

(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2004-193119

(P2004-193119A)

(43) 公開日 平成16年7月8日(2004.7.8)

(51) Int.Cl.⁷

H05B 33/14

F I

H05B 33/14

A

テーマコード (参考)

3K007

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2003-407473 (P2003-407473)	(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
(22) 出願日	平成15年12月5日 (2003.12.5)	(74) 代理人	100099759 弁理士 青木 篤
(31) 優先権主張番号	10/313259	(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敬
(32) 優先日	平成14年12月6日 (2002.12.6)	(74) 代理人	100087413 弁理士 古賀 哲次
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100102990 弁理士 小林 良博
(31) 優先権主張番号	10/313617	(74) 代理人	100082898 弁理士 西山 雅也
(32) 優先日	平成14年12月6日 (2002.12.6)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		
(31) 優先権主張番号	10/313564		
(32) 優先日	平成14年12月6日 (2002.12.6)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		
(31) 優先権主張番号	10/313426		
(32) 優先日	平成14年12月6日 (2002.12.6)		
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

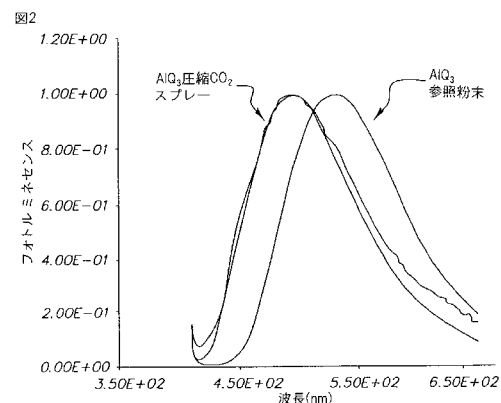
(54) 【発明の名称】 画像形成用組成物及び表示装置

(57) 【要約】

【課題】 高解像度パターンを創出するための組成物を提供する。

【解決手段】 溶剤と機能性材料との混合物を含んで成る画像形成用組成物であって、該溶剤が圧縮流体であり、該機能性材料が、該圧縮流体中に溶解、分散及び／又は可溶化される電子輸送性材料、正孔注入性材料、正孔輸送性材料又は電場発光性材料であり、該混合物が熱力学的に安定もしくは熱力学的に準安定であるか又はその両方であり、そして該機能性材料が溶剤を含まず、かつ、基板上に付着した時に固体薄膜を形成することを特徴とする画像形成用組成物。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

溶剤と機能性材料との混合物を含んで成る画像形成用組成物であって、該溶剤が圧縮流体であり、該機能性材料が、該圧縮流体中に溶解、分散及び／又は可溶化される電子輸送性材料、正孔注入性材料、正孔輸送性材料又は電場発光性材料であり、該混合物が熱力学的に安定もしくは熱力学的に準安定であるか又はその両方であり、そして該機能性材料が溶剤を含まず、かつ、基板上に付着した時に固体薄膜を形成することを特徴とする画像形成用組成物。

【請求項 2】

溶剤と機能性材料との混合物を含んで成る表示装置であって、該溶剤が圧縮流体であり、該機能性材料が、該圧縮流体中に溶解、分散及び／又は可溶化される電子輸送性材料、正孔注入性材料、正孔輸送性材料又は電場発光性材料であり、該混合物が熱力学的に安定もしくは熱力学的に準安定であるか又はその両方であり、そして該機能性材料が溶剤を含まず、かつ、基板上に付着した時に固体薄膜を形成することを特徴とする表示装置。 10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、一般に、機能性材料、具体的には電子輸送性材料、正孔注入性材料を、圧縮状態にある流体に溶解、分散及び／又は可溶化したものを含む画像形成用組成物に関する。該組成物は、画像形成用途及び表示用途の基板上に高解像度パターン又はイメージを創出するのに用いられる。 20

【背景技術】

【0002】

有機発光ダイオード（OLED）表示装置は、低分子型又は高分子型（PLEDとも呼ばれる）のいずれかに分類される。典型的に、マスク技法との組み合わせで蒸着処理を採用するOLED低分子系デバイスの処理加工は非常に困難である。PLED系デバイスの処理加工は、各種の溶液系処理技法及びある種の乾式処理を採用して行われるが、困難を伴う。

【0003】

有機電場発光（EL）デバイスは20年以上にわたり知られているが、その性能上の制限が多く、望ましい用途にとって障害となっている。最も簡易な態様では、有機ELデバイスは、正孔注入用電極、電子注入用電極及びこれらの電極間に挟まれた有機媒体を含んでなり、光を放出させる電荷再結合を支援する。初期の有機ELデバイスの代表例が、1965年3月9日発行のGurneeらの米国特許第3172862号明細書；1965年3月9日発行のGurneeらの米国特許第3173050号明細書；Dresnerの「Double Injection Electroluminescence in Anthracene」、RCA Review、第30巻、第322～334頁、1969年；及び1973年1月9日発行のDresnerの米国特許第3710167号明細書に記載されている。これらのデバイスの有機層は、通常は多環式芳香族炭化水素を含み、非常に厚い（1 μm をはるかに上回る）ものであった。その結果、動作電圧が非常に高く、100Vを超えることが多かった。 30

【0004】

最近の有機ELデバイスは、アノードとカソードとの間に極めて薄い層（例、1.0 μm 未満）を配置してなる有機EL要素を含む。本明細書中、「有機EL要素」には、アノード電極とカソード電極との間の複数の層が包含される。層を薄化することにより有機層の抵抗が低下し、はるかに低い電圧で動作するデバイスが可能となった。欧州特許出願第81303209.1号明細書に最初に記載された基本的な2層形ELデバイス構造では、EL要素のアノードに隣接する一方の有機層を特に正孔輸送用を選定し、したがってこれを正孔輸送層と称し、そしてその他方の有機層を特に電子輸送用を選定し、これを電子輸送層と称している。有機EL要素内で注入された正孔と電子とが再結合することにより、効率的な電場発光が得られる。 40

【0005】

正孔輸送層と電子輸送層との間に有機発光層（LEL）を含有する3層形有機ELデバイスも提案されており、例えば、TangらのJ. Applied Physics、第65巻、第3610～3616頁、1989年に記載されている。発光層は、ホスト材料にゲスト材料をドーブしたものからなることが一般的である。さらに、米国特許第4769292号明細書に、正孔注入層（HIL）、正孔輸送層（HTL）、発光層（LEL）及び電子輸送／注入層（ETL）を含む4層形EL要素も提案されている。これらの構造体によりデバイス効率が向上した。

【0006】

基板上に高解像度パターンを創出するため、インクジェット記録又は印刷方式が汎用されている。典型的なインクジェット記録又は印刷方式では、インク液滴をノズルから記録要素又は媒体に向けて飛ばし、該媒体上に画像を作り出す。一般に、インク液滴、すなわち記録液は、機能性材料、例えば色素や含量又はポリマーと、多量の溶剤とを含んでなる。従来型のインクジェット印刷方式では、インク液滴を、インク相変化もしくは気泡形成からインク液滴を発生させるためノズルを加熱するか、又は圧電結晶を発振させて発生させた圧力パルスを利用して、ノズルから放出させる。溶剤又はキャリヤ液は、典型的には、水、有機材料、例えば、一価アルコール、多価アルコール又はこれらの混合物で構成されている。該システムには、受容体への付着時に画素の保全性を維持するため、多くの添加剤が存在し得る。このような材料として、界面活性剤、保湿剤、殺生剤、レオロジー調整剤、金属イオン封鎖剤、pH調整剤、浸透剤、他が挙げられる。従来型のインク配合物では溶剤配合量が多いため、このような材料が必要である。最近では、電場発光型表示装置の製造にインクジェット印刷法が採用されている。

10

20

【0007】

米国特許第5972419号明細書に、リソグラフィ技法で作りに出したマスクにより画定されたウェル内にインクジェット印刷機構で付着させた電場発光材料と透明基板を含む多色表示装置の製造方法が記載されている。この発明には、電場発光材料を含有するインクジェット印刷用組成物の溶剤配合量が、従来型のインクジェットプリンタで使用されるように高くなっている点で、問題がある。これらの溶剤は、例えばキシレンのように、毒性を有することが典型的である。また、印刷後に溶剤を除去するため基板の乾燥が必要であり、製造時間が長くなる。さらに、溶剤が含まれることにより、マスクを画素配列が得られるように加工する必要があるため、処理の時間や複雑さが増し、デバイス収率の低下を招くおそれがある。これらのマスクは、電場発光材料溶液を含有する液体付着物が隣接する画素から分離されて互いに接触しないように、必要である。

30

【0008】

米国特許第5869350号明細書に、ガラス基板を含み、該基板上に1質量%電場発光性高分子テトラヒドロフラン溶液を使用して電場発光材料を回転塗布する発光ダイオードの製造方法が記載されている。この発明には、回転塗布技法に使用される溶剤配合量が非常に高く、毒性有機溶剤の除去が必要であるという点で、問題がある。また、溶液中の固形分含量が低い系では、顕著な乾燥時間が必要となり、製造時間が長くなり得る。さらに、フルカラー表示装置を製造するためには、各種の色画素を作り出すためマスクを使用する必要があるため、処理の複雑さが増し、デバイス収率の低下を招くおそれがある。その上、回転塗布技法によると、デバイスの長さに沿って厚さが変動する薄膜を生ぜしめる傾向があり、許容することができない。

40

【0009】

米国特許第5851709号明細書に、適当な基板と、有機発光材料を含有するドナーシートとを提供することにより、電場発光表示装置を製造する方法が記載されている。表示装置を形成するため、基板上に有機発光材料を画素パターンで転写するための装置を使用する。この技法には、当該ドナーシートが複数の層からなり複雑化し得ること、そして転写工程の前に加工されなければならないので、製造プロセスに追加の工程が加わる点で、問題がある。また、水分が層を劣化させ、又は層に吸着し得るのでドナーシートの取扱いが困難で、プロセス上の困難を引き起こす可能性がある。さらに、転写装置は、典型的には、有機発光材料を転写させるためにドナーシートの一部を加熱するレーザーを使用す

50

るので、照射点が高温となるために材料が劣化するおそれもある。その上、適切な画素を作り出すためにはドナーシートを基板に対して位置合わせして近接固定しなければならず、処理の複雑さが増大する。

【0010】

気体発泡剤を使用して上記問題を解決する技法が、従来技術において利用可能である。例えば、Peetersらの米国特許第6116718号明細書に、噴射剤気体をチャンネルに通し、その噴射剤流に機能性材料を制御しながら導入し、非コロイド状の固体又は半固体の粒子又は液体を受容体に向けて該受容体にマーキング材料を融着させるに十分な運動エネルギーをもって噴射するための弾道エアロゾルを形成する、マーキング装置に使用するためのプリントヘッドが記載されている。この技法には、機能性材料と噴射剤流とが異なる2つの独立体であり、そして噴射剤を利用して機能性材料に運動エネルギーを付与する点で、問題がある。この方式では、機能性材料が凝集してノズルを目詰まりさせるおそれがあり、機能性材料の付着を制御することが困難となり得る。また、チャンネル内の噴射剤流に機能性材料を添加すると、プリントヘッドを出ていく前に非コロイド状の弾道エアロゾルが形成される点でも問題がある。この非コロイド状の弾道エアロゾルは、機能性材料と噴射剤との組み合わせであるため、熱力学的に安定ではない。このため、機能性材料が噴射剤流中で沈降しやすく、このことが機能性材料の凝集を引き起こし、ひいてはノズルを目詰まりさせ、また機能性材料の付着を制御することが困難となり得る。

10

【0011】

薄膜を創出するために超臨界流体溶媒を使用する技法も知られている。例えば、1988年3月29日発行のR.D. Smithの米国特許第4734227号明細書に、固体材料を超臨界流体溶液中に溶解させた後、該溶液を急速膨張させることにより、薄膜形成に使用できる機能性材料の粒子を微粉末状又は細長い繊維状に創出する、固体薄膜の付着方法又は微粉末の製造方法が記載されている。この方法には、超臨界流体溶液の自由なジェット膨張が、受容体上に高解像度パターンを創出するのには利用できない非平行／脱集中スプレーをもたらす点で、問題がある。さらに、脱集中は、当該機能性材料の損失にもつながる。

20

【0012】

Huckらの国際公開第WO02/45868号パンフレットに、圧縮二酸化炭素を使用してウェハ表面にパターンを創出する方法が記載されている。この方法は、圧縮二酸化炭素を含有する溶媒相中に材料を溶解又は懸濁させ、該溶液又は懸濁液をウェハの表面に付着させ、該溶媒相を蒸発させることによりパターン化された材料付着物を残存させるというものである。当該ウェハには予めリソグラフィでパターンを設けておき、ウェハに親水性領域と疎水性領域を付与する。溶液（又は懸濁液）がウェハ表面に付着し、続いて溶媒相が蒸発した後、当該材料（ポリマー）が疎水性領域又は親水性領域の一方に付着する。溶液（又は懸濁液）は、ウェハ表面に、液滴又は羽毛状噴霧の形態で、付着される。

30

【0013】

上記方法は、羽毛状噴霧を使用する付着法では当該ウェハ表面を付着前に予めパターン化するため、不利である。噴霧のプロフィールが発散形（羽毛状）であるため、ウェハ表面を直接パターン化することができない。さらに、この方法では、予めパターン化されていないウェハ表面をパターン化することができない。この方法は、液滴（又は羽毛状噴霧）の溶媒相が蒸発できるように、乾燥時間が必要ともなる。溶媒相の蒸発に伴う期間中、溶媒及び材料がある画素から隣の画素へ（例えば、表面内部へ又は表面に沿って）拡散することにより、所望のパターンが劣化するおそれもある。

40

【0014】

【特許文献1】米国特許第3172862号明細書

【特許文献2】米国特許第3173050号明細書

【特許文献3】米国特許第3710167号明細書

【特許文献4】米国特許第4356429号明細書

【特許文献5】米国特許第4734227号明細書

【特許文献6】米国特許第4769292号明細書

50

【特許文献7】米国特許第5851709号明細書

【特許文献8】米国特許第5869350号明細書

【特許文献9】米国特許第5972419号明細書

【特許文献10】米国特許第6116718号明細書

【特許文献11】国際公開第02/45868号パンフレット

【非特許文献1】Tangら, "Electroluminescence of Doped Organic Thin Films", J. Applied Physics, 65(9), 1989年5月, 第3610-3616頁

【非特許文献2】Dresner, "Double Injection Electroluminescence in Anthracene", RCA Review, 第30巻, 第322-334頁, 1969年6月

【発明の開示】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0015】

高解像度パターンを創出するための異なる方法が必要である。溶剤管理にまつわる問題を解決する技法があれば有利である。同時に、表示装置を製造するため基板上に機能性材料、具体的には電子、正孔注入性材料を高速で、正確に、かつ、精密に付着させることができる技術に対するニーズもある。さらには、電場発光型表示装置を形成するため受容体上に高解像度パターンを創出するのに使用することができる基板の高速で、正確に、かつ、精密にパターンすることができる技術に対するニーズもある。その上、画像形成用デバイス及び表示装置を創出するため基板上に機能性材料、具体的には電場発光性高分子材料を高速で、正確に、かつ、精密に付着させることができる配合物に対するニーズもある。

20

【課題を解決するための手段】

【0016】

本発明は、上記の問題を、流体と機能性材料、具体的には電子輸送性材料、正孔注入性材料、正孔輸送性材料又は電場発光性材料との混合物を含んで成る画像形成用組成物を提供することによって、解決する。該流体は圧縮され、そして該機能性材料は該圧縮流体中に溶解、分散及び／又は可溶化される。該混合物は熱力学的に安定もしくは準安定又はその両方である。本発明は、表示用途の有機発光ダイオードを製造するのに有用である。

【発明の効果】

【0017】

本発明は、付着時に溶剤が含まれず、かつ、付着時に固体薄膜が創出されるように該配合物から機能性材料を付着させることにより、有利な効果を提供する。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

本発明は、ほとんどのOLEDデバイス構成に採用することができる。これには、単一アノードと単一カソードを含む非常に簡素な構造から、より一層複雑なデバイス、例えば、複数のアノードとカソードを直交配列させて画素を形成してなる単純マトリックス式表示装置や、各画素を、例えば薄膜トランジスタ(TFT)で独立制御する、アクティブマトリックス式表示装置が含まれる。

【0019】

本発明を成功裏に実施することができる有機層の構成はいくつかある。典型的な構造は、図1に示したように、基板101、アノード103、正孔注入層105、正孔輸送層107、発光層109、電子輸送層111及びカソード113を含む。これらの層については、以下に詳述する。別法として基板をカソードに隣接するように配置できること、また基板が実際にアノード又はカソードを構成し得ることに、留意されたい。アノードとカソードの間の有機層を、便宜上、有機EL要素と称する。また、当該有機層の全体厚は500nm未満であることが好ましい。

40

【0020】

OLEDのアノードとカソードは、電気導体260を通して電源250に接続される。アノードとカソードの間に、アノードがカソードより正極となるように電位差を印加することによりOLEDを動作させる。アノードから正孔が有機EL要素に注入され、また、カソードか

50

ら電子が有機EL要素に注入される。サイクル中の一定期間電位差バイアスを逆方向にして電流を流さないようにするACモードでOLEDを動作させると、デバイスの安定性が向上する場合がある。AC駆動式OLEDの一例が米国特許第5,552,678号明細書に記載されている。

【0021】

本発明のOLEDデバイスは、カソード又はアノードのいずれが接触していてもよい支持基板101の上に設けられることが典型的である。基板に接している電極を、便宜上、底部電極と称する。底部電極をアノードにすることが慣例的であるが、本発明はそのような構成に限定されるものではない。基板は、意図される発光方向に依存して、透光性又は不透明のいずれかであることができる。基板を介してEL発光を観察する場合には透光性が望まれる。このような場合、透明なガラス又はプラスチックが通常用いられる。EL発光を上部電極を介して観察する用途の場合には、底部支持体の透過性は問題とならないため、透光性、吸光性又は光反射性のいずれであってもよい。この場合の用途向け支持体には、ガラス、プラスチック、半導体材料、シリコン、セラミックス及び回路基板材料が含まれるが、これらに限定はされない。もちろん、このようなデバイス構成には、透光性の上部電極を提供する必要がある。

10

【0022】

場合によっては、必要に応じて、層109及び層111を、発光と電子輸送の両方を支援する機能を発揮する単一層にすることが可能である。当該技術分野では、ホストとして機能し得る正孔輸送層に発光性ドーパントを添加してもよいことも知られている。例えば、青色発光性材料と黄色発光性材料、シアン発光性材料と赤色発光性材料、又は赤色発光性材料と緑色発光性材料と青色発光性材料、を組み合わせることにより、複数種のドーパントを1又は2以上の層に添加して白色発光性OLEDを創り出すことができる。白色発光性デバイスについては、例えば、欧州特許出願公開第1187235号、米国特許出願公開第20020025419号、欧州特許出願公開第1182244号、米国特許第5683823号、米国特許第5503910号、米国特許第5405709号及び米国特許第5283182号に記載されている。

20

【0023】

本発明のデバイスにおいて、当該技術分野で教示されている電子又は正孔阻止層のような追加の層を採用してもよい。正孔阻止層は、例えば米国特許出願公開第20020015859号に記載されているように、一般にリン光性発光体デバイスの効率を高めるために使用される。

30

【0024】

本発明は、例えば米国特許第5703436号及び米国特許第6337492号に教示されているように、いわゆるスタック型デバイス構造において使用することもできる。

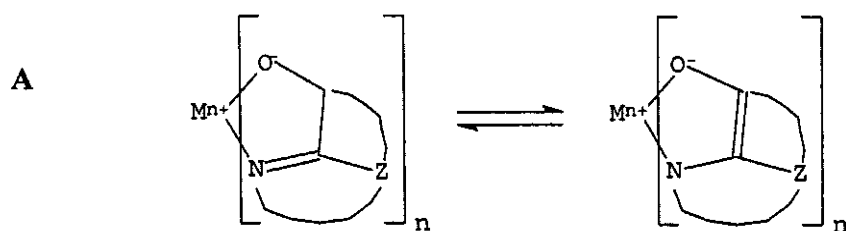
【0025】

本発明の有機ELデバイスの電子輸送層111を形成するのに用いられる好適な薄膜形成性材料は、オキシシノール（通称8-キノリノール又は8-ヒドロキシキノリン）自体のキレートをはじめとする、金属キレート化オキシノイド系化合物である。当該化合物は、電子の注入・輸送を助長し、高い性能レベルを発揮すると共に、薄膜加工が容易である。企図されるオキシノイド系化合物の例として、構造式(A)を満たす化合物が挙げられる。8-ヒドロキシキノリン及び類似の誘導体の金属錯体（式A）は、電子輸送を支援することができる有用なホスト化合物の一種である。

40

【0026】

【化 1】



10

【0027】

上式中、Mは金属を表わし、

nは1～4の整数であり、そして

Zは、各々独立に、縮合芳香族環を2個以上有する核を完成する原子群を表わす。

【0028】

上記より、当該金属は1価、2価、3価又は4価になり得ることが明白である。当該金属は、例えば、リチウム、ナトリウムもしくはカリウムのようなアルカリ金属、マグネシウムもしくはカルシウムのようなアルカリ土類金属、アルミニウムもしくはガリウムのような土類金属、又は亜鉛もしくはジルコニウムのような遷移金属であることができる。一

20

【0029】

Zは、その少なくとも一つがアゾール環又はアジン環である2個以上の縮合芳香族環を含有する複素環式核を完成する。必要であれば、当該2個の必須環に、脂肪族環及び芳香族環の双方を含む追加の環を縮合させてもよい。分子の嵩高さが機能向上を伴うことなく増大することを避けるため、通常は環原子の数を18以下に維持する。

【0030】

以下、有用なキレート化オキシノイド(CO)系化合物の例を示す。

C0-1：アルミニウムトリスオキシシン〔別名、トリス(8-キノリノラト)アルミニウム(III)〕

30

C0-2：マグネシウムビスオキシシン〔別名、ビス(8-キノリノラト)マグネシウム(II)〕

C0-3：ビス[ベンゾ{f}-8-キノリノラト]亜鉛(II)

C0-4：ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)-μ-オキソ-ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)

C0-5：インジウムトリスオキシシン〔別名、トリス(8-キノリノラト)インジウム〕

C0-6：アルミニウムトリス(5-メチルオキシシン)〔別名、トリス(5-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)〕

C0-7：リチウムオキシシン〔別名、(8-キノリノラト)リチウム(I)〕

C0-8：ガリウムオキシシン〔別名、トリス(8-キノリノラト)ガリウム(III)〕

40

C0-9：ジルコニウムオキシシン〔別名、テトラ(8-キノリノラト)ジルコニウム(IV)〕

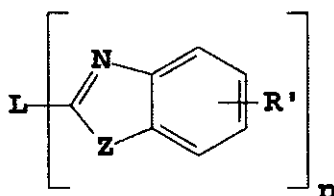
【0031】

他の電子輸送性材料として、米国特許第4356429号明細書に記載されている各種ブタジエン誘導体、及び米国特許第4539507号明細書に記載されている各種複素環式蛍光増白剤が挙げられる。構造式(B)を満たすベンズアゾールもまた有用な電子輸送性材料である。ベンズアゾール誘導体(式B)は、電場発光を支援することができる有用なホスト化合物の一種であり、特に、400 nmよりも長い波長の光(例、青色、緑色、黄色、橙色及び赤色)を放出させるのに適している。

【0032】

【化 2】

B



10

【0033】

上式中、 n は 3 ～ 8 の整数を表し、

Z は O、NR 又は S を表し、そして

R 及び R' は、各々独立に、水素、炭素原子数 1 ～ 24 のアルキル基（例えば、プロピル、*t*-ブチル、ヘプチル等）、炭素原子数 5 ～ 20 のアリールもしくは異種原子置換型アリール（例えば、フェニル及びナフチル、フリル、チエニル、ピリジル、キノリニルその他の複素環式系）、ハロ（例、クロロ、フルオロ）、又は縮合芳香族環の完成に必要な原子群であり、L は、アルキル、アリール、置換アルキル又は置換アリールからなる結合ユニットであって、当該複数のベンズアゾール同士を共役的又は非共役的に連結させるものである。有用なベンズアゾールの一例として、2,2',2''-(1,3,5-フェニレン) トリス[1-フェニル-1*H*-ベンズイミダゾール]が挙げられる。電子輸送性材料としては、トリアジン類も有用であることが知られている。

20

【0034】

常に必要であるわけではないが、アノード 103 と正孔輸送層 107 との間に正孔注入層 105 を設けることがしばしば有用となる。正孔注入性材料は、後続の有機層の薄膜形成性を改良し、かつ、正孔輸送層への正孔注入を促進するのに役立つことができる。正孔注入層に用いるのに好適な材料として、米国特許第 4720432 号明細書に記載されているポルフィリン系化合物、米国特許第 6208075 号明細書に記載されているプラズマ蒸着フルオロカーボンポリマー、及びある種の芳香族アミン、例えば *m*-MTDATA (4,4',4''-トリス[(3-メチルフェニル)フェニルアミノ]トリフェニルアミン)、が挙げられる。有機 EL デバイスに有用であることが報告されている別の代わりの正孔注入性材料が、欧州特許出願公開第 0891121 号及び同第 1029909 号明細書に記載されている。

30

【0035】

有機 EL デバイスの正孔輸送層 107 は、芳香族第三アミンのような正孔輸送性化合物を少なくとも一種含有する。芳香族第三アミン類は、少なくとも一つが芳香環の員である炭素原子にのみ結合されている 3 価窒素原子を少なくとも 1 個含有する化合物であると理解されている。一態様として、芳香族第三アミンはアリールアミン、例えば、モノアリールアミン、ジアリールアミン、トリアリールアミン又は高分子アリールアミンであることができる。単量体トリアリールアミンの例が Klupfel らの米国特許第 3180730 号明細書に記載されている。Brantley らの米国特許第 3567450 号及び同第 3658520 号明細書には、1 個以上の活性水素含有基を含み、かつ／又は、1 個以上のビニル基で置換されている、他の適当なトリアリールアミンが開示されている。

40

【0036】

より好ましい種類の芳香族第三アミンは、米国特許第 4720432 号及び同第 5061569 号に記載されているような芳香族第三アミン部分を 2 個以上含有するものである。このような化合物には、下記構造式 (A) で表わされるものが含まれる。

【0037】

【化 3】



【0038】

上式中、 Q_1 及び Q_2 は各々独立に選ばれた芳香族第三アミン部分であり、そしてGは、アリーレン、シクロアルキレン又は炭素-炭素結合のアルキレン基のような結合基である。一つの態様において、 Q_1 及び Q_2 の少なくとも一方は、多環式縮合環基（例、ナフタレン）を含有する。Gがアリール基である場合、それはフェニレン、ビフェニレン又はナフタレン部分であることが便利である。

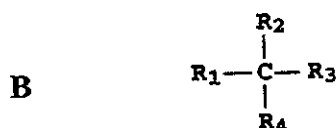
10

【0039】

構造式（A）を満たし、かつ、2つのトリアリールアミン部分を含有する有用な種類のトリアリールアミンは、下記構造式（B）で表わされる。

【0040】

【化 4】



20

【0041】

上式中、 R_1 及び R_2 は、各々独立に、水素原子、アリール基もしくはアルキル基を表わすか、又は、 R_1 及び R_2 は一緒にシクロアルキル基を完成する原子群を表わし、そして

R_3 及び R_4 は、各々独立に、アリール基であってそれ自体が下記構造式（C）で示されるようなジアリール置換型アミノ基で置換されているものを表わす。

30

【0042】

【化 5】



40

【0043】

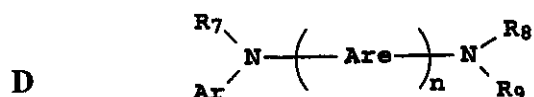
上式中、 R_5 及び R_6 は各々独立に選ばれたアリール基である。一つの態様において、 R_5 及び R_6 の少なくとも一方は、多環式縮合環基（例、ナフタレン）を含有する。

【0044】

別の種類の芳香族第三アミンはテトラアリールジアミンである。望ましいテトラアリールジアミン基は、アリーレン基を介して結合された、構造式（C）で示したようなジアリールアミノ基を2個含む。有用なテトラアリールジアミンには、下記構造式（D）で表わされるものが含まれる。

【0045】

【化 6】



【0046】

上式中、Are は各々独立に選ばれたアリーレン基、例えば、フェニレン又はアントラセン部分であり、n は 1 ～ 4 の整数であり、そして Ar、R₇、R₈ 及び R₉ は各々独立に選ばれたアリアル基である。典型的な態様では、Ar、R₇、R₈ 及び R₉ の少なくとも一つが多環式縮合環基（例、ナフタレン）である。

【0047】

上記構造式（A）、（B）、（C）、（D）の各種アルキル、アルキレン、アリアル及びアリーレン部分は、各々それ自体が置換されていてもよい。典型的な置換基として、アルキル基、アルコキシ基、アリアル基、アリアルオキシ基、並びにフッ化物、塩化物及び臭化物のようなハロゲンが挙げられる。各種アルキル及びアルキレン基は、典型的には約 1 ～ 6 個の炭素原子を含有する。シクロアルキル部分は 3 ～ 約 10 個の炭素原子を含有し得るが、典型的には、シクロペンチル、シクロヘキシル及びシクロヘプチルの環構造体のように、5 個、6 個又は 7 個の環炭素原子を含有する。アリアル部分及びアリーレン部分は、通常はフェニル部分及びフェニレン部分である。

【0048】

正孔輸送層は、芳香族第三アミン化合物の単体又は混合物で形成することができる。具体的には、構造式（B）を満たすトリアリアルアミンのようなトリアリアルアミンを、構造式（D）が示すようなテトラアリアルジアミンと組み合わせて使用することができる。トリアリアルアミンをテトラアリアルジアミンと組み合わせて使用する場合、後者を、トリアリアルアミンと電子注入及び輸送層との間に挿入された層として配置する。以下、有用な芳香族第三アミンを例示する。

【0049】

- 1,1-ビス(4-ジ-p-トリルアミノフェニル)シクロヘキサン
- 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
- 4,4'-ビス(ジフェニルアミノ)クアドリフェニル
- 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
- 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
- N,N,N',N'-テトラ-p-トリル-4,4'-ジアミノビフェニル
- N,N,N',N'-テトラフェニル-4,4'-ジアミノビフェニル
- N,N,N',N'-テトラ-1-ナフチル-4,4'-ジアミノビフェニル
- N,N,N',N'-テトラ-2-ナフチル-4,4'-ジアミノビフェニル
- N-フェニルカルバゾール
- 4,4'-ビス[N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル
- 4,4'-ビス[N-(1-ナフチル)-N-(2-ナフチル)アミノ]ビフェニル
- 4,4''-ビス[N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ]-p-ターフェニル
- 4,4'-ビス[N-(2-ナフチル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル
- 4,4'-ビス[N-(3-アセナフテニル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル
- 1,5-ビス[N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ]ナフタレン
- 4,4'-ビス[N-(9-アントリル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル
- 4,4''-ビス[N-(1-アントリル)-N-フェニルアミノ]-p-ターフェニル
- 4,4'-ビス[N-(2-フェナントリル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル

4,4'-ビス[N-(8-フルオルアンテニル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル

4,4'-ビス[N-(2-ピレニル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル

4,4'-ビス[N-(2-ナフタセニル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル

4,4'-ビス[N-(2-ペリレニル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル

4,4'-ビス[N-(1-コロネニル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル

2,6-ビス(ジ-p-トリルアミノ)ナフタレン

2,6-ビス[ジ-(1-ナフチル)アミノ]ナフタレン

2,6-ビス[N-(1-ナフチル)-N-(2-ナフチル)アミノ]ナフタレン

N,N,N',N'-テトラ(2-ナフチル)-4,4''-ジアミノ-p-ターフェニル

4,4'-ビス{N-フェニル-N-[4-(1-ナフチル)-フェニル]アミノ}ビフェニル

10

4,4'-ビス[N-フェニル-N-(2-ピレニル)アミノ]ビフェニル

2,6-ビス[N,N-ジ(2-ナフチル)アミン]フルオレン

1,5-ビス[N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ]ナフタレン

4,4',4''-トリス[(3-メチルフェニル)フェニルアミノ]トリフェニルアミン

【0050】

別の種類の有用な正孔輸送性材料として、欧州特許第1009041号に記載されているような多環式芳香族化合物が挙げられる。アミン基を3個以上有する第3芳香族アミンを、オリゴマー材料を含め、使用することができる。さらに、ポリ(N-ビニルカルバゾール)(PVK)、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリアニリン及びPEDOT/PSSとも呼ばれているポリ(3,4-エチレンジオキシチオフェン)/ポリ(4-スチレンスルホネート)のようなコポリマー、といった高分子正孔輸送性材料を使用することもできる。

20

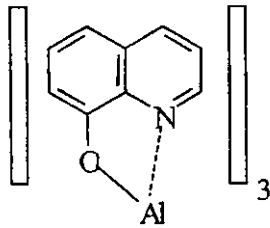
【0051】

本発明において有用な配合物は、式Iに示したAlq3のような電子輸送性材料及び、式IIに示したCuPcのような正孔注入性材料を、圧縮流体中に溶解、分散及び/又は可溶化したものを含有する。

【0052】

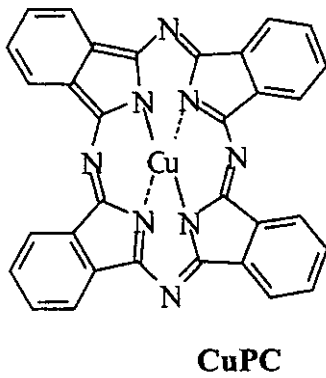
【化 7】

式 I



10

式 II



20

30

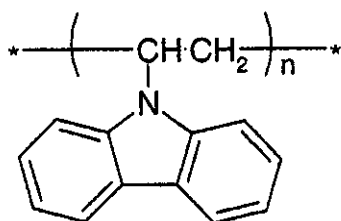
【0053】

また、本発明において有用な配合物は、式 III に示したポリ（ビニルカルバゾール）のような電場発光性材料及び、式 IV に示したテトラナフタレニルビフェニル（TNB）のような正孔輸送性材料を、圧縮流体中に溶解、分散及び／又は可溶化したものを含有することもできる。

【0054】

【化 8】

式 III



40

ポリ（ビニルカルバゾール）－PVK

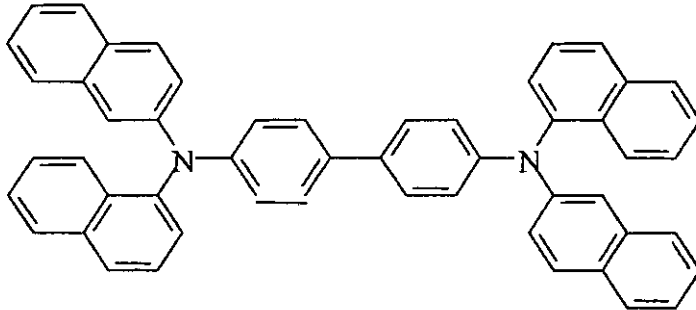
50

式中、 n は 1 ～ 100,000 の範囲内にある。

【0055】

【化9】

式IV



TNB

10

【0056】

20

圧縮流体は、密度が 0.1 g/cm^3 より高いものであれば、どのような材料であってもよい。圧縮流体は、圧縮液体及び／又は超臨界流体を含むことができる。十分に高い温度及び圧力において当該臨界点の下方にある材料が圧縮液体として知られている。周囲条件において気体として存在する超臨界流体及び／又は圧縮液体状態にある材料は、その状態において対象となる機能性材料、具体的には電子輸送性材料や正孔注入性材料を溶解、可溶化及び／又は分散させることができる特異な性能による用途を見出す。このような関係においては、圧縮液体及び／又は超臨界流体状態にされる選定材料は、周囲圧力及び周囲温度において気体である。本願の場合、周囲条件とは、温度範囲 $-100 \sim +100^\circ\text{C}$ 及び圧力範囲 $1.01325 \times 10^{-3} \sim 1.01325 \times 10^7 \text{ Pa}$ ($1 \times 10^{-8} \sim 100 \text{ atm}$) として定義されることが好ましい。より一般的には、本願の場合、周囲条件は、温度範囲 $0 \sim 100^\circ\text{C}$ 及び圧力範囲 $1.01325 \sim 1.01325 \times 10^7 \text{ Pa}$ ($1 \times 10^{-5} \sim 100 \text{ atm}$) である。当業者であれば、選定された圧縮流体が周囲条件において気体となるように適当な周囲条件を選定しこれを維持する方法を知っている。

30

【0057】

圧縮流体には、二酸化炭素、亜酸化窒素、アンモニア、キセノン、エタン、エチレン、プロパン、プロピレン、ブタン、イソブタン、クロロトリフルオロメタン、モノフルオロメタン、六フッ化硫黄及びこれらの混合物が含まれるが、これらに限定はされない。一般に、低コストである、利用可能性が広い、等の特性から、多くの用途において二酸化炭素が好適となる。

【0058】

40

機能性材料、具体的には電子輸送性材料や正孔注入性材料は、電場発光デバイスを創出するため受容体上にパターンの形態で受容体へ送られることができるものであればどのような材料であってもよい。このような画像形成デバイスは有機発光ダイオードデバイス又は高分子発光ダイオードデバイスであることができる。これらのデバイスは、テレビ、携帯電話、携帯情報端末 (PDA)、アプライアンス、自動車、看板、照明、コンピュータ、通信及び壁面のような表示用途において有用となり得る。

【0059】

機能性材料、具体的には電子輸送性材料及び正孔注入性材料は、イオン性種及び／又は、有機、無機、金属有機、高分子、オリゴマー性、金属性、アロイ、セラミック、合成及び／又は天然高分子のようなタイプの分子、並びに上記物質の複合材料の中から選ぶこと

50

ができる。機能性材料、具体的には電場発光性材料は固体又は液体であることができる。機能性材料は、付着に際し、固体薄膜を形成する。このため、固体前駆体と液体前駆体の組合せを混合することにより、後述する方法を使用して処理時に固体材料を形成することができる。さらに、機能性材料、具体的には電子輸送性材料及び正孔注入性材料は、有機分子、ポリマー分子、金属有機分子、無機分子、有機ナノ粒子、ポリマーナノ粒子、金属有機ナノ粒子、無機ナノ粒子、有機マイクロ粒子、ポリマーマイクロ粒子、金属有機マイクロ粒子、無機マイクロ粒子、及び／又はこれらの材料の複合体、等であることができる。電子輸送層及び正孔注入層を形成するポリマー／無機ナノ粒子複合体を有することが望ましい場合がある。圧縮流体と適切に混合された後、機能性材料、具体的には電子輸送性材料及び正孔注入性材料は、圧縮流体との熱力学的に安定／準安定な混合物の内部に均一に分布し、分散体又は溶液を形成する。

10

【0060】

さらに、当該配合物は、機能性材料、具体的には電子輸送性材料及び／又は正孔注入性材料を可溶化し及び／又は分散させるための分散剤及び／又は界面活性剤を含むことができる。分散剤及び／又は界面活性剤は、圧縮液体及び／又は超臨界流体媒体において適当な溶解度を有し、さらに当該機能性材料を可溶化し得るように該機能性材料と相互作用をするものであれば、いずれの群からでも選ぶことができる。このような材料には、ペルフルオロポリエーテルのようなフッ素化ポリマー、シロキサン系化合物、等が含まれるが、これらに限定はされない。本発明において好ましい界面活性剤として、式IIで表されるFluorolink 7004（登録商標）（Ausimont Montedison Group）及び式IIIで表されるFomblin MF-300（登録商標）（Ausimont Montedison Group）が挙げられる。いずれも、アンモニウム交換された頭基を有している。

20

【0061】

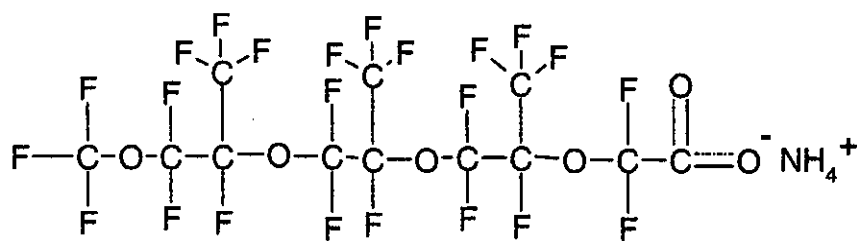
式II $\text{Cl}(\text{CF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{O})_n\text{CF}_2\text{COO}^-\text{NH}_4^+$ ($n = 1 \sim 20$)

Fluorolink 7004、アンモニウム交換型

【0062】

式III

【化10】



Fomblin MF-300

30

【0063】

さらに、当該配合物は補助溶剤を含有することができる。補助溶剤は、電子輸送性材料及び／又は正孔注入性材料が当該補助溶剤に溶解するように選定される。補助溶剤は、超臨界流体／ポリマー／補助溶剤の三元系が混和するようにも選定される。これらの補助溶剤は、上述した基準を満たすものであれば、適当ないずれの溶剤からでも選定することができる。

40

【0064】

さらに、機能性材料、具体的には電子輸送性材料及び／又は正孔注入性材料を、圧縮流体中に溶解し、分散し、及び／又は可溶化するように官能化することもできる。当該官能化は、電子輸送性材料及び／又は正孔注入性材料にフルオロカーボン、シロキサン及び／

50

又は炭化水素系官能基を結合させることにより行うことができる。

【0065】

さらに、当該配合物における界面活性剤対機能性材料の比率は、約0.1：1～約500：1、通常は1：1～100：1、より好ましくは1：1～50：1の範囲内である。本発明のさらに別の好適な態様では、当該配合物における補助溶剤対機能性材料の比率は、約0.01：1～約100：1、好ましくは0.05：1～5：1の範囲内である。本発明のさらに別の態様では、当該配合物における圧縮流体対機能性材料の比率は約1： 1×10^{-5} ～約1：20、好ましくは1： 1×10^{-3} ～約1：10の範囲内である。

【0066】

圧縮流体は連続相を形成し、そして該圧縮流体中に溶解し、分散し及び／又は可溶化した機能性材料は单相を形成する。当該配合物は、個別具体的用途に使用される機能性材料及び圧縮流体に適した温度及び圧力において維持される。本願の場合、一般的には、当該配合物の条件は、温度範囲0～100℃、圧力範囲 $1.01325 \times 10^3 \sim 4.053 \times 10^7$ Pa (1×10^{-2} ～400atm)である。

【0067】

ここで、当該配合物の調製方法について説明する。当該配合物を調製するために使用される装置については、同時係属米国特許出願第0118246号（2001年2月27日出願の米国特許第6,471,327号の一部継続出願：出願日2002年3月6日）に記載されており、その内容の全部を本明細書の一部とする。簡単に述べると、配合物溜に機能性材料を制御しながら導入する。その配合物溜に圧縮流体も制御しながら導入する。配合物溜の内容物を、機能性材料と圧縮流体とが確実に均質化されるように混合装置で適宜混合する。混合プロセスが進行するにつれ、機能性材料が圧縮流体の内部に可溶化又は分散する。溶解／分散のプロセスは、機能性材料の量や混合進行速度をはじめとし、当該機能性材料自体、当該機能性材料の粒径及び粒径分布（当該機能性材料が固体である場合）、使用する圧縮流体、並びに配合物溜内部の温度及び圧力に依存する。混合プロセスが完了すると、機能性材料と圧縮流体の混合物又は配合物は、当該配合物溜内部の温度及び圧力が一定に保持されている限り同じ状態で無期限に含まれるように機能性材料が圧縮流体内に溶解又は分散している点で、熱力学的に安定／準安定である。この状態は、当該溜内部の温度及び圧力の熱力学的条件が変更されない限り配合物溜内部において機能性材料粒子の沈降、析出及び／又は凝集がまったく起こらない点で、他の物理的混合物とは区別される。このように、本発明による機能性材料と圧縮流体との混合物又は配合物は、熱力学的に安定／準安定であるといわれる。

【0068】

ここで、当該配合物を適当な受容体へ配送する方法について説明する。当該配合物を適当な受容体へ配送するために使用される装置については、同時係属米国特許出願第0118246号（米国特許第6,471,327号の一部継続出願：出願日2002年3月6日）に記載されており、その内容の全部を本明細書の一部とする。簡単に述べると、当該温度及び／又は圧力条件を操作し及び／又は変化させることによって、圧縮流体から機能性材料（電子輸送性材料及び／又は正孔注入性材料）を析出させる。析出した機能性材料を、適当に付形された流れとして受容体に向ける。機能性材料を含有する圧縮流体を適当なオリフィスを通して周囲雰囲気中に膨張させると、圧縮流体が気体になる。機能性材料は、反応を伴わずに析出し始めて粒子及び／又は粒子凝集体となり、その際、分散剤及び／又は界面活性剤がこれらの粒子及び／又は粒子凝集体の表面をコーティングすることにより、粒子成長が制限される。圧縮流体を含まない析出及び／又は凝集した機能性材料が受容体上に精密かつ正確に付着して所望の画像が形成される。このため、受容体への付着時に、機能性材料は圧縮流体を含まない固体薄膜を形成する。このように、受容体上に機能性材料が配送されると同時に、受容体は乾燥状態となる。所望の画像は、予めパターン化されていない受容体の上に形成させることができる。その際、既に加工された画像の上に付着が行われる。或いは、表示装置の場合、表示装置の製造において標準的であるようにデバイスの予め加工された画素の上に、圧縮流体組成物で所望の画像を形成することもできる。

【0069】

受容体は、有機、無機、金属有機、金属、アロイ、セラミック、合成及び／又は天然高分子、ゲル、ガラス及び複合材料をはじめとするどのような固体であってもよい。受容体は多孔質であっても非多孔質であってもよい。

【0070】

ナノ材料析出物のサイズを、分散剤及び／又は界面活性剤に対する機能性材料の比率によって制御することができる。ナノ材料析出物のサイズを、脱加圧工程において、オリフィス設計の適正化や、溶液温度、溶液圧力、溶液流速、並びに機能性材料、具体的には電子輸送性材料及び／又は正孔注入性材料、並びに分散剤及び／又は界面活性剤の濃度の最適化を通して、制御することもできる。ナノ材料析出物のサイズを、分散剤及び／又は界面活性剤の当該分子の官能基の種類等を適当に選択することや、具体的な圧縮液体及び／又は超臨界流体における溶解度を適当に選択することにより、制御することもできる。受容体上に付着する機能性材料の粒径は、1ナノメートル～1000ナノメートルの範囲内にあることが典型的である。この機能性材料の粒径が1ナノメートル～100ナノメートルの範囲内にあると、より好ましい。

【0071】

析出したナノ材料は、種々の方法で集めることができる。例えば、ナノ材料析出物を適当な固定化用基材シートに注入／射出(inject)すること、或いは該ナノ材料を適当な液体中に集めることができる。脱加圧工程に際してナノ材料の表面はコーティングされているので、ナノ材料は安定で、著しく凝集することはない。したがって、処理条件に応じて離散したナノ粒子を得ることができる。

【0072】

具体的に示され又は記載されていない要素が、当業者に周知の各種態様をとり得ることを理解すべきである。さらに、本発明の各側面について適していると記載した材料、例えば機能性材料、具体的には電子輸送性材料及び／又は正孔注入性材料は、例示として挙げたものであり、本発明の範囲を何ら限定するものではない。

【実施例】

【0073】

例1：CuPc（正孔注入性材料）及び界面活性剤を含有する圧縮流体配合物の調製

0.0126gの銅フタロシアニンと、0.4763gのアンモニウム交換型Fluorolink（登録商標）7004と、7.06gのCO₂とを、25.3℃及び1.519875×10⁷Pa（150atm）の高圧セルに入れて混合した。適当な時間経過後、系は均質に見えるようになった。その配合物をニードル弁を通して周囲条件へ5秒間膨張させて基板上に乾燥した銅フタロシアニンを付着させた。

【0074】

例2：CuPc（正孔注入性材料）を含有する圧縮流体配合物の調製

280mLの高圧容器に100mgの銅フタロシアニン（以下、CuPc）を装填した。その容器を閉鎖し、そこへ196gの圧縮CO₂をゆっくり導入した。次いで、その内容物を攪拌しながら60℃に加熱し、圧力を(350±5)×10⁵Pa（350±5bar）に調整した。次いで、CO₂とCuPcとの混合物を強く攪拌して固体のすべてをCO₂に溶解させた。圧縮CO₂に材料が完全に溶解したら攪拌装置を止め、当該系を攪拌しない状態で5分以上保持した。次いで、容器内容物を一定容器圧力において170μmのオリフィスを通して、周囲条件の温度、圧力及び相対湿度に維持されている膨張室内へ、6分間急速放出させた。最初の1分間の放出分は廃棄し、その後の残余分を、該オリフィスから2.25"離して保持された2.5"×2.5"の石英スライドの上に付着させた。

【0075】

例3：Alq₃（電子輸送性材料）を含有する圧縮流体配合物の調製

0.0051gのAlq₃を30mLの配合容器に添加した。その容器を閉鎖し、そこへ11.11gの圧縮CO₂をゆっくり導入した。次いで、その内容物を攪拌しながら容器を60℃に加熱し、圧力を(300±5)×10⁵Pa（300±5bar）に調整した。これらの条件下で容器を30分間保持し、その後攪拌を止めた。これらの条件下で容器をさらに2分間保持した。容器の内容物を100

μmのオリフィスを通して公称で1秒間急速放出させ、該オリフィスから約0.55cm離して保持された顕微鏡用スライドガラスの面上に付着させた。付着した薄膜は、スライドガラスとの接触時に乾燥した。

【0076】

図2に、当該配合物に使用されたAlq₃粉末と、例3の配合物を使用して得られた薄膜との発光スペクトルを示す。圧縮流体配合組成物によってAlq₃に相当する適当な発光特性が得られることが明白である。

【0077】

例4：PVK（高分子電場発光性材料）を含有する圧縮流体配合物の調製

0.1gのPVK粉末をテトラヒドロフランに5質量%溶液となるように溶かしたものと、200gのCO₂とを、60℃及び3.03975×10⁷Pa（300atm）の高圧セルに入れ、十分に攪拌しながら混合した。適当な時間経過後、系は均質に見えるようになった。その配合物をニードル弁を通して周囲条件へ5秒間膨張させてガラス基板上に付着させたところ、即座に乾燥したように見える薄膜が得られた。

【0078】

図3に、当該配合物に使用されたPVK粉末と、例4の配合物を使用して得られた薄膜との発光スペクトルを示す。圧縮流体配合組成物によってPVKに相当する適当な発光特性が得られることが明白である。

【0079】

図4に、例4の配合物で得られた薄膜のプロフィロメトリのグラフを示す。該グラフは、付着した薄膜の厚さが約150ナノメートルであること、そしてその平均表面粗さが10ナノメートル未満であることを示しており、例4の配合物によって適当な厚さ及び品質の薄膜が得られたことを示唆している。

【0080】

例5：TNB（低分子正孔輸送性材料）を含有する圧縮流体配合物の調製

0.0056gのTNBを30mLの配合容器に添加した。その容器を閉鎖し、そこへ11.11gの圧縮CO₂をゆっくり導入した。次いで、その内容物を攪拌しながら容器を60℃に加熱し、圧力を（300±5）×10⁵Pa（300±5bar）に調整した。これらの条件下で容器を30分間保持し、その後攪拌を止めた。これらの条件下で容器をさらに2分間保持した。容器の内容物を100μmのオリフィスを通して公称で1秒間急速放出させ、該オリフィスから約0.55cm離して保持された顕微鏡用スライドガラスの面上に付着させた。付着した薄膜は、スライドガラスとの接触時に乾燥した。

【0081】

図5に、当該配合物に使用されたTNB粉末と、例5の配合物を使用して得られた薄膜との発光スペクトルを示す。圧縮流体配合組成物によってTNBに相当する適当な発光特性が得られることが明白である。

【0082】

以下、本発明の好ましい態様を項分け記載する。

（1）溶剤と機能性材料との混合物を含んで成る画像形成用組成物であって、該溶剤が圧縮流体であり、該機能性材料が、該圧縮流体中に溶解、分散及び／又は可溶化される電子輸送性材料、正孔注入性材料、正孔輸送性材料又は電場発光性材料であり、該混合物が熱力学的に安定もしくは熱力学的に準安定であるか又はその両方であり、そして該機能性材料が溶剤を含まず、かつ、基板上に付着した時に固体薄膜を形成することを特徴とする画像形成用組成物。

【0083】

（2）該機能性材料が官能化されている、（1）項に記載の組成物。

（3）該官能化のための官能基がフルオロカーボン、シロキサン又は炭化水素基を含む、（2）項に記載の組成物。

（4）さらに界面活性剤、分散剤又は補助溶剤を含む、（2）項に記載の組成物。

（5）該界面活性剤が非フッ素化型、部分フッ素化型又は完全フッ素化型である、（4

10

20

30

40

50

）項に記載の組成物。

【0084】

（６）該界面活性剤がペルフルオロポリエーテル又はシロキサンである、（４）項に記載の組成物。

（７）該界面活性剤対該機能性材料の比率が約0.1：1～約50：1の範囲内である、（４）項に記載の組成物。

（８）該電場発光性材料が高分子型である、（２）項に記載の組成物。

【0085】

（９）溶剤と機能性材料との混合物を含んで成る表示装置であって、該溶剤が圧縮流体であり、該機能性材料が、該圧縮流体中に溶解、分散及び／又は可溶化される電子輸送性材料、正孔注入性材料、正孔輸送性材料又は電場発光性材料であり、該混合物が熱力学的に安定もしくは熱力学的に準安定であるか又はその両方であり、そして該機能性材料が溶剤を含まず、かつ、基板上に付着した時に固体薄膜を形成することを特徴とする表示装置。

【0086】

（１０）該機能性材料が官能化されている、（９）項に記載の表示装置。

（１１）さらに界面活性剤、分散剤又は補助溶剤を含む、（９）項に記載の表示装置。

（１２）該界面活性剤が非フッ素化型、部分フッ素化型又は完全フッ素化型である、（１１）項に記載の表示装置。

【0087】

（１３）該界面活性剤がペルフルオロポリエーテル又はシロキサンである、（１１）項に記載の表示装置。

（１４）該界面活性剤対該機能性材料の比率が約0.1：1～約50：1の範囲内である、（１１）項に記載の表示装置。

（１５）該電場発光性材料が高分子型である、（９）項に記載の表示装置。

【図面の簡単な説明】

【0088】

【図１】本発明によるOLEDデバイスを示す略横断面図である。

【図２】電子輸送性材料のAlq₃粉末と、本発明による圧縮流体配合組成物を用いて製造されたAlq₃薄膜との発光スペクトルを示すグラフである。

【図３】電場発光性高分子材料のポリ（ビニルカルバゾール）粉末と、本発明による配合組成物を用いて製造されたポリ（ビニルカルバゾール）薄膜との発光スペクトルを示すグラフである。

【図４】本発明による配合組成物を用いて製造されたポリ（ビニルカルバゾール）薄膜の厚さ及び表面粗さを示すグラフである。

【図５】正孔輸送性材料のテトラナフタレニルビフェニル（TNB）粉末と、本発明による圧縮流体配合組成物を用いて製造されたTNB薄膜との発光スペクトルを示すグラフである。

【符号の説明】

【0089】

101…基板

103…アノード

105…正孔注入層

107…正孔輸送層

109…発光層

111…電子輸送層

113…カソード

250…電源

260…電気導体

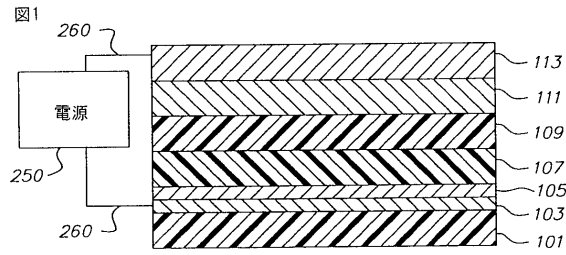
10

20

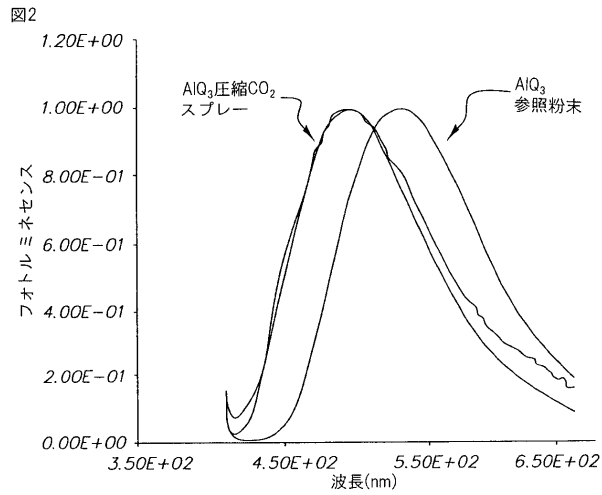
30

40

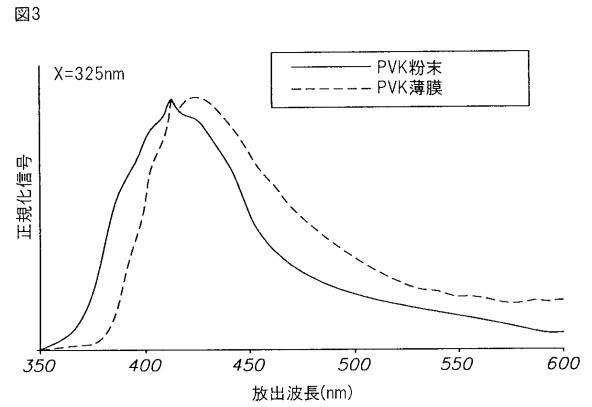
【図 1】



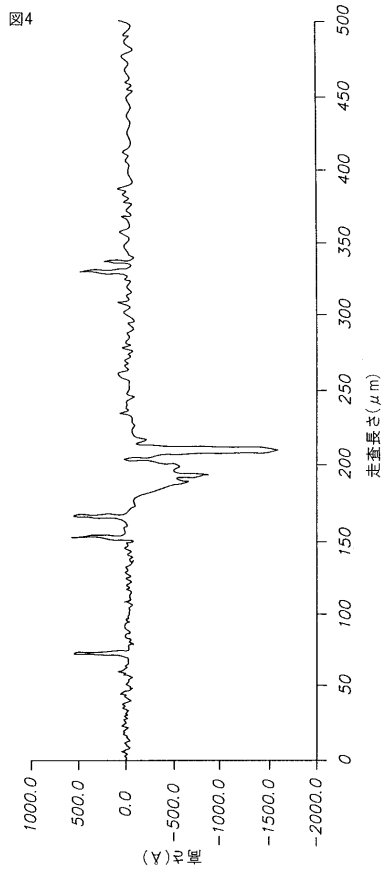
【図 2】



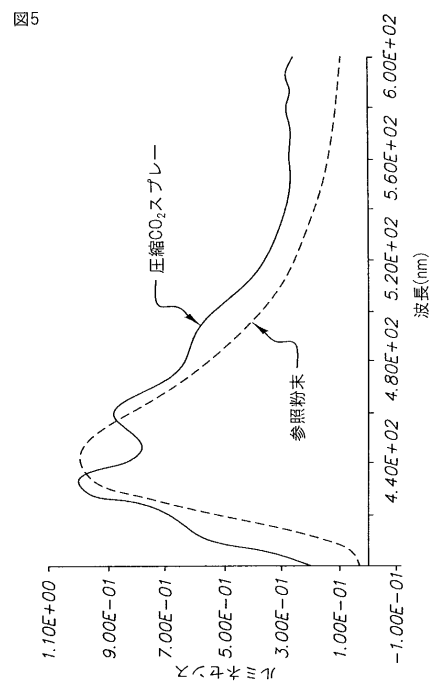
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

- (72)発明者 グレン シー. アービン, ジュニア
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14626, ロチェスター, アニー レーン 168
- (72)発明者 ラメシュ ジャガナサン
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14618, ロチェスター, アレンズ クリーク ロード 290
- (72)発明者 セシャドリ ジャガナサン
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14534, ピッツフォード, ブリタニー レーン 183
- (72)発明者 ラジェシュ ブイ. メータ
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14618, ロチェスター, フェア オークス アベニュー 301
- (72)発明者 スリダー サダシバン
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14607, ロチェスター, ストラサラン パーク 19
- (72)発明者 ロス エー. スプルート
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14621, ロチェスター, クリントン アベニュー ノース 2029
- (72)発明者 ティン トラング ボ
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14624, ロチェスター, リンダール ドライブ 71
- Fターム(参考) 3K007 AB14 AB18 DB03 FA01

专利名称(译)	图像形成组合物和显示装置		
公开(公告)号	JP2004193119A	公开(公告)日	2004-07-08
申请号	JP2003407473	申请日	2003-12-05
[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	グレンシーアービンジュニア ラメシュジャガナサン セシャドリジャガナサン ラジェシュブイメータ スリダーサダシバン ロスエースプルート テイントラングボ		
发明人	グレン シー.アービン,ジュニア ラメシュ ジャガナサン セシャドリ ジャガナサン ラジェシュ ブイ.メータ スリダー サダシバン ロス エー.スプルート テイン トラング ボ		
IPC分类号	H01L51/50 C09K11/02 C09K11/06 H01L51/00 H01L51/30 H01L51/40 H05B33/14 H05B33/20		
CPC分类号	H05B33/20 C09K11/02 C09K11/06 C09K2211/10 C09K2211/1018 C09K2211/14 C09K2211/18 H01L51/0007 H01L51/0042 H01L51/0059 H01L51/0077 H01L51/0078 H01L51/0081 H01L51/5012 H01L2251/564 H05B33/14		
FI分类号	H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K007/AB14 3K007/AB18 3K007/DB03 3K007/FA01 3K107/AA01 3K107/CC35 3K107/CC45 3K107/DD70 3K107/DD71 3K107/DD77 3K107/DD87 3K107/GG06 3K107/GG11		
代理人(译)	青木 笃 石田 敬 西山雅也		
优先权	10/313259 2002-12-06 US 10/313617 2002-12-06 US 10/313564 2002-12-06 US 10/313426 2002-12-06 US		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供一种用于创建高分辨率图案的合成物。 包含溶剂和功能材料的混合物的成像组合物，所述溶剂是压缩流体，所述功能材料溶解，分散和/或在所述压缩流体中。 待溶解的电子传输材料，空穴注入材料，空穴传输材料或电致发光材料，其中混合物是热力学稳定的或热力学亚稳定的，或两者兼而有之 以及一种图像形成组合物，其中所述功能材料不包含溶剂并且当附着到基板时形成固体薄膜。 [选择图]图2

