

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5139287号
(P5139287)

(45) 発行日 平成25年2月6日(2013.2.6)

(24) 登録日 平成24年11月22日(2012.11.22)

(51) Int.Cl. F I
C 2 3 C 14/24 (2006.01)
C 2 3 C 14/24 U
C 2 3 C 14/24 A
C 2 3 C 14/24 D

請求項の数 3 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2008-523981 (P2008-523981)
(86) (22) 出願日 平成18年7月20日(2006.7.20)
(65) 公表番号 特表2009-503256 (P2009-503256A)
(43) 公表日 平成21年1月29日(2009.1.29)
(86) 国際出願番号 PCT/US2006/028238
(87) 国際公開番号 W02007/015948
(87) 国際公開日 平成19年2月8日(2007.2.8)
審査請求日 平成21年3月18日(2009.3.18)
(31) 優先権主張番号 11/190,653
(32) 優先日 平成17年7月27日(2005.7.27)
(33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 510059907
グローバル オーエルイーディー テクノ
ロジー リミティド ライアビリティ カ
ンパニー
アメリカ合衆国, デラウェア 19801
, ウィルミントン, オレンジ ストリート
1209
(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】 材料を一定速度で気化させる方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

材料を一定速度で気化させて基板上に層を形成する方法であって、
a) 気化可能で気化中に体積が変化する可能性のある柱状の材料を、その気化可能な材料の有効気化温度よりも低温に維持された温度制御領域から気化エネルギー供給源へと計量供給するステップと；
b) 上記柱の表面に一定の熱流を供給する気化エネルギー供給源を用意し、ステップa)における供給速度とは無関係に気化可能な上記材料を単位時間に一定の体積で気化させて基板上に層を形成するステップを含む方法。

【請求項 2】

有機材料を一定速度で気化させて基板上に有機層を形成する方法であって、
a) 低圧条件下にあるチェンバーを用意するステップと；
b) 熱を発生させる加熱エレメントをそのチェンバーの中に入れるステップと；
c) 少なくとも1種類の有機材料をそのチェンバーの中に供給し、断面積は一定だが体積は供給速度が変化するのに応じて変動する柱状の気化可能な材料を形成するステップと；
d) 上記柱と機能的な関係にあるコールド・シンクを用意してその柱の底部を制御された温度に維持するステップと；
e) 上記加熱エレメントからの一定の熱流を上記柱の表面に供給し、単位時間あたり一定体積の材料を気化させて基板上に有機層を形成するステップを含む方法。

【請求項3】

材料を一様に気化させるため、

a) チェンバーと；

b) そのチェンバーの中であって気化エネルギーを供給する加熱エレメントと；

c) その加熱エレメントに気化エネルギーとして実質的に一定の熱流を供給する一定電流源と；

d) 柱状の気化可能な材料を上記加熱エレメントに向けて実質的に連続的に供給する供給装置と；

e) 柱状の気化可能な上記材料の近くであって、その柱のうちで上記加熱エレメントから離れた部分によって吸収される熱を散逸させるコールド・シンクとを備える装置。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、材料の供給速度が変化する場合にチェンバー内でその材料を一定速度で気化させる方法と装置に関する。

【背景技術】

【0002】

真空環境中での物理的気相蒸着は、材料の薄膜（例えば小分子有機発光ダイオード（OLED）デバイスで用いられているような有機材料の薄膜）を堆積させる主要な方法である。物理蒸着法はよく知られており、例えばBarrのアメリカ合衆国特許第2,447,789号とTanabeらのヨーロッパ特許第0 982 411号に記載されている。OLEDデバイスの製造に用いられる有機材料は、速度に依存した望ましい気化温度またはそれに近い温度に長時間にわたって維持したとき、分解することがしばしばある。感受性のある有機材料を高温に曝露すると、分子構造が変化し、材料の性質に望ましくない変化が起こる可能性がある。

20

【0003】

堆積は、ある量の気化可能な材料を蒸着源の中に配置した後、それを非常によく制御された一定温度に加熱することによって完成する。温度安定性が堆積速度の安定性に直接影響するため、蒸着源の温度を一定に維持することは非常に重要である。2種類の有機材料に関する蒸気圧（したがって堆積速度）と材料の温度の関係を図1のグラフに示してある。図1から、ある範囲の値では、蒸着源の温度にわずかな変動があると蒸気圧に大きな変動が生じる可能性があることが明らかである。この増幅は、高温側で特に顕著である。

30

【0004】

温度と圧力のこの関係を考慮すると、従来の蒸着源は、温度のゆらぎを最少にするのに役立つ比較的大きな熱質量を有する。しかしその結果として、この従来法では、平衡温度に達して安定な蒸着速度になるまでに多くの時間が必要とされる可能性がある。有機材料は熱に比較的敏感であるため、従来法では一度にほんの少量の有機材料を蒸着源に装填し、できるだけ少なく加熱するということが行なわれてきた。この従来法の欠点として、材料が温度曝露閾値に達する前に一部が失われること、ヒーターの温度に制約があるために気化速度が非常に小さいこと、蒸着源の中に存在する材料が少量であるために供給源の動作時間が制限されることなどがある。この従来法では、蒸着源に再装填するにあたって、蒸着チェンバーを換気し、蒸着源を分解清掃し、蒸着源に材料を再装填し、蒸着チェンバーの中を再び真空にし、導入したばかりの有機材料を数時間にわたって脱ガスした後に操作を再開する必要がある。蒸着速度が小さいことと、蒸着源への頻繁な材料供給に時間がかかることが、OLED製造設備のスループットに関する実質的な制約となっている。

40

【0005】

従来の蒸着法に対する1つの代替法は、加熱エレメントに気化可能な材料を供給してその加熱エレメントで材料を急速に気化させる供給メカニズムを利用したフラッシュ気化システムを用いるというものである。図3の斜視図を参照すると、供給装置20が気化可能な材料22を蒸着チェンバー24の中に連続的に供給して表面26の上に層を形成することがわかる。加熱エレメント30は、必要とされる気化エネルギーを気化可能な材料22に与える。供

50

給装置20は、気化可能な材料22をその気化温度よりも低温に維持する温度制御領域を効果的に提供し、気化可能な材料22が加熱エレメント30に到達する前に分解するのを防止する。供給装置20は、気化可能な材料22の供給を一定にするためオーガーその他の機構を利用することができる。従来のフラッシュ気化システムの制約は厳しく気化可能な材料は液体の形態でないため、安定した気化速度を維持することはできない。なぜなら、供給速度にわずかな変動があるだけで気化速度が乱れるからである。この速度安定性の問題があるため、従来法では、気化可能な材料が加熱エレメントに連続的に計量供給される場合でさえ、フラッシュ気化システムは使用されない。フラッシュ気化が回避されることのほんの一例として、Loanは、アメリカ合衆国特許第6,296,711号において、特に、フラッシュ気化システムを使用せず、その代わりとして、供給される気化可能な材料を、表面積が絶えず増大していく円錐形加熱エレメントの上に分布させている。

10

【0006】

最近、熱質量が非常に小さい加熱エレメントを用いて材料を気化させるフラッシュ気化PVD蒸発源が開発された。好ましいことに、このようにすると、材料の有効気化温度よりもはるかに低い温度に維持した材料を計量供給することができる。しかしフラッシュ気化法には大きな困難が存在している。このようなシステムを利用するとき、気化速度は、加熱エレメントを一定温度にするために材料を供給する速度と直接関係する。一定温度に維持されたフラッシュ気化用加熱エレメントへの材料の供給速度の変動は、蒸着速度の変動に直接反映される。蒸気がマニホールドに滞在する時間よりも変動の周波数の周期が長いのであれば、マニホールドを用いて蒸気のある長さまたは領域に分布させることで、高周波の変動を減衰させることができる。しかし供給速度により低周波の変動がある場合にはより深刻であり、走査タイプの蒸着源を用いて堆積される膜の厚さは一様にならない可能性がある。

20

【0007】

材料の計量供給の当業者であれば、少量の材料を一定速度で供給することの困難さがよく理解できよう。OLEDデバイスを製造するときに使用される従来の多くの蒸着源は、有機薄膜を約100 $\mu\text{g}/\text{秒}$ 以下の速度で堆積させる。OLED基板を蒸着源の上を通過させるかその逆の操作を行なう堆積システムでは、堆積される膜の厚さを一様にするため堆積速度を一定に維持する必要がある。一般に、OLEDを製造するための膜厚の一様性は $\pm 5\%$ 以内でなければならない。供給機構をこのような堆積速度のフラッシュ気化システムと組み合わせるのであれば、供給の一様性を $\pm 5 \mu\text{g}/\text{秒}$ にする必要があるだろう。一様性のこの精度レベルは、液体ではないいかなる材料に関しても、現在知られているどの計量供給技術を利用したところで実現することは極めて難しだろう。

30

【0008】

供給速度の低周波の変動の効果を最少にする1つの方法は、従来からあるクローズド・ループ・フィードバック方式を利用することである。マニホールドの圧力のセンサーまたは堆積速度のセンサーをクローズド・ループ制御システムに対するフィードバック素子として用いて供給用モーターの速度と加熱エレメントの温度を調節し、一定の堆積速度を実現する。フィード・フォワード制御方式を、材料供給速度にわかっていて予測可能な周期性が存在するフィードバック方式と組み合わせて用いることが好ましい。この場合、モータの速度プロファイルをあらかじめプログラムして計量供給装置の性能の特定の変動を補償することができる。しかし材料供給速度だけを調節しても堆積速度の制御は限定的である。なぜなら、供給用モータへの制御信号とその結果である堆積速度の変化の間には数秒間の時差が生じる可能性があるからである。さらに、材料供給速度は双方向制御変数ではない。堆積速度が望ましい制御の限界を超えると、加熱エレメントにすでに計量供給された材料は一般に回収できない。

40

【0009】

クローズド・ループ・システムで制御できる可能性のある他の因子は、加熱エレメントの温度である。供給速度とは異なり、加熱エレメントの温度が変化するとほぼ瞬間的に堆積速度が変化し、この変化は双方向性である。しかし温度変化の影響は、短時間しか効果

50

がない。加熱エレメントの温度が長時間にわたって高すぎたり低すぎたりする場合には、加熱エレメントの位置で材料が欠乏したり過剰になったりする可能性がある。

【0010】

こうしたことを考慮すると、堆積速度を一定にするためにクローズド・ループ制御を行なうには、加熱エレメントに材料を供給する速度と加熱エレメントの温度の両方を制御することが必要になるであろうことは明らかである。このようなクローズド・ループ多変数制御法は、材料の供給速度と加熱エレメントの温度の間の関係を維持する必要があることと、多数のゲインの設定を最適にチューニングし、材料の供給と、加熱エレメントの温度と、蒸着速度を感知する必要があることのために比較的複雑である。

【発明の開示】

10

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

OLEDを製造するため、医薬を製造するため、そして他の多くの用途のため、連続動作し、しかも複雑で高価なセンサー部品と制御部品なしに非常に一様な結果が得られる蒸着装置と蒸着法が必要とされている。

【0012】

本発明の1つの目的は、供給速度が変動する材料をチェンバー内で一様に気化させて基板上に層を形成する改良された方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0013】

20

この目的は、材料を一定速度で気化させて基板上に層を形成する方法であって、

a) 気化可能で気化中に体積が変化する可能性のある柱状の材料を、その気化可能な材料の有効気化温度よりも低温に維持された温度制御領域から気化エネルギー供給源へと供給するステップと；

b) 上記柱の表面に一定の熱流を供給する気化エネルギー供給源を用意し、ステップa)における供給速度とは無関係に気化可能な上記材料を単位時間に一定の体積で気化させて基板上に層を形成するステップを含む方法によって達成される。

【発明の効果】

【0014】

フラッシュ気化PVD源を操作するための装置と方法により、フラッシュ気化蒸着源に一般に付随する堆積速度の不安定性の問題を解決できることがわかった。本発明により、材料供給速度に大きな変動があるにもかかわらず、クローズド・ループ制御システムなしに安定な蒸着速度を実現できる。クローズド・ループ制御は、堆積速度の長期ドリフトを補正するためだけに必要とされる。このオープン・ループ制御法は、直接気化する材料と、気化する前に溶融して液体になる材料でうまくいくことが確認されている。

30

【0015】

本発明の装置と方法により、材料の供給速度にいくらか変動があるにもかかわらず、その材料を安定な速度で気化させて堆積させるための自己補償式気化システムが提供される。

【0016】

40

本発明の装置と方法により、従来の材料計量供給機構を用いた材料の非常に一様な連続的堆積が可能になる。気化可能な材料は、供給中は、加熱エレメントに非常に近い位置に到達するまでは低温に維持されるため、高温に曝露されることが原因の材料の分解が最少になる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

以下に示す本発明を説明するため、多数の用語を定義する必要がある。表面に蒸着するため“一定速度”にすると、目的とする層の厚さの一様性が少なくとも $\pm 4\%$ 以内、好ましくは $\pm 2\%$ 以内になろう。“一定体積”の気化した材料は、一定速度が許容範囲内で維持されたときに実現するであろう。一定の熱流、または一定の熱流にするために印加され

50

る一定（DC）電流は、平均値から $\pm 4\%$ 以上、好ましくは $\pm 2\%$ 以上は変化しない。“低圧条件”は、少なくとも何らかの形態の真空であること、すなわち大気圧未満の条件として定義される。

【0018】

図3と図4を参照すると、本発明の一実施態様による蒸着装置10の材料供給・気化部品の斜視断面図が示してある。供給装置20は、オーガー・スクリュ-28を利用して気化可能な材料22を加熱エレメント30に向けて前進させる。すると気化可能な材料22はマニホールド32に入り、開口部34を通じ、一般に低圧条件にされた蒸着チェンバー24に供給される。オーガー・スクリュ-28はモータ36によって駆動される。オーガー・スクリュ-28は、補助攪拌装置（例えば攪拌用螺旋部材38）を備えることができる。攪拌用螺旋部材38は直径が小さなオーガー・スクリュ-28とともに使用することができ、粒子状材料の容器内で回転してその材料を流動化させるのを助け、そのことによって材料がオーガー・スクリュ-28に確実に入るようにする。オーガー・スクリュ-28は固定されたオーガー用円筒部の中で回転して材料をその円筒部の内部に沿って移動させ、オーガー・スクリュ-とオーガー用円筒部の端部に非常に近い位置にある加熱エレメントの位置まで来させる。粒子状材料は、オーガー・スクリュ-駆動用モータ36によって決まる速度で加熱エレメント30に計量供給される。計量供給された材料は、加熱エレメント30と接触するか、加熱エレメント30のすぐ近くに来ると気化し、蒸気としてマニホールド32に入る。

【0019】

回転速度を一定にするため、単一のリード・オーガー・スクリュ-28を用いて一般にサイン曲線で変化する粉末供給速度を発生させることが観察されている。そのとき供給速度の振動周期は、オーガー・スクリュ-28の一回転に対応する。供給速度のこの変動に対応して堆積速度の変動が生じる。その振幅は、スクリュ-のネジのピッチが比較的小さい場合でさえ、最大で $\pm 20\%$ にすることができる。

【0020】

従来法では、一定の蒸着速度は加熱エレメントを一定の温度に維持することによって実現される。この方法では、加熱エレメント30を一定の温度に維持するのに必要な電流は、材料供給速度に何らかの変動があればその変動とともに変化するはずであり、同じ周期を示すはずである。しかし例えばロール-トゥ-ロール・コーティングのように固定された蒸着源の上を基板が通過するときその基板に一樣な厚さの膜を堆積させる場合には、堆積速度のこの変動により、堆積される膜の厚さが一樣ではなくなる。

【0021】

予想と従来技術に反し、熱慣性が小さな加熱エレメントを用いたフラッシュ気化PVD源に一定の電流を供給することで、クローズド・ループ制御なしに堆積速度の一樣性を向上させることができる。すなわちフラッシュ気化加熱エレメントの温度を変えられるようにすることで、予想に反し、クローズド・ループ制御なしに非常に一樣な気化速度を得ることができる。気化可能な材料22を加熱エレメントに供給するとき、加熱エレメントに供給する駆動電流は、材料供給速度に変動があることがわかっているにもかかわらず、そして加熱エレメントの温度が材料供給の変化が原因で変化する可能性があることがわかっているにもかかわらず、一定レベルに維持する。経験的データから、加熱エレメント30に一定電流を供給すると、加熱エレメントの温度は最大で ± 30 も変化する可能性があるが、堆積の一樣性は2%以内であることがわかっている。典型的な2種類の有機材料では温度に数

というほんのわずかな変化があっても蒸気圧は大きく変化することを示す図1を再び眺めてみると、加熱エレメントを一定電流に維持するだけでこのような高性能が得られ、堆積の一樣性が実現されるのは驚くべきことである。加熱エレメントの温度が $\pm 8.5\%$ 変化したときに平衡蒸気圧が著しく変化する場合には、当業者であれば、直観的に、加熱エレメントの温度が一定に維持されるような気化システムを設計しようとするであろう。しかし加熱エレメントの温度を一定にする方法では、一般に、堆積速度の変動を約 $\pm 20\%$ よりも改善することはできない。その一方で、加熱エレメントに一定電流を供給し、加熱エレメントの温度を材料の供給が変動するのに合わせて変化できるようにすると、堆積速度の

変動は $\pm 2\%$ 以下になる。

【0022】

より一層予想に反することに、加熱エレメント30を一定温度に維持すると、2種類の有機材料の飽和蒸気圧と温度の関係がいくらか似ている場合だけでなく、異なる材料が、温度に対する大きく異なる圧力応答をする場合でさえ、非常に優れた一様性が得られる。例えば2つの軸が線形スケールである図1のグラフでは、2種類の有機材料に関する飽和蒸気圧と温度の関係を示す特徴的な曲線は互いによく似ていることがわかる。それに対して図2は片対数であり、3種類の有機材料に関して飽和蒸気圧と温度の関係を示す曲線を描いている。ここには有機材料に関して興味の対象となる大部分の範囲が示してあるが、曲線は互いに大きく異なっている（約3桁）。しかし材料間にこのように顕著な違いがある場合
10
でさえ、本発明の一定電流法により、供給速度に変動があるにもかかわらず堆積は一様になる。さらに、経験的データからはさらに、この効果は、固体から直接気化する有機材料や、気化する前に溶解して液体になる材料のほか、これら両方の挙動を示す材料の混合物でも得られることが示唆される。明らかに、図3と図4に示したヒーター構造と材料計量供給機構を備えるフラッシュ気化を利用すると、従来法では知られていない速度制御機構がうまく作動する。

【0023】

図5を参照すると、加熱エレメント30の一実施態様の拡大側面図を示してある。柱状の気化可能な材料22が（図5の上方に向かって）供給されてコールド・シンク40を通過し、加熱エレメント30に向かう。蒸気12が柱状の気化可能な材料22と加熱エレメント30の境界
20
付近で形成され、図3と図4を参照して説明したようにマニホールド32に入る。図5の実施態様では、加熱エレメント30は、熱を供給するとともに蒸気12を通過させてマニホールド32に導入するのに適したメッシュ状スクリーンである。

【0024】

図6は、加熱エレメント30の拡大断面図である。加熱エレメント30のワイヤ18は抵抗式加熱用ワイヤであり、図5の実施態様のメッシュ状スクリーンを形成している。図5と図6の実施態様では、スクリーンの形態の加熱エレメント30は折り曲げられ、ワイヤ18が交互に配置され、このスクリーンを通過するときに加熱された一様な蒸気12となる。別の実施態様も可能である。例えば折り曲げられていないスクリーンや他の構成も、適切な加熱エレメント30として機能するであろう。
30

【0025】

別の一実施態様では、加熱エレメント30は、編まれたステンレス鋼からなる90メッシュの一对のスクリーンを備えている。両者は1mm離れており、通過可能な面積が40%を超えている（70%を超えていることが好ましい）。スクリーンを互いに直列に接続し、スクリーンを構成するワイヤに電流を流して加熱することができる。第1のスクリーンは、柱状の気化可能な材料22に曝される面の非常に近くで作動し、その結果として、気化可能な材料22のうちでスクリーンのワイヤ18の間に位置する領域は、気化可能な材料22のうちでより直接的に視野に入る領域よりも受け取る放射エネルギーが少ない。第2のスクリーンは第1のスクリーンとは1mm離れており、放射エネルギーを、第1のスクリーンを構成するワイヤによって隠されていない領域に供給することができる。このようにして、柱状の気化
40
可能な材料22は、単一の折り曲げられていないスクリーンを加熱エレメント30として用いた場合と比べてはるかに一様な分布の放射熱を受け取る。どちらのスクリーンも蒸気流に対するコンダクタンスが比較的優れており、熱質量は非常に小さい。真空中で60Hzの交流電流で駆動したときに8ミリ秒の周期を持つ10のサイン曲線状温度変化となるくらいに熱質量が小さい。スクリーンはわずかな量の熱エネルギーしか貯えることができないため、材料の加熱と気化に利用できるエネルギーは、加熱エレメント30に瞬間的に供給される熱エネルギーと密接な関係がある。

【0026】

加熱エレメント30のスクリーンを一定温度に維持するときには、供給される瞬間的な電力が材料供給速度の変動に合わせて変化せねばならず、すると気化速度も同時に変化する
50

ことがわかる。そうではなくて本発明の方法におけるようにスクリーンを一定電流または一定電力で駆動すると、第1のスクリーンの温度は変動するが、材料を加熱して気化させるのに利用できる電力は一定である。そのため一定の気化速度になる。

【0027】

フラッシュ気化機構の1つの利点は、熱質量が小さいことと関係している。明らかに、加熱エレメントの熱質量が大きいと、より従来型の構成におけるように熱エネルギーを貯蔵できるため、システムは、供給される加熱電流が一定である場合でさえ、一定温度で駆動されたかのように応答するであろう。すると気化速度は材料供給速度の変動に合わせて変化することになり、堆積される膜の厚さに許容できない変動が生じることになる。

【0028】

この明細書に開示した改善点は、フラッシュ気化システムにおいて、気化可能な材料22が、一定温度のコールド・シンクと加熱エレメントに挟まれた空間に計量供給されるときにその材料の断面積が一定に留まることと、一定の電力入力で加熱される1つまたは複数の加熱エレメントの熱慣性が非常に小さいことである。このような仕様の気化システムでは、気化可能な材料22の供給速度にある程度の時間的変動があるにもかかわらず、材料の気化速度を比較的一定にすることができる。この気化システムは、外部制御機構を必要とすることなく、材料を気化させるのに実際に利用できる熱エネルギーが一定に留まり、気化速度が安定化するように構成されている。

【0029】

加熱エレメント30として用いられる一定電流フラッシュ気化蒸着源による速度安定性は、一連の熱輸送機構と関係している。加熱エレメント30とコールド・シンク40に挟まれた熱経路における気化可能な材料22の固体部分と蒸気部分の長さは、供給速度が周期的に変化する動的状態では変化すると考えられる。供給速度が公称値を超えて大きくなると、加熱エレメント30とコールド・シンク40の間の固体伝導路の長さが長くなり、その分だけ蒸気部分の長さが短くなる。固体の熱伝導度が蒸気の熱伝導度よりも数桁大きい場合には、コールド・シンクと加熱エレメントに挟まれた経路の複合熱コンダクタンスは増大し、一定電流で駆動される加熱エレメントの温度は低下するであろう。加熱エレメント30の温度が低下すると柱状の気化可能な材料22に供給される放射エネルギーは減少するが、この柱の固体部分はより長くなるために以前よりも熱コンダクタンスは小さくなる。供給されるエネルギーのより大きな割合が今や気化可能な材料22を気化させるのに利用できる。なぜなら柱状の材料を通してコールド・シンクに伝わるエネルギーは少なくなるからである。その結果、通常の条件におけるよりも固体の柱が長くなり、加熱エレメント30がより低温になるにもかかわらず、一定の気化速度が維持される。図5に関しては、加熱エレメント30に供給される柱状の気化可能な材料22の断面積が、供給中を通じて実質的に一定に維持されることが観察されるはずである。コールド・シンク40と加熱エレメント30の間を延びる柱状の気化可能な材料22の長さは変化することができる。

【0030】

供給速度が公称値よりも低いレベルで変化するときには、固体材料の長さは、蒸気の長さが長くなるとそれと同じ量だけ短くなる。コールド・シンク40と加熱エレメント30の間の複合熱コンダクタンスは小さくなり、一定電流で駆動される加熱エレメント30の温度は上昇できるようになる。加熱エレメント30の温度が上昇すると柱状の気化可能な材料22に対してより多くの熱が放射されてこの柱が短くなり、熱コンダクタンスは以前よりも大きくなる。供給されるエネルギーのうちで気化可能な材料22の気化に利用できる割合はより少なくなる。なぜなら、供給される熱のうちでより多くの割合が固体を通じてコールド・シンク40に伝えられるからである。その結果、柱状の固体の長さは短くなり、加熱エレメント30の温度は通常の条件におけるよりも高くなるが、一定の気化速度が維持される。

【0031】

上記の熱平衡により、固体材料の長さの広い範囲にわたって一定の気化速度を維持することができ、広い範囲の材料供給速度と加熱エレメント30の電流値で気化速度を安定に制御することが可能になる。このシステムの解析モデルから、柱状の固体の長さがコールド

10

20

30

40

50

・シンク40と加熱エレメント30の距離の少なくとも半分であれば一定の気化速度になることが予想される。望む気化速度で動作させるため、オーガー・スクリー28の駆動速度は、気化可能な材料が望む流速となるように選択することができる。供給速度に起因するどのような変動があっても気化可能な材料22の長さがコールド・シンク40と加熱エレメント30の距離の少なくとも半分に等しくなるように加熱エレメント30に電流を印加する。この条件が満たされると、気化速度は安定になり、固体の平均流速に等しくなるであろう。この同じ解析モデルから、従来のように加熱エレメント30を一定温度で駆動すると気化速度が柱状の固体の長さに正比例して変化するであろうことが示唆される。

【0032】

本発明の方法と装置では、加熱エレメント30の温度に関してクローズド・ループ制御を実施する代わりに一定電流を加熱エレメント30に供給することにより、蒸着の一樣性が顕著に改善され、供給速度の時間的変動に対する許容度が大きくなる。所定の範囲の供給速度に関して加熱エレメント30の性質に合わせて電流の適切なレベルが決定されると、蒸着装置10の諸部品は所定の範囲内の供給速度の変化を効果的に自己補償し、実質的に一定の蒸気圧を維持する。

【0033】

図1と図2を参照して説明したように、本発明の装置と方法を利用すると、飽和蒸気圧と温度応答の関係が互いに大きく異なった複数の有機材料を蒸着させることができる。有機材料には、すべてとは言えないまでも多数の興味ある有機材料が含まれる。

【0034】

本発明をいくつかの好ましい実施態様を参照して詳細に説明してきたが、本発明の精神と範囲の中でさまざまなバリエーションや変更が可能であることが理解されよう。例えば加熱エレメント30のフラッシュ気化部品の具体的な配置はさまざまな形態にすることができる。供給装置20は、多数ある構成のうちの任意のものにできる。蒸着チェンバー24は、気化した材料と、その材料を堆積させる基板を収容するのに適したさまざまな装置のうちの任意のものにできる。

【0035】

要するにこの明細書に提示したのは、材料の供給速度が変化する場合にチェンバー内でその材料を一定速度で気化させる方法と装置である。

【図面の簡単な説明】

【0036】

【図1】気化可能な2種類の材料に関して蒸気圧と温度の関係を示したグラフである。

【図2】所定の温度で蒸気圧が大きく異なる3種類の気化可能な材料に関して蒸気圧と温度の関係を示したグラフである。

【図3】一実施態様による蒸着装置の諸部品を示す斜視図である。

【図4】蒸着装置の諸部品を示す拡大斜視図である。

【図5】加熱エレメントと材料供給路の間の基本的相互作用を示す機能的ブロック・ダイヤグラムである。

【図6】加熱エレメントと気化可能な材料の相互作用を示す機能的ブロック・ダイヤグラムである。

【符号の説明】

【0037】

- 10 蒸着装置
- 12 蒸気
- 18 ワイヤ
- 20 供給装置
- 22 材料
- 24 蒸着チェンバー
- 26 面
- 28 オーガー・スクリー

10

20

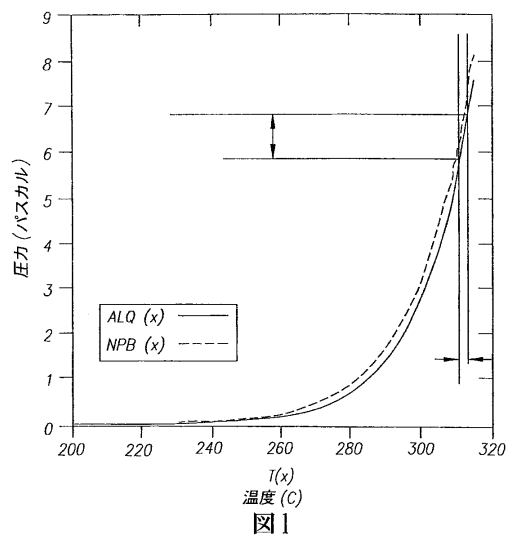
30

40

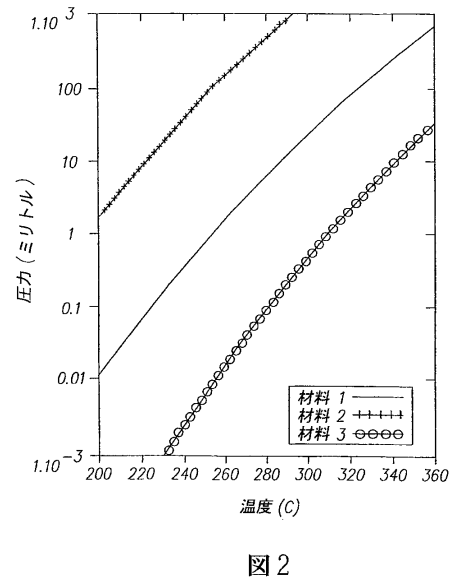
50

- 30 加熱エレメント
- 32 マニホールド
- 34 開口部
- 36 モータ
- 38 攪拌用螺旋部材
- 40 コールド・シンク

【 図 1 】



【 図 2 】



【図 3】

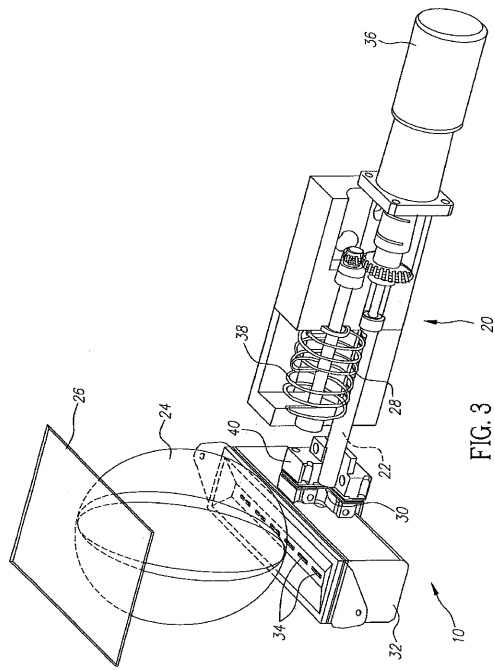


FIG. 3

【図 4】

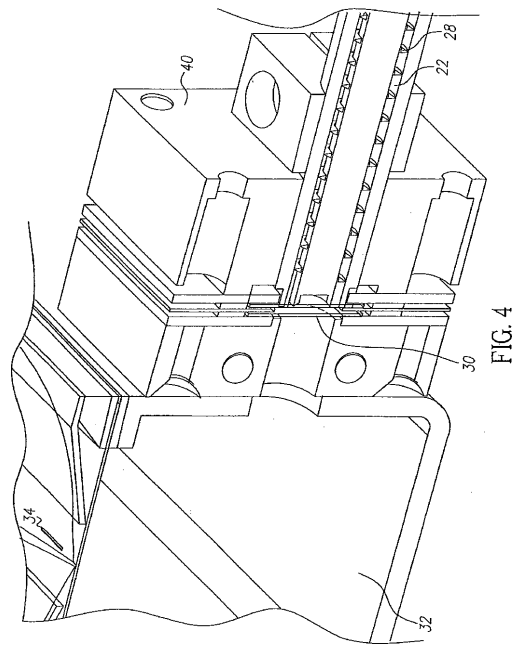


FIG. 4

【図 5】

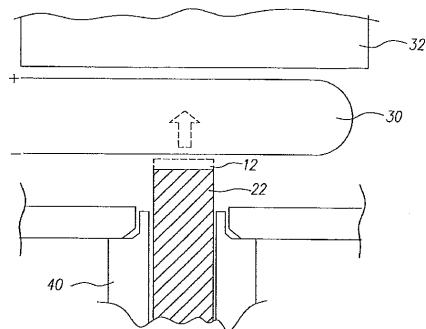


FIG. 5

【図 6】

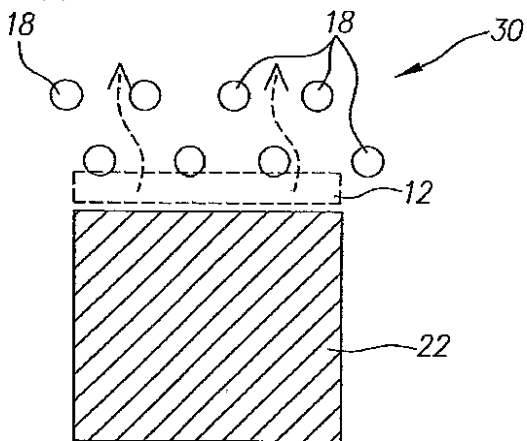


FIG. 6

フロントページの続き

(74)代理人 100111903

弁理士 永坂 友康

(74)代理人 100102990

弁理士 小林 良博

(74)代理人 100114018

弁理士 南山 知広

(72)発明者 ロング, マイケル

アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 4 6 8 , ヒルトン, ブラック ターン テラス 1 0

(72)発明者 コッペ, ブルース エドワード

アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 4 2 3 , カレンドニア, コーニー ロード 7 0 2

審査官 菊地 則義

(56)参考文献 特開 2 0 0 3 - 1 1 5 3 8 1 (J P , A)

特表 2 0 0 7 - 5 2 6 3 9 6 (J P , A)

特開 2 0 0 1 - 2 9 1 5 8 9 (J P , A)

特公平 0 5 - 0 0 5 8 9 4 (J P , B 2)

特許第 5 0 3 7 9 4 9 (J P , B 2)

S. V. Slyke, Linear source deposition of organic layers for full-color OLED, 2002 SID
INTERNATIONAL SYMPOSIUM DIGEST OF TECHNICAL PAPERS, 米国, SID, 2 0 0 2 年, V33 / 2, P8
86-889

(58)調査した分野(Int.Cl., D B 名)

C23C 14/00-14/58