(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2004-273456
(P2004-273456A)
(43)公開日　平成16年9月30日(2004.9.30)

(51)Int.Cl.[7]	F I		テーマコード（参考）
H05B 33/10	H05B	33/10	3K007
C23C 14/12	C23C	14/12	4K029
H05B 33/14	H05B	33/14 A	

審査請求 未請求　請求項の数 5　OL　（全 13 頁）

(21)出願番号　特願2004-62461 (P2004-62461)
(22)出願日　平成16年3月5日 (2004.3.5)
(31)優先権主張番号　10/384290
(32)優先日　平成15年3月7日 (2003.3.7)
(33)優先権主張国　米国 (US)

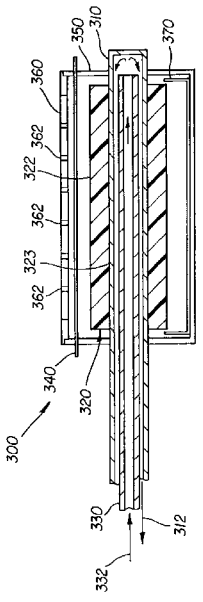
(71)出願人　590000846
イーストマン　コダック　カンパニー
アメリカ合衆国，ニューヨーク１４６５０，ロチェスター，ステイト　ストリート３４３
(74)代理人　100099759
弁理士　青木　篤
(74)代理人　100077517
弁理士　石田　敬
(74)代理人　100087413
弁理士　古賀　哲次
(74)代理人　100128495
弁理士　出野　知
(74)代理人　100082898
弁理士　西山　雅也

最終頁に続く

(54)【発明の名称】有機材料の固体圧縮ペレットの形成方法及びＯＬＥＤ表示装置の製造方法

(57)【要約】
【課題】　有機材料の固体圧縮ペレットの熱的特性及び物理的強度を改良すること。
【解決手段】　OLED表示装置の一部となる構造体の上に有機層を形成させるのに適した有機材料の固体圧縮ペレットの形成方法であって、(a)粉末状の昇華性有機材料を用意し、(b)粉末状の非昇華性の断熱性無機材料を用意し、(c)該昇華性有機材料粉末と該非昇華性の断熱性無機材料粉末との混合物を形成し、(d)該混合物をダイに入れ、そして下方パンチと上方パンチの２つのパンチを使用し、該粉末混合物が団結して固体ペレットになるよう十分な圧力を該混合物に加え、(e)当該対向するパンチによる加圧中又は加圧前に該ダイを加熱することで、該粉末混合物の団結による固体圧縮ペレット化を促進し、そして
(f)該圧縮ペレットを該ダイから取り出すことを特徴とする方法。
【選択図】　図３

図3



【特許請求の範囲】
【請求項１】
OLED表示装置の一部となる構造体の上に有機層を形成させるのに適した有機材料の圧縮ペレットの形成方法であって、
(a)粉末状の昇華性有機材料を用意し、
(b)粉末状の非昇華性の断熱性無機材料を用意し、
(c)該昇華性有機材料粉末と該非昇華性の断熱性無機材料粉末との混合物を形成し、
(d)該混合物をダイに入れ、そして下方パンチと上方パンチの２つのパンチを使用し、該粉末混合物が団結して固体ペレットになるよう十分な圧力を該混合物に加え、
(e)当該対向するパンチによる加圧中又は加圧前に該ダイを加熱することにより、該粉末混合物の団結による固体圧縮ペレット化を促進し、そして
(f)該ペレットを該ダイから取り出す
ことを特徴とする方法。
【請求項２】
該混合物が少なくとも１種の昇華性有機材料及び１種の非昇華性の断熱性無機材料を含む、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
該混合物が、少なくとも１種のホスト及び１種のドーパントを含む２種以上の昇華性有機材料と、少なくとも１種の非昇華性の断熱性無機材料とを含む、請求項１に記載の方法。
【請求項４】
有機材料の圧縮円筒形ペレットを使用して発光層を付着させるOLED表示装置の製造方法であって、
(a)非昇華性の断熱性無機材料と共に少なくとも１種のホスト及び１種のドーパントからなる混合物を含む有機材料の圧縮円筒形ペレットを用意し、
(b)物理蒸着チャンバ内に配置された受け器の内部に該圧縮円筒形ペレットを配置し、
(c)部分形成されたOLEDデバイスの基板を、該物理蒸着チャンバ内に、該受け器から間隔を置いて配置し、
(d)該チャンバを排気して減圧にし、
(e)当該蒸発源の中に配置された加熱器に電圧を印加することにより該有機材料の圧縮円筒形ペレットの表面を加熱してその少なくとも一部を昇華させることにより、該ホスト及び該ドーパントを含む該有機材料の蒸気の混合物を提供して該基板上に発光層を形成させ、そして
(f)該ペレット上の有機材料の新規部分を該加熱器に晒すために一定の短時間後に該圧縮円筒形ペレットを回転させ、そして該回転工程中に該非昇華性の断熱性無機材料を廃棄する
ことを特徴とする方法。
【請求項５】
該非昇華性の断熱性無機材料が、
(g)ジルコニア、
(h)アルミナ、
(i)シリカ、
(j)チタニア、もしくは
(k)マグネシア、又はこれらの混合物
を含む、請求項４に記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、一般に、有機材料を団結させてペレットにする方法の改良に関し、さらに、このようなペレットを使用して、有機発光ダイオード（OLED）表示装置の一部となる構造

体の上に有機層を形成させるための方法の改良に関する。

【背景技術】

【０００２】

有機発光ダイオード（OLED）は、有機電場発光デバイスとも呼ばれているが、２以上の有機層を第１電極と第２電極との間に挟み込むことにより構築することができる。

【０００３】

従来構成のパッシブ型OLEDでは、ガラス基板のような透光性基板の上に第１電極として複数の透光性アノード、例えば、インジウム錫酸化物(ITO)アノードを、横方向に間隔を置いて並べて形成する。次いで、２以上の有機層を、減圧（典型的には10^{-3}トル未満）に保持されたチャンバ内で、連続的にそれぞれの有機材料をそれぞれの蒸着源から物理蒸着することにより形成する。これら有機層の最上層に、第２電極として複数のカソードを横方向に間隔を置いて並べて蒸着する。カソードは、アノードに対して一定の角度で、典型的には直角に、配向される。

【０００４】

このような従来のパッシブ型OLED表示装置は、適当なカラム（アノード）と、順次方式で各ロウ（カソード）との間に電場（駆動電圧とも呼ばれる）を印加することにより動作する。アノードに対してカソードを負にバイアスすると、カソードとアノードの重なり領域により画定された画素から光が放出され、そして放出された光はアノードと基板を通って観察者に到達する。

【０００５】

アクティブ型OLEDにおいては、対応する透光部に接続されている薄膜トランジスタ(TFT)によって第１電極としてアレイ状のアノードが設けられる。２以上の有機層は、上述したパッシブ型デバイスの構築法と実質的に同様に、蒸着法により続けて形成される。当該有機層の最上層には、第２電極として、共通のカソードを蒸着する。アクティブ型有機発光デバイスの構成及び機能については米国特許第5,550,066号明細書に記載されており、これを参照することによりその開示内容を本明細書の一部とする。

【０００６】

有機発光デバイスを構築する上で有用となる有機材料、蒸着有機層の厚さ、及び層構成については、例えば、米国特許第4,356,429号、同第4,539,507号、同第4,720,432号及び同第4,769,292号の各明細書に記載されており、これらを参照することによりその開示内容を本明細書の一部とする。

【０００７】

OLED表示装置の製造に有用な有機材料、例えば、有機正孔輸送材料、有機ドーパントを予備ドープした有機発光材料、及び有機電子輸送材料は、比較的分子構造が複雑な上、分子結合力が弱いものもあるため、当該有機材料が物理蒸着工程で分解しないように注意しなければならない。

【０００８】

上述の有機材料は、比較的高純度のものとして合成され、また粉末、フレーク又はグラニュールの形態で提供される。従来、このような粉末やフレークを使用して物理蒸着源に入れ、そこで熱をかけて当該有機材料の昇華又は気化による蒸気形成を行い、その蒸気を基板上に凝縮させてその上に有機層を設けていた。

【０００９】

物理蒸着法において有機粉末、フレーク又はグラニュールを使用することにはいくつかの問題が認められている。

(1)粉末、フレーク又はグラニュールは、摩擦帯電と呼ばれる過程により静電気を帯び易いため、取扱いが困難である。

(2)一般に粉末、フレーク又はグラニュール状の有機材料は、物理的密度（単位容積当たりの質量）が約0.05～約0.2 g/m^3の範囲にあり、理想的な固体の有機材料の物理的密度約１g/m^3に比べ低くなる。

(3)粉末、フレーク又はグラニュール状の有機材料は、特に10^{-6}トル程度にまで排気

減圧されたチャンバ内に配置された物理蒸着源に入れられた場合、熱伝導性が望ましくないほど低くなる。このため、粉末粒子、フレーク又はグラニュールは、加熱された蒸着源からの輻射加熱と、蒸着源の加熱面に直に接している粒子やフレークの伝導加熱とによってのみ加熱される。蒸着源の加熱面に接していない粉末粒子、フレーク又はグラニュールは、粒子間の接触面積が比較的小さいため、伝導加熱によっては効果的に加熱されない。

(4)粉末、フレーク又はグラニュールは、当該粒子の表面積／体積比が比較的高く、これに相応して周囲条件下で粒子間に空気及び／又は水分を連行する傾向も高くなる。このため、チャンバ内に配置された物理蒸着源に装入された有機粉末、フレーク又はグラニュールは、該チャンバを排気して減圧にした後、該蒸着源を予備加熱することにより徹底的にガス抜きする必要がある。ガス抜きを省いたり、ガス抜きが不完全であると、構造体上に有機層を物理蒸着する際に蒸着源から蒸気流と共に粒子が押し出されてくる場合がある。複数の有機層を有するOLEDは、このような層が粒子や粒状物を含むと、機能しなくなるおそれがある。物理蒸着法によりOLED表示装置を製造するための有機材料の圧縮については、譲受人共通のVan Slykeらの米国特許出願公開第2003/0008071号明細書に記載されており、これを参照することによりその開示内容を本明細書の一部とする。

【００１０】

上述した有機粉末、フレーク又はグラニュールの側面のそれぞれが、又はそれらの組合せが、物理蒸着源内の当該有機材料の不均一な加熱を招き、ひいては有機材料が空間的に不均一に昇華又は気化することになり得るため、構造体上に形成される蒸着有機層が潜在的に不均一となるおそれがある。

【００１１】

有機材料のための線形蒸発源の設計及び性能について、Steven Van SlykeらのSID 2002 Digest, pp. 886-889, 2002に記載がある。粉末状の有機材料を石英ボートの内側に入れて、底部加熱器と上部加熱器で同時に加熱する。底部加熱器は、主として、当該粉末の脱気用として使用し、また、上部ヒータは、輻射加熱により有機粉末の上面を気化させるに十分な温度で運転する。この線形蒸発源により、従来の点蒸発源より顕著に有利な効果が得られ、特に大面積蒸着時の厚さが均一となる。

【００１２】

OLED表示装置を構築する上で有用な有機材料の熱物理蒸着のための蒸着源設計が、譲受人共通のR. Spahnの米国特許第6,237,529号明細書に記載されており、これを参照することによりその開示内容を本明細書の一部とする。

【００１３】

【特許文献１】米国特許第６２３７５２９号明細書
【特許文献２】米国特許第５５５００６６号明細書
【特許文献３】米国特許第４３５６４２９号明細書
【特許文献４】米国特許第４５３９５０７号明細書
【特許文献５】米国特許第４７６９２９２号明細書
【特許文献６】米国特許出願公開第２００３／０００８０７１号明細書
【特許文献７】米国特許第４７２０４３２号明細書
【非特許文献１】Steven VanSlyke他、「27.2: Linear Source Deposition of Organic Layers for Full-Color OLED」、SID 2002 Digest、第886-889頁

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【００１４】

本発明の目的は、有機材料を圧縮してペレットにする方法、及びこのようなペレットを使用して発光層を付着させることによりOLED表示装置を製造するための方法を改良することにある。

本発明の別の目的は、有機粉末を圧縮して固体圧縮ペレットにする方法を提供することにある。

本発明のさらに別の目的は、有機材料の固体圧縮ペレットから、OLED表示装置の一部と

なる基板の上に、有機層を形成させる方法を提供することにある。
本発明のさらに別の目的は、昇華性有機粉末と非昇華性の断熱性無機粉末との混合物を圧縮して固体圧縮ペレットにする方法を提供することにある。
【課題を解決するための手段】
【００１５】
一側面として、本発明は、OLED表示装置の一部となる構造体の上に有機層を形成させるのに適した有機材料の固体圧縮ペレットの形成方法であって、
(a)粉末状の昇華性有機材料を用意し、
(b)粉末状の非昇華性の断熱性無機材料を用意し、
(c)該昇華性有機材料粉末と該非昇華性の断熱性無機材料粉末との混合物を形成し、
(d)該混合物をダイに入れ、そして下方パンチと上方パンチの２つのパンチを使用し、該粉末混合物が団結して固体ペレットになるよう十分な圧力を該混合物に加え、
(e)当該対向するパンチによる加圧中又は加圧前に該ダイを加熱することで、該粉末混合物の団結による固体圧縮ペレット化を促進し、そして
(f)該圧縮ペレットを該ダイから取り出す
ことを特徴とする方法を提供するものである。
【００１６】
別の側面として、本発明は、有機材料の圧縮円筒形ペレットを使用して発光層を付着させるOLED表示装置の製造方法であって、
(a)非昇華性の断熱性無機材料と共に少なくとも１種のホスト及び１種のドーパントからなる混合物を含む有機材料の圧縮円筒形ペレットを用意し、
(b)物理蒸着チャンバ内に配置された受け器の内部に該圧縮円筒形ペレットを配置し、
(c)部分形成されたOLEDデバイスの基板を、該物理蒸着チャンバ内に、該受け器から間隔を置いて配置し、
(d)該物理蒸着チャンバを排気して減圧にし、
(e)当該蒸発源の中に配置された加熱器に電圧を印加することにより該有機材料の圧縮円筒形ペレットの表面を加熱してその少なくとも一部を昇華させることにより、該ホスト及び該ドーパントを含む該有機材料の蒸気の混合物を提供して該基板上に発光層を形成させ、そして
(f)該ペレット上の有機材料の新規部分を該加熱器に晒すために一定の短時間後に該圧縮円筒形ペレットを回転させ、そして該回転工程中に該非昇華性の断熱性無機材料を廃棄する
ことを特徴とする方法を提供するものである。
【発明の効果】
【００１７】
本発明の特徴は、少なくとも１種の有機OLED材料と少なくとも１種の断熱性無機材料とを圧縮工程前に混合する本発明の方法により有機材料の固体圧縮ペレットを圧縮することにより、その熱的特性及び物理的強度を改良できることにある。
【００１８】
本発明の別の特徴は、少なくとも１種のOLEDホスト材料の粉末と少なくとも１種の有機ドーパント材料の粉末とを混合又はブレンドして混合物を提供してから該混合物を圧縮して有機材料の固体圧縮ペレットにする本発明の方法により、OLED材料の固体圧縮ペレットを製造できることにある。
【００１９】
本発明の別の特徴は、ホストと１又は２種以上の有機ドーパントとを含む有機材料の固体圧縮ペレットにより、真空チャンバ内に２以上の蒸発源を配置しなければならない共蒸発法を採用する必要がなくなることにある。
【００２０】
本発明の別の有益な特徴は、有機材料の固体圧縮ペレットが中心部において冷却され、かつ、一定の短時間に回転面の一部しか加熱されないので、有機層の付着の均一化及び組

成の均質化が可能となることにある。
【発明を実施するための最良の形態】
【００２１】
本明細書中の用語「粉末」は、フレーク形、グラニュール形又は単一もしくは複数の分子種を含む粒子及び形状の異なるものの混合物であってもよい、一定量の個別粒体をさす。
【００２２】
OLED表示装置の有機層は、該層内で電子-正孔再結合が起こる結果、電場発光（EL）として知られる光を発する有機材料又は有機金属材料を含む。以降、用語「有機」を、純粋な有機材料と有機金属材料との双方を包含するものとして使用する。図１に、従来技術のOLED１００の詳細な構造を示す。正孔輸送層（HTL）１２４と電子輸送層（ETL）１２６との間に発光層（EML）１２５が配置されている。これらの層の各々が、主として有機材料からなっている。これら２つの輸送層１２４及び１２６は、それぞれアノード１２２から正孔を、そしてカソード１２７から電子を、発光層１２５へ送り込む。任意の正孔注入層１２３は、アノード１２２からHTL１２４への正孔注入を促進する。発光層１２５は、電子-正孔再結合とその結果得られる電場発光（EL）光の放出の主要部位として機能する。この点で、個々の有機層の機能は区別でき、それゆえ個別に最適化することができる。このように、発光層１２５を、所望のEL色及び高い発光効率が得られるように最適化することができる。基板１２１は、OLED１００及び該OLED１００を電源に接続する電気リード線のための機械的支持体を提供する。層１２２～１２７と基板１２１とが一緒になってOLED１００を構成する。カソード１２７又はアノード１２２と基板１２１のどちらかが、当該EL光に対して透明である。
【００２３】
アノード１２２とカソード１２７の間に電位差（図示なし）を印加すると、カソード１２７から電子がETL１２６に注入され、その層内を移動して発光層１２５に達する。同時に、アノード１２２から正孔がHTL１２４に注入され、その層内を移動して発光層１２５に達する。正孔と電子は、発光層１２５において、多くの場合HTL１２４と発光層１２５の間の接合部付近で、再結合する。再結合過程で放出されたエネルギーの一部が電場発光として放出され、これが透明アノード又はカソード及び/又は基板を通って出てくる。
【００２４】
図２－Ａ～図２－Ｆを参照する。有機材料の固体ペレット３１３ｐを形成するための一連の処理工程を略示する。一軸プレス２００は、ポスト２１６に取り付けられた可動プラットフォーム２１４と固定プラットフォーム２１２を含む。可動プラットフォーム２１４は液圧手段又は液圧手段と空気もしくは機械手段との組合せ（図示なし）によって駆動されることができ、そしてダイ２２０及び下方パンチ２２２を支持する。
【００２５】
図２－Ａにおいて、有機粉末３１３ａをダイキャビティ２２６の中に下方パンチ２２２の上のレベル３１３ｂまで充填する。本明細書中の用語「有機粉末」は、粉末状、フレーク状、粒状又はグラニュール状の有機正孔輸送材料又は有機電子輸送材料又は有機発光材料及びこれらの有機材料に非昇華性の断熱性無機材料を混合したものを意味する。非昇華性の断熱性無機材料には、
（ａ）ジルコニア、
（ｂ）アルミナ、
（ｃ）シリカ、
（ｄ）チタニア、もしくは
（ｅ）マグネシア、又はこれらの混合物
が含まれる。
【００２６】
上述したような断熱性の高い非昇華性無機材料を有機材料と混合する目的は、圧縮有機材料の熱特性を、熱が主として上面に制限され、底面が該上面より１００℃以上低く維持

されるように制御することにある。加熱コイル２３０はダイ２２０を約２０℃の周囲温度から約３００℃の温度にまで加熱することができ、また少なくとも１つの冷却コイル２４０は、ダイ２２０を相対的に迅速に、例えば３００℃の温度から５０℃の温度又は周囲温度にまで、冷却することができる。ダイ２２０はまた、誘導加熱されることもできる。

【００２７】

図２－Ｂにおいて、上方パンチ２２４をダイキャビティ２２６内に配置して、有機粉末３１３ａの上面（充填レベル３１３ｂ）と接触させる。

【００２８】

ダイ２５２０の内面２２１は磨き面であり、そして少なくとも下方パンチ２２２の表面２２３及び上方パンチ２２４の表面２２５は磨き面である。本明細書では、ダイ２２０と下方パンチ２２２と上方パンチ２２４をまとめてダイと称する場合もある。

【００２９】

図２－Ｃにおいて、可動プラットフォーム２１４を固定プラットフォーム２１２に向けて上方に駆動させ、上方パンチ２２４及び下方パンチ２２２により圧力を加える。一方向でのみ圧力を加える一軸プレス２００は、上方パンチ２２４及び下方パンチ２２２が協同して圧力をかけることにより、ダイ２２６内部の有機粉末材料３１３ａを団結させて固体ペレット３１３ｐにするように、上方パンチ２２４及び下方パンチ２２２に作用する。一軸プレス２００により加えられる圧縮圧は、高密度固体ペレットを得るため、２０００～１５０００psi（1.378952×10^{4}～1.034214×10^{5} kPa）、より好ましくは３０００～８０００psi（2.068428×10^{4}～5.515808×10^{4} kPa）の範囲内とする。パンチ２２２及び２２４はダイ２２０内部の予備位置にあり、団結後の所要固体寸法を達成するためのOLED粉末の正確な容量を含有するように予め決められたキャビティを形成する。

【００３０】

図２－Ｄにおいて、可動プラットフォーム２１４を下降させ、そして上方パンチ２２４をダイ２２０から取り外した状態を示す。ダイ２２０は、対向するパンチ２２４及び２２２による加圧中又は加圧前に、加熱されることができる。このことは、加熱された粒子混合物が、粉末混合物を団結させて固体ペレットにすることを促進する限り、当てはまる。固体ペレット３１３ｐの形成前又は形成中にダイ２２０を加熱した場合には、少なくとも１つの冷却コイル２４０により温度を２０℃～８０℃の範囲内に冷却した上でダイから上方パンチ２２４を取り外す。

【００３１】

図２－Ｅに、一軸プレス２００からダイ２２０を取り外し、そしてダイ２２０から下方パンチ２２２を取り外した状態を示す。例示目的にすぎないが、有機固体ペレット３１３ｐがダイ２２０の内面２２１に付着した状態で示されている。

【００３２】

図２－Ｆにおいて、ダイ２２０から固体ペレット３１３ｐを取り外すためにペレットプランジャ２５０を使用する。固体ペレット３１３ｐは、固体ペレット３１３ｐへのダメージを極力抑えるため、コンプライアントな容器２６０に捕捉される。

【００３３】

一軸プレス２００において加圧前又は加圧中にダイ２２０を加熱すると、短期の加圧インターバル中に、又はその代わりに一層低い圧力で、固体ペレット３１３ｐの密度を高めることができる。ダイ温度の好適な範囲は５０℃～３００℃に及ぶ。このダイ温度は、一般に、固体ペレット３１３ｐを形成する有機材料のガラス転移温度Tgよりも低く維持される。固体ペレット３１３ｐをダイ２２０から取り出す前に、好ましくは上方パンチ２２４をダイ２２０から取り外す前に、ダイ２２０を８０℃～２０℃の好適な温度範囲に冷却する。

【００３４】

下方パンチ２２２と、ダイ２２０と、上方パンチ２２４の少なくとも一部とを取り囲むために着脱可能なシュラウド（図示なし）を使用してもよい。シュラウド及びこれに囲まれた要素は、排気されて減圧にされることができる。別法として、シュラウド内に不活性

ガスを導入してシュラウド内部の雰囲気を不活性に、すなわち化学的に非反応性にすることにより、ダイ２２０を３００℃まで加熱する場合に有機粉末（例、３１３ａ）及びそれから形成される固体ペレット（例、３１３ｐ）を分解から保護することもできる。これは、湿分の影響を非常に受けやすい有機粉末にとって役立つことにもなる。なぜなら、湿分が団結過程に際しペレット３１３ｐの内部にトラップされる可能性があるからである。

【００３５】

パンチ表面２２３及び２２５は平面とすることができる。別法として、下方パンチ２２２の表面２２３もしくは上方パンチ２２４の表面２２５を凸形面とすること、又は表面２２３及び２２５の両方を凸形とすることにより、固体ペレットが、それぞれ、主要共平面、１つの主要平面と１つの主要凸形面、又は２つの主要凸形面を有することもできる。

【００３６】

図３～図５に、OLED表示装置の製造において発光層を付着させるための本発明により製造された圧縮ペレットを使用するための装置を示す。図３には、本発明により有機材料を蒸発させるための蒸発源３００の横断面図を示す。有機材料に非昇華性の断熱性無機材料を混合した圧縮円筒形ペレット３２０を、耐火性受け器３５０の内部に配置する。圧縮円筒形ペレット３２０は第１冷却管３１０に適合するように成形されている。該冷却管は、支持部材であると共に、物理蒸着工程中に圧縮円筒形ペレット３２０の底面３２３を冷却するための冷却管として使用され、圧縮円筒形ペレット３２０の中心に同軸配置される。第１冷却管３１０の一端は、水又は冷却液が循環し易いように閉鎖されている。冷却液の導入路として第２冷却管３３０を第１冷却管３１０の内部に同心円的に配置する。一方、第１冷却管３１０は該冷却液の排出路として使用される。冷却液は、矢印３３２が示すように、第２冷却管３３０を通して導入され、そして該冷却液は、矢印３１２が示すように、第１冷却管３１０を通して排出される。圧縮円筒形ペレット３２０は、その軸に沿って回転し、当該有機材料を昇華させ、蒸発源３００から間隔を置いて並べられた基板上に付着させるため、圧縮円筒形ペレット３２０の上面３２２から一定の表面領域を加熱フィラメント３４０に晒す。その上に圧縮円筒形ペレット３２０が成形されている第１冷却管３１０は回転シャフト（図示なし）に取り付けられており、圧縮円筒形ペレット３２０を手動で、又は電気式モータで、回転させることができるようになっている。加熱要素３４０は、タンタル、タングステン又はモリブデン金属でできた単一又は複数の導電性ワイヤ又はロッド又は平板であり、高アンペア数ＤＣ電源（図５）により電圧印加される。第１冷却管３１０と第２冷却管３３０を含む圧縮円筒形ペレット３２０は、それらの共通軸の回りで特定の回転速度で回転させることにより、物理蒸着工程中、新規な上面３２２を一定の短時間加熱要素３４０に晒しながら、底面３２３を冷却し、該上面３２２と該底面３２３との間で１００℃以上の温度差を維持することができる。当該有機蒸気は、受け器３５０を閉じる蓋３６０の開口部３６２を通して漏れ出るようにされている。圧縮円筒形ペレットを回転させることにより、非昇華性の断熱性無機材料が、受け器３５０の内部に配置された皿３７０の中に集められる。

【００３７】

図４に、蒸発源３００の端部の横断面図を示す。上述したように、受け器３５０の内部に圧縮円筒形ペレット３２０が配置されている。矢印３２４は、圧縮円筒形ペレット３２０の回転方向を示す。これにより、屑３７２を皿３７０に集めることができる。屑３７２は、非昇華性の断熱性無機材料を主体とするが、一部に未使用有機材料が含まれる。

【００３８】

図５に、超高真空下に保たれるガラス鐘５１０を含む、OLED表示装置のための物理蒸着チャンバ５００の略図を示す。物理蒸着チャンバ５００のベース板５４０の上に配置された受け器５３０の内部に、有機材料の固体圧縮ペレット５２０が配置される。簡略化するため、有機材料の固体圧縮ペレット５２０と、受け器５３０と、加熱器５６０と、バフル５６２とを含む簡素な蒸発源５５０が、該有機材料の固体圧縮ペレット５２０を蒸発又は昇華させるために電気エネルギーを提供するためのＤＣ電源５７０に接続されている。加熱器５６０及びバフル５６２は、Ta、Mo又はＷのような耐火性の導電性金属を使用して構

築されている。加熱器５６０には一連の孔状又はスリット状の開口部５６４が設けられており、蒸発源５５０から有機蒸気が漏れ出て、蒸発源５５０から間隔を置いて配置された取付具に固定された適当な受容基板５７２の上に付着するようになっている。基板５７２上に不要な蒸気が付着しないように、基板５７２には回転式シャッタ５７４が備えられている。ガラス鐘５１０の外部に配置された厚さ制御器５８０により、基板５７２上の蒸着速度が制御される。基板５７２の近くに水晶振動子（クリスタル）５８２を配置して、基板５７２上の蒸着速度を正確に測定する。水晶振動子５８２は厚さ制御器５８０に電気接続され、これにより有機材料の固体圧縮ペレット５２０からの蒸着速度を監視する。

【００３９】

本発明によると、有機材料の圧縮円筒形ペレット３２０を使用して、OLED表示装置の発光層を付着させることができる。ここで、該発光層は、

(a)非昇華性の断熱性無機材料と共に少なくとも１種のホスト及び１種のドーパントからなる混合物を含む有機材料の圧縮円筒形ペレットを用意し、

(b)物理蒸着チャンバ内に配置された受け器の内部に該圧縮円筒形ペレットを配置し、

(c)部分形成されたOLEDデバイスの基板を、該物理蒸着チャンバ内に、該受け器から間隔を置いて配置し、

(d)該チャンバを排気して減圧にし、

(e)当該蒸発源の中に配置された加熱器に電圧を印加することにより該有機材料の圧縮円筒形ペレットの表面を加熱してその少なくとも一部を昇華させることにより、該ホスト及び該ドーパントを含む該有機材料の蒸気の混合物を提供して該基板上に発光層を形成させ、そして

(f)該ペレット上の有機材料の新規部分を該加熱器に晒すために一定の短時間後に該圧縮円筒形ペレットを回転させ、そして該回転工程中に該非昇華性の断熱性無機材料を廃棄する

工程により形成される。

【００４０】

用語「ドーパント」は、OLED技術分野で周知の発光性色素を包含するものと解される。用語「ホスト」も、OLED技術分野では周知である。例えば、譲受人共通の米国特許第４５３９５０７号、同第４７２０４３２号及び同第４７６９２９２号明細書を参照されたい。非昇華性の断熱性無機材料の例としては、ジルコニア、アルミナ、シリカ、チタニアもしくはマグネシア又はこれらの混合物が挙げられる。

【００４１】

図６に、図５に示したような蒸着チャンバ５００の一部である蒸発源５５０の部分拡大図を示す。蒸発源５５０には、有機材料の固体圧縮ペレット５２０と、加熱器５６０と、バフル５６２と、受け器５３０とが含まれる。受け器は、石英や、アルミナ、ジルコニア、ムライト又は窒化ホウ素などのセラミック材料のような電気絶縁性の耐熱性材料からできている。加熱器５６０は電気絶縁性スタンドオフ(standoff)５５４に固定されている。固体圧縮ペレットの幾何形状や大きさは、その用途に依存する。例示目的のため図５には比較的簡素なルツボ源５５０が示されているが、蒸着区域内に有機材料の蒸発又は昇華した蒸気を提供するため、その他多くの蒸着源構成を有効利用できることが認識される。単一有機材料を含む固体圧縮ペレットからHTL及びETLを付着させる場合、平らな表面を有する簡素な方形で十分である。EMLを付着させる場合には、少なくとも１種のホスト及び１種のドーパントとしての有機材料に非昇華性の断熱性無機材料を混合した回転式圧縮円筒形ペレットを選定することが好ましい。

【図面の簡単な説明】

【００４２】

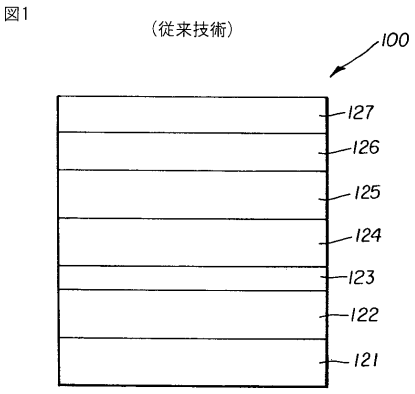
【図１】従来技術のOLEDを示す略図である。

【図２－Ａ】本発明により、一軸プレスに配置されたダイの中で有機粉末とセラミック粉末との混合物から固形ペレットを形成するための一連の処理工程を示す略図であって、下方パンチの上のダイキャビティ内に充填された有機粉末及びセラミック粉末の混合物を有

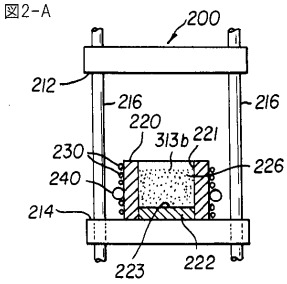
するダイを示すものである。
【図２－Ｂ】本発明により、一軸プレスに配置されたダイの中で有機粉末とセラミック粉末との混合物から固形ペレットを形成するための一連の処理工程を示す略図であって、ダイキャビティ内に上方パンチを配置して粉末材料の上面と接触させた状態を示すものである。
【図２－Ｃ】本発明により、一軸プレスに配置されたダイの中で有機粉末とセラミック粉末との混合物から固形ペレットを形成するための一連の処理工程を示す略図であって、上方パンチと下方パンチに一軸プレスで圧力を加えて有機粉末及びセラミック粉末の混合物を団結させて固形ペレットにする工程を示すものである。
【図２－Ｄ】本発明により、一軸プレスに配置されたダイの中で有機粉末とセラミック粉末との混合物から固形ペレットを形成するための一連の処理工程を示す略図であって、ダイキャビティから上方パンチを取り外した状態を示すものである。
【図２－Ｅ】本発明により、一軸プレスに配置されたダイの中で有機粉末とセラミック粉末との混合物から固形ペレットを形成するための一連の処理工程を示す略図であって、プレスからダイを取り外してそのダイキャビティから下方パンチを取り外した後、ペレットがダイキャビティの側面に付着している状態を示すものである。
【図２－Ｆ】本発明により、一軸プレスに配置されたダイの中で有機粉末とセラミック粉末との混合物から固形ペレットを形成するための一連の処理工程を示す略図であって、ダイからペレットを取り出してこれをコンプライアントな容器に捕捉するのに有用なペレットプランジャを示すものである。
【図３】OLED表示装置を製造するのに使用するための、中心部に冷却管を貫通させた円筒形圧縮ペレットを示す横断面図である。
【図４】図３の円筒形圧縮ペレットを示す端部の横断面図である。
【図５】本発明による蒸発源として断熱性無機材料を混合した圧縮有機材料を使用してOLED表示装置を製造するための物理真空蒸着チャンバを示す略図である。
【図６】図５の蒸発源を示す拡大横断面図である。
【符号の説明】
【００４３】
１００…OLED
１２１…基板
１２２…アノード
１２３…正孔注入層
１２４…正孔輸送層（HTL）
１２５…発光層（EML）
１２６…電子輸送層（ETL）
１２７…カソード
２００…一軸プレス
２１２…固定プラットフォーム
２１４…可動プラットフォーム
２１６…ポスト
２２０…ダイ
２２２…下方パンチ
２２４…上方パンチ
２２６…ダイキャビティ
２４０…冷却コイル
２５０…ペレットプランジャ
２６０…コンプライアント容器
３１３ａ…有機粉末
３１３ｐ…固体ペレット
３００…蒸発源

３１０…第１冷却管
３２０…圧縮円筒形ペレット
３２２…上面
３２３…底面
３３０…第２冷却管
３４０…加熱要素
３５０…受け器
３６０…蓋
３６２…開口部
３７０…皿
３７２…屑
５００…物理蒸着チャンバ
５１０…ガラス鐘
５２０…固体圧縮ペレット
５３０…受け器
５４０…ベース板
５５０…蒸発源
５６０…加熱器
５６２…バフル
５６４…開口部
５７０…ＤＣ電源
５７２…基板
５７４…回転式シャッタ
５８０…厚さ制御器
５８２…水晶振動子

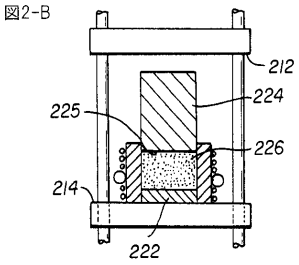
【図１】



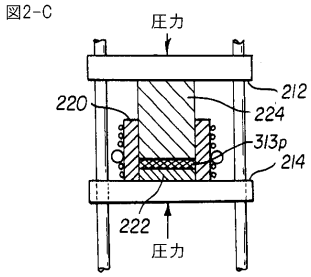
【図２－Ａ】



【図２－Ｂ】

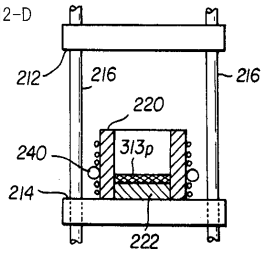


【図２－Ｃ】



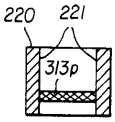
【図２－Ｄ】

図2-D



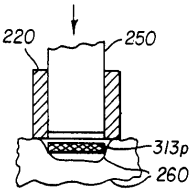
【図２－Ｅ】

図2-E



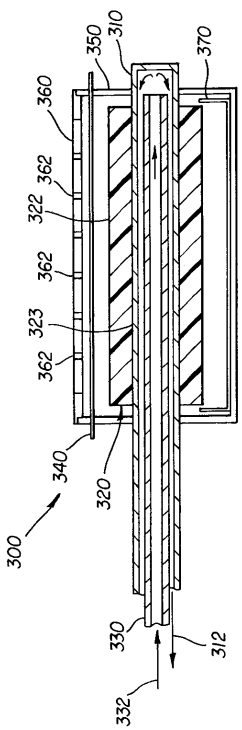
【図２－Ｆ】

図2-F



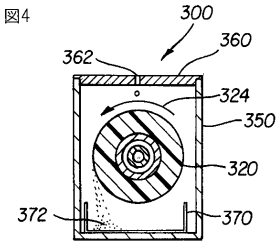
【図３】

図3



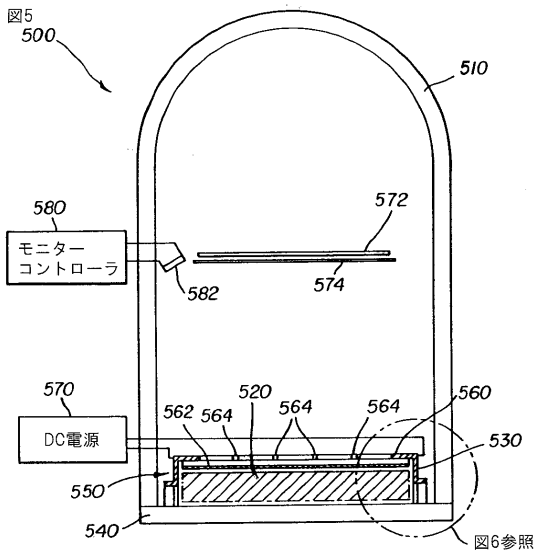
【図４】

図4



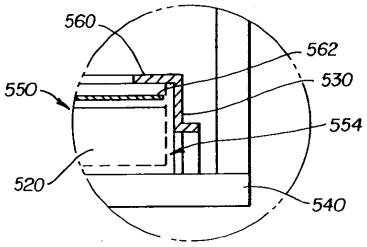
【図５】

図5



【図６】

図6

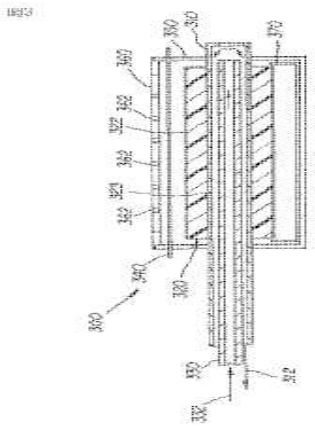


フロントページの続き

(72)発明者 シャマル ケー. ゴーシュ
アメリカ合衆国, ニューヨーク １４６１２, ロチェスター, クレイトン レーン ４２
(72)発明者 ドン ビー. カールトン
アメリカ合衆国, ニューヨーク １４４６４, ハムリン, モスコー ロード ５１８
(72)発明者 タカラン ケー. ハトウォー
アメリカ合衆国, ニューヨーク １４５２６, ペンフィールド, ウッドリン ウェイ ８

Ｆターム(参考) 3K007 AB18 DB03 FA01
4K029 BA62 BA64 BC07 BD01 CA01 DB02 DB06 DB08

专利名称(译)	形成有机材料的固体压缩颗粒的方法和制造OLED显示装置的方法		
公开(公告)号	JP2004273456A	公开(公告)日	2004-09-30
申请号	JP2004062461	申请日	2004-03-05
[标]申请(专利权)人(译)	伊斯曼柯达公司		
申请(专利权)人(译)	伊士曼柯达公司		
[标]发明人	シャマルケーゴーシュ ドンビーカールトン タカランケーハトウォー		
发明人	シャマル ケー.ゴーシュ ドン ビー.カールトン タカラン ケー.ハトウォー		
IPC分类号	H05B33/10 C23C14/12 C23C14/26 H01L51/50 H01L51/56 H05B33/14		
CPC分类号	C23C14/12 C23C14/26 H01L51/56 A41D25/008 A41D25/08		
FI分类号	H05B33/10 C23C14/12 H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K007/AB18 3K007/DB03 3K007/FA01 4K029/BA62 4K029/BA64 4K029/BC07 4K029/BD01 4K029/CA01 4K029/DB02 4K029/DB06 4K029/DB08 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC45 3K107/DD53 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/GG04 3K107/GG31		
代理人(译)	青木 笃 石田 敬 西山雅也		
优先权	10/384290 2003-03-07 US		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：改善有机材料的固体压缩颗粒的热性能和物理强度。 一种形成有机材料的固体压缩颗粒的方法，该有机材料的固体颗粒适于在将成为OLED显示装置一部分的结构上形成有机层，包括：（a）形成粉末状可升华的有机材料； 制备，（b）制备粉末状的非升华性隔热无机材料，（c）形成升华性有机材料粉末和非升华性隔热无机材料粉末的混合物，（d）将混合物置于模具中，并使用两个冲头，即下部冲头和上部冲头，并对混合物施加足够的压力，以使粉末混合物通过相对的冲头变成固体颗粒（e）。 在压制过程中或压制之前加热模具，通过粉末混合物的固结促进固体压实造粒，并且（f）一种方法，包括从模具中取出压缩的粒料。 [选择图]图3