

(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2006-66118

(P2006-66118A)

(43) 公開日 平成18年3月9日(2006.3.9)

(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 5 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2004-245009 (P2004-245009)	(71) 出願人	000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
(22) 出願日	平成16年8月25日 (2004.8.25)	(72) 発明者	小濱 亨 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
		(72) 発明者	杉本 和則 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
		(72) 発明者	大竹 淳之 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
		Fターム(参考)	3K007 AB18 DB03 FA00 FA01

(54) 【発明の名称】 有機E L材料、有機E L材料の製造方法および有機E L素子の製造方法

(57) 【要約】

【課題】操作性に優れた有機E L材料およびその製造方法を提供し、さらに効率の良い有機E L素子の製造方法を提供する。

【解決手段】中位径Rが $53 < R \leq 5600$ (μm)の粒状体であることを特徴とする有機E L材料。圧縮成型した後、中位径Rが $53 < R \leq 5600$ (μm)の粒状体となるように解砕することを特徴とする有機E L材料の製造方法。および、陽極と陰極の間に有機層が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該有機層の少なくとも一層が、中位径Rが $53 < R \leq 5600$ (μm)の粒状体である有機E L材料を蒸着することで形成されていることを特徴とする有機E L素子の製造方法。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体であることを特徴とする有機 EL 材料。

【請求項 2】

かさ密度が 0.2 g/cm^3 より大きいことを特徴とする請求項 1 記載の有機 EL 材料。

【請求項 3】

圧縮成型した後、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体になるよう解砕することを特徴とする有機 EL 材料の製造方法。

【請求項 4】

圧縮成型がコンパクティング法で行われることを特徴とする請求項 3 記載の有機 EL 材料の製造方法。 10

【請求項 5】

陽極と陰極の間に有機層が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該有機層の少なくとも一層が、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体である有機 EL 材料を蒸着することで形成されることを特徴とする有機 EL 素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機 EL 材料、有機 EL 材料の製造方法および有機 EL 素子の製造方法に関するものである。 20

【背景技術】

【0002】

有機 EL 素子は、陰極から注入された電子と陽極から注入された正孔が両極に挟まれた有機層内で再結合し、そのエネルギーで発光するものであり、コダック社の C. W. Tang らが 10 V 程度の駆動電圧で 1000 cd/m^2 程度の発光が得られたことを示して以来（非特許文献 1 参照）、多くの研究機関が検討を行っている。

【0003】

有機 EL 素子を構成する有機層は、一般的に有機 EL 材料を真空加熱蒸着することで形成される。蒸着源に入れる有機 EL 材料は一般的に粉末形態であるが、粉末形態の有機 EL 材料は操作性に劣り、蒸着源に入れようとする際には周囲を汚染することが度々であった。そこで、粉末形態の材料をダイを用いた打錠成形法で、固形ペレットに団結させることが提案されている（例えば、特許文献 1 参照）。粉末形態の材料の造粒方法は以前より知られているが（例えば、非特許文献 2 参照）、有機 EL 材料に適用された例はない。 30

【非特許文献 1】“Applied Physics Letters”，米国，
1987 年，51 巻，12 号，p. 913 - 915

【特許文献 1】特開 2003 - 115381 号公報

【非特許文献 2】神奈川経営開発センター，“最新造粒技術の実際 [総合技術資料集]”，向文堂，昭和 59 年 6 月 20 日，p. 6

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】 40

【0004】

打錠成形法では金型から形状を保持したまま抜き取るうとすると、予め離型剤が必要となる場合が多い。これは高純度を要する有機 EL 材料には不適である。さらに、固形ペレットは形状が蒸着源のそれと完全に一致した場合においてのみ熱伝導性が良好であり、僅かでも形状が異なれば、あるいは固形ペレットのかけらなどが混入すれば、蒸着源との間に隙間が生じてしまうので、却って粉末形態以上に接触面積が小さくなり、蒸着源からの熱伝導性が悪くなってしまう。

【0005】

そこで本発明は、かかる従来技術の課題を解決し、操作性に優れた有機 EL 材料およびその製造方法を提供し、さらに効率の良い有機 EL 素子の製造方法を提供することを目的 50

とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記課題を解決するため本発明は以下の構成を取る。すなわち、本発明は、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体であることを特徴とする有機 EL 材料をその骨子とする。また、本発明は、圧縮成型した後、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体になるよう解砕することを特徴とする有機 EL 材料の製造方法をその骨子とする。また、本発明は、陽極と陰極の間に有機層が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該有機層の少なくとも一層が、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体である有機 EL 材料を蒸着することで形成されることを特徴とする有機 EL 素子の製造方法をその骨子とする。

10

【発明の効果】

【0007】

本発明によれば、操作性に優れた有機 EL 材料を提供することができ、さらに効率の良い有機 EL 素子の製造方法を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

本発明について詳細に説明する。本発明における有機 EL 材料は、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体である。

【0009】

中位径とは、粉体の粒径分布において、ある粒径より大きい粒子群の全粉体に対する質量百分率が 50% を占めるときの粒径であり、言い換えればオーバーサイズ 50% の粒径である。本発明の有機 EL 材料は中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体であり、粒子を粗くすることで、流動性に優れ、操作性が向上する。さらに、中位径 R は $250 < R \leq 2800$ (μm) であることが好ましく、 $500 < R \leq 1700$ (μm) であることがより好ましい。中位径が $53 \mu\text{m}$ 以下だと、粒子が細かいので流動性に劣り、操作性が悪い。また、中位径が $5600 \mu\text{m}$ より大きいと、蒸着源からの熱伝導性が悪い。また、本発明の有機 EL 材料が粒径の異なる粒状体からなる場合、単一粒径の粒状体に比べて充填が密となり、熱伝導性に優れる。

20

【0010】

中位径はふるい法で測定することができる。例えば、JIS 規格で公称目開き $5600 \mu\text{m}$ (3.5 メッシュ) のふるいでふるい上に残った粉体が 50% 未満であり、公称目開き $4750 \mu\text{m}$ (4 メッシュ) のふるいでふるい上に残った粉体が 50% 以上であれば、この粉体の中位径 R は $4750 < R \leq 5600$ (μm) となる。中位径の測定にはレーザー回折 / 散乱法も簡便に用いられるが、一般に測定範囲が限られるので注意する必要がある。例えば、島津製作所製レーザー回折式粒度分布測定装置「SALD-3100」では粒度分布の測定範囲が $0.05 \sim 3000 \mu\text{m}$ であり、中位径はこれより狭い範囲でしか測定することができない。

30

【0011】

本発明における、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体である有機 EL 材料は、かさ密度が 0.2 g/cm^3 より大きいことが好ましく、 0.5 g/cm^3 より大きいことがさらに好ましい。かさ密度を 0.2 g/cm^3 より大きくすることによって流動性が向上し、操作性を良くすることができる。さらに、 0.5 g/cm^3 より大きくすることによって蒸着源への充填性を向上させることができる。

40

【0012】

かさ密度は体積既知の容器に粉体を一定方法で充填し、粒子間の空隙も含めた体積で粉体の質量を除いた値である。かさ密度の値は、容器の形状と大きさ、および充填法によって変わるから、測定対象に応じて、それらを一定に保つ必要がある。例えば、金属粉用の JIS Z 2504、顔料用の JIS K 5101、人造研磨材の JIS R 6126、塩化ビニル樹脂用の JIS K 6721、四フッ化エチレン樹脂用の JIS K 6891、熱硬化性

50

プラスチック用の J I S K 6 9 1 1 など業界ごとに規定されており、容器の寸法や漏斗などが多少異なるが、いずれも一定の高さから一定の絞りを通して定量自由落下させる。本発明では顔料用に準拠した値をかさ密度とする。かさ密度の測定には、例えばセイシン企業製多機能型粉体物性測定器「マルチテスター M T - 1 0 0 1 」などを用いることができる。

【 0 0 1 3 】

本発明における、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体である有機 E L 材料は、公知の造粒方法で得ることができるが、高純度であることが望まれる有機 E L 材料には、溶剤や添加剤などを用いる湿式造粒法よりも、乾式造粒法が好ましく用いられる。具体的には、圧縮成型 - 解砕法や鑄造 - 解砕法、圧力スイング法で得ることができる。圧縮成型 - 解砕法は有機 E L 材料に圧力を加えることで固化させ、それを解砕するものであり、鑄造 - 解砕法は有機 E L 材料を加熱溶解させ、その後冷却することでガラス状に固化させ、それを解砕するものである。これらの中でも、加熱による分解や劣化が生じないことから、圧力スイング法や圧縮成型 - 解砕法が好ましい。圧縮成型 - 解砕法は、粉体がより固く成型されるのでより好ましい。圧力スイング法の実例としては、不二パウダル製の「スイングプロセッサ」などがあげられる。

10

【 0 0 1 4 】

圧縮成型法としては、前述の打錠成形法を用いることができるが、ブリケット法がより好ましい。ブリケット法は回転する 2 つのロールの間で粉末の原料を圧縮し成型するものであり、ロール表面にはブリケットの母型 (ポケット) が刻まれているものが一般的である。ブリケット法のなかでも、ポケットを刻まない平滑または波形ロールなどを用いて板状に成型するコンパクティング法がより好ましい。コンパクティング法の実例としては、新東工業製の「ブリケッタ」シリーズ、フィッツパトリック社製の「チルソネータ」シリーズ、フロイント産業製の「ローラーコンパクター」シリーズなどがあげられる。コンパクティング法は、ロールの径、幅、表面形状、圧力や回転速度を変化させたり、投入圧力を変化させることができるが、所望の粉体を得られるならば、これらの加工条件は特に限定されるものではない。

20

【 0 0 1 5 】

本発明において有機 E L 素子は、陽極と陰極の間に有機層が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該有機層の少なくとも一層は、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体である有機 E L 材料を蒸着することで形成される。

30

【 0 0 1 6 】

本発明において有機層は、1) 正孔輸送層 / 発光層、2) 正孔輸送層 / 発光層 / 電子輸送層、3) 発光層 / 電子輸送層、そして、4) 以上の組み合わせ物質を一層に混合した形態のいずれであってもよい。また、正孔輸送層は正孔注入層や電子阻止層を含んでいても良く、電子輸送層は電子注入層や正孔阻止層を含んでいてもよい。

【 0 0 1 7 】

すなわち、有機層の構成としては、上記 1) ~ 3) の多層積層構造の他に、4) のように発光材料単独または発光材料と正孔輸送材料や電子輸送材料を含む層を一層設けるだけでもよい。有機層には無機物を含んでいてもよく、陽極や陰極と有機層の間や有機層同士の間は無機層が挟み込まれていてもよい。

40

【 0 0 1 8 】

正孔輸送層、発光層、電子輸送層は、それぞれ正孔輸送性材料、発光材料、電子輸送材料を、単独または二種類以上用いて積層、あるいは混合するか、高分子結着剤に分散させて形成することができる。正孔輸送性材料、発光材料、電子輸送材料は同種材料同士でも、異種材料と組み合わせても構わない。

【 0 0 1 9 】

本発明において、中位径 R が $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体である有機 E L 材料は、特に制限されるものではなく、正孔輸送層、発光層、電子輸送層のいずれにも用いられる。

50

【0020】

正孔輸送性材料は、電界を与えられた電極間において陽極からの正孔を効率良く輸送することが必要で、正孔注入効率が高く、注入された正孔を効率良く輸送することが望ましい。そのためにはイオン化ポテンシャルが小さく、しかも正孔移動度が大きく、さらに安定性に優れていることが要求される。このような条件を満たす材料として、特に限定されるものではないが、N, N'-ジナフチル-N, N'-ジフェニル-4, 4'-ジフェニル-1, 1'-ジアミンなどのトリフェニルアミン類、ビス(N-アリルカルバゾール)またはビス(N-アルキルカルバゾール)などのカルバゾール類、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物、オキサジアゾール誘導体、銅フタロシアニンなどのフタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体、ポリマー系では前記単量体を側鎖に有するポリカーボネートやスチレン誘導体、ポリビニルカルバゾール、ポリシランなどが挙げられる。

10

【0021】

発光材料は、ホスト材料のみでも、ホスト材料とドーパント材料の組み合わせでも、いずれであってもよい。また、ドーパント材料はホスト材料の全体に含まれていても、部分的に含まれていても、いずれであってもよい。ドーパント材料は積層されていても、分散されていても、いずれであってもよい。

【0022】

ホスト材料としては特に限定されるものではないが、以前から発光体として知られていたアントラセン、フェナンスレン、ピレン、ペリレン、クリセンなどの縮合環誘導体、トリス(8-キノリノラト)アルミニウムを始めとするキノリノール誘導体の金属錯体、ベンズオキサゾール誘導体、スチルベン誘導体、ベンズチアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、チオフエン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ビススチリルアントラセン誘導体やジスチリルベンゼン誘導体などのビススチリル誘導体、キノリノール誘導体と異なる配位子を組み合わせた金属錯体、オキサジアゾール誘導体金属錯体、ベンズアゾール誘導体金属錯体、クマリン誘導体、ピロロピリジン誘導体、ペリノン誘導体、チアジアゾロピリジン誘導体、ポリマー系では、ポリフェニレンビニレン誘導体、ポリパラフェニレン誘導体、そして、ポリチオフエン誘導体などが挙げられる。

20

【0023】

ドーパント材料は、特に限定されるものではないが、具体的には従来から知られている、フェナンスレン、アントラセン、ピレン、ペリレン、ルブレンなどの縮合環誘導体、ベンズオキサゾール誘導体、ベンズチアゾール誘導体、ベンズイミダゾール誘導体、ベンズトリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、チアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、ピラゾリン誘導体、スチルベン誘導体、チオフエン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、ビススチリルアントラセン誘導体やジスチリルベンゼン誘導体などのビススチリル誘導体、ジアザインダセン誘導体、フラン誘導体、ベンゾフラン誘導体、ジフェニルイソベンゾフラン、ジメシチルイソベンゾフランなどのイソベンゾフラン誘導体、ジベンゾフラン誘導体、クマリン誘導体、ジシアノメチレンピラン誘導体、ジシアノメチレンチオピラン誘導体、ポリメチン誘導体、シアニン誘導体、オキソベンズアンスラセン誘導体、キサンテン誘導体、ローダミン誘導体、フルオレセイン誘導体、ピリリウム誘導体、カルボスチリル誘導体、アクリジン誘導体、オキサジン誘導体、フェニレンオキサイド誘導体、キナクリドン誘導体、キナゾリン誘導体、ピロロピリジン誘導体、フロピリジン誘導体、1, 2, 5-チアジアゾロピレン誘導体、ペリノン誘導体、ピロロピロール誘導体、スクアリリウム誘導体、ピオラントロン誘導体、フェナジン誘導体、アクリドン誘導体、ジアザフラビン誘導体などが使用できる。

30

40

【0024】

また、ドーパント材料として、上記蛍光性(一重項発光)材料だけでなく、燐光性(三重項発光)材料も好ましく用いられる。具体的には、ポルフィリン白金錯体やトリス(2

50

- フェニルピリジル) イリジウム錯体、トリス{ 2 - (2 - チオフェニル) ピリジル } イリジウム錯体、トリス{ 2 - (2 - ベンゾチオフェニル) ピリジル } イリジウム錯体、トリス(2 - フェニルベンゾチアゾール) イリジウム錯体、トリス(2 - フェニルベンゾオキサゾール) イリジウム錯体、ベンゾキノリンイリジウム錯体などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。燐光性ドーパント材料を用いる場合、ホスト材料としては、4, 4' - ビス(カルバゾール - 9 - イル) ビフェニル、4, 4' - ビス(カルバゾール - 9 - イル) - (2, 2' - ジメチル) ビフェニル、3, 3' - ビス(N - アリールカルバゾール)、3, 3' - ビス(N - アルキルカルバゾール)、ポリビニルカルバゾールなどのカルバゾール誘導体が好適に用いられる。

【0025】

10

電子輸送性材料は、電界を与えられた電極間において陰極からの電子を効率良く輸送することが必要で、電子注入効率が高く、注入された電子を効率良く輸送することが望ましい。そのためには電子親和力が大きく、しかも電子移動度が大きく、さらに安定性に優れていることが要求される。このような条件を満たす材料として、特に限定されるものではないが、8 - ヒドロキシキノリンアルミニウムに代表されるキノリノール系金属錯体、トロポロン系金属錯体、フラボノール系金属錯体、アントラセンやペリレンなどの縮合環誘導体、ペリノン誘導体、クマリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、キノキサリン誘導体、トリアジン誘導体、アルダジン誘導体、ビススチリル誘導体、ピラジン誘導体、フェナントロリン誘導体、リンオキサイド誘導体、チオフェン誘導体、シロール誘導体などが挙げられる。

20

【0026】

高分子結着剤としては、特に限定されるものではないが、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ(N - ビニルカルバゾール)、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキサイド、ポリブタジエン、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリサルホン、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン樹脂などの溶剤可溶性樹脂や、フェノール樹脂、キシレン樹脂、石油樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂などの硬化性樹脂が挙げられる。

【0027】

30

有機層の形成方法は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着、スパッタリング、分子積層法、コーティング法など特に限定されるものではないが、通常は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着が特性面で好ましい。本発明における有機EL素子では、少なくとも1層は中位径Rが $53 < R \leq 5600$ (μm) の粒状体であることを特徴とする有機EL材料を蒸着することにより形成される。層の厚みは、発光物質の抵抗値にもよるので限定することはできないが、1 ~ 1000 nmの間から選ばれることが好ましい。

【0028】

陽極は、光を取り出すために透明であれば酸化錫、酸化インジウム、酸化錫インジウム(ITO)などの導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロムなどの金属、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリアニリンなどの導電性ポリマなど特に限定されるものではないが、ITOガラスやネサガラスを用いることが特に望ましい。

40

【0029】

陽極の抵抗は素子の発光に十分な電流が供給できればよいので限定されないが、素子の消費電力の観点からは低抵抗であることが望ましい。例えば、 $300 \Omega / \square$ 以下のITO基板であれば素子電極として機能するが、現在では $10 \Omega / \square$ 程度の基板の供給も可能になっていることから、 $数十 \Omega / \square$ 以下の低抵抗品を使用することが特に望ましい。

【0030】

ITOの厚みは抵抗値に合わせて任意に選ぶことができるが、通常100 ~ 300 nmの間で用いられることが多い。また、ガラス基板はソーダライムガラス、無アルカリガラ

50

スなどが用いられ、また厚みも機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、0.5 mm以上あれば十分である。ガラスの材質については、ガラスからの溶出イオンが少ない方がよいので無アルカリガラスの方が好ましいが、 SiO_2 などのバリアコートを施したソーダライムガラスも市販されているのでこれを使用できる。

【0031】

ITO膜形成方法は、電子線ビーム法、スパッタリング法、化学反応法など特に制限を受けるものではない。

【0032】

陰極は、電子を本有機物層に効率良く注入できる物質であれ特に限定されないが、一般に白金、金、銀、銅、鉄、錫、亜鉛、アルミニウム、インジウム、クロム、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムなどが挙げられるが、電子注入効率を上げて素子特性を向上させるためにはリチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムまたはこれら低仕事関数金属を含む合金が有効である。しかし、これらの低仕事関数金属は、一般に大気中で不安定であることが多く、例えば、有機層に微量のリチウムやセシウム、マグネシウム（真空蒸着の膜厚計表示で1 nm以下）をドーピングして安定性の高い電極を使用する方法が好ましい例として挙げることができるが、フッ化リチウムのような無機塩の使用も可能であることから特にこれらに限定されるものではない。さらに電極保護のために、白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウム、インジウムなどの金属、またはこれら金属を用いた合金、そしてシリカ、チタニア、窒化ケイ素などの無機物、ポリビニルアルコール、塩化ビニル、炭化水素系高分子などを積層することが好ましい例として挙げられる。これらの電極の作製法も抵抗加熱、電子線ビーム、スパッタリング、イオンプレーティング、コーティングなど導通を取ることができれば特に制限されない。

【0033】

電気エネルギーとは主に直流電流を指すが、パルス電流や交流電流を用いることも可能である。電流値および電圧値は特に制限はないが、素子の消費電力、寿命を考慮するとできるだけ低いエネルギーで最大の輝度が得られるようにするべきである。

【実施例】

【0034】

以下、実施例および比較例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの例によって限定されるものではない。

【0035】

比較例 1

有機EL正孔輸送材料として、昇華精製を行った4,4'-ビス(N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ)ピフェニル(NPD)を蒸着して有機EL素子を作製した。NPDの中位径は10 μm であった。NPDの蒸着にあたり、蒸着源（直径10 mm、深さ40 mmのセル：以下同様）への充填性に特に問題はなく所望の量を投入することができたが、投入時に蒸着源周辺を汚染してしまい、操作性に劣るものであった。

【0036】

実施例 1～5、比較例 2～3

NPDを溶媒のジクロロメタンに溶解し、次に溶媒を蒸発させてNPDを乾固させ、フレーク状の粉体を得た。ふるい分機で3.5～270の各メッシュのふるいを用いて表1に記載の中位径を有する粒状体を分取した。かさ密度はいずれも0.17 g/cm^3 であった。分取したNPDを蒸着して正孔輸送層を形成し、有機EL素子を作製した。蒸着源への充填性および操作性の評価結果を表1に示す。充填性は、蒸着源に所望の量のNPDを投入できるか否かによって評価し、蒸着源に粒状体を押し込まなければならない場合をやや劣る、蒸着源内に隙間が生じ、所望の量を投入することができない場合を劣るとした。また、操作性は、周辺を汚染することなく蒸着源にNPDを投入できるか否かによって評価し、僅かに（除去可能な程度に）蒸着源周辺を汚染する場合をやや劣る、除去できない程度に蒸着源周辺を汚染する場合を劣るとした。表1において、良好とは、充填性および操作性のいずれも何の問題もないものであり、おおむね良好とは、良好なものに比べ、充

10

20

30

40

50

填性または操作性が僅かに劣るものの特に問題のないものである。以下充填性および操作性に関しては同様である。

【 0 0 3 7 】

【 表 1 】

	中位径 R (μm)	ふるい (メッシュ)	充填性・操作性評価結果
比較例 2	$5600 < R$	3.5 で残る	粗すぎて充填性に劣る
実施例 1	$2800 < R \leq 5600$	7~3.5	やや充填性に劣るが問題ない
実施例 2	$1700 < R \leq 2800$	10~7	おおむね良好
実施例 3	$500 < R \leq 1700$	32~10	良好
実施例 4	$250 < R \leq 500$	60~32	おおむね良好
実施例 5	$53 < R \leq 250$	270~60	やや操作性に劣るが問題ない
比較例 3	$R \leq 53$	270 で落ちる	細かすぎて操作性に劣る

10

【 0 0 3 8 】

実施例 6 ~ 10、比較例 4 ~ 5

NPD をコンパクトニング法で圧縮成型し、それを解砕機で解砕し、ふるい分機で 3.5 ~ 270 の各メッシュのふるいを用いて表 2 に記載の中位径を有する粒状体を分取した。かさ密度はいずれも $0.5 \text{ g} / \text{cm}^3$ であった。分取した NPD を蒸着して正孔輸送層を形成し、有機 EL 素子を作製した。蒸着時の操作性および充填性の評価結果を表 2 に示す。

20

【 0 0 3 9 】

【 表 2 】

	中位径 R (μm)	ふるい (メッシュ)	充填性・操作性評価結果
比較例 4	$5600 < R$	3.5 で残る	粗すぎて充填性に劣る
実施例 6	$2800 < R \leq 5600$	7~3.5	おおむね良好
実施例 7	$1700 < R \leq 2800$	10~7	良好
実施例 8	$500 < R \leq 1700$	32~10	良好
実施例 9	$250 < R \leq 500$	60~32	良好
実施例 10	$53 < R \leq 250$	270~60	おおむね良好
比較例 5	$R \leq 53$	270 で落ちる	細かすぎて操作性に劣る

30

【 0 0 4 0 】

実施例 11 ~ 15、比較例 6 ~ 7

NPD を打錠成形法で圧縮成型を試みたところ、固形ペレットが型から取り出せず、無理に取り出そうとすると固形ペレットは割れてしまった。これを改めて解砕機で解砕し、ふるい分機で 3.5 ~ 270 の各メッシュのふるいを用いて表 3 に記載の中位径を有する粒状体を分取した。かさ密度はいずれも $0.5 \text{ g} / \text{cm}^3$ であった。分取した NPD を蒸着して正孔輸送層を形成し、有機 EL 素子を作製した。蒸着時の充填性および操作性の評価結果を表 3 に示す。

40

【 0 0 4 1 】

【表 3】

	中位径 R (μm)	ふるい (メッシュ)	充填性・操作性評価結果
比較例 6	$5600 < R$	3.5 で残る	粗すぎて充填性に劣る
実施例 1 1	$2800 < R \leq 5600$	7~3.5	おおむね良好
実施例 1 2	$1700 < R \leq 2800$	10~7	良好
実施例 1 3	$500 < R \leq 1700$	32~10	良好
実施例 1 4	$250 < R \leq 500$	60~32	良好
実施例 1 5	$53 < R \leq 250$	270~60	おおむね良好
比較例 7	$R \leq 53$	270 で落ちる	細かすぎて操作性に劣る

专利名称(译)	有机EL材料，有机EL材料的制造方法和有机EL器件的制造方法		
公开(公告)号	JP2006066118A	公开(公告)日	2006-03-09
申请号	JP2004245009	申请日	2004-08-25
[标]申请(专利权)人(译)	东丽株式会社		
申请(专利权)人(译)	东丽株式会社		
[标]发明人	小濱 亨 杉本和則 大竹 淳之		
发明人	小濱 亨 杉本 和則 大竹 淳之		
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/FA00 3K007/FA01 3K107/AA01 3K107/CC45 3K107/DD58 3K107/DD78 3K107/FF15 3K107/GG00 3K107/GG04		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供可操作性优异的有机EL材料及其制造方法，并提供有机EL元件的有效制造方法。ZSOLUTION：这种有机EL材料是一种粒状材料，其中值直径R满足 $53 < R \leq 5,600$ (μm)。在该有机EL材料的制造方法中，材料破裂成中值粒径R满足 $53 < R \leq 5,600$ (μm) 的粒状材料。在该有机EL元件的制造方法中，在阳极和阴极之间存在有机层的元件通过电能发光，并且通过沉积形成粒状材料的有机EL材料形成有机层，其中值直径R为满足 $53 < R \leq 5,600$ (μm) 。

	中位径 R (μm)	ふるい (メッシュ)	充填性・操作性評価結果
比較例 2	$5600 < R$	3.5 で残る	粗すぎて充填性に劣る
実施例 1	$2800 < R \leq 5600$	7~3.5	やや充填性に劣るが問題ない
実施例 2	$1700 < R \leq 2800$	10~7	おおむね良好
実施例 3	$500 < R \leq 1700$	32~10	良好
実施例 4	$250 < R \leq 500$	60~32	おおむね良好
実施例 5	$53 < R \leq 250$	270~60	やや操作性に劣るが問題ない
比較例 3	$R \leq 53$	270 で落ちる	細かすぎて操作性に劣る