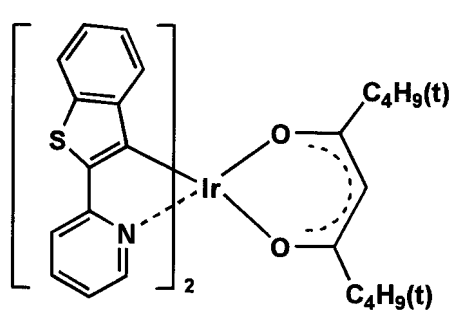
20

Ir-5



30

Ir-6

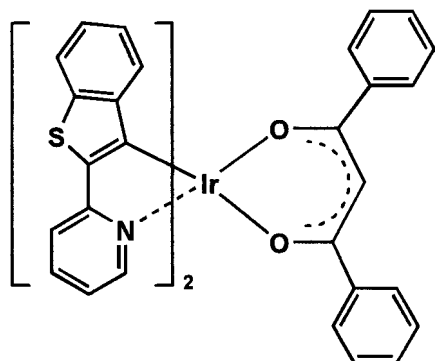


40

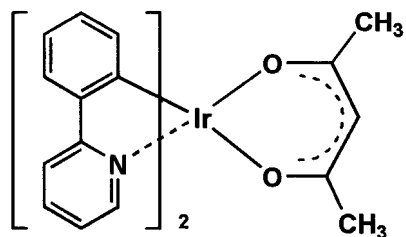
【 0 0 4 9 】

【化 2】

Ir-7

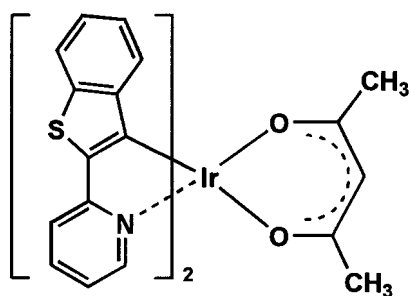


Ir-8

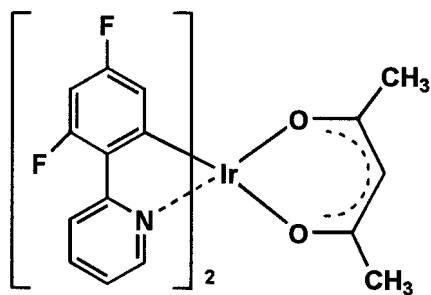


10

Ir-9

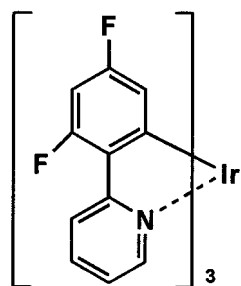


Ir-10

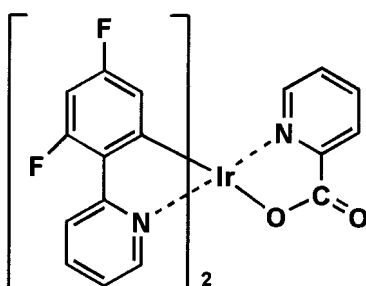


20

Ir-11

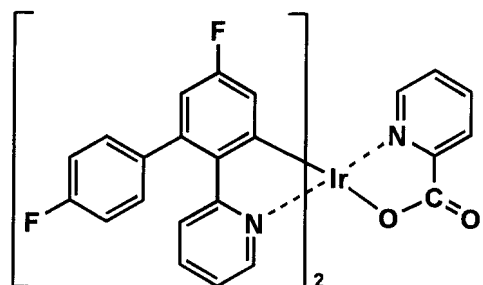


Ir-12



30

Ir-13

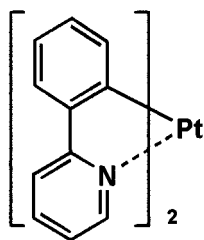


40

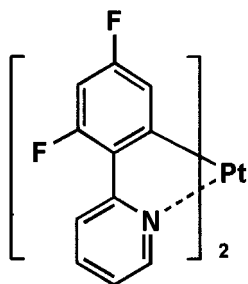
【0050】

【化 3】

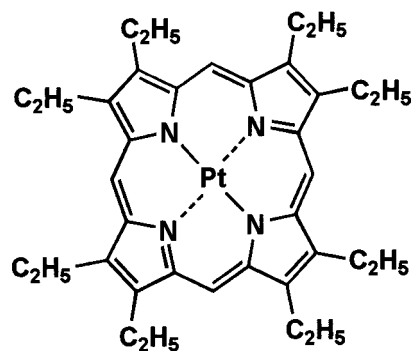
Pt-1



Pt-2



Pt-3

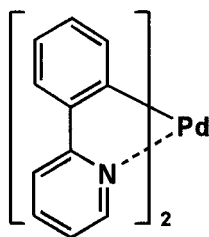


10

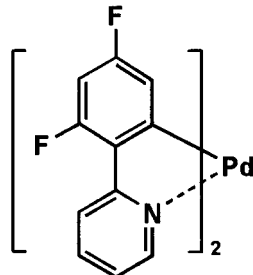
【 0 0 5 1 】

【化 4】

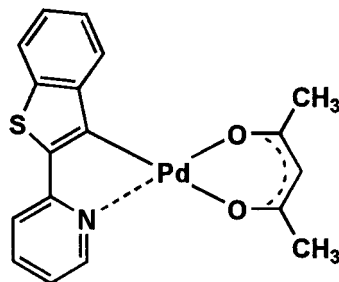
Pd-1



Pd-2



Pd-3

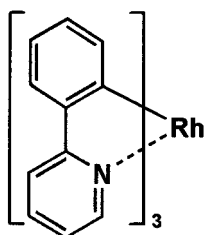


20

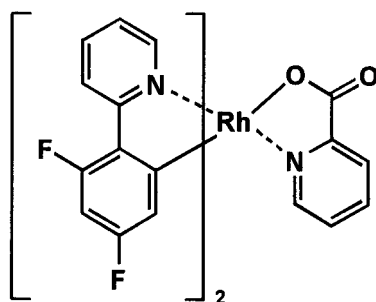
【 0 0 5 2 】

【化 5】

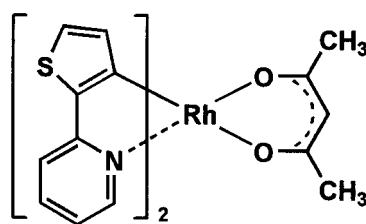
Rh-1



Rh-2



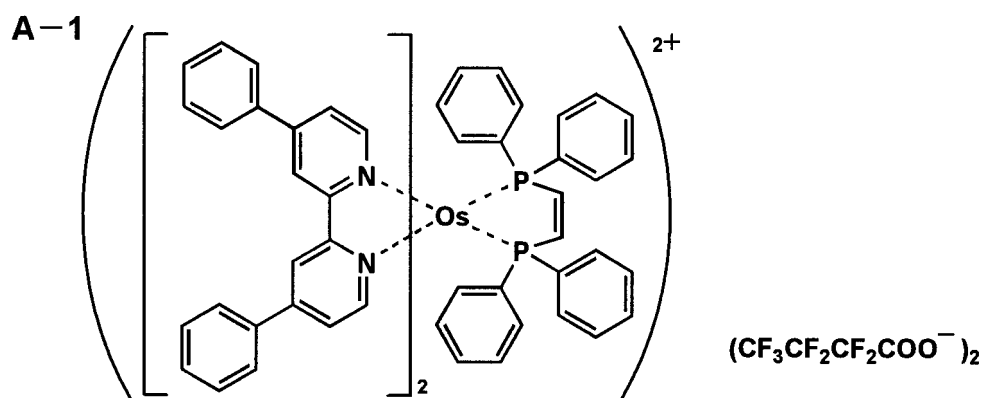
Rh-3



40

【 0 0 5 3 】

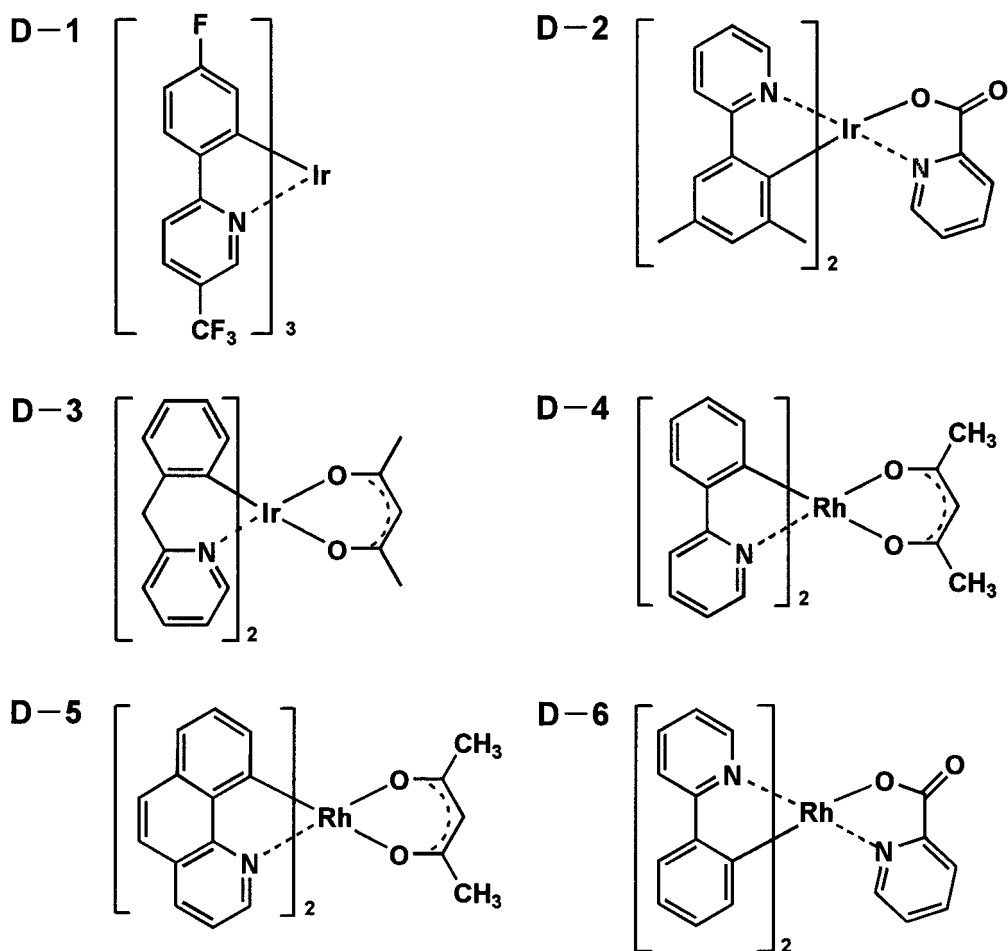
【化 6】



10

【 0 0 5 4】

【化 7】



20

30

40

【 0 0 5 5】

リン光性化合物のリン光発光極大波長としては特に制限されるものではなく、原理的には中心金属、配位子、配位子の置換基等を選択することで得られる発光波長を変化させることができる。

【 0 0 5 6】

50

有機EL素子や本発明に係る化合物の発光する色は、「新編色彩科学ハンドブック」（日本色彩学会編、東京大学出版会、1985）の108頁の図4.16において、分光放射輝度計CS-1000（コニカミノルタセンシング社製）で測定した結果をCIE色度座標に当てはめたときの色で決定される。

【0057】

発光層は上記化合物を、例えば、真空蒸着法、スピンコート法、キャスト法、LB法、インクジェット法等の公知の薄膜化法により製膜して形成することができるが、湿式製膜が生産性の観点から好ましい。

【0058】

フルカラーパネルにおいては、発光層は発光極大波長が各々430nm～480nm、510nm～550nm、600nm～640nmの範囲にある発光スペクトルの層を含むことが好ましい。

10

【0059】

個々の発光層の膜厚は、好ましくは2nm～100nmの範囲で選ばれ、2nm～50nmの範囲にあるのが更に好ましい。

【0060】

《正孔輸送層》

正孔輸送層とは正孔を輸送する機能を有する正孔輸送材料からなり、広い意味で正孔注入層、電子阻止層も正孔輸送層に含まれる。正孔輸送層は単層または複数層設けることができる。

20

【0061】

正孔輸送材料としては、正孔の注入または輸送、電子の障壁性のいずれかを有するものであり、有機物、無機物のいずれであってもよい。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、ポリアリールアルカン誘導体、ピラゾリン誘導体及びピラズロン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、アリールアミン誘導体、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、シラザン誘導体、アニリン系共重合体、また導電性高分子オリゴマー、特にチオフエンオリゴマー等が挙げられる。

【0062】

正孔輸送材料としては上記のものを使用することができるが、ポルフィリン化合物、芳香族第3級アミン化合物及びスチリルアミン化合物、特に芳香族第3級アミン化合物を用いることが好ましい。

30

【0063】

芳香族第3級アミン化合物及びスチリルアミン化合物の代表例としては、N, N, N', N'-テトラフェニル-4, 4'-ジアミノフェニル；N, N'-ジフェニル-N, N'-ビス（3-メチルフェニル）-〔1, 1'-ビフェニル〕-4, 4'-ジアミン（TPD）；2, 2-ビス（4-ジ-*p*-トリルアミノフェニル）プロパン；1, 1-ビス（4-ジ-*p*-トリルアミノフェニル）シクロヘキサン；N, N, N', N'-テトラ-*p*-トリル-4, 4'-ジアミノビフェニル；1, 1-ビス（4-ジ-*p*-トリルアミノフェニル）-4-フェニルシクロヘキサン；ビス（4-ジメチルアミノ-2-メチルフェニル）フェニルメタン；ビス（4-ジ-*p*-トリルアミノフェニル）フェニルメタン；N, N'-ジフェニル-N, N'-ジ（4-メトキシフェニル）-4, 4'-ジアミノビフェニル；N, N, N', N'-テトラフェニル-4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル；4, 4'-ビス（ジフェニルアミノ）クオードリフェニル；N, N, N-トリ（*p*-トリル）アミン；4-（ジ-*p*-トリルアミノ）-4'-〔4-（ジ-*p*-トリルアミノ）スチリル〕スチルベン；4-N, N-ジフェニルアミノ-（2-ジフェニルビニル）ベンゼン；3-メトキシ-4'-N, N-ジフェニルアミノスチルベンゼン；N-フェニルカルバゾール、更には米国特許第5061569号明細書に記載されている2個の縮合芳香族環を分子内に有するもの、例えば、4, 4'-ビス〔N-（1-ナフチル）-N-フェニルアミノ〕ビフェニル（NPD）、特開平4-308688号公報に記載されているトリ

40

50

フェニルアミンユニットが3つスターバースト型に連結された4, 4', 4"-トリス〔N-(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ〕トリフェニルアミン(MTDATA)等が挙げられる。

【0064】

更にこれらの材料を高分子鎖に導入した、またはこれらの材料を高分子の主鎖とした高分子材料を用いることもできる。また、p型-Si、p型-SiC等の無機化合物も正孔注入材料、正孔輸送材料として使用することができる。

【0065】

また、特開平11-251067号公報、J. Huang et. al. 著文献(Applied Physics Letters 80(2002), p. 139)に記載されているような所謂p型正孔輸送材料を用いることもできる。本発明においては、より高効率の発光素子が得られることから、これらの材料を用いることが好ましい。

【0066】

正孔輸送層は上記正孔輸送材料を、例えば、真空蒸着法、スピンコート法、キャスト法、インクジェット法を含む印刷法、LB法等の公知の方法により、薄膜化することにより形成することができる。正孔輸送層の膜厚については特に制限はないが、通常は5nm~5μm程度、好ましくは5nm~200nmである。この正孔輸送層は上記材料の1種または2種以上からなる一層構造であってもよい。

【0067】

また、不純物をドーピングしたp性の高い正孔輸送層を用いることもできる。その例としては、特開平4-297076号公報、特開2000-196140号公報、特開2001-102175号公報、J. Appl. Phys., 95, 5773(2004)などに記載されたものが挙げられる。

【0068】

《電子輸送層》

電子輸送層とは電子を輸送する機能を有する材料からなり、広い意味で電子注入層、正孔阻止層も電子輸送層に含まれる。電子輸送層は単層または複数層設けることができる。

【0069】

従来、単層の電子輸送層、及び複数層とする場合は発光層に対して陰極側に隣接する電子輸送層に用いられる電子輸送材料(正孔阻止材料を兼ねる)としては、陰極より注入された電子を発光層に伝達する機能を有していればよく、その材料としては従来公知の化合物の中から任意のものを選択して用いることができ、例えば、ニトロ置換フルオレン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、チオピランジオキシド誘導体、カルボジイミド、フレオレニリデンメタン誘導体、アントラキノジメタン及びアントロン誘導体、オキサジアゾール誘導体等が挙げられる。更に、上記オキサジアゾール誘導体において、オキサジアゾール環の酸素原子を硫黄原子に置換したチアジアゾール誘導体、電子吸引基として知られているキノキサリン環を有するキノキサリン誘導体も、電子輸送材料として用いることができる。更にこれらの材料を高分子鎖に導入した、またはこれらの材料を高分子の主鎖とした高分子材料を用いることもできる。

【0070】

また、8-キノリノール誘導体の金属錯体、例えば、トリス(8-キノリノール)アルミニウム(Alq)、トリス(5, 7-ジクロロ-8-キノリノール)アルミニウム、トリス(5, 7-ジブromo-8-キノリノール)アルミニウム、トリス(2-メチル-8-キノリノール)アルミニウム、トリス(5-メチル-8-キノリノール)アルミニウム、ビス(8-キノリノール)亜鉛(Znq)等、及びこれらの金属錯体の中心金属がIn、Mg、Cu、Ca、Sn、GaまたはPbに置き替わった金属錯体も、電子輸送材料として用いることができる。その他、メタルフリーもしくはメタルフタロシアニン、またはそれらの末端がアルキル基やスルホン酸基等で置換されているものも、電子輸送材料として好ましく用いることができる。また、発光層の材料として例示したジスチルルピラジン誘導体も、電子輸送材料として用いることができるし、正孔注入層、正孔輸送層と同様に、

10

20

30

40

50

n 型-Si、n 型-SiC 等の無機半導体も電子輸送材料として用いることができる。

【0071】

電子輸送層は上記電子輸送材料を、例えば、真空蒸着法、スピンコート法、キャスト法、インクジェット法を含む印刷法、LB 法等の公知の方法により、薄膜化することにより形成することができる。電子輸送層の膜厚については特に制限はないが、通常は 5 nm～5 μm 程度、好ましくは 5～200 nm である。電子輸送層は上記材料の 1 種または 2 種以上からなる一層構造であってもよい。

【0072】

また、不純物をドーブした n 性の高い電子輸送層を用いることもできる。その例としては、特開平 4-297076 号公報、特開平 10-270172 号公報、特開 2000-196140 号公報、特開 2001-102175 号公報、J. Appl. Phys., 95, 5773 (2004) などに記載されたものが挙げられる。

10

【0073】

《支持体》

一般に有機 EL 素子に用いることのできる支持体（以下、基体、基板、基材、支持基板等ともいう）としては、ガラス、プラスチック等の種類には特に限定はなく、また、透明であっても不透明であってもよい。支持体側から光を取り出す場合には、支持体は透明であることが好ましい。好ましく用いられる透明な支持体としては、ガラス、石英、透明樹脂フィルムを挙げることができる。本発明で用いられる特に好ましい支持体は、有機 EL 素子にフレキシブル性を与えることが可能な樹脂フィルムである。

20

【0074】

樹脂フィルムとしては、例えば、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリエチレンナフタレート（PEN）等のポリエステル、ポリエチレン、ポリプロピレン、セロファン、セルロースジアセテート、セルローストリアセテート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネート（CAP）、セルロースアセテートフタレート（TAC）、セルロースナイトレート等のセルロースエステル類又はそれらの誘導体、ポリ塩化ビニリデン、ポリビニルアルコール、ポリエチレンビニルアルコール、シンジオタクティックポリスチレン、ポリカーボネート、ノルボルネン樹脂、ポリメチルペンテン、ポリエーテルケトン、ポリイミド、ポリエーテルスルホン（PES）、ポリフェニレンスルフィド、ポリスルホン類、ポリエーテルイミド、ポリエーテルケトンイミド、ポリアミド、フッ素樹脂、ナイロン、ポリメチルメタクリレート、アクリル或いはポリアリレート類、アートン（商品名 JSR 社製）或いはアペル（商品名三井化学社製）といったシクロオレフィン系樹脂等を挙げられる。樹脂フィルムの表面には、無機物、有機物の被膜またはその両者のハイブリッド被膜が形成されていてもよく、水蒸気透過度が $0.01 \text{ g/m}^2/\text{day/atm}$ 以下のバリア性フィルムであることが好ましく、更には、酸素透過度 $10^{-3} \text{ ml/m}^2/\text{day}$ 以下、水蒸気透過度 $10^{-5} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下の高バリア性フィルムであることが好ましい。

30

【0075】

該バリア膜を形成する材料としては、水分や酸素など素子の劣化をもたらすものの浸入を抑制する機能を有する材料であればよく、例えば、酸化珪素、二酸化珪素、窒化珪素などを用いることができる。更に該膜の脆弱性を改良するためにこれら無機層と有機材料からなる層の積層構造を持たせることがより好ましい。無機層と有機層の積層順については特に制限はないが、両者を交互に複数回積層させることが好ましい。

40

【0076】

該バリア膜の形成方法については、特に限定はなく、例えば真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、分子線エピタキシー法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法、大気圧プラズマ重合法、プラズマ CVD 法、レーザー CVD 法、熱 CVD 法、コーティング法などを用いることができるが、特開 2004-68143 号公報に記載されているような大気圧プラズマ重合法によるものが特に好ましい。

50

【0077】

不透明な支持体の例としては、例えばアルミ、ステンレス等の金属板・フィルムや不透明樹脂基板等が挙げられる。

《封止》

本発明に用いられる封止手段としては、例えば封止部材と、電極、支持体とを接着剤で接着する方法を挙げることができる。

【0078】

一般に封止部材としては、有機EL素子の表示領域を覆うように配置されておればよく、凹板状でも、平板状でもよい。また、透明性、電気絶縁性は特に問わない。

【0079】

具体的には、ガラス板、ポリマー板・フィルム、金属板・フィルム等が挙げられる。ガラス板としては、特にソーダ石灰ガラス、バリウム・ストロンチウム含有ガラス、鉛ガラス、アルミノケイ酸ガラス、ホウケイ酸ガラス、バリウムホウケイ酸ガラス、石英等を挙げることができる。また、ポリマー板としては、ポリカーボネート、アクリル、ポリエチレンテレフタレート、ポリエーテルサルファイド、ポリサルフォン等を挙げることができる。金属板としては、ステンレス、鉄、銅、アルミニウム、マグネシウム、ニッケル、亜鉛、クロム、チタン、モリブデン、シリコン、ゲルマニウムおよびタンタルからなる群から選ばれる一種以上の金属または合金からなるものが挙げられる。本発明においては、素子を薄膜化できるということからポリマーフィルム、金属フィルムを好ましく使用することができる。更には、ポリマーフィルムは、酸素透過度 $10^{-3} \text{ ml/m}^2/\text{day}$ 以下、水蒸気透過度 $10^{-5} \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下のものであることが好ましい。

【0080】

接着剤として具体的には、アクリル酸系オリゴマー、メタクリル酸系オリゴマーの反応性ビニル基を有する光硬化および熱硬化型接着剤、2-シアノアクリル酸エステルなどの湿気硬化型等の接着剤を挙げることができる。また、エポキシ系などの熱および化学硬化型（二液混合）を挙げることができる。また、ホットメルト型のポリアミド、ポリエステル、ポリオレフィンを挙げることができる。また、カチオン硬化タイプの紫外線硬化型エポキシ樹脂接着剤を挙げることができる。

【0081】

なお、有機EL素子が熱処理により劣化する場合があるので、室温から80℃までに接着硬化できるものが好ましい。また、前記接着剤中に乾燥剤を分散させておいてもよい。封止部分への接着剤の塗布は、市販のディスペンサーを使ってもよいし、スクリーン印刷のように印刷してもよい。

【0082】

また、有機層を挟み支持体と対向する側の電極の外側に、該電極と有機層を被覆し、支持体と接する形で無機物、有機物の層を形成し封止膜とすることも好適にできる。この場合、該膜を形成する材料としては、水分や酸素など素子の劣化をもたらすものの浸入を抑制する機能を有する材料であればよく、例えば、酸化珪素、二酸化珪素、窒化珪素などを用いることができる。更に該膜の脆弱性を改良するためにこれら無機層と有機材料からなる層の積層構造を持たせることが好ましい。これらの膜の形成方法については、特に限定はなく、例えば真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、分子線エピタキシー法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法、大気圧プラズマ重合法、プラズマCVD法、レーザーCVD法、熱CVD法、コーティング法などを用いることができる。

【0083】

封止部材と有機EL素子の表示領域との間隙には、気相および液相では、窒素、アルゴン等の不活性気体や、フッ化炭化水素、シリコンオイルのような不活性液体を注入することも可能である。また、真空とすることも可能である。また、内部に吸湿性化合物を封入することもできる。

【0084】

吸湿性化合物としては例えば金属酸化物（例えば、酸化ナトリウム、酸化カリウム、酸化カルシウム、酸化バリウム、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム等）、硫酸塩（例えば、硫酸ナトリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、硫酸コバルト等）、金属ハロゲン化物（例えば、塩化カルシウム、塩化マグネシウム、フッ化セシウム、フッ化タンタル、臭化セリウム、臭化マグネシウム、沃化バリウム、沃化マグネシウム等）、過塩素酸類（例えば過塩素酸バリウム、過塩素酸マグネシウム等）等があげられ、硫酸塩、金属ハロゲン化物および過塩素酸類においては無水塩が好適に用いられる。

【0085】

＜有機EL素子の形成＞

本発明に係る有機EL素子の製造方法における転写工程について説明する。

10

【0086】

（陽極の形成）

転写工程に先立ち、支持体上に電極物質、例えばITO（インジウムチンオキシド）等を成膜し、フォトリソでパターニングを行うことにより、陽極（第一電極）を設け、その後、洗浄及び乾燥を行い、有機EL素子を形成する支持体15を作成する。

【0087】

（有機化合物層の形成）

図8は、有機EL用転写材料100を前記支持体15に転写する転写装置8の模式図である。

【0088】

20

なお、有機EL用転写材料100は、正孔輸送層転写材料110、発光層転写材料120、電子輸送層転写材料130の総称である。

【0089】

前記支持体4の電極位置を支持体位置検出センサー56で検出し、前記正孔輸送層転写材料110のパターン位置を転写材位置検出センサー55で検出し、前記支持体4と前記正孔輸送層転写材料110の位置を合わせて重ね合わせ、搬送手段53により転写位置に搬送する。転写位置に搬送された前記支持体と前記正孔輸送層転写材料とを、加熱ロール51と転写ロール52で挟持し、圧着及び加熱を行い有機材料を軟化し接着させる。その後、図示しない仮支持体剥離手段により、仮支持体を引き剥がすことにより支持体に正孔輸送層が転写により形成される。

30

【0090】

前記正孔輸送層転写材料の転写、形成後、同様にして、発光層転写材料120、電子輸送層転写材料130を転写によりこの順序で積層させ、支持体に有機化合物層を形成する。

【0091】

図9は、図8の転写装置を複数配設し、支持体上に正孔輸送層転写材料、発光層転写材料及び電子輸送層転写材料の転写、形成を連続的に行えるようにした連続転写装置9の模式図である。

【0092】

前記工程により形成された有機化合物層に、減圧下で蒸着法により電子注入層を形成し、蒸着法によりパターニングを行い、陽極直角方向に陰極（第二電極）を形成する。更に、不活性ガス下で、封止接着剤によりガスバリア性を有する樹脂フィルムを圧着貼り合わせして封止する。

40

【0093】

＜有機EL用転写材料の形成及び有機EL素子の形成の実施形態＞

次に、本発明に係る有機EL用転写材料の形成、及び該有機EL用転写材料を使用した有機EL素子の形成の実施形態について図を参照して説明する。

【0094】

なお、本実施の形態では、有機EL素子作成の例として、層構成が陽極／正孔輸送層／発光層／電子輸送層／電子注入層／陰極からなる有機EL素子としたが、この層構成に限

50

定されるものではなく、また以下の形態も限定されるものではない。

1. 転写材料の形成

(仮支持体)

本発明に係る有機EL用有機材料が塗設される仮支持体の材質は、ポリエチレン、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、ポリエーテルサルホン、ポリカーボネート等のプラスチック基材が利用可能である。本実施例では、ポリエチレンテレフタレートフィルム(PET)としている。

【0095】

仮支持体は有機EL用有機材料が塗設される前に、予め加熱処理装置で加熱処理される(熱処理工程)。

10

【0096】

図1は、仮支持体を加熱処理する加熱処理装置を示す模式図である。

【0097】

加熱処理装置Aは、公知の加熱源及び加熱炉等を使用することができる。本実施例では、加熱処理装置Aの加熱源A1は電気ヒーターとしたが、ハロゲンランプ、赤外線ランプ等公知の加熱源を使用することができる。

【0098】

図1では、本実施例の枚葉状の仮支持体を示したが、ロール状の仮支持体でも可能である。ロール状で加熱処理された仮支持体は、断裁し枚葉状として、またはロール状のまま有機EL用有機材料を塗設し、有機EL用転写材料を形成してもよい。

20

【0099】

前記仮支持体10の熱処理温度は50℃以上200℃以下で熱処理時間は1分以上、好ましくは熱処理温度は60℃以上150℃以下で熱処理時間は5分以上3時間以下であり、材質及び厚さにより適宜設定が可能である。

【0100】

前記加熱処理された仮支持体10に、有機EL用有機材料である正孔輸送層用有機材料、発光層用有機材料及び電子輸送層用有機材料が、それぞれ塗設される。

【0101】

仮支持体10は、被転写面上への転写を効率良く行い、画像転写後の仮支持体面の剥離を容易にするために、仮支持体表面に適当な撥油性物質等による離型層を設けることが好ましい。

30

【0102】

このような撥油性物質としては、例えばシリコン樹脂、フッ素樹脂、フッ素系界面活性剤、ポリオレフィン、ポリアミド等を用いることができ、また離型層としては、例えばアルコール可溶性ポリアミド、アルコール可溶性ナイロン、スチレンと無水マレイン酸との共重合体の部分エステル化樹脂とメトキシメチル化ナイロンとのブレンド物、ポリ酢酸ビニル、ポリアクリレート、ポリメチルメタクリレートとアクリレートとの共重合体、ポリ塩化ビニル、塩化ビニルと酢酸ビニルとの共重合体、ポリビニルブチレート、セルロースアセテートフタレート、メチルセルロース、三酢酸セルロース、ポリビニルアルコール、ブチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、シア

40

【0103】

仮支持体に離型層を設ける方法としては、公知の方法を用いることができる。

【0104】

例えば、上記撥油性物質を溶剤に溶解し、スピンコータ、ロールコーター、グラビヤコーター、リバースロールコーター、カーテンコーター、押し出しコーター、スライドコーターなど公知の塗布装置を用いて塗布する方法が挙げられる。

50

【0105】

仮支持体と離型層の界面には、層間の接着性を高める目的でアンカー層を設けても良い。接着性を高めるためのアンカー層を構成する素材としては公知の接着剤が挙げられ、ポリウレタン、ポリエステル、イソシアネート類、エポキシ樹脂が挙げられる。

【0106】

アンカー層はその溶剤溶液を離型層積層前に仮支持体に塗設することが好ましく、前述した公知の塗布装置を用いて塗設することができる。

【0107】

(転写材料形成)

図2は、本実施例の枚葉状の仮支持体10に有機EL用有機材料を塗設し、有機EL用転写材料100を形成する塗設装置2を示す模式図である。 10

【0108】

塗設装置2において、図1に示した加熱処理装置Aで加熱処理された仮支持体10は、図示しない駆動手段により搬送駆動される搬送手段25に載置され、図示しない保持手段により保持され、図の矢印方向に搬送される。位置検出センサー24により仮支持体10の先端を検出し、その情報に基づきインクジェットユニット21により、塗設位置に搬送された仮支持体10に有機EL用有機材料を塗設し、ストライプ状にパターン成膜を行う。その後、乾燥加熱部23で気流乾燥で乾燥を行い、更に仮支持体裏面伝熱により残留溶媒を除去させて、有機EL用転写材料100を形成する。

【0109】

前記インクジェットユニットは、有機EL用有機材料であるインクを貯留するインクタンク212、インクを前記インクタンク212からインクジェットヘッド211に送液する図示しないインク送液手段及びインクを吐出するインクジェットヘッド211で構成される。 20

【0110】

前記インクジェットヘッドは、図示しない移動手段により、相対的に仮支持体搬送方向(副走査)と搬送方向直角(主走査)の2方向に移動可能である。

【0111】

次に、各仮支持体10に有機EL用有機材料である正孔輸送層用有機材料、発光層用有機材料及び電子輸送層用有機材料が各々塗設されて形成される、有機EL用転写材料100である正孔輸送層転写材料110、発光層転写材料120、電子輸送層転写材料130の各転写材の形成について説明する。 30

【0112】

正孔輸送層転写材料110の形成は、図2に示す塗設装置2で正孔輸送層形成用有機材料を仮支持体10に塗設することで行われる。また、本実施例では、塗設後60℃の気流乾燥で溶媒を除去した後、仮支持体に150℃の裏面加熱を加え熱処理をおこなうことで残留溶媒を除去させている。

【0113】

発光層転写材料120の形成は、図3に示す塗設装置3で緑色発光層、赤色発光層、及び青色発光層形成用の各有機材料を順次仮支持体10に塗設、乾燥、熱処理することで行われる。塗設装置3は、前記塗設装置2を各色塗設工程毎に連続して配設したものである。なお図2に示したものと同一構成要素に同符号を付してその説明を省略する。 40

【0114】

緑色塗設は、緑色塗設工程30Gで仮支持体10に緑色発光層形成用有機材料を塗設、乾燥、熱処理を行い、ストライプ状に緑色発光層のパターン成膜を行う。次に、緑色発光層がパターン成膜された仮支持体10に、赤色塗設は、赤色塗設工程30Rで赤色発光層形成用有機材料を塗設、乾燥、熱処理を行い、ストライプ状に赤色発光層のパターン成膜を行い、緑色発光層と赤色発光層のパターン成膜とする。次に、緑色発光層と赤色発光層がパターン成膜された仮支持体10に、青色塗設は、青色塗設工程30Bで青色発光層形成用有機材料を塗設、乾燥、熱処理を行い、ストライプ状に青色発光層のパターン成膜を 50

行い、緑色、赤色及び青色の発光層のパターン成膜とする。本実施例では、各色において、気流乾燥は60℃、仮支持体裏面伝熱は150℃である。

【0115】

また、本実施例では、前記緑、赤、青の三色を各々50μm幅で、16μm間隔で三色を繰り返しストライプ状にパターンニングしている。

【0116】

前記発光層の各色の成膜は、前記塗設装置2を使い、各色毎にインクジェットユニットを交換しながら行うことも可能である。また、図4に示す塗設装置4のように、前記塗設装置2におけるインクジェットユニット211に代えて、各色のインクジェットユニット211G、211R、211Bを隣接して配設し、各色を一括して塗設することも可能である。

10

【0117】

電子輸送層転写材料130の形成は、図2に示す塗設装置2で電子輸送層形成用有機材料を仮支持体10に塗設することで行われる。また、本実施例では、気流乾燥は60℃、仮支持体裏面伝熱は150℃である。

【0118】

次に、仮支持体をロール状とした場合について説明する。

【0119】

図5、図6及び図7は、ロール状の仮支持体11に有機EL用有機材料を塗設し、有機EL用転写材料を形成する塗設装置を示す模式図である。

20

【0120】

ロール状の仮支持体11を使用の場合は、正孔輸送層転写材料及び電子輸送層転写材料は図5に示す塗設装置5で、各々塗設、形成される。予め図1に示した加熱処理装置Aで熱処理されたロール状の仮支持体11が、巻き出し側ロール11Aから繰り出され、連続または間欠搬送される仮支持体11は、位置検出センサー24の情報により塗設位置が決定され、各塗設材料が塗設される。塗設、乾燥及び溶媒除去等各工程の仕様は、前記塗設装置2に準ずる。その後、巻き取り側ロール11Bに巻き取られる。

【0121】

同じく、発光層転写材料は図6に示す塗設装置6で、塗設、形成される。予め図1に示した加熱処理装置Aで熱処理されたロール状の仮支持体11の巻き出し側ロール11Aから繰り出され、連続または間欠搬送される仮支持体11は、位置検出センサー24の情報により各色毎の塗設位置が決定され、各色塗設材料が塗設される。塗設装置6には、各色塗設工程間にアキュム部63を設け、塗設工程間の搬送差異を吸収している。塗設、乾燥及び溶媒除去等各工程の仕様は、前記塗設装置3または塗設装置4に準ずる。その後、巻き取り側ロール11Bに巻き取られる。

30

【0122】

図7に示す塗設装置7は、図5に示した塗設装置5におけるインクジェットユニット211に代えて、各色のインクジェットユニット211G、211R、211Bを隣接して配設し、各色を一括して塗設するものである。

【0123】

ロール状に巻き取られた各転写材料は、所定位置で所定寸法に断裁し枚葉状で、あるいはロール状のままで使用され、支持体に転写される。

40

【0124】

前述のように、仮支持体に有機EL用有機材料を塗設する前に、該仮支持体に加熱処理を行い、予め熱収縮させておくことにより、前述の有機EL用有機材料の塗設時及び転写時の加熱による仮支持体の熱収縮を減少することができ、転写時に所定の画素位置からずれた位置に転写されるという問題を防止できる。

【実施例】

【0125】

以下、実施例により本発明を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

50

1. 転写材料形成

以下により、各転写材料の形成を行った。

【0126】

(仮支持体の熱処理)

図1に示す加熱処理装置で、仮支持体は材質はポリエチレンテレフタレートフィルム(PET)で外寸100mm×100mm、厚さ125μmを使用し、熱処理を行った。熱処理温度及び熱処理時間は、表1に示すように、本発明に係る熱処理温度及び熱処理時間と、比較のための熱処理温度及び熱処理時間とで行った。

【0127】

(正孔輸送層転写材料の形成)

図2に示す塗設装置2を使用して、正孔輸送層転写材料の形成を行った。

【0128】

正孔輸送層として4,4'-ビス〔N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ〕ビフェニル(NPD)を1,2-ジクロロエタン中に溶解し0.5質量%溶液とした。前記熱処理を行った仮支持体に、この溶液をインクジェット方式により、乾燥後の厚みが50nmになるように幅50μmで16μm間隔でストライプ状に528本のパターン成膜を行った。その後、60℃の気流乾燥で乾燥を行い、仮支持体裏面加熱を150℃として残留溶媒を除去し、正孔輸送層転写材料を形成した。

【0129】

(発光層転写材料の形成)

図3に示す塗設装置3を使用して、発光層転写材料を形成した。

【0130】

発光層の緑色発光層はホスト材のポリビニルカルバゾール(PVK)にドーパント材のIr-1を8質量%を1,2-ジクロロエタン中に溶解し1質量%溶液とした。前記熱処理を行った仮支持体に、この溶液をインクジェット方式により乾燥後の厚みが100nmになるように、ストライプ状にパターン成膜を行った。その後、60℃の気流乾燥で乾燥を行い、仮支持体裏面加熱を150℃として残留溶媒を除去し、発光層転写材料の緑色発光層を形成した。

【0131】

同様に、赤色発光層はホスト材のポリビニルカルバゾール(PVK)に赤色ドーパント材のIr-9を8質量%を1,2-ジクロロエタン中に溶解し1質量%溶液とした。前記緑色発光層の発光層転写材料を形成した仮支持体に、この溶液をインクジェット方式により乾燥後の厚みが100nmになるように、ストライプ状にパターン成膜を行った。その後、60℃の気流乾燥で乾燥を行い、仮支持体裏面加熱を150℃として残留溶媒を除去し、発光層転写材料の赤色発光層を形成した。

【0132】

同様に、青色発光層はホスト材のポリビニルカルバゾール(PVK)に青色ドーパント材のIr-12を5質量%を1,2-ジクロロエタン中に溶解し1質量%溶液とした。前記緑色発光層及び赤色発光層の発光層転写材料を形成した仮支持体に、この溶液をインクジェット方式により乾燥後の厚みが100nmになるように、ストライプ状にパターン成膜を行った。その後、60℃の気流乾燥で乾燥を行い、仮支持体裏面加熱を150℃として残留溶媒を除去し、発光層転写材料の青色発光層を形成した。

【0133】

このように、前記緑、赤、青の三色を50μm幅で16μm間隔で、該三色の繰り返しでストライプ状に528本のパターンニングし、発光層転写材料を形成した。

【0134】

(電子輸送層転写材料の形成)

図2に示す塗設装置2を使用して、電子輸送層転写材料の形成を行った。

【0135】

電子輸送層はAlq3を1,2-ジクロロエタン中に溶解し0.5質量%溶液とした。

10

20

30

40

50

前記熱処理を行った仮支持体に、この溶液をインクジェット方式により、乾燥後の厚みが50nmになるように幅50μmで16μm間隔でストライプ状に528本のパターン成膜を行った。その後、60℃の気流乾燥で乾燥を行い、仮支持体裏面加熱を150℃として残留溶媒を除去し、電子輸送層転写材料を形成した。

2. 有機EL素子の形成

以下により、有機EL素子の形成を行った。

【0136】

(陽極の形成)

支持体として、外寸100mm×100mm、厚さ0.5mmのガラス基板を使用した。該ガラス基板上にITO(インジウムチンオキシド)を100nm成膜し、フォトリソグラフィで40μm幅で26μm間隔でストライプ状に528本のパターンニングを行うことにより、陽極(第一電極)としてITO透明電極を設けた、透明支持体とした。該支持体をイソプロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥した後、UVオゾン洗浄を5分間行った。

10

【0137】

(有機化合物層の形成)

図9に示す連続転写装置を用い、前記「1. 転写材料形成」で作成した正孔輸送層転写材料、発光層転写材料及び電子輸送層転写材料を用い、不活性ガス下で有機化合物層の形成を行った。

【0138】

前記支持体の電極位置と前記正孔輸送層転写材料の端部のパターン位置を合わせて重ね合わせ、加熱ロール51と転写ロール52で挟持し圧着及び加熱を行い有機材料を軟化させ、その後仮支持体を引き剥がすことにより、支持体に正孔輸送層を転写、形成した。

20

【0139】

前記正孔輸送層の転写、形成と同様にして、発光層転写材料、電子輸送層転写材料を転写により積層させ、支持体に有機化合物層を形成した。

【0140】

(陰極の形成)

前記有機化合物が形成された支持体に、真空蒸着装置で 5×10^{-4} Paまで減圧し、電子注入層として厚さ0.5nmのLiF層を蒸着し、次に幅200μm、間隔30μmで200本のスリットを有する金属マスクを用い、陽極と直角方向に厚さ100nmのアルミ層を蒸着し、陰極(第2電極)を形成した。

30

【0141】

(封止)

陰極形成後、封止接着剤としてUV硬化性のエポキシ樹脂(ナガセケムテックス(株)製UVレジン XNR5570-B1)を電極端子部分を除く部分にスクリーン印刷法にて額縁上に接着材層を塗布しガスバリア性を有する樹脂フィルムを圧着させ貼り合わせ後、UVランプを陰極側から照射し樹脂フィルムの接着を行った。

3. 有機EL素子の評価

上記により製作した各有機EL素子を発光させ、発光ラインのズレによる画素面積の低下、ショートによる画素欠損の程度について目視評価を行った。

40

評価ランク

○：ラインのズレ無し

△：ラインのズレ一部あるが実技上問題無し

×：ラインのズレ有り、もしくはショートによる破損認められる

表1に仮支持体を本発明に係る熱処理温度で処理した場合と、比較の熱処理温度で処理した場合とで作成した、有機EL素子の評価結果を示す。本発明の有効性が確認された。

【0142】

【表 1】

試料No.	処理温度 (°C)	処理時間	評価	
1	45	1分	×	比較例
2	50	30秒	×	比較例
3	50	1分	△	本発明
4	200	1分	△	本発明
5	210	1分	×	比較例
6	50	5分	△	本発明
7	60	5分	○	本発明
8	150	3時間	○	本発明
9	160	3時間	△	本発明
10	150	3.5時間	△	本発明
11	210	3時間	×	比較例

10

【図面の簡単な説明】

【0143】

20

【図1】本発明に係る仮支持体の加熱処理装置の模式図である。

【図2】枚葉状の仮支持体に有機EL用有機材料を塗設し、有機EL用転写材料を形成する装置の模式図である。

【図3】枚葉状の仮支持体に複数の有機EL用有機材料を連続的に塗設し、有機EL用転写材料を形成する塗設装置の模式図である。

【図4】枚葉状の仮支持体に複数の有機EL用有機材料を一括塗設し、有機EL用転写材料を形成する塗設装置の模式図である。

【図5】ロール状の仮支持体に有機EL用有機材料を塗設し、有機EL用転写材料を形成する装置の模式図である。

【図6】ロール状の仮支持体に複数の有機EL用有機材料を連続的に塗設し、有機EL用転写材料を形成する塗設装置の模式図である。

30

【図7】ロール状の仮支持体に複数の有機EL用有機材料を一括塗設し、有機EL用転写材料を形成する塗設装置の模式図である。

【図8】有機EL用転写材料を支持体に転写する転写装置の模式図である。

【図9】複数の有機EL用転写材料を支持体に連続転写する連続転写装置の模式図である

【図10】本発明に係るパッシブマトリックスのフルカラー有機EL素子の層構成を示す模式図である。

【符号の説明】

【0144】

A 加熱処理装置

40

A1 電気ヒーター

2 塗設装置2

3 塗設装置3

30G 緑色塗設工程

30R 赤色塗設工程

30B 青色塗設工程

4 塗設装置4

5 塗設装置5

6 塗設装置6

7 塗設装置7

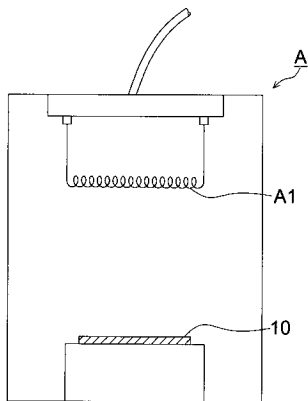
50

- 8 転写装置
- 9 連続転写装置
- 10 仮支持体
- 11 ロール状仮支持体
- 11A 巻き出し側ロール
- 11B 巻き取り側ロール
- 100 有機EL用転写材料
- 110 正孔輸送層転写材料
- 120 発光層転写材料
- 130 電子輸送層転写材料
- 15 支持体
- 21 インクジェットユニット
- 211、211G、211R、211B インクジェットヘッド
- 212、212G、212R、212B インクタンク
- 23 乾燥加熱部
- 24 位置検出センサー
- 25 仮支持体搬送手段
- 51 加熱ロール
- 52 転写ロール
- 53 支持体搬送手段
- 54 転写材搬送手段
- 55 転写材位置検出センサー
- 56 支持体位置検出センサー

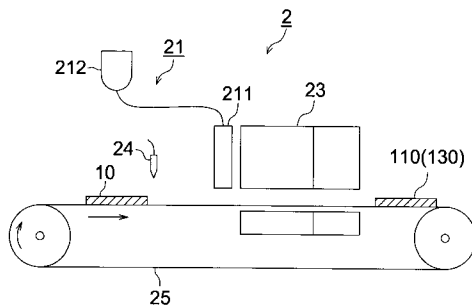
10

20

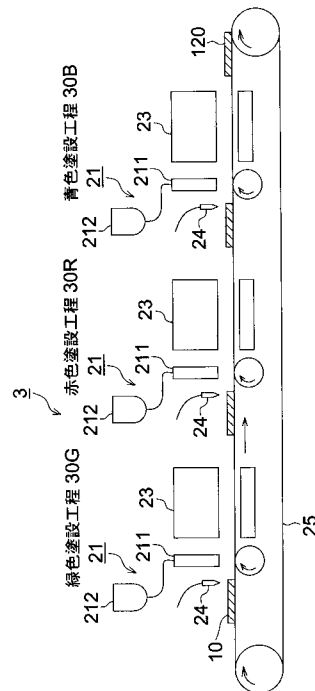
【図1】



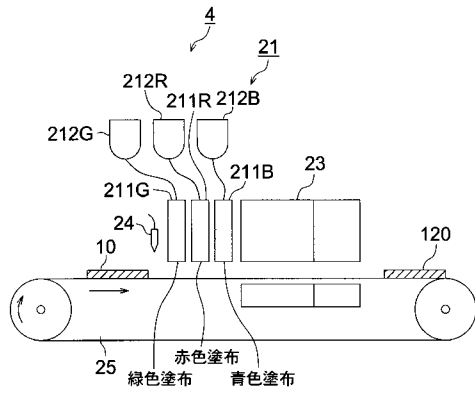
【図2】



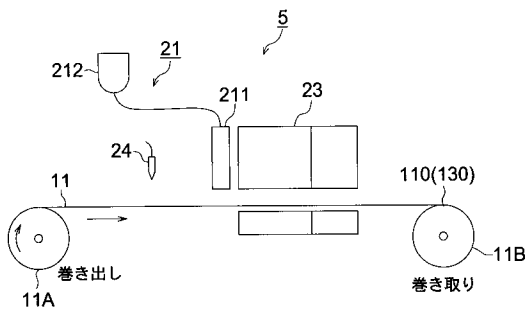
【図3】



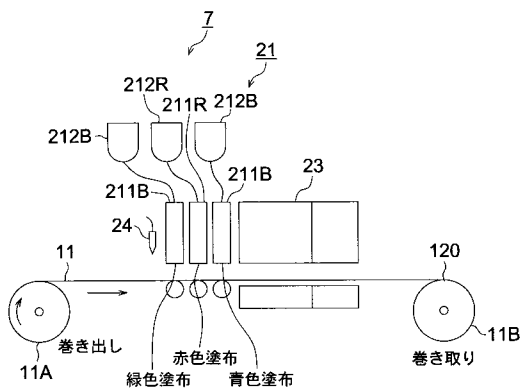
【図 4】



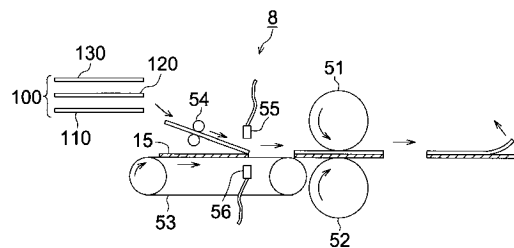
【図 5】



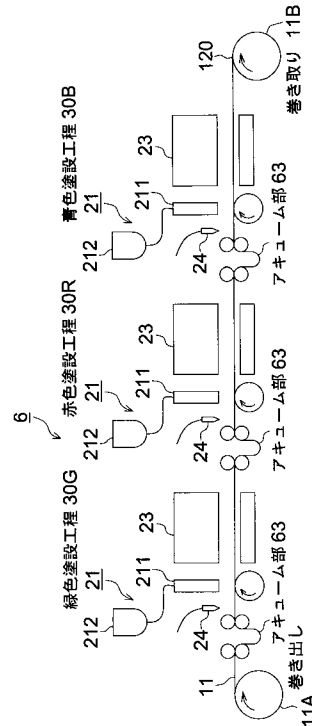
【図 7】



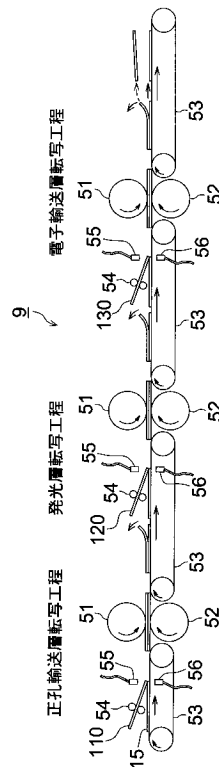
【図 8】



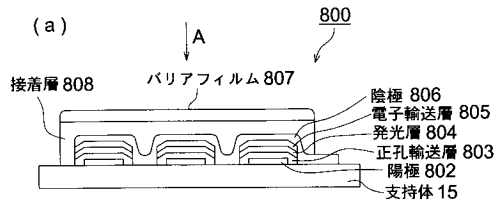
【図 6】



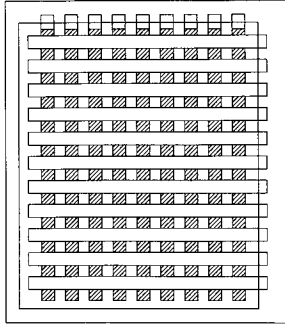
【図 9】



【図 10】



(b)



专利名称(译)	形成转印材料的方法，有机电致发光元件的制造方法，		
公开(公告)号	JP2006331677A	公开(公告)日	2006-12-07
申请号	JP2005149356	申请日	2005-05-23
[标]申请(专利权)人(译)	柯尼卡株式会社		
申请(专利权)人(译)	柯尼卡美能达控股公司		
[标]发明人	高嶋伸彦 高嶋洋祐 村山真昭 吉田哲也		
发明人	高嶋 伸彦 ▲高▼島 洋祐 村山 真昭 吉田 哲也		
IPC分类号	H05B33/10 H01L51/50		
FI分类号	H05B33/10 H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K007/AB18 3K007/DB03 3K007/FA01 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB04 3K107/CC45 3K107/FF17 3K107/GG09 3K107/GG28		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：将通过在由树脂材料制成的临时支撑物上形成有机化合物而获得的转印材料转印至支撑物以生产有机EL元件，并在转印材料形成和转印过程中通过加热来加热该临时支撑物。防止了由于收缩而在转印时像素的转印位置偏移。种类代码：A1在临时支撑物上形成有机化合物之前，将临时支撑物在50°C至200°C的温度下初步热处理1分钟或更长时间以使其热收缩，并在转印材料形成和转印过程中通过加热形成临时支撑物。减少身体的热收缩。[选择图]图8

