

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2007-506249

(P2007-506249A)

(43) 公表日 平成19年3月15日(2007.3.15)

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

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2006-526917 (P2006-526917)
 (86) (22) 出願日 平成16年9月2日(2004.9.2)
 (85) 翻訳文提出日 平成18年5月15日(2006.5.15)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2004/028510
 (87) 国際公開番号 W02005/033354
 (87) 国際公開日 平成17年4月14日(2005.4.14)
 (31) 優先権主張番号 10/663,578
 (32) 優先日 平成15年9月16日(2003.9.16)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

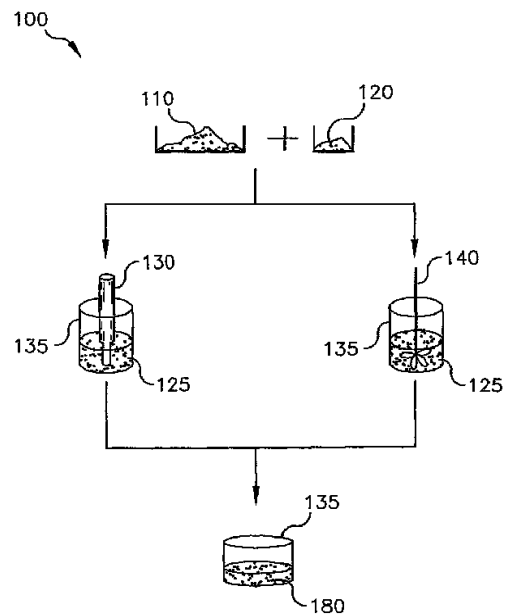
(71) 出願人 590000846
 イーストマン コダック カンパニー
 アメリカ合衆国, ニューヨーク14650
 , ロチェスター, ステイト ストリート3
 43
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100128495
 弁理士 出野 知

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機材料の均質な混合物

(57) 【要約】

有機発光デバイスで使用する基板上の有機層を発生する熱物理蒸着で使用するペレットを形成するため、粉末有機材料を混合し、少なくとも1つのドーパント成分と1つのホスト成分とを含む均質な混合物を形成する。混合する方法は、粉末形態の有機材料を結合し粉末有機材料を容器内に配置するステップと、湿気を除去するため $10^{-1} \sim 10^{-3}$ トールの範囲内の低い圧力まで容器内の雰囲気のパージしながら、 $40 \sim 100$ の温度範囲で $30 \sim 100$ 分間容器を加熱するステップと、容器に不活性雰囲気を充填するステップと、粉末有機材料の均質な混合物を形成するため不活性雰囲気中で粉末有機材料を混合するステップと、ペレットを形成するため粉末有機材料の均質な混合物を圧密化するステップとを含む。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

有機発光デバイスで使用するための基板上に有機層を発生するため熱物理蒸着で使用するペレットを形成する少なくとも 1 つのドーパント成分と 1 つのホスト成分とを含む粉末有機材料の均質な混合物を形成する方法であって、

a) 少なくとも 1 つのドーパント成分と 1 つのホスト成分とを含む粉末形態の有機材料を結合し、前記粉末有機材料を容器内に配置するステップと、

b) 前記容器の雰囲気から湿気を除去するため、雰囲気が $10^{-1} \sim 10^{-3}$ トールの範囲内の低い圧力に達するように前記容器内の雰囲気をパージしながら、前記粉末有機材料を有する前記容器を $40 \sim 100$ の温度範囲で $30 \sim 100$ 分間加熱するステップと、

c) 前記容器に不活性雰囲気を充填するステップと、

d) 粉末有機材料の均質な混合物を形成するため混合機構を使用して前記不活性雰囲気中で前記粉末有機材料を混合するステップと、

e) 有機発光デバイスで使用するための基板上に有機層を発生するため熱物理蒸着に適したペレットを形成するため前記粉末有機材料の均質な混合物を圧密化するステップとを含む方法。

【請求項 2】

前記混合機構がプロペラまたはタービンブレードを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

ドーパント成分の量が、前記混合物の総質量の $0.1 \sim 20$ 質量% の間で変化する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記不活性雰囲気が、窒素ガス、アルゴンガス、またはそれらの混合物を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記粉末有機材料の均質な混合物が、 $3,000 \sim 20,000$ ポンド/平方インチの範囲内の圧力で圧密化される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

さらに、混合の前に、 $10^{-1} \sim 10^{-3}$ トールの範囲内の低い圧力の雰囲気内で前記容器を貯蔵するステップを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記混合機構を使用して混合する前記ステップが、 $20,000 \sim 50,000$ 回転/分の範囲内の速度の第 1 の周期運動で前記混合機構を回転させるステップを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

混合する前記ステップが、 $10 \sim 60$ 回転/分の範囲内の速度の第 2 の周期運動で前記容器を回転させるステップを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記混合機構を使用して混合する前記ステップが、 $30 \sim 60$ サイクル/分の範囲内の速度の第 3 の周期運動で前記混合機構を往復運動させるステップを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記混合機構の第 3 の周期運動が、空気圧シリンダ及び横行ブラケットによる密閉した前記容器の内部の長さの横行を含む、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

第 2 の周期運動で前記混合機構を移動させるステップが、前記容器を回転または旋回させるステップを含む、請求項 8 に記載の方法。

【請求項 12】

前記混合機構が、前記容器の第 2 の周期方向と反対の第 1 の周期方向に移動する、請求項 7 に記載の方法。

10

20

30

40

50

【請求項 1 3】

前記混合機構が、前記容器の第 2 の周期方向に対応する第 1 の周期方向に移動する、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 1 4】

有機発光デバイスで使用するための基板上に有機層を発生する熱物理蒸着のためのペレットを形成する際使用する均質な混合物を提供するため少なくとも 1 つのドーパント成分と 1 つのホスト成分とを含む粉末有機材料を混合する装置であって、

a) 少なくとも 1 つのドーパント成分と 1 つのホスト成分とを含む粉末有機材料の混合物を収容する容器と、

b) 前記粉末有機材料の混合物を混合するため前記容器内に配置した混合機構と、 10

c) 前記容器から湿気を除去する手段と、

d) 不活性雰囲気を前記容器に提供する手段と、

e) 第 1 の周期運動によって前記混合機構を移動させる第 1 の周期運動手段と、

f) 有機発光デバイスで使用するための基板上に有機層を発生する熱物理蒸着のためのペレットを形成する際使用する均質な混合物を提供するため、第 2 の周期運動によって前記容器を移動させる第 2 の周期運動手段とを備える装置。

【請求項 1 5】

前記混合機構がプロペラまたはタービンブレードを含む、請求項 1 4 に記載の装置。

【請求項 1 6】

前記混合機構が、前記プロペラまたはタービンブレードに接続したシャフトを含む、請求項 1 4 に記載の装置。 20

【請求項 1 7】

前記混合機構を移動させる前記第 1 の周期運動手段が、20,000～50,000 回転/分の範囲内の速度の第 1 の周期運動で前記混合機構を回転させる第 1 の回転式シャフトを含む、請求項 1 4 に記載の装置。

【請求項 1 8】

前記容器を移動させる前記第 2 の周期運動手段が、10～60 回転/分の範囲内の速度の第 2 の周期運動で前記容器を回転させるため前記容器に結合した第 2 の回転式シャフトを含む、請求項 1 4 に記載の装置。

【請求項 1 9】

さらに、30～60 サイクル/分の範囲内の速度の往復運動で前記混合機構を移動させる往復運動手段を含む、請求項 1 4 に記載の装置。 30

【請求項 2 0】

前記往復運動手段が空気圧シリンダ及び横行ブラケットを含む、請求項 1 9 に記載の装置。

【請求項 2 1】

前記不活性雰囲気を提供する前記手段が、流れ弁及び放出弁を有する吸気圧力制御装置を含む、請求項 1 4 に記載の装置。

【請求項 2 2】

前記不活性雰囲気が、窒素ガス、アルゴンガス、またはそれらの混合物を含む、請求項 2 1 に記載の装置。 40

【請求項 2 3】

前記混合機構が、前記容器の前記第 2 の周期運動に対応する第 1 の周期運動で移動する、請求項 1 4 に記載の装置。

【請求項 2 4】

前記混合機構が、前記容器の前記第 2 の周期運動と反対の第 1 の周期運動で移動する、請求項 1 4 に記載の装置。

【請求項 2 5】

前記容器から湿気を除去する前記手段が、流れ弁及び放出弁を有する排気圧力制御装置を含む、請求項 1 4 に記載の装置。 50

【請求項 26】

前記排気圧力制御装置が真空ポンプに接続される、請求項 25 に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、OLEDディスプレイの一部を形成する基板上に物理蒸着によって有機層を製造する際使用する 2 つかそれ以上の粉末有機材料成分の均質な混合物の製造に関する。

【背景技術】

【0002】

有機電場発光デバイスとしても知られる、有機発光ダイオード (OLED) は、第 1 及び第 2 の基板の間に 2 つかそれ以上の有機層を挟むことによって構成することができる。 10

【0003】

有機発光デバイスを構成する際有用な有機材料、蒸着した有機層の厚さ、及び層の構成は、その開示を引用によって本出願の記載に援用する、同じ譲受人に譲受された米国特許第 4,356,429 号、第 4,539,507 号、第 4,720,432 号、及び第 4,769,292 号に記載されている。

【0004】

例えば、正孔輸送材料、有機ドーパントを伴う有機発光材料、及び有機電子輸送材料といった、OLEDディスプレイを製造する際有用な有機材料は、分子結合力が比較的弱い、比較的複雑な分子構造を有することがあるので、物理蒸着の際有機材料の分解を避けるよう注意を払わなければならない。 20

【0005】

上記の有機材料は比較的高純度に合成され、粉末、フレークまたは顆粒の形態で提供される。こうした粉末またはフレークはこれまで物理蒸着源に配置するために使用されており、そこでは粉末有機材料の昇華または蒸発によって蒸気を形成するため熱が印加され、蒸気は基板上に凝結して有機層を形成する。ホスト及びドーパントの成分といった、1 つより多い有機成分を有する層を形成するためには、有機成分が基板上に層を形成する前に蒸気の状態で混合するように、2 つの隣接する蒸着源から同時蒸着することが望ましい。

【0006】

同時蒸着処理は、(a)ドーパント及びホスト両方の成分の有機材料の蒸着源を収容するため蒸着チャンバが大型でなければならない、(b)蒸着を完了するために必要な大型のチャンバは高価である、(c)チャンバが大きくなればなるほど、蒸発の前にチャンバの圧力を下げるために必要な時間が長くなる、及び(d)ホストまたはドーパントの成分の材料を含む各蒸着源は独立した電源によって気化しなければならないので、同時蒸着処理の費用が増大する、を含むいくつかの欠点を有する。 30

【0007】

個々の蒸着源各々の蒸発率は、基板上に蒸着する有機層の化学組成を決定するため極めて重要である。別言すれば、蒸着率は、所与の長さの時間に基板上に蒸着する蒸気の量を決定する。有機層中のドーパント成分の質量比率はホスト成分より低いので、ドーパント成分の蒸着率を相応に調整することは絶対必要である。個々の蒸着源の蒸発率が正確に制御されないならば、基板上に蒸着する蒸気の化学組成は効率の高いOLEDディスプレイを形成するために必要なものと異なってしまうだろう。 40

【0008】

また、粉末有機材料、フレークまたは顆粒の同時蒸着に関連するいくつかの問題が発見されている。そうした問題は下記のものを含む。

(i)粉末、フレーク、または顆粒は、摩擦帯電と呼ばれる作用によって静電荷を帯びることがあるので、取り扱いが困難である。

(ii)有機材料の粉末、フレーク、または顆粒は一般に、約 1 g/cm^3 という理想的な固体有機材料の物理的密度 (単位体積当たりの質量によって表す) と比較して、およそ $0.05 \sim 0.2 \text{ g/cm}^3$ という比較的低い物理的密度を有する。 50

(i i i) 有機材料の粉末、フレーク、または顆粒は、特に、 10^{-6} トール程度の低い圧力まで排気したチャンバ内に配置した物理蒸着源内にある時望ましくない低い熱伝導率を有する。その結果、粉末粒子、フレーク、または顆粒は、熱源からの放射加熱、及び熱源の加熱した表面に直接接触する粒子またはフレークの伝導加熱のみによって加熱される。熱源の加熱した表面に接触しない粉末粒子、フレーク、または顆粒は、粒子と粒子の接触面積が比較的小さいため有効に加熱されない。

(i v) 粉末、フレーク、または顆粒は通常、高い表面積 / 体積の比を有し、それに対応して、周囲条件下で粒子の間に空気及び湿気を捕える強い傾向を有する。その結果、一旦チャンバを排気して減圧したら、チャンバ内に配置した物理蒸着源に装填した有機粉末、フレーク、または顆粒は蒸着源を予熱することによって完全にガス抜きしなければならない。

10

【 0 0 0 9 】

ガス抜きを省略したり不完全であったりするならば、物理蒸着処理中粒子が蒸着源から放出されることがある。多数の有機層を有する O L E D は、有機層が粒子または微粒子を含む場合機能しなくなることがある。物理蒸着法を使用して O L E D ディスプレイを製造する粉末有機材料の圧密化は、その開示を引用によって本出願の記載に援用する、同じ譲受人に譲受された米国特許出願公開第 2 0 0 3 / 0 0 0 8 0 7 1 号でヴァン・スライク (V a n S l y k e) 他が記載している。

【 0 0 1 0 】

有機粉末、フレーク、または顆粒の上記の態様の各々、またはそれらの組み合わせは、物理蒸着源内でのこうした有機材料の不均一な加熱と、それに付随する有機材料の空間的に不均一な蒸発を生じることがあり、その結果、構造上に形成された蒸着有機層が不均一になる可能性がある。

20

【 発明の開示 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 1 1 】

本発明の目的は、O L E D ディスプレイの一部を形成する構造上に有機層を製造するために適応可能な粉末有機材料を混合する方法及び機構を提供することである。

【 0 0 1 2 】

本発明の別の目的は、O L E D ディスプレイの一部を形成する構造上に有機層を製造するために適応可能な少なくとも 1 つのホストと少なくとも 1 つのドーパントとを含む粉末有機材料の均質な混合物を提供することである。

30

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 3 】

これらの目的は、有機発光デバイスで使用するための基板上に有機層を発生するため熱物理蒸着で使用するペレットを形成する少なくとも 1 つのドーパント成分と 1 つのホスト成分とを含む粉末有機材料の均質な混合物を形成する方法であって、

a) 少なくとも 1 つのドーパント成分と 1 つのホスト成分とを含む粉末形態の有機材料を結合し、粉末有機材料を容器内に配置するステップと、

b) 容器の雰囲気から湿気を除去するため、雰囲気が $10^{-1} \sim 10^{-3}$ トールの範囲内の低い圧力に達するように容器内の雰囲気をパージしながら、粉末有機材料を有する容器を $40 \sim 100$ の温度範囲で $30 \sim 100$ 分間加熱するステップと、

40

c) 容器に不活性雰囲気を充填するステップと、

d) 粉末有機材料の均質な混合物を形成するため混合機構を使用して不活性雰囲気中で粉末有機材料を混合するステップと、

e) 有機発光デバイスで使用するための基板上に有機層を発生するため熱物理蒸着に適したペレットを形成するため粉末有機材料の均質な混合物を圧密化するステップとを含む方法によって達成される。

【 0 0 1 4 】

これらの目的はさらに、有機発光デバイスで使用するための基板上に有機層を発生する

50

熱物理蒸着のためのペレットを形成する際使用する均質な混合物を提供するため少なくとも１つのドーパント成分と１つのホスト成分とを含む粉末有機材料を混合する装置であって、

- a) 少なくとも１つのドーパント成分と１つのホスト成分とを含む粉末有機材料の混合物を収容する容器と、
- b) 粉末有機材料の混合物を混合するため容器内に配置した混合機構と、
- c) 容器から湿気を除去する手段と、
- d) 不活性雰囲気を容器に提供する手段と、
- e) 第１の周期運動によって混合機構を移動させる第１の周期運動手段と、
- f) 有機発光デバイスで使用するための基板上に有機層を発生する熱物理蒸着のためのペレットを形成する際使用する均質な混合物を提供するため、第２の周期運動によって容器を移動させる第２の周期運動手段とを備える装置によって達成される。

10

【発明の効果】

【００１５】

本発明の特徴は、乾燥混合の上記の方法は非常に高速で費用効果が高いことである。

【００１６】

乾燥混合の別の特徴は、有機混合物を汚染する可能性のある化学物質の追加がないことである。

【００１７】

本発明の別の特徴は、単一の蒸発源から蒸発することができる有機材料の均質な混合物を提供し、それによって単一成分材料の同時蒸着に関連する問題を回避する有効な方法である。

20

【００１８】

本発明の別の特徴は、有機材料の均質な混合物から圧密化したペレットを形成し、それによって有機粉末、フレークまたは顆粒の蒸発に関連する問題を回避できることである。

【００１９】

本発明の別の特徴は、有機材料の均質な混合物から形成した圧密化したペレットが、単一成分材料の場合のように、多数の蒸着源からの同時蒸着ではなく単一の蒸着源からより長い持続期間にわたって気化できることである。

【００２０】

「粉末」という用語は、本出願では、単一または複数の分子種を含む多様な粒子及び形状のフレーク、顆粒、または混合物でもよい、ある量の個々の粒子を示すために使用する。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【００２１】

ＯＬＥＤディスプレイの有機層は、層内の電子 - 正孔再結合の結果、電場発光（ＥＬ）として知られる光を発生する有機または有機金属材料を含む。以下、「有機」という用語は純粋な有機材料及び有機金属材料の両方を含むものとする。

【００２２】

ここで図１を参照すると、概略フローチャートは乾燥混合処理１００を示す。乾燥混合処理１００は、粉末有機材料の混合物１２５を形成するためホスト成分有機粉末１１０とドーパント成分有機粉末１２０とを有する粉末形態の有機材料を結合するステップと、混合物を容器１３５内に配置するステップとを含む。粉末有機材料の混合物１２５の用途及び機能に応じて、ドーパント成分１２０は、総混合物質量の０．１質量％から２０質量％まで変化してもよい。本発明でホスト成分１１０として使用する有機粉末はＡｌｑ３、ＮＰＢ及びＴＢＡＤＮである。本発明で使用するいくつかの有機ドーパント成分１２０の例はＤＣＪＴＰ、ルブレン、ＯＰ３１、ＤＰＱＡ及びＤＢＺＲである。

40

【００２３】

粉末有機材料の混合物１２５を収容する容器１３５を真空炉内に配置する。粉末有機材料１２５を有する容器１３５は、粉末有機材料１２５の湿度を低下させるため雰囲気を１

50

$0^{-1} \sim 10^{-3}$ トールの範囲内の低い圧力までパージしながら、 $40 \sim 100$ の温度範囲で $30 \sim 100$ 分間加熱する。混合を促進しむらのない化学成分を維持するため粉末有機材料 125 から湿気を除去することが重要である。粉末有機材料の混合物 125 は、混合するまで $10^{-1} \sim 10^{-3}$ トールの低い圧力で貯蔵すればよい。

【0024】

混合は通常プロペラ混合によって達成し、その際プロペラまたはタービンプレード 140 を使用して粉末有機材料の混合物 125 を混合し、粉末有機材料の均質な混合物 180 を形成する。また、超音波ホーン 130 を使用して超音波混合を完了してもよい。気化及び加熱によって湿気を除去した後、通常プロペラまたはタービンプレード 140 である混合機構を容器 135 内に配置する。容器 135 は、気密シールを保持しながら、プロペラまたはタービンプレード 140 を通過させる少なくとも 1 つの密閉式開口を有する容器カバー（図示せず）を使用して密閉する。

10

【0025】

容器 135 を密閉した後、周囲雰囲気気を容器 135 から排気し、容器 135 に、窒素ガス、アルゴンガスまたはそれらの混合物といった不活性雰囲気気を充填する。容器 135 は、容器 135 へのガスの流れを制御する吸気圧力制御装置 253（図 2 参照）と、容器 135 からのガスの排気を制御する排気圧力制御装置 254（図 2 参照）とを装備している。容器 135 を密閉し不活性雰囲気気を容器内に提供した後、粉末有機材料の混合物 125 を混合し粉末有機材料の均質な混合物 180 を形成する。粉末有機材料を混合する装置は図 2 の詳細な説明で説明する。

20

【0026】

粉末有機材料の均質な混合物 180 を得た後、それを容器 135 から取り出し、圧密化して有機発光デバイスで使用する基板上の有機層を発生する物理蒸着に適したペレットを形成する。ペレットは $3,000 \sim 20,000$ ポンド/平方インチの範囲内の圧力で圧密化する。

【0027】

図 2 を参照すると、粉末有機材料を混合する装置 200 の断面図が示される。装置は、混合中粉末有機材料の混合物を収容する容器 250 と、粉末有機材料の混合物を混合するため容器 250 内に配置した混合機構 205 とを含む。混合機構 205 は通常、第 1 の回転式シャフト 220 に取り付けられたプロペラまたはタービンプレード 210 である。プロペラ 210 は高速で回転し、粉末有機材料を混合して均質な混合物を得る。容器 250 は、好適には混合処理を目視するため透明なガラス容器であり、気密容器カバー 240 と嵌合する。粉末有機材料の均質な混合物が得られたことを監視者が決定できるように、透明な容器 250 を通じて混合処理を視覚的に監視すればよい。容器カバー 240 は容器 250 内の密閉した雰囲気を提供し、プロペラまたはタービンプレード 210 を容器 250 内に挿入して粉末を混合するように第 1 の回転式シャフト 220 を挿入できる少なくとも 1 つの密閉式開口を有する。

30

【0028】

また、容器 250 は、2 つの圧力制御装置を装備している。1 つの吸気圧力制御装置 253 は、容器内に不活性雰囲気を提供する流れ弁及び放出弁を有する。排気圧力制御装置 255 は、容器から湿気を除去する流れ弁及び放出弁を有する。第 2 の圧力制御装置は、混合の前に不活性雰囲気に置き換えられる、周囲雰囲気気を容器 250 からパージするため、負の圧力勾配を提供することができる真空ポンプ（図示せず）に結合される。不活性雰囲気は通常、窒素ガス、アルゴンガスまたはそれらの混合物である。混合後、不活性雰囲気気をパージしてもよい。不活性雰囲気は、何らかの吸湿性粉末有機材料の化学的性質を変化させることのある水分の導入を回避する乾燥雰囲気を提供し、混合を支援する。

40

【0029】

モータ 260 は回転方向 230 に第 1 の回転式シャフト 220 を駆動する。第 1 の回転式シャフトは $20,000 \sim 50,000$ 回転/分の範囲内の速度で回転する。モータ 260 は横行ブラケット 280 の上に設置され、横行ブラケット 280 はベースプレート 2

50

84の上に固定される。空気圧シリンダ270は、混合機構が混合処理中に容器250の一方の端部からもう一方まで横行するように、横行ブラケット280を往復運動272させる。往復運動272は、容器250の長さほど大きくない。混合機構は、30～60サイクル/分の範囲内の速度で往復運動する。

【0030】

第2の回転式シャフト268は、ベルトプーリ機構264を介して電動モータ262によって駆動される。電動モータ262は、10～60回転/分の範囲内の速度で、容器250に結合した第2の回転式シャフト268を回転させる。混合中、第2の回転式シャフト268は、第1の回転式シャフト220及び混合機構210の回転方向230と反対の回転方向232に回転してもよい。また、第2の回転式シャフト268は、第1の回転式シャフト220の回転方向230に対応する方向に回転してもよい。第1の回転式シャフト220と第2の回転式シャフト268とは、軸受支え290によって支持されたすべり軸受(図示せず)と結合する。

10

【実施例】

【0031】

例1：青色発光層

まず、2.0グラムの有機ドーパント粉末TBPと8.0グラムの有機ホスト粉末TBADNを気密ガラス容器内に配置した。容器を、図2について提供した詳細な説明で説明したような粉末有機材料を混合する装置と共に使用した。プロペラは、有機材料の均質な混合物が得られるまで、5～7分間、約25,000回転/分で動作し、粉末有機材料を混合した。混合後、風媒性粒子を容器の内部に沈降させ、容器を開いて2.0グラムの有機材料の均質な混合物を圧密化のため分取した。

20

【0032】

粉末有機材料の均質な混合物を圧密化して物理蒸着に適したペレットにした。圧密化したペレットを石英ボート内に配置し、参照のため本出願の記載に援用する、ヴァン・スライク他、SID2002摘要、886～889ページ、2002年によって説明される先行技術によるTaヒータを使用して上部から加熱した。以下の構造を有するいくつかのOLEDディスプレイを、インジウム-スズ酸化物アノードでコーティングしたガラス基板上に形成した。

正孔注入層：CFx：厚さ=5nm

HTL：NPB。厚さ=75nm

EML：TBADN+2%TBP。厚さ=20nm

ETL：Alq3。厚さ=35nm

カソード：MgAg。厚さ=200nm

30

【0033】

初めに、5つのOLEDディスプレイを製造したが、その際質量が約2.0グラムの圧密化ペレットを使用することによってEMLを形成し、有機材料と上部を加熱した石英ボートとを使用してHTL及びETLといった他の有機層を形成した。1時間の連続気化の後、別の1組の5つのOLEDディスプレイを製造した。圧密化したペレットを、ペレットが完全に消費されるまで約200分間連続して加熱し、30分の間隔で1組の5つのOLEDディスプレイを製造した。シャッタは連続蒸着処理中基板を保護し、シャッタは、発光層を蒸着しOLEDディスプレイを形成する時だけ開いた。

40

【0034】

各組の5つのOLEDディスプレイの平均EL結果を表1に示す。グループAのOLEDディスプレイは、蒸着処理の初めに製造した5つのOLEDディスプレイの平均性能を示し、グループBのOLEDディスプレイは、120分の連続蒸着の後に製造した5つのディスプレイの平均性能を示し、グループCのOLEDディスプレイは、180分の蒸着の後に製造した5つのOLEDディスプレイを示す。

【0035】

【表 1】

表 1
本発明により形成された青色OLEDディスプレイのEL結果

実験	EML組成	OLED ディスプレイ	駆動電圧	輝度効率 (cd/A)	CIE _{x, y}
1	TBADN + 2 % TBP	A	7.1V	2.51	0.15, 0.20
2	TBADN + 2 % TBP	B	7.0V	2.35	0.14, 0.19
3	TBADN + 2 % TBP	C	6.8	2.40	0.14, 0.18

10

【0036】

表 1 に要約される実験結果は、本発明によって形成した青色発光層の駆動電圧、輝度効率、及び色座標 CIE_{x, y} といった EL 特性は蒸着処理の全期間を通じて均一であることを示しており、これは、98%のTBADN（ホスト）と2%のTBP（ドーパント）を含む有機材料の組成が変化しなかったことを示している。

20

【0037】

例 2：赤色発光層

まず、0.5gの有機ドーパント粉末ルブレン、0.15gの別の有機ドーパント粉末DCJTB、4.675gの別の有機ホスト粉末Alq3を、高速プロペラ混合装置に取り付けたガラス容器内に配置した。高速プロペラは、有機材料の均質な混合物が得られるまで約5～7分間、約25,000rpmで動作し、粉末有機材料を混合した。混合処理中乾燥アルゴンガスを容器内にパージし、Alq3が周囲の湿気にさらされないようにした。

【0038】

混合後、風媒性粒子をガラス容器の内部に沈降させ、容器を開いて2.0グラムの有機材料の均質な混合物を圧密化のため分取した。粉末有機材料の均質な混合物を圧密化して物理蒸着処理用のペレットにした。圧密化したペレットを石英ボート内に配置し、その際ペレットを、参照のため本出願の記載に援用する、ヴァン・スライク他、SID2002摘要、886～889ページ、2002年によって説明される先行技術によるTaヒータを使用して上部から加熱した。以下の構造を有するいくつかのOLEDディスプレイを、インジウム-スズ酸化物アノードでコーティングしたガラス基板上に形成した。

30

正孔注入層：CF_x：厚さ = 5 nm

HTL：NPB。厚さ = 75 nm

EML：ホスト - [TBADN + Alq3 (1 : 1)] / ドーパント - 5 % ルブレン + 1.5 % DCJBT。厚さ = 35 nm

40

ETL：Alq3。厚さ = 35 nm

カソード：MgAg。厚さ = 200 nm

【0039】

初めに、5つのOLEDディスプレイを製造したが、その際質量が約2.0グラムの圧密化ペレットを使用することによってEMLを形成し、有機材料と上部を加熱した石英ボートとを使用してHTL及びETLといった他の有機層を形成した。1時間の連続気化の後、別の1組の5つのOLEDディスプレイを製造した。圧密化したペレットを、ペレットが完全に消費されるまで約200分間連続して加熱し、30分の間隔で5つのOLEDディスプレイを製造した。シャッタは連続蒸着処理中基板を保護し、シャッタは、発光層を蒸着しOLEDディスプレイを形成する時だけ開いた。

50

【 0 0 4 0 】

各組の5つのOLEDディスプレイの平均EL結果を表1に示す。グループAのOLEDディスプレイは、蒸着処理の初めに製造した5つのOLEDディスプレイの平均性能を示し、グループBのOLEDディスプレイは、120分の連続蒸着の後に製造した5つのディスプレイの平均性能を示し、グループCのOLEDディスプレイは、180分の蒸着の後に製造した5つのOLEDディスプレイを示す。

【 0 0 4 1 】

【表2】

表2
本発明により形成された赤色OLEDディスプレイのEL結果

実験	EML組成	OLED ディスプレイ	駆動電圧	輝度効率 (cd/A)	CIE _{x, y}
4	TBADN+Alq3 (1:1) 5% ルブレン+1.5% DCJTb	D	9.2	4.8	0.59, 0.40
5	TBADN+Alq3 (1:1) 5% ルブレン+1.5% DCJTb	E	9.0	4.42	0.60, 0.40
6	TBADN+Alq3 (1:1) 5% ルブレン+1.5% DCJTb	F	9.0	4.43	0.60, 0.40

【 0 0 4 2 】

表2に要約される実験結果は、本発明によって形成した赤色発光層のEL特性は蒸着処理の全期間を通じてかなり均一であることを示しており、これは、5%のルブレンと1.5%のDCJTbでドーピングした、1:1TBADN:Alq3をホストとして含む粉末有機材料の組成が蒸着処理を通じて変化しなかったことを示している。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 4 3 】

【図1】超音波式またはプロペラ式混合機の何れかを使用して、乾燥状態の粉末有機材料を混合する概略フローチャートを示す。

【図2】粉末有機材料を混合する装置の横断面図を示す。

【符号の説明】

【 0 0 4 4 】

- 100 乾燥混合処理
- 110 ホスト成分有機粉末
- 120 ドーパント成分有機粉末
- 125 粉末有機材料の混合物
- 130 超音波ホーン
- 135 容器
- 140 高速プロペラまたはタービンブレード
- 180 粉末有機材料の均質な混合物
- 200 粉末有機材料を混合する装置
- 205 混合機構

- | | |
|-------|--------------------|
| 2 1 0 | プロペラまたはタービンブレード |
| 2 2 0 | 第 1 の回転式シャフト |
| 2 3 0 | 第 1 の回転式シャフトの回転の方向 |
| 2 3 2 | 第 2 の回転式シャフトの回転の方向 |
| 2 4 0 | 容器カバー |
| 2 5 0 | 容器 |
| 2 5 3 | 吸気圧力制御装置 |
| 2 5 4 | 排気圧力制御装置 |
| 2 6 0 | モータ |
| 2 6 2 | 電動モータ |
| 2 6 4 | ベルトプーリ機構 |
| 2 6 8 | 第 2 の回転式シャフト |
| 2 7 0 | 空気圧シリンダ |
| 2 7 2 | 往復運動 |
| 2 8 0 | 横行ブラケット |
| 2 8 4 | ベースプレート |
| 2 9 0 | 軸受支え |

10

【 図 1 】

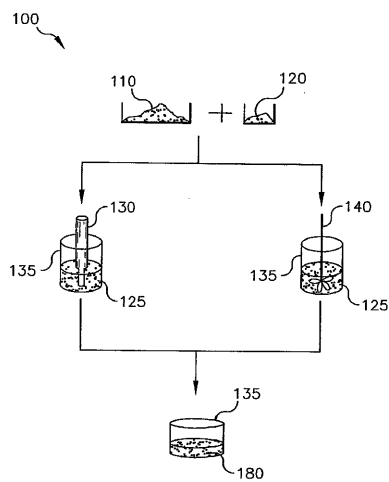


FIG. 1

【圖 2】

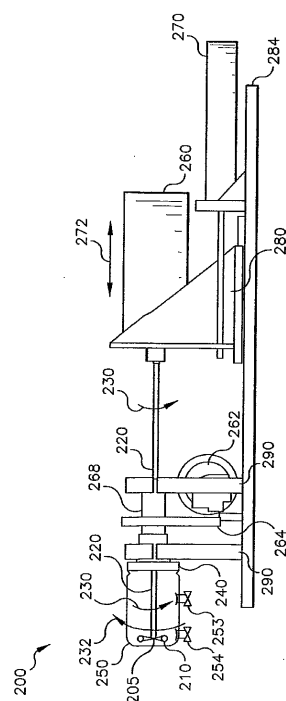


FIG. 2

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/US2004/028510

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C23C14/12		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C23C B01F C09K		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 3 586 297 A (TAICHI HOTTA) 22 June 1971 (1971-06-22)	14-16, 18,23,24
Y	column 1, line 51 - column 3, line 11	17, 19-22, 25,26
Y	GB 549 250 A (HENRY PETER BAYON) 12 November 1942 (1942-11-12) page 4, line 19 - page 5, line 37	21,22, 25,26
Y	US 2003/099153 A1 (RENFRO CHARLES K) 29 May 2003 (2003-05-29) paragraphs '0058!, '0059!	19,20
Y	GB 1 210 299 A (ALLIED CHEMICAL CORP) 28 October 1970 (1970-10-28) page 2, line 70 - line 97	17
-/--		
☒ Further documents are listed in the continuation of box C. ☒ Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *Z* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
2 February 2005		10/02/2005
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Ekhult, H

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/US2004/028510

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2003/008071 A1 (VAN SLYKE STEVEN A ET AL) 9 January 2003 (2003-01-09) paragraphs '0063! - '0075! -----	1-13
A	YUDASAKA M ET AL: "POLYPERINAPHTHALENE FILM FORMATION BY PULSED LASER DEPOSITION WITH A TARGET OF PERYLENETETRACARBOXYLIC DIANHYDRIDE" APPLIED PHYSICS LETTERS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 64, no. 24, 13 June 1994 (1994-06-13), pages 3237-3239, XP000449667 ISSN: 0003-6951 page 3237, left-hand column, line 24 - line 31 -----	1-13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/US2004/028510

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3586297	A	22-06-1971	NONE	
GB 549250	A	12-11-1942	NONE	
US 2003099153	A1	29-05-2003	US 2002154568 A1	24-10-2002
GB 1210299	A	28-10-1970	DE 1767920 A1	07-10-1971
			FR 1578199 A	14-08-1969
			NL 6809323 A	07-01-1969
			SE 341001 B	13-12-1971
US 2003008071	A1	09-01-2003	EP 1274136 A2	08-01-2003
			JP 2003115381 A	18-04-2003
			TW 543339 B	21-07-2003

フロントページの続き

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

(72)発明者 ゴーシュ, シャマル クマール
アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 6 1 2, ロチェスター, クレイトン レーン 4 2
(72)発明者 カールトン, ドン パートン
アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 4 6 4, ハムリン, モスコー ロード 5 1 8
(72)発明者 ハットワー, トゥカラン キサン
アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 5 2 6, ペンフィールド, ウッドリン ウェイ 8
Fターム(参考) 3K107 AA01 CC33 DD53 DD68 DD69 FF14 GG00 GG04

专利名称(译)	均匀的有机材料混合物		
公开(公告)号	JP2007506249A	公开(公告)日	2007-03-15
申请号	JP2006526917	申请日	2004-09-02
[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	ゴーシュシャマルクマール カールトンドンバートン ハットワートウカラキサン		
发明人	ゴーシュ,シャマル クマール カールトン,ドン バートン ハットワー,トゥカラキ サン		
IPC分类号	H05B33/10 H01L51/50 B01F9/08 B01F11/00 B01F13/06 C23C14/12 F26B11/04 F26B21/14		
CPC分类号	F26B11/0463 B01F9/08 B01F11/0054 B01F13/06 B01F2215/0468 B01F2215/0472 B01F2215/0481 C23C14/12 F26B11/049 F26B21/14		
FI分类号	H05B33/10 H05B33/14.B		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/CC33 3K107/DD53 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/FF14 3K107/GG00 3K107 /GG04		
代理人(译)	青木 笃 石田 敬		
优先权	10/663578 2003-09-16 US		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

以形成用于在能够产生在有机发光装置中使用的基板上形成有机层的热物理气相沉积中使用的丸粒，粉末状的有机材料混合，将含有至少一种掺杂剂组分和一个主机部件的均匀混合物地层。混合包含所述有机材料粉末形式相结合的步骤使该粉末形式的有机材料在容器中，10，以除去水分 -1 ~10 -3 同时吹扫容器中的气氛以降低压力毛的范围内，并且在温度范围40至100℃，在容器中填充的惰性气氛的步骤中加热30-100分钟容器中，将粉末有机材料均匀性将粉末状有机材料在惰性气氛中混合，形成优质混合物，并使粉末状有机材料的均匀混合物固结，形成颗粒。

