

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003 - 115381

(P2003 - 115381A)

(43)公開日 平成15年4月18日(2003.4.18)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
H 0 5 B 33/10		H 0 5 B 33/10	3 K 0 0 7
B 2 9 C 43/02		B 2 9 C 43/02	4 F 2 0 4
C 2 3 C 14/06		C 2 3 C 14/06	Q 4 K 0 2 9
14/12		14/12	
14/24		14/24	E

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 12数) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2002 - 191980(P2002 - 191980)

(22)出願日 平成14年7月1日(2002.7.1)

(31)優先権主張番号 09/898369

(32)優先日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(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

(72)発明者 スティーブン エー . バンスリーク

アメリカ合衆国,ニューヨーク 14534,ピッ
ツフォード,サンセット ブールバード 1
6

(72)発明者 シャマル ケイ . ゴシュ

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

(74)代理人 100077517

弁理士 石田 敬 (外 4 名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 有機材料の取扱い方法及び有機層の形成方法

(57)【要約】

【課題】 有機発光デバイス(OLED)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取扱い
方法を提供すること。

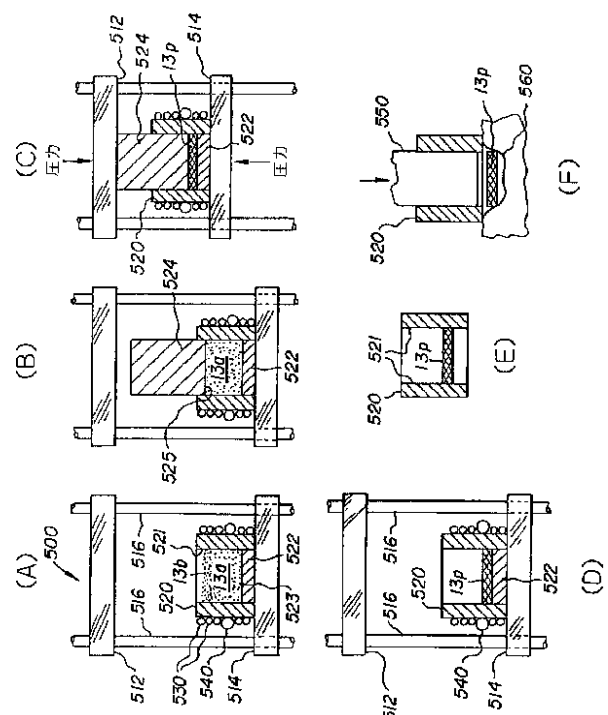
【解決手段】 有機発光デバイスの一部となる構造体
の上に有機層を形成させるのに適した有機材料の取扱い
方法であって、

a)当該有機材料を粉末形態で用意し、

b)該有機粉末をダイに入れ、該ダイ内の該有機粉末に、
該有機粉末が団結して固形ペレットとなるように十分な
圧力をかけ、そして

c)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。

図 4



【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機発光デバイス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取扱い方法であって、

- a) 当該有機材料を粉末形態で用意し、
- b) 該有機粉末をダイに入れ、該ダイ内の該有機粉末に、該有機粉末が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力をかけ、そして
- c) 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】 有機発光デバイスの一部となる構造体の上に有機材料から有機層を形成する方法であって、

- a) 当該有機材料を粉末形態で用意し、
- b) 該有機粉末をダイに入れ、該ダイ内の該有機粉末に、該有機粉末が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力をかけ、
- c) 該ペレットを該ダイから取り出し、
- d) 該ペレットを、チャンバ内に配置された熱物理蒸着源に入れ、
- e) 該構造体を、該チャンバ内に、該蒸着源から一定の間隔を置いて配置し、
- f) 該チャンバを排気して減圧にし、そして
- g) 該蒸着源を加熱して該ペレットの一部を昇華させることにより該有機材料の蒸気を提供し、該蒸気により該構造体の上に該有機層を形成させることを特徴とする方法。

【請求項3】 有機発光デバイス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昇華性有機材料の取扱い方法であって、

- a) 当該昇華性有機材料を粉末形態で用意し、
- b) 熱伝導性非昇華性材料を粉末形態で用意し、
- c) 該昇華性有機材料粉末と該熱伝導性非昇華性材料粉末とを所定の割合で含む混合物を形成し、
- d) 該混合物をダイに入れ、該ダイ内の該混合物に、該粉末混合物が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力をかけ、そして
- e) 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4】 有機発光デバイスの一部となる構造体の上に有機材料から有機層を形成する方法であって、

- a) 昇華性有機材料を粉末形態で用意し、
- b) 熱伝導性非昇華性材料を粉末形態で用意し、
- c) 該昇華性有機材料粉末と該熱伝導性非昇華性材料粉末とを所定の割合で含む混合物を形成し、
- d) 該混合物をダイに入れ、該ダイ内の該混合物に、該粉末混合物が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力をかけ、
- e) 該ペレットを該ダイから取り出し、
- f) 該ペレットを、チャンバ内に配置された熱物理蒸着源に入れ、

g) 該構造体を、該チャンバ内に、該蒸着源から一定の間隔を置いて配置し、

h) 該チャンバを排気して減圧にし、そして

i) 該蒸着源を加熱して該ペレットの一部を昇華させることにより該有機材料の蒸気を提供し、該蒸気により該構造体の上に該有機層を形成させることを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

10 【発明の属する技術分野】本発明は、一般に有機発光デバイス(OLED)の製造方法に関し、より詳細には、有機材料粉末から固形ペレットを形成する方法、及びこのようなペレットを熱物理蒸着法において使用してOLEDの一部となる構造体の上に有機層を形成する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】有機発光デバイスは、有機エレクトロルミネセント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。従来構成のパッシブ型有機発光デバイス(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} Torr未満に)保持されたチャンバ内で、それぞれの蒸着源からそれぞれの有機材料を続けて蒸着することにより形成する。これら有機層の最上部のものの上に、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。

30 【0003】このような従来のパッシブ型有機発光デバイスは、特定のカラム(アノード)と、順次方式で各口ウ(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して観察者に到達する。

【0004】アクティブ型有機発光デバイス(OLED)では、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。有機層の最上部のものの上には、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。

【0005】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。

【0006】OLED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ピングした有機発光材料、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、当該有機材料が蒸着工程で分解しないように注意しなければならない。

【0007】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熱物理蒸着源に入れることにより当該有機材料の昇華又は気化による蒸気形成を行い、その蒸気を構造体表面に凝縮させてその上に有機層を設けていた。

【0008】熱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/m³の範囲にあり、理想的な固体の有機材料の物理的密度約1 g/m³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10⁻⁶Torr程度にまで減圧されたチャンバ内に配置された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、蒸着源の加熱表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。蒸着源の加熱表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。

【0009】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不均一となるおそれがある。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、有機発光デバイス(OLED)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取扱い方法を提供することにある。本発明の別の目的は、有機粉末を団結させて固形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、OLEDの一部となる構造体の上に有機材料の固形ペレットから有機層を形成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、昇華性有機材料粉末と熱伝導性非昇華性材料粉末との混合物を団結させて固形ペレットにする方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は、一側面として、有機発光デバイス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取扱い方法であって、

- a) 当該有機材料を粉末形態で用意し、
- b) 該有機粉末をダイに入れ、該ダイ内の該有機粉末に、該有機粉末が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力をかけ、そして
- c) 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を提供するものである。本発明は、別の側面として、有機発光デバイスの一部となる構造体の上に有機材料から有機層を形成する方法であって、
- a) 当該有機材料を粉末形態で用意し、
- b) 該有機粉末をダイに入れ、該ダイ内の該有機粉末に、該有機粉末が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力をかけ、
- c) 該ペレットを該ダイから取り出し、
- d) 該ペレットを、チャンバ内に配置された熱物理蒸着源に入れ、
- e) 該構造体を、該チャンバ内に、該蒸着源から一定の間隔を置いて配置し、
- f) 該チャンバを排気して減圧にし、そして
- g) 該蒸着源を加熱して該ペレットの一部を昇華させることにより該有機材料の蒸気を提供し、該蒸気により該構造体の上に該有機層を形成させることを特徴とする方法を提供するものである。

【0012】

【発明の実施の形態】本明細書中の用語「粉末」及び「粉末形態」は、フレーク形、グラニュール形又は粒子形態が異なるものの混合物であってもよい個別粒体の集まりをさす。

【0013】図1に、各種層を示すため要素の一部を剥ぎ取ったパッシブ型有機発光デバイス(OLED)10の略透視図を示す。透光性基板11の表面に、横方向に間隔を

置いて並べられた複数の第1電極12（アノードとも呼ばれる）が形成されている。詳しく後述するように、有機正孔輸送層(HTL)13と、有機発光層(LEL)14と、有機電子輸送層(ETL)15とが物理蒸着法により逐次形成されている。横方向に間隔を置いて並べられた第2電極（カソードとも呼ばれる）は、有機電子輸送層15の上に、該第1電極12と実質的に直交する方向において形成されている。当該構造体の環境的影響を受ける部分を封入体又はカバー18でシールすることにより、OLED完成品10が提供される。

【0014】図2に、比較的多数の有機発光デバイスを製造するのに適した装置であって、緩衝ハブ102及び移送ハブ104から延在する複数のステーション間で基板又は構造体を輸送又は移送するための自動化手段又はロボット手段（図示なし）を使用する装置100の略透視図を示す。ハブ102、104の内部及びこれらのハブから延在する各ステーションの内部の減圧は、ポンプ107を介して真空ポンプ106が提供する。装置100の内部の減圧は、圧力ゲージ108が指示する。当該圧力は約 $10^{-3} \sim 10^{-6}$ Torrの範囲内とすることができる。

【0015】該ステーションには、基板又は構造体を装填するための装填ステーション110、有機正孔輸送層(HTL)を形成するための蒸着ステーション130、有機発光層(LEL)を形成するための蒸着ステーション140、有機電子輸送層(ETL)を形成するための蒸着ステーション150、複数の第2電極（カソード）を形成するための蒸着ステーション160、構造体を緩衝ハブ102から移送ハブ104（これが順に保存ステーション170を提供する）へ移送するための取出ステーション103及び該ハブ104に接合口105を介して連結されている封入ステーション180が含まれる。これらステーションの各々は、それぞれハブ102及び104の中に延在する開放口を有し、そして各ステーションは、洗浄用、材料補充用、及び部品交換・修理用のステーションへのアクセスを提供するための真空シールされたポート（図示なし）を有する。各ステーションは、チャンバを画定するハウジングを含む。

【0016】図3は、図2の分断線3-3に沿って切断された装填ステーション110の略断面図である。装填ステーション110は、チャンバ110Cを画定するハウジング110Hを有する。該チャンバの内部には、予め第1電極12を形成しておいた複数の基板11（図1参照）を担持するように設計されたキャリア111が配置されている。複数のアクティブ型構造体を支持するための別のキャリア111を提供することもできる。キャリア111は、取出ステーション103及び保存ステーション170においても提供されることができる。

【0017】図4(A)～(F)に、ダイプレス500の中に配置された金型520において有機正孔輸送材料13a

の粉末を団結させることにより有機正孔輸送材料の固形ペレット13pを形成するための一連の処理工程を略示する。ダイプレス500は、支持体516に取り付けられた可動プラットフォーム514と固定プラットフォーム512を含む。可動プラットフォーム514は液圧手段（図示なし）によって駆動されることができ、そして金型520及び下部ダイ522を支持する。

【0018】図4(A)において、粉末状、フレーク状又はグラニュール状の有機正孔輸送材料13aを金型520の中に下部ダイ522の上のレベル13bまで充填する。加熱コイル530は金型520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540は、加熱された金型を相対的に迅速に、例えば300の温度から80の温度又は周囲温度にまで、冷却することができる。金型はまた、誘導加熱されることもできる。

【0019】図4(B)において、上部ダイ524を金型520内に配置して、有機粉末13aの上面（充填レベル13b）と接触させる。金型520の内面521は磨き面であり、そして少なくとも下部ダイ522の表面523及び上部ダイ524の表面525は磨き面である。本明細書では、金型と下部ダイと上部ダイをまとめてダイと称する場合もある。

【0020】図4(C)に、可動プラットフォーム514を固定プラットフォーム512に向けて上方に駆動させた状態を示す。ダイプレス500で上部ダイ及び下部ダイに圧力をかけることにより、金型内部の有機粉末材料13aを団結させて固形ペレット13pにする。図4(D)に、可動プラットフォーム514を下降させ、そして上部ダイ524を金型から取り外した状態を示す。ペレットの形成前又は形成中に金型を加熱した場合には、少なくとも1つの冷却コイル540により温度を80～20の範囲内に冷却した上で金型から上部ダイ524を取り外す。

【0021】図4(E)に、ダイプレス500から金型520を取り外し、そして金型520から下部ダイ522を取り外した状態を示す。例示目的にすぎないが、有機正孔輸送材料のペレット13pは、金型の内面521に付着した状態で示されている。図4(F)に、金型から固形ペレット13pを取り外すためにペレットブランジャ550を使用している状態を示す。ペレットは、ペレット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560に捕捉される。

【0022】ダイプレス500において加圧前又は加圧中に金型520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、ペレットの密度を高めることができる。金型温度の好適な範囲は20～300に及ぶ。ペレット13pを金型520から取り出す前に、好ましくは上部ダイ524を金型520から取り外す前に、金型を80～20の好適な温度

範囲に冷却する。

【0023】有機正孔輸送材料 13a の粉末、フレーク又はグラニュールは、1 種以上の正孔輸送ホスト材料と 1 種以上の有機ドーパント材料との混合物を含むことができる。このような混合物を団結させたペレット 13p を熱物理蒸着源の中に配置することにより、ドーブされた有機正孔輸送層 13 (図 1 参照) を構造体の上に形成することができる。このようなドーブされた層又は二次層は、譲受人共通の Tukaram K. Hatwar らの米国特許出願第 09/875,646 号 (出願日: 2001 年 6 月 6 日、発明の名称「Organic Light-Emitting Device Having a Color-Neutral Dopant in a Hole-Transport Layer and/or in an Electron-Transport Layer」) に開示されているように、OLED の発光動作安定性を高めることが示されている。

【0024】ドーブされた有機発光層を構造体上に蒸着するのに有効なドーパントは、譲受人共通の Ching W. Tang らの米国特許第 4,769,292 号及び同第 5,294,870 号に記載されている。予備ドーブされた有機発光材料、及びそれから蒸着法により形成されたドーブ型発光層は、譲受人共通の Jianmin Shi の米国特許出願第 09/574,949 号 (出願日: 2000 年 5 月 19 日、発明の名称「Predoped Materials for Making an Organic Light-Emitting Device」) に記載されている。

【0025】下部ダイ 522 と、金型 520 と、上部ダイ 524 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変性不活性に、すなわち化学的に非反応性にするることにより、金型を 300 まで加熱する場合に有機粉末 (例、13a) 及びそれから形成されるペレット (例、13p) を分解から保護することもできる。

【0026】ダイ表面 523 及び 525 は平面とすることができる。別法として、下部ダイ 522 の表面 523 もしくは上部ダイ 524 の表面 525 を凸形面とすること、又は表面 523 及び 525 の両方を凸形とすることにより、固形ペレットが、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。

【0027】図 5 (A) ~ (E) に、図 4 (A) ~ (D) のダイプレス 500 において、金型 520 並びに対応する上部ダイ 524 及び下部ダイ 522 を選定することにより容易に形成することができる有機材料の固形ペレットの形状を例示する。図 5 (A) は、2 つの主要共平面 13pA - 1 及び 13pA - 2 を有する有機正孔輸送材料の円形ペレット 13pA を示す。図 5 (B) は、1 つの主要平面 13pB - 1 と 1 つの対向する主要凸形面 13pB - 2 とを有する円形ペレット 13pB を示す。図 5 (C) は、2 つ

の主要凸形面 13pC - 1 及び 13pC - 2 を有する円形ペレット 13pC を示す。図 5 (D) は、2 つの主要共平面 13pD - 1 及び 13pD - 2 を有する細長いペレット 13pD を示す。図 5 (E) は、1 つの主要平面 13pE - 1 と 1 つの対向する主要凸形面 13pE - 2 とを有する細長いペレット 13pE を示す。

【0028】ペレットを配置する個別具体的な蒸着源に適合するようにペレットの具体的な形状を選定する。例えば、底面が平らなシリンダ形蒸着源においては、ペレット 13pA (図 5 (A) 参照) を利用することができる。細長いシリンダ形管状蒸着源においては、ペレット 13pE (図 5 (E) 参照) を、その主要凸形面 13pE - 2 の曲率を当該シリンダ形管状蒸着源のキャビティの丸みにほぼ適合させて利用することができる。

【0029】図 6 に、図 2 の分断線 6 - 6 で切断したときの HTL 蒸着ステーション 130 の略横断面図を示す。ハウジング 130H がチャンバ 130C を画定する。基板 11 又は構造体 (図 1 参照) は、マスクフレームとして構成することができるホルダ 131 に保持される。蒸着源 134 は断熱性支持体 132 の上に配置される。蒸着源 134 は、有機正孔輸送材料のペレット 13p、例えば図 5 (A) のペレット 13pA で、充填されている。蒸着源 134 は、リード線 245, 247 を介して蒸着源電源 240 の対応する出力端子 244, 246 に接続されている加熱要素 135 により加熱される。

【0030】蒸着源温度が十分に高くなると、ペレットの一部が昇華又は気化して、破線及び矢印で略示したように、有機正孔輸送材料の蒸気による蒸着ゾーン 13v が提供される。基板又は構造体 11 及び従来のクリスタル質量センサ 200 が蒸着ゾーン内に配置され、そしてこれら各要素の上に、破線で示した記号 13f が示すように、有機正孔輸送層が形成される。

【0031】当該技術分野で周知であるように、クリスタル質量センサ 200 は、リード線 210 を介して蒸着速度モニタ 220 の入力端子 216 に接続される。該センサ 200 は、該モニタ 220 に配備される発振器回路の一部である。該回路は、層 13f の形成による荷重のような当該クリスタルの積載質量にほぼ反比例する周波数において発振する。モニタ 220 は、積載質量速度に比例する、すなわち層 13f の蒸着速度に比例する信号を発生する示差回路を含む。この信号は、蒸着速度モニタ 220 によって指示され、そしてその出力端子 222 において提供される。リード線 224 がこの信号をコントローラ又は増幅器 230 の入力端子 226 に接続する。コントローラ又は増幅器は、出力端子 232 において出力信号を提供する。後者の出力信号は、リード線 234 及び入力端子 236 を介して蒸着源電源 240 への入力信号となる。

【0032】このように、蒸着ゾーン 13v の内部の蒸気流が一時的に安定な場合には、層 13f の質量蓄積、

すなわち成長は、一定速度で進行する。速度モニタ220は出力端子222に一定信号を提供し、そして蒸着源電源240はリード線245, 247を介して蒸着源134の加熱要素135に一定電流を提供し、よって蒸着ゾーン内部の蒸気流は一時的に安定に維持される。安定な蒸着条件下、すなわち蒸着速度が一定である条件下では、有機正孔輸送層13(図1参照)の所望の最終厚さが一定蒸着期間中に構造体及びクリスタル質量センサ200の上に達成され、その時点で、蒸着源134の加熱を止める、又は蒸着源の上にシャッター(図示なし)を配置する、ことにより、蒸着を停止させる。

【0033】図6には例示目的につき比較的単純なつば蒸着源134が示されているが、蒸着ゾーン内部に有機材料の蒸発又は昇華した蒸気を提供するためにその他の多数の蒸着源構成を有効利用できることは認識される。有用な蒸着源として、譲受人共通のRobert G. Spahnによる米国特許出願第09/518,600号(2000年3月3日出願)に開示されている拡張型又は線形型物理蒸着源が挙げられる。特に有用な熱物理蒸着源は、譲受人共通のSteven A. Van Slykeらによる米国特許出願第09/843,489号(2001年4月26日出願)に開示されている細長い管状蒸着源である。

【0034】図6では、図面の明瞭さを確保するため、単一のクリスタル質量センサ200が示されている。譲受人共通のMichael A. Marcusらによる米国特許出願第09/839,886号(2001年4月20日出願)に開示されているように、OLED製造における物理蒸着による有機層形成の監視制御を1つ又は複数の可動クリスタル質量センサにより行えることは認識されている。OLED製造において有機層の厚さを制御するための他の装置が、譲受人共通のSteven A. Van Slykeらによる米国特許出願第09/839,885号(2001年4月20日出願)に開示されている。

【0035】図7に、シリンダ形管状熱物理蒸着源集成体700の長手方向略断面図を示す。該集成体は、中心線CLを有する管状蒸着源710を含む。管状蒸着源710は、断熱性かつ電気絶縁性のエンドキャップ732及び734によって支持されている。該エンドキャップは、熱反射面742を有するヒートシールド740をも支持する。

【0036】管状蒸着源710は、ヒートシールド支持体及びエンドキャップ732、734と共に、キャビティ712を画定し、その内部に、着脱可能なキャビティシール758を介して、有機正孔輸送材料の細長い固形ペレット13pが3個配置されている。

【0037】管状蒸着源710は、キャビティ712の中にまで延在する複数の開口部714を含む。開口部714は長さ寸法Lのライン状に配置されている。Lは、管状蒸着源の高さ寸法Hの3倍以上である(シリンダ形管状蒸着源の場合、Hはキャビティ712の直径に相当する)。開口部714は直径d及び中心間隔lを有す

る。

【0038】グライドブラケット760は、ヒートシールド740に取り付けられ、そしてZ形タング760T及びねじ込みボア762を有する。ねじ込みボア762は、譲受人共通のSteven A. Van Slykeらによる米国特許出願第09/843,489号(2001年4月26日出願)に詳細に記載されているように、当該チャンバに配置された基板又は構造体に関して集成体700をチャンバ内で並進、移動又は走査できるように、親ネジ(図示なし)によって係合される。

【0039】 10^{-3} Torr未満の減圧に保持されたチャンバ(例えば、図2のHTL蒸着ステーションのチャンバ130C)に配置されると、ランブリード線757a及び757bを介してヒートランプ757のフィラメント757Fに電力を供給することによりペレット13pの有機正孔輸送材料の昇華又は蒸発を操作する。ヒートランプは、キャビティ712の内側に配置され、そしてヒートシールド支持体及びエンドキャップ732、734により、管状蒸着源710の開口部714の方向において中心線CLから上方の位置に、支持される。キャビティ712の中でこうして形成された蒸気雲はキャビティから開口部714を通して出てくる。

【0040】細長いペレット13pは、主要凸形面がシリンダ形管状蒸着源710の内面と接触し、かつ、該ペレットの主要平面がヒートランプ757の方へ上向きとなるように、図5(E)のペレット13pEと同等の形状にすることができる。蒸着源の例を2種類図示したが(図6及び図7)、団結した固形ペレットを提供し、これをOLEDの製造に使用する本発明による有機材料の取扱い方法は、種々の熱物理蒸着源及びシステムに適用可能であることが認識される。

【0041】図4(A)~(F)、図5(A)~(E)、図6及び図7において、固形ペレットの製造方法及び使用方法を、有機正孔輸送材料とそれから製造されたペレット13pに関して説明してきた。本発明の方法は、図2のOLED装置100の各蒸着ステーション140(LEL)及び150(ETL)において製造される、それぞれ図1に示した層14(LEL)及び層15(ETL)のような、ドーブ型又は非ドーブ型有機発光層及びドーブ型又は非ドーブ型有機電子輸送層を製造するための対応するペレットを提供するためのドーブ型又は非ドーブ型有機発光材料及びドーブ型又は非ドーブ型有機電子輸送材料の取扱い方法を包含する。

【0042】図8は、昇華性有機OLED材料粉末と非昇華性熱伝導性材料粉末の混合物から固形ペレットを製造する工程を示すプロセスフローチャートである。該プロセスは工程800から開始する。工程810において、昇華性有機OLED材料を粉末形態で用意する。昇華性有機材料には、有機正孔輸送材料、ドーブ型又は非ドーブ型有機発光材料、及びドーブ型又は非ドーブ型有機電子輸送

材料が含まれる。

【0043】工程 812 において、有機 OLED 材料粉末の（形成すべき混合物の）質量分率を選定する。有機 OLED 材料粉末の好適な質量分率は 50～99% の範囲内にある。工程 820 において、熱伝導性非昇華性材料を粉末形態で用意する。好適な熱伝導性非昇華性材料には、粉末状の炭素、珪素、二酸化珪素、金属、金属酸化物及び合金が含まれる。

【0044】工程 822 において、熱伝導性非昇華性材料粉末の（形成すべき混合物の）質量分率を、1.0～50% の好適な範囲内で選定する。工程 830 において、選定された質量分率の昇華性有機 OLED 材料粉末と熱伝導性非昇華性材料粉末を混合又はブレンドし、比較的均一な混合物を提供する。

【0045】工程 840 において、当該混合物（又はその一部）をダイに入れ、ダイ内の混合物に、該混合物が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力をかける。該ダイは、ダイ内の混合物に十分な圧力をかける前に、又は圧力をかけている間に、20～300 の範囲内で選定された温度に加熱されることができる。工程 850 において、固形ペレットをダイから取り出す。ダイを加熱した場合には、当該ダイから固形ペレットを取り出す前に、ダイの温度を 80～200 の範囲内の温度にまで冷却する。ここでプロセスが完了する（860）。

【0046】当該ペレットをチャンバ内に配置された熱物理蒸着源に入れ、有機発光デバイス（OLED）の一部となる構造体の上に有機層を形成することができる。図 9 は、第 1 に昇華性 OLED ホスト材料粉末を昇華性有機ドーパント材料粉末と混合し、第 2 に当該ホスト/ドーパント混合物を熱伝導性非昇華性材料粉末と混合することにより固形ペレットを製造する工程を示すプロセスフローチャートである。

【0047】該プロセスは工程 900 から開始する。工程 902 において、昇華性 OLED ホスト材料を粉末形態で用意する。昇華性 OLED ホスト材料には、有機正孔輸送ホスト材料、有機発光ホスト材料及び有機電子輸送ホスト材料が含まれる。

【0048】工程 904 において、選定された質量分率の昇華性有機ドーパント材料粉末を用意する。選定される質量分率は、ドーパント対象の OLED ホスト材料、選ばれたドーパントの種類、及び構造体上に形成される層がホスト材料中に所定のドーパント濃度を有するように当該ホスト材料中で達成されるべきドーパント濃度、によって左右される。工程 906 において、選定された質量分率の有機ドーパント材料を有機ホスト材料と混合又はブレンドすることにより第 1 混合物を提供する。

【0049】開始の指令 900 から遅延 905 の後、遅延開始指令 915 により、工程 920 において熱伝導性非昇華性材料を粉末形態で用意する。好適な熱伝導性非

昇華性材料には、粉末状の炭素、珪素、二酸化珪素、金属、金属酸化物及び合金が含まれる。工程 912 において、第 1 ホスト/ドーパント混合物の（形成すべき第 2 混合物の）質量分率を選定する。この有機混合物の好適な質量分率は 50～99% の範囲内である。

【0050】工程 922 において、熱伝導性非昇華性材料粉末の（形成すべき第 2 混合物の）質量分率を、1～50% の好適な範囲内で選定する。工程 930 において、選定された質量分率の第 1 有機ホスト/ドーパント粉末混合物と熱伝導性非昇華性材料粉末を混合又はブレンドし、比較的均一な第 2 混合物を提供する。

【0051】工程 940 において、当該第 2 混合物（又はその一部）をダイに入れ、ダイ内の第 2 混合物に、該第 2 混合物が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力をかける。該ダイは、ダイ内の第 2 混合物に十分な圧力をかける前に、又は圧力をかけている間に、20～300 の範囲内で選定された温度に加熱されることができる。工程 950 において、固形ペレットをダイから取り出す。ダイを加熱した場合には、当該ダイから固形ペレットを取り出す前に、ダイの温度を 80～200 の範囲内の温度にまで冷却する。ここでプロセスが完了する（960）。

【0052】当該ペレットをチャンバ内に配置された熱物理蒸着源に入れ、有機発光デバイス（OLED）の一部となる構造体の上にドーパ型有機層を形成することができる。

【0053】ドーパ型有機正孔輸送層又は二次層及びドーパ型有機電子輸送層又は二次層は OLED の発光動作安定性を高めることができ、またドーパ型有機発光層は OLED の発光動作安定性並びに可視スペクトル領域内の発光の発光効率を高めることができる。さらに、ドーパされた層又は二次層は、低い駆動電圧レベルで動作することができる OLED を提供する。

【0054】粉末形態にある 1 種以上の有機ホスト材料と粉末形態にある 1 種以上の有機ドーパント材料とを混合又はブレンドすることにより有機材料の第 1 混合物を用意し、次いでこれを熱伝導性非昇華性材料粉末と混合することにより第 2 混合物を用意し、これから固形ペレットを形成する。

【0055】

【発明の効果】本発明の特徴は、有機粉末を団結させて固形ペレットにする方法を、比較的簡単な道具で、しかも蒸着装置における当該ペレットの使用場所から離れた場所で実施できる点にある。本発明の別の特徴は、有機粉末を団結させて固形ペレットにする方法により、様々な場所で、またその間に、有機材料を取扱い、移し、又は輸送することが、実質的に容易になる点にある。本発明の別の特徴は、本発明の方法により製造された複数のペレット状の有機材料を、同等の質量を有する粉末形態の有機材料を取扱い、移し、又は輸送するための容器よ

りも実質的に容量が小さい容器において取扱い、移し、又は輸送することができる点にある。本発明の別の特徴は、本発明の方法により、少なくとも 1 種の OLED ホスト材料粉末と少なくとも 1 種のドーパント材料粉末とを混合又はブレンドして混合物を提供した後に該混合物を団結させて固形ペレットにすることにより、OLED 材料の固形ペレットを製造できる点にある。本発明の別の特徴は、粉末を団結させて固形ペレットにする方法と、蒸着源において固形ペレットの一部を気化させることにより構造体上に有機層を形成する方法とによって、蒸着源から粉末粒子が押出されることが実質的になくなり、よって粒状物を実質的に包含しない有機層が得られる点にある。本発明の別の特徴は、粉末を団結させて固形ペレットにする方法を、構造体上に有機層を形成するためにペレットの一部を気化させる熱物理蒸着源の形状と一致するように選ばれた形状を有するペレットを提供するように調節することができる点にある。

【図面の簡単な説明】

【図 1】各種層を示すため要素の一部を剥ぎ取ったパッシブ型有機発光デバイスを示す略透視図である。

【図 2】比較的多数の有機発光デバイス(OLED)を製造するのに適した装置であって複数のステーションがハブから延在しているものを示す略透視図である。

【図 3】比較的多数の基板又は構造体を含有するキャリアであって、図 2 の分断線 3 - 3 が示す図 2 の装置の装填ステーションに配置されるものを示す略断面図である。

【図 4】(A) ~ (F) は、本発明により、ダイプレスに配置された金型の中で有機粉末材料から固形有機ペレットを形成する一連の処理工程を示す略図である。ここで、図 4 (A) は、下部ダイの上に有機粉末材料を充填した金型を示し、同(B)は、上部ダイを金型内に配置して有機粉末材料の上面と接触させた状態を示し、同(C)は、上部ダイと下部ダイにダイプレスで圧力をかけて有機粉末材料を団結させて固形ペレットにする工程を示し、同(D)は、金型から上部ダイを取り外した状態を示し、同(E)は、ダイプレスから金型を取り外してその金型から下部ダイを取り外した後、ペレットが金型の側面に付着している状態を示し、そして同(F)は、金型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。

【図 5】(A) ~ (E) は、図 4 (A) ~ (D) のダイプレスにおいて所望の金型並びに対応する下部ダイ及び上部ダイを選定することにより形成することができる固形ペレットの形状を例示するものである。ここで、図 5 (A) は、2 つの主要共平面を有する円形ペレットを示し、同(B)は、1 つの主要平面と 1 つの対向する主要凸形面とを有する円形ペレットを示し、同(C)は、2 つの主要凸形面を有する円形ペレットを示し、同(D)は、2 つの主要共平面を有する細長いペレットを示し、そして同(E)は、1 つ

の主要平面と 1 つの対向する主要凸形面とを有する細長いペレットを示す。

【図 6】図 2 の分断線 6 - 6 が示す図 2 の装置内で構造体上に有機正孔輸送層(HTL)を形成するのに供する蒸着ステーションの略横断面図であって、本発明により蒸着源内に有機正孔輸送材料の固形ペレットを配置した状態を示すものである。

【図 7】キャピティを有する管状蒸着源の部分横断面図であって、キャピティ内に有機正孔輸送材料の細長い固形ペレットを 3 個配置した状態のものを示す。

【図 8】本発明の別の側面により、昇華性有機材料粉末と熱伝導性非昇華性材料粉末の混合物から固形ペレットを製造する工程を示すプロセスフローチャートである。

【図 9】本発明の別の側面により、第 1 に昇華性 OLED ホスト材料粉末を昇華性有機ドーパント材料粉末と混合し、第 2 に当該ホスト/ドーパント混合物を熱伝導性非昇華性材料粉末と混合することにより固形ペレットを製造する工程を示すプロセスフローチャートである。

【符号の説明】

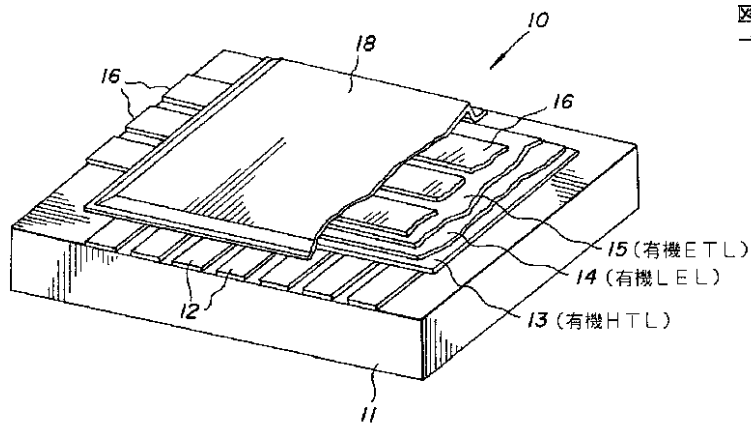
- 1 0 ...パッシブ型有機発光デバイス
- 1 1 ...透光性基板又は構造体
- 1 2 ...第 1 電極又はアノード
- 1 3 ...有機正孔輸送層(HTL)
- 1 3 a ...有機正孔輸送材料粉末
- 1 3 p ...固形ペレット
- 1 3 v ...蒸気
- 1 4 ...有機発光層(LEL)
- 1 5 ...有機電子輸送層(ETL)
- 1 6 ...第 2 電極又はカソード
- 1 8 ...封入体又はカバー
- 1 0 0 ...有機発光デバイス製造装置
- 1 0 2 ...緩衝ハブ
- 1 0 4 ...移送ハブ
- 1 0 6 ...真空ポンプ
- 1 0 8 ...圧力ゲージ
- 1 1 0 ...装填ステーション
- 1 1 1 ...キャリア
- 1 3 0 ...蒸着ステーション
- 1 3 1 ...ホルダ
- 1 3 2 ...断熱性支持体
- 1 3 4 ...蒸着源
- 1 3 5 ...加熱要素
- 2 0 0 ...クリスタル質量センサ
- 2 2 0 ...蒸着速度モニタ
- 2 3 0 ...コントローラ
- 2 4 0 ...電源
- 5 0 0 ...ダイプレス
- 5 1 2 ...固定プラットフォーム
- 5 1 4 ...可動プラットフォーム
- 5 1 6 ...支持体

5 2 0 ...金型
5 2 2 ...下部ダイ
5 2 4 ...上部ダイ
5 5 0 ...ペレットプランジャ
5 6 0 ...コンプライアント容器
7 0 0 ...シリンダ形管状熱物理蒸着源集成体
7 1 0 ...管状蒸着源
7 1 2 ...キャビティ

* 7 1 4 ...開口部
7 3 2、7 3 4 ...エンドキャップ
7 4 0 ...ヒートシールド
7 5 7 ...ヒートランプ
7 5 8 ...キャビティシール
7 6 0 ...グライドブラケット
7 6 2 ...ねじ込みボア

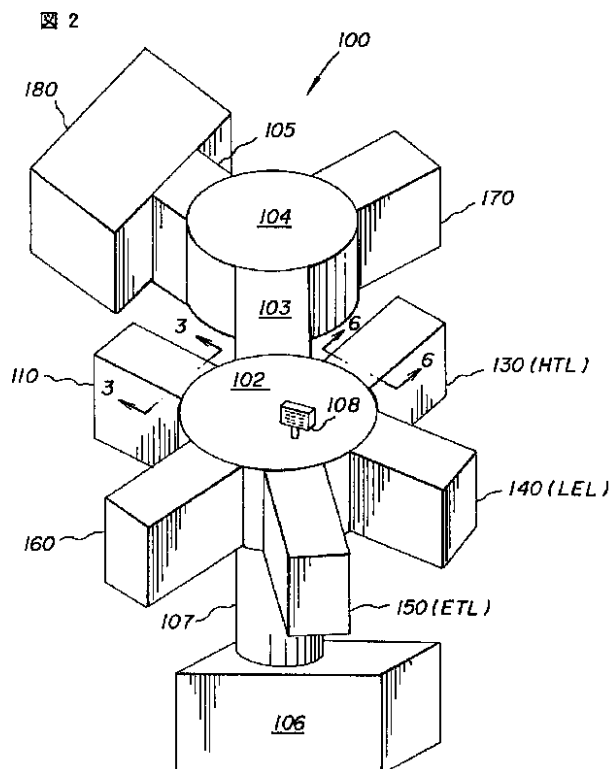
*

【図 1】

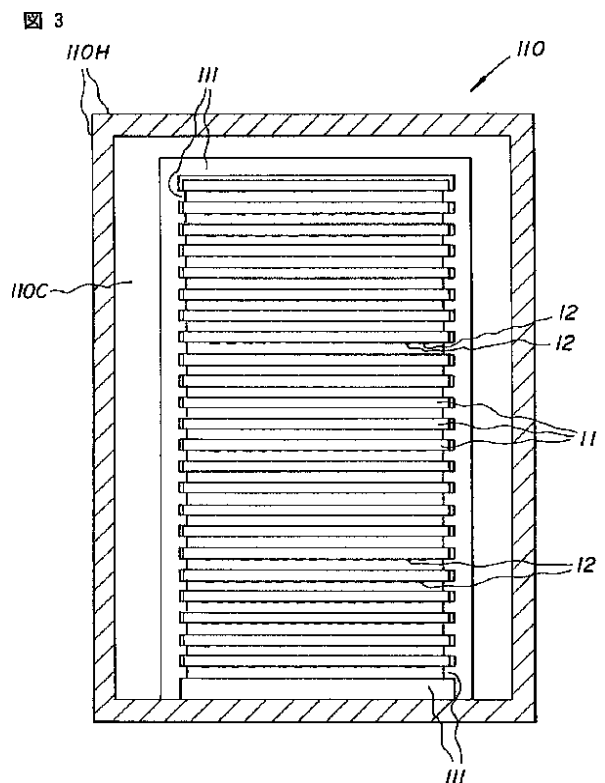


→

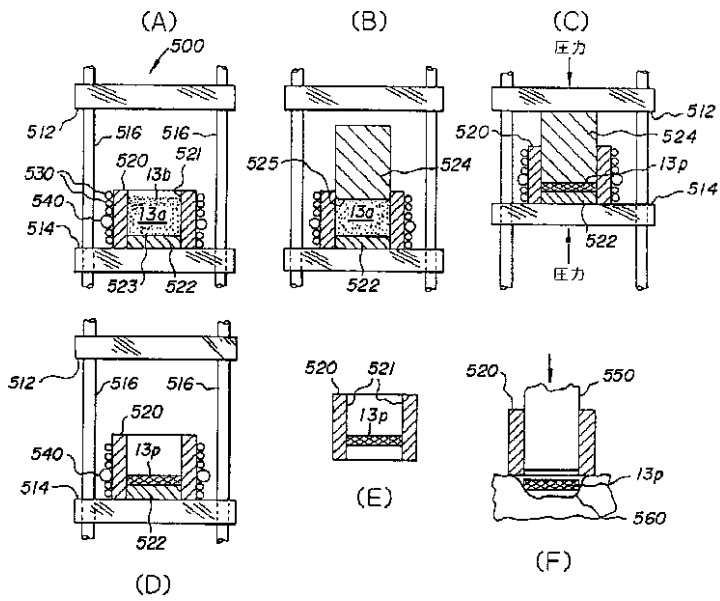
【圖 2】



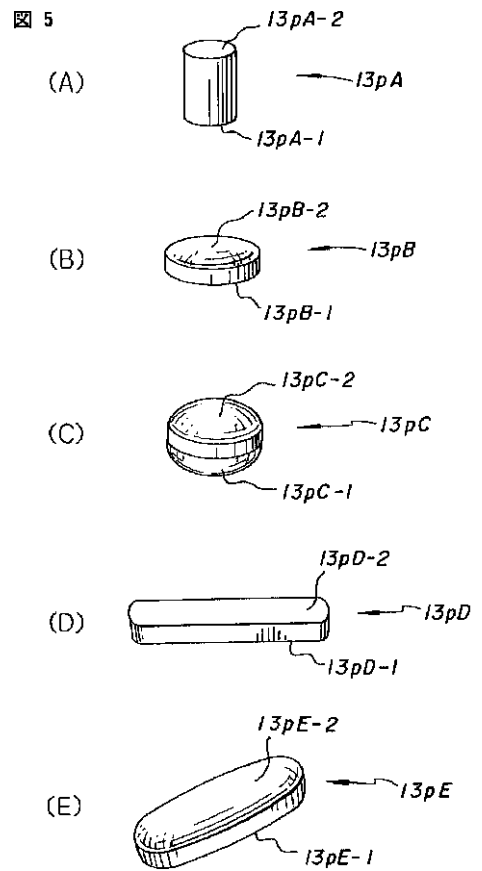
【図 3】



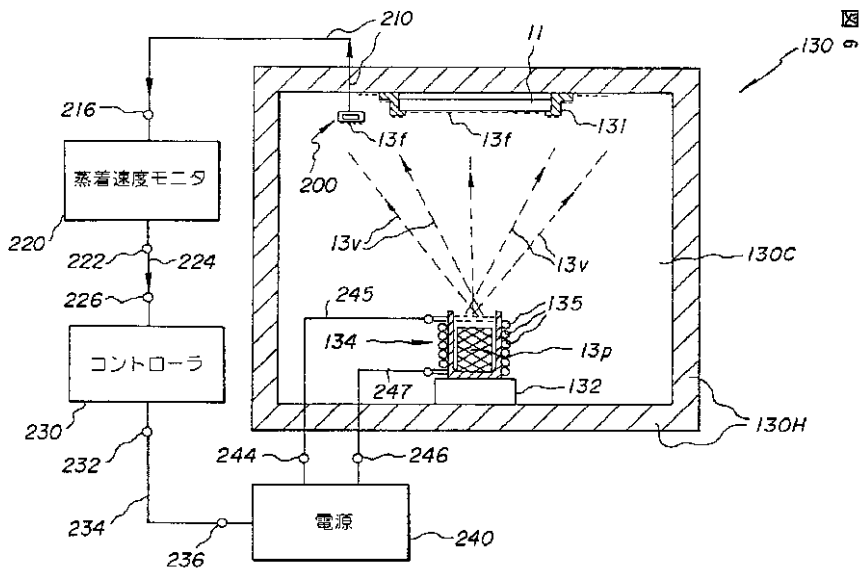
【図 4】



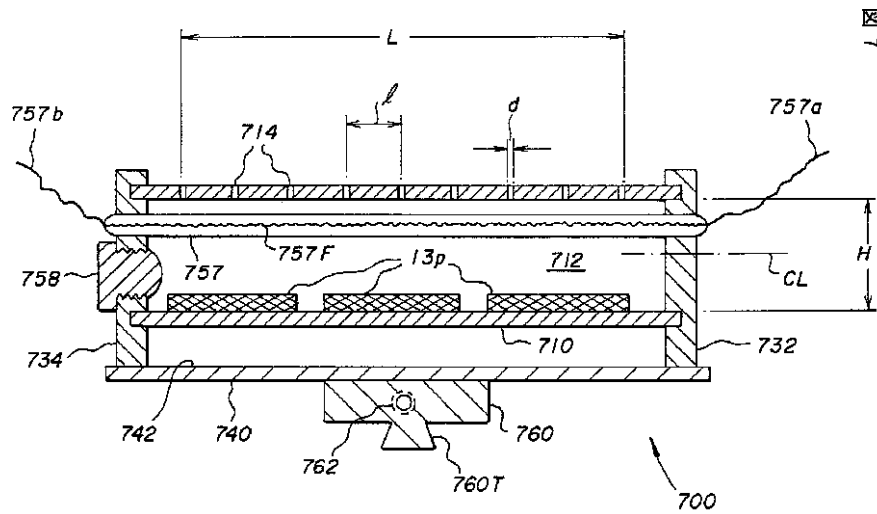
【図 5】



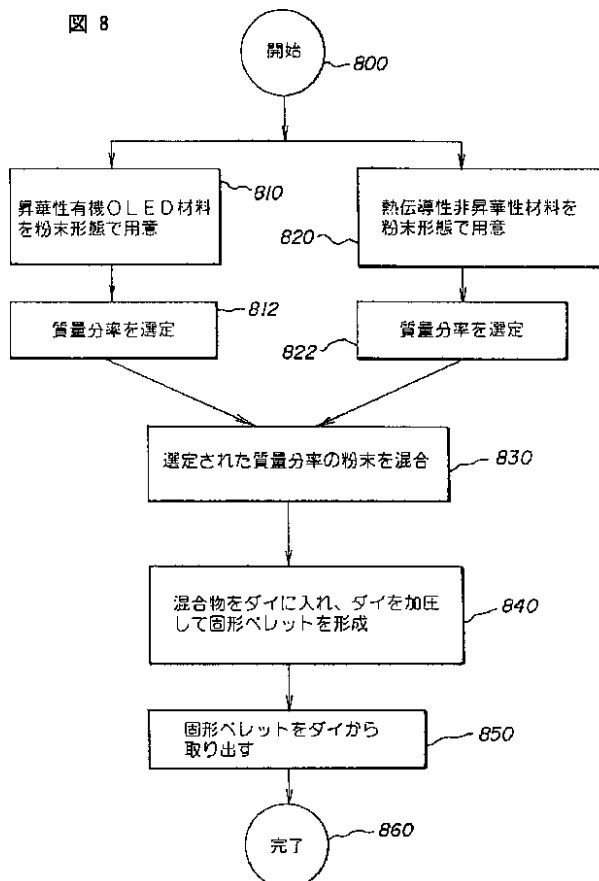
【図 6】



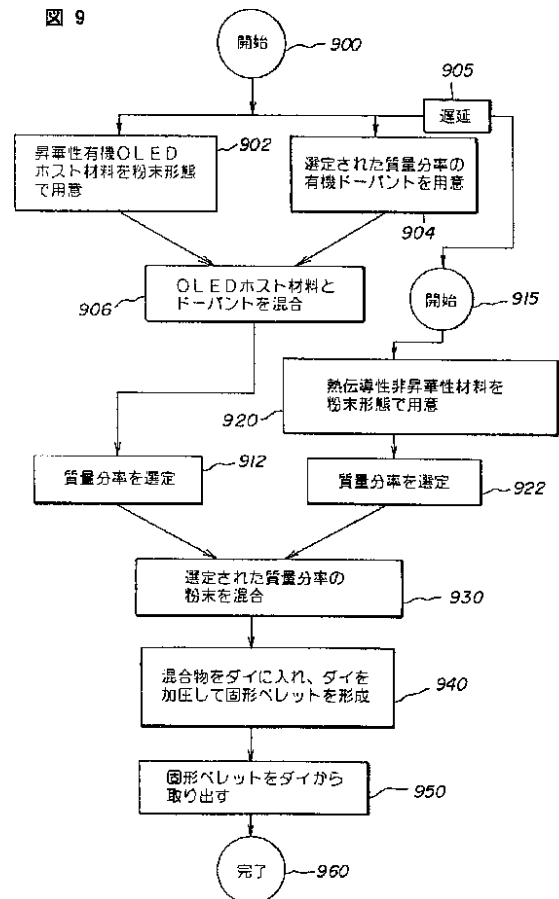
【圖 7】



【圖 8】



【図 9】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコ-ド [*] (参考)
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	A
// B 2 9 L 11:00		B 2 9 L 11:00	
(72)発明者 シャマル ケイ・ゴシュ 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		F タ-ム(参考) 3K007 AB18 DB03 FA01 4F204 AC01 AC04 AG14 AG19 AH73 FA01 FB01 FN11 FN18 FW21	
(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- ロード 518		4K029 AA09 BA62 BC07 BD00 CA01 DB06 DB08 DB17	

专利名称(译)	<无法获取翻译>		
公开(公告)号	JP2003115381A5	公开(公告)日	2005-10-13
申请号	JP2002191980	申请日	2002-07-01
[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	スティーブン エー.バンズリーク シャマル ケイ.ゴシュ ドン ビー.カールトン		
发明人	スティーブン エー.バンズリーク シャマル ケイ.ゴシュ ドン ビー.カールトン		
IPC分类号	H01L51/40 B29L11/00 B29C43/02 H05B33/10 C23C14/12 C23C14/24 C23C14/06 H01L51/50 H05B33/14		
CPC分类号	C23C14/12 H01L51/5012 H01L51/001		
FI分类号	H05B33/10 B29C43/02 C23C14/06.Q C23C14/12 C23C14/24.E H05B33/14.A B29L11/00		
F-TERM分类号	3K007/AB18 3K007/DB03 3K007/FA01 4F204/AC01 4F204/AC04 4F204/AG14 4F204/AG19 4F204/AH73 4F204/FA01 4F204/FB01 4F204/FN11 4F204/FN18 4F204/FW21 4K029/AA09 4K029/BA62 4K029/BC07 4K029/BD00 4K029/CA01 4K029/DB06 4K029/DB08 4K029/DB17 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC45 3K107/GG04 3K107/GG32		
优先权	09/898369 2001-07-03 US		
其他公开文献	JP2003115381A		

摘要(译)

解决的问题：提供一种用于处理适于在作为有机发光器件（OLED）的一部分的结构上形成有机层的有机材料的方法。一种用于处理适于在作为有机发光器件的一部分的结构上形成有机层的有机材料的方法，包括：
a）以粉末形式制备有机材料；其特征在于将有机粉末放置在模具中，对模具中的有机粉末施加足够的压力，以使有机粉末结合成固体颗粒，并且c）将颗粒从模具中移出。办法