

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4391773号
(P4391773)

(45) 発行日 平成21年12月24日 (2009. 12. 24)

(24) 登録日 平成21年10月16日 (2009. 10. 16)

(51) Int. Cl.	F I
H05B 33/10 (2006.01)	H05B 33/10
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14 A
C23C 14/12 (2006.01)	C23C 14/12
C23C 14/24 (2006.01)	C23C 14/24 E

請求項の数 10 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2003-197908 (P2003-197908)	(73) 特許権者	590000846
(22) 出願日	平成15年7月16日 (2003. 7. 16)		イーストマン コダック カンパニー
(65) 公開番号	特開2004-63464 (P2004-63464A)		アメリカ合衆国 ニューヨーク州 ロチェ
(43) 公開日	平成16年2月26日 (2004. 2. 26)		スター ステート ストリート 343
審査請求日	平成18年7月4日 (2006. 7. 4)	(74) 代理人	100099759
(31) 優先権主張番号	10/195947		弁理士 青木 篤
(32) 優先日	平成14年7月16日 (2002. 7. 16)	(74) 代理人	100077517
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 石田 敬
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100102990
			弁理士 小林 良博
		(74) 代理人	100082898
			弁理士 西山 雅也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 感湿性有機材料の圧縮方法

(57) 【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製造するのに適した感湿性有機材料の圧縮方法であって、

(a) 粉末状の乾燥剤をダイキャビティ内に配置し、該ダイキャビティ内の乾燥剤粉末にこれを圧縮して多孔質乾燥剤床にするのに十分な圧力を加え、

(b) 粉末状の感湿性有機材料を用意し、そして

(c) 該感湿性有機材料を該ダイキャビティ内の該多孔質乾燥剤床の上に配置し、次いで該ダイキャビティ内の該感湿性有機材料に、湿分を該感湿性有機材料から逃散させ、かつ、該多孔質乾燥剤床に吸収させるのに十分な熱を加え、その後該感湿性有機材料を圧縮して固形有機ペレットにするのに十分な圧力を加える

ことを特徴とする方法。

【請求項 2】

さらに、該固形有機ペレットを該多孔質乾燥剤床から分離し、そしてその湿分を含まない固形有機ペレットを真空容器内で後に使用するまで保存する工程を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

該ダイキャビティの内部で第 1 パンチを使用し、かつ、該第 1 パンチを第 1 方向に移動させることにより該固形有機ペレットを形成する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

10

20

該ダイキャビティの内部で第2パンチを使用し、かつ、該第2パンチを該第1方向とは反対の第2方向に移動させることにより該多孔質乾燥剤床及び該固形有機ペレットを該ダイキャビティから取り出し、次いで該多孔質乾燥剤床を該固形有機ペレットから分離する、請求項3に記載の方法。

【請求項5】

該乾燥剤がアルカリ土類金属酸化物を含む、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

該多孔質乾燥剤床の多孔度が40～80%の範囲内にある、請求項1に記載の方法。

【請求項7】

該感湿性有機材料が複数種の有機又は有機金属分子の混合物を含む、請求項1に記載の方法。

10

【請求項8】

該感湿性有機材料を該複数種の分子の最低Tgよりも低い温度に加熱する、請求項7に記載の方法。

【請求項9】

該感湿性有機材料をそのTgよりも低い温度に加熱する、請求項1に記載の方法。

【請求項10】

有機発光デバイスの一部となる構造体の上に有機層を製造するのに適した感湿性有機材料の圧縮方法であって、

(a) 粉末状の乾燥剤を用意し、

20

(b) 乾燥剤粉末の第1装填物をダイキャビティ内の第2パンチの上に配置し、次いで第1パンチを移動して該ダイキャビティ内の該乾燥剤粉末に圧力を加えてこれを圧縮することにより第1多孔質乾燥剤床にし、

(c) 粉末状の感湿性有機材料を該ダイキャビティ内の該第1多孔質乾燥剤床の上に配置し、次いで該第1パンチにより該感湿性有機材料の上面を均展するのに十分な圧力を加え、

(d) 乾燥剤粉末の第2装填物を該感湿性有機材料の平坦表面の上に配置し、次いで該第1パンチにより第2多孔質乾燥剤床を形成するのに十分な圧力を加え、そして

(e) 該ダイキャビティ内の該感湿性有機材料に、湿分を該感湿性有機材料から逃散させ、かつ、該第1及び第2の多孔質乾燥剤床に吸収させるのに十分な熱を加え、その後該感湿性有機材料を圧縮して固形有機ペレットにするのに十分な圧力を加えることを特徴とする方法。

30

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、一般に、感湿性有機材料粉末から圧縮ペレットを形成する方法であって該粉末から湿分を除去するように改良された方法、及びこのようなペレットを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製造することに関する。

【0002】

【従来の技術】

40

有機発光デバイス(OLED)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物理蒸着することにより続けて形成する。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。

50

【0003】

このような従来のパッシブ型OLEDは、特定のカラム（アノード）と、順次方式で各ロウ（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OLEDにおいては、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。

10

【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ブした有機発光材料、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、当該有機材料が物理蒸着工程で分解しないように注意しなければならない。

20

【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ユ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物理蒸着源に入れ、そこで熱をかけて当該有機材料の昇華又は気化による蒸気形成を行い、その蒸気を構造体上に凝縮させてその上に有機層を設けていた。

【0008】

物理蒸着法において有機粉末、フレーク又はグラニユ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。

30

(1)粉末、フレーク又はグラニユールは、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ユ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ユ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物理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ユールは、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。蒸着源の加熱面に接していない粉末粒子、フレーク又はグラニユールは、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。

40

(4)粉末、フレーク又はグラニユールは、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物理蒸着源に装入された有機粉末、フレーク又はグラニユールは、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物理蒸着する際に蒸着源から蒸气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。

50

【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、又はそれらの組合せが、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潜在的に不均一となるおそれがある。

【0010】

【特許文献1】

米国特許第4356429号明細書

【特許文献2】

米国特許第4539507号明細書

10

【特許文献3】

米国特許第4769292号明細書

【特許文献4】

米国特許第5550066号明細書

【特許文献5】

米国特許第5593788号明細書

【特許文献6】

米国特許第5645948号明細書

【特許文献7】

米国特許第6020078号明細書

20

【非特許文献1】

O'Brienら、「Improved energy transfer in electrophosphorescent devices」、Appl. Phys. Letters、Vol. 74、No. 3、1999年6月18日、pp. 442-444

【非特許文献2】

Lamanskyら、「Highly Phosphorescent Bis-Cyclometalated Iridium Complexes: Synthesis, Photophysical Characterization, and Use in Organic Light Emitting Diodes」、J. Am. Chem. Soc.、2001年、pp. 4304-4312

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、OLEDの一部となる構造体の上に有機層を製造するのに適した感湿性有機材料の圧縮方法を提供することにある。

30

本発明の別の目的は、感湿性有機粉末を圧縮し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団結ペレットから有機層を製造する方法を提供することにある。

【0012】

【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製造するのに適した感湿性有機材料の圧縮方法であって、

(a) 粉末状の乾燥剤をダイキャビティ内に配置し、該ダイキャビティ内の乾燥剤粉末にこれを圧縮して多孔質乾燥剤床にするのに十分な圧力を加え、

40

(b) 粉末状の感湿性有機材料を用意し、そして

(c) 該感湿性有機材料を該ダイキャビティ内の該多孔質乾燥剤床の上に配置し、次いで該ダイキャビティ内の該感湿性有機材料に、湿分を該感湿性有機材料から逃散させ、かつ、該多孔質乾燥剤床に吸収させるのに十分な熱を加え、その後該感湿性有機材料を圧縮して固形有機ペレットにするのに十分な圧力を加える

ことを特徴とする改良された方法を提供するものである。

【0013】

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層を製造するのに適した感湿性有機材料の圧縮方法であって、

50

(a) 粉末状の乾燥剤を用意し、
(b) 乾燥剤粉末の第1装填物をダイキャビティ内の第2パンチの上に配置し、次いで第1パンチを移動して該ダイキャビティ内の該乾燥剤粉末に圧力を加えてこれを圧縮することにより第1多孔質乾燥剤床にし、
(c) 粉末状の感湿性有機材料を該ダイキャビティ内の該第1多孔質乾燥剤床の上に配置し、次いで該第1パンチにより該感湿性有機材料の上面を均展するのに十分な圧力を加え、
(d) 乾燥剤粉末の第2装填物を該感湿性有機材料の平坦表面の上に配置し、次いで該第1パンチにより第2多孔質乾燥剤床を形成するのに十分な圧力を加え、そして
(e) 該ダイキャビティ内の該感湿性有機材料に、湿分を該感湿性有機材料から逃散させ、かつ、該第1及び第2の多孔質乾燥剤床に吸収させるのに十分な熱を加え、その後該感湿性有機材料を圧縮して固形有機ペレットにするのに十分な圧力を加える
ことを特徴とする方法を提供するものである。

10

【0014】

上述した方法の別の特徴は、該ダイキャビティ内に配置された粉末状の有機材料中に乾燥不活性ガスを通過させるための手段を具備した多孔質パンチを提供することである。

【0015】

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製造する方法であって、

(a) 少なくとも1種の有機ホスト及び1種の有機ドーパントを含む湿分を含まない固形有機ペレットを用意し、

20

(b) 該固形有機ペレットを、物理蒸着チャンバ内に配置された加熱源内に配置し、

(c) 該チャンバ内で該加熱源に対して間隔を置いて基板を配置し、

(d) 該チャンバを排気して減圧にし、そして

(e) 該加熱源に熱を加えて該固形有機ペレットの少なくとも一部を昇華させることにより当該有機材料の蒸気を提供し、その蒸気により該基板上に有機層が形成される

ことを特徴とする方法を提供するものである。

【0016】

本発明の別の特徴は、本発明による方法において、少なくとも1種の有機ホスト材料と少なくとも1種の有機ドーパント材料とを圧縮工程前に混合しておくことにより、固形有機ペレットを圧縮することができることにある。

30

【0017】

本発明の別の特徴は、感湿性有機粉末を圧縮して湿分を含まない固形ペレットにする方法が、比較的簡素な工具で、しかも物理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、実施することができることにある。

【0018】

本発明の別の特徴は、湿分を含まない有機ペレットを使用することにより製造されたOLED表示装置が、一層良好な電気-光学的性能を示すことにある。

本発明の別の特徴は、有機粉末を圧縮して固形ペレットにする方法が、有機材料の異なる場所間での移送又は運搬を実質的に促進することにある。

【0019】

40

本発明の別の特徴は、本発明の方法により調製された有機材料の複数のペレットを、質量が同等である粉末状の有機材料を圧縮、移送又は運搬するための容器と比較して有意に容積の小さい容器において取り扱い、移送し又は運搬することができることにある。

【0020】

本発明の別の特徴は、本発明の方法において少なくとも1種のOLEDホスト材料の粉末と少なくとも1種の有機ドーパント材料の粉末とを混合又はブレンドして混合物を提供してから該混合物を圧縮して団結ペレットにすることにより、OLED材料の団結ペレットを製造することができることにある。

【0021】

本発明の別の特徴は、ホストと1又は2種以上の有機ドーパントとを含む固形有機ペレツ

50

トにより、真空チャンバ内に2以上の蒸発源を配置しなければならない共蒸発法を採用する必要がなくなることにある。

【0022】

【発明の実施の形態】

本明細書中の用語「粉末」は、フレーク形、グラニュール形又は単一もしくは複数の分子種を含む粒子及び形状の異なるものの混合物であってもよい、一定量の個別粒体をさす。

【0023】

OLEDの有機層は、該層内で電子-正孔再結合が起こる結果、電場発光(EL)として知られる光を発する有機材料又は有機金属材料を含む。以降、用語「有機」を、純粋な有機材料と有機金属材料との双方を包含するものとして使用する。

図1に圧縮配置10の略図を示す。ここで、感湿性有機材料を、OLED有機層の蒸発目的で圧縮することができる。既知量の乾燥剤粉末をダイキャビティ30の中に配置し、そして第1(上部)パンチ28を使用して圧縮することにより多孔質乾燥剤床20を形成する。次いで、多孔質乾燥剤床20を、ダイ32のダイキャビティ30の内部に配置されている第2(下部)パンチ22の上に配置する。次いで、既知量の感湿性有機粉末24を、ダイキャビティ30の内部で多孔質乾燥剤床20の上に配置する。該床は、有機粉末24の中に吸着されている湿分のゲッターとして展開される。有機粉末24は、単一種の有機分子からなるものであっても、複数種の有機分子の混合物であってもよい。次いで、捕捉又は吸着されているすべての湿分を湿分逃散矢印34が示すように開放キャビティから逃散させるため、有機粉末24のTg(有機粉末24が複数種の有機分子の混合物である場合には、最低Tg)よりも十分に低い温度において、加熱コイル33に電圧を印加することによってダイ32を加熱する。その際、開放ダイキャビティ30から逃散し得ない湿分は、多孔質乾燥剤床20によって吸収される。ダイ32を設定温度にまで加熱して、捕捉された湿分が逃散するのに十分な時間を確実に経過させた後、第1パンチ28をダイキャビティ30に第1方向29において挿入し、そして2,000~8,000 psiの範囲内の既知量の圧力を有機粉末24に加えて圧縮工程を完了する。好適な圧力範囲は4,000~6,000 psiである。

【0024】

多孔質乾燥剤床20はアルカリ土類金属酸化物、例えば、酸化カルシウム、酸化マグネシウム、酸化ストロンチウムもしくは酸化バリウム又はこれらの混合物から作られる。乾燥剤粉末は、圧縮を容易にするため多孔質乾燥剤床20の物理的団結性を損なうことなく多孔質乾燥剤床20の多孔度が40~80%の範囲内となるように、圧縮される。多孔質乾燥剤床20の多孔度が高いほど、またその粒子の粒径が小さいほど、捕捉する湿分量が多くなる。

【0025】

図2に、圧縮配置の最終工程50を示す。ここで、圧縮工程は完了したところであり、圧縮された有機ペレット52はダイ32のダイキャビティ30の内部の多孔質乾燥剤床20の上に配置されている。次いで、ダイ32を室温にまで冷まし、そして図2に示したように第1方向29とは反対の第2方向31に移動する第2パンチ22を使用して、圧縮された固形有機ペレット52と多孔質乾燥剤床20を結合したままの状態ダイ32から取り出す。固形有機ペレット52を多孔質乾燥剤床20からやさしくずらすようにして分離する。ダイキャビティから取り出した後、分離する前の固形有機ペレット52及び多孔質乾燥剤床20の横断面図を図3(A)に示す。場合によっては、2つのペレットの分離を助長するため、圧縮工程前に、乾燥剤床20と有機粉末24(図1参照)との間に、フィルター紙やライスペーパーのような多孔質紙を配置すると非常に有用である。

【0026】

本発明の異なる態様による圧縮工程により得られた固形有機ペレットを図3(A)~(D)に示す。図3(B)は、固形有機ペレット56が第1多孔質乾燥剤床54と第2多孔質乾燥剤床58との間に挟み込まれた態様の横断面図である。これは、独立した2つの圧縮工程により得られる。第1圧縮工程は、次のように達成できる。乾燥剤粉末の第1装填物を

第2パンチ22の上に適用し、第1パンチ28により加圧することにより第1多孔質乾燥剤床54を形成する。第2圧縮工程は、第1多孔質乾燥剤床54の上に配置された有機材料の上に乾燥剤粉末の第2装填物を配置することにより達成される。第1パンチにより、有機粉末が圧縮されないように、例えば100~500 psiの範囲内の圧力を加えた後、その有機粉末の表面上に乾燥剤粉末の第2装填物を添加し、その後加圧して第2乾燥剤床58を形成する。次いで、加熱コイルに電圧を印加して有機粉末を加熱し、その後十分に加圧して圧縮工程を完了する。第1多孔質乾燥剤床54と第2多孔質乾燥剤床58との間に挟み込まれた圧縮固形有機ペレット56をダイキャビティから取り出し、多孔質乾燥剤床54、58を固形有機ペレット56からやさしく分離する。分離しやすくするため、図3(C)に示したように、固形有機ペレット52と多孔質乾燥剤床20との間に、フィルター紙やライスペーパーのような多孔質紙60を配置すると非常に有用となり得る。同様に、図3(D)に、2つの多孔質乾燥剤床68及び70の間に挟み込まれた圧縮固形有機ペレット66の横断面図を示す。ここで、分離を容易にするため、固形有機ペレット66と多孔質乾燥剤床68及び70との間に多孔質紙62及び64がそれぞれ配置されている。

10

【0027】

有機ペレット52(図3A参照)は、単一種又は複数種の異なる有機分子又は有機金属分子を含む有機粉末から調製される。一例として、発光層は、発光効率の高い単一種分子有機材料であることができる。当該目的として周知の材料は、優れた緑色電場発光を生じるトリス(8-キノリノラト-N1,08)アルミニウム(Alq)である。発光層は、EL効率又は発光色を変化させる機能を有する他の材料(以下「発光性ドーパント」と称する。)を比較

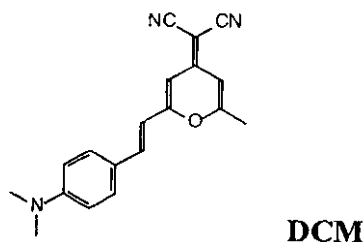
20

【0028】

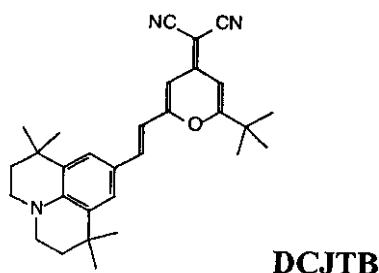
発光層のためのホスト材料の選択は、当該層に用いられる発光性ドーパントの選択及び/又は所望の発光色に左右される部分がある。8-ヒドロキシキノレートの誘導体との金属錯体(例、Alq)を含むホスト材料は、緑色発光用の発光性ドーパントとしてクマリンもしくはキナクリドン系の色素を使用する場合又は赤色発光用の発光性ドーパントとして誘導体DCMを使用する場合に有用である。好適な緑色発光性クマリンはC545Tであり、譲受人共通の米国特許第6020078号明細書(Tangら)に記載されている。好適な緑色発光性キナクリドンはCFDMQAであり、譲受人共通の米国特許第5593788号明細書(Shiら)に記載されている。好適な赤色発光性色素は、DCMの誘導体であるD

30

【0029】**【化1】**



10



20

【0030】

発光性ドーパントとしては、リン光性化合物をはじめとする他の材料を使用することができる。リン光性化合物の例として、O'Brienら、Applied. Physics. Letters、Vol. 74、1999年、pp. 442-444に記載されている白金錯体又はLamanskyら、Journal of the American Chemical Society、Vol. 123、2001年、pp. 4304-4312に記載されているイリジウム化合物が挙げられる。発光層における発光性ドーパントの量は、通常は0.01～10%、好ましくは0.5～2%の範囲内である。以下、ある組成物における発光性ドーパント又は色中性ドーパントの百分率は、全組成に対する体積%を意味するものとする。

【0031】

本発明の電子輸送層において有用な材料には、譲受人共通の米国特許第4885211号明細書に記載されているように、上記したような8-ヒドロキシキノレートアニオンの金属錯体が含まれる。このような材料は、高いレベルの性能を示すと共に、薄膜加工が容易である。これらの材料は、ドーピングされていない電子輸送層又は電子輸送層のドーピングされていない下塗層の単一材料として使用することができる。これらの材料は、ドーピングされた電子輸送層又は電子輸送層のドーピングされた下塗層においてホスト材料として使用することもできる。現時点ではこの種の材料が好適である。最も好適な材料はAlqである。本発明の電子輸送層には当該技術分野で知られている他の材料を使用してもよい。その一例として、譲受人共通の米国特許第5645948号明細書(Shiら)に記載されているTPBIが挙げられる。透明カソードを使用する場合には、同様に透明な材料を電子輸送層に使用することが好ましい。

30

40

【0032】

本発明の正孔輸送層において有用な材料には、譲受人共通の米国特許第4539507号明細書においてVan Slykeが教示している第3アミン類が含まれる。これらの材料は、ドーピングされていない正孔輸送層又は正孔輸送層のドーピングされていない下塗層の単一材料として使用することができる。これらの材料は、ドーピングされた正孔輸送層又は正孔輸送層のドーピングされた下塗層においてホスト材料として使用することもできる。現時点ではこの種の材料が好適である。最も好適な材料は、譲受人共通の米国特許第4539507号明細書(Van Slykeら)に記載されているNPB、すなわち4,4'-ビス[N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ]ビフェニルである。

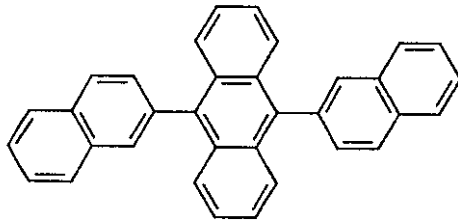
50

【0033】

青色発光層のためのホスト材料は、9,10-ジフェニルアントラセン、9,10-ビス[4-(2,2-ジフェニルエテニル)フェニル]アントラセン、ADN及びTBADNである。以下に、ADNとTBADNの構造を示す。

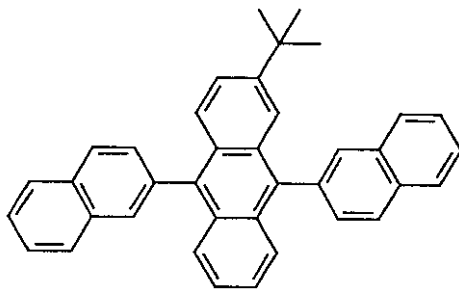
【0034】

【化2】



AND

10



TBADN

20

【0035】

図4に、本発明の別の態様としての圧縮配置100の略図を示す。この別の工程では、感湿性有機材料から吸着湿分を掃去するために乾燥剤を使用しない。その代わりに、加熱された有機粉末126に、乾燥した窒素やアルゴンのような不活性ガスを定常的に流して通過させる。乾燥不活性ガスは、ダイ120の内部に配置された流入路122を通して導入される。ここで、流入路122は、流入ガスがダイキャビティ124に滲入できるようにした多孔質レセプター110に接続されている。多孔質レセプター110は、ステンレススチールやアルミニウムのような金属又はアルミナやジルコニアのようなセラミックスからできたものであることができる。最初に、第2（下部）パンチ130を、ダイキャビティ124の内部で多孔質レセプター110に密接するように配置する。ダイキャビティ124の内部に既知量の有機粉末126を配置し、そして加熱コイル128に電圧を印加して有機粉末126を特定温度にまで加熱する。予備加熱した又は周囲温度の乾燥窒素ガス又は乾燥アルゴンガスを、有機粉末126に吸着したすべての湿分が当該ガス分子によってダイキャビティ124の上部に配置された開口部132から除去されるように十分に長い時間をかけて、有機粉末126に流し通す。その後、ダイキャビティ124の内部に第1（上部）パンチ140を第1方向141に差し込み有機粉末126と接触させ、そして図5に示したように、有機粉末126が団結して固形有機ペレット250になるように十分な圧力を加える。

30

40

【0036】

図5に、圧縮配置200の最終工程を示す。本発明の別の態様を使用して固形有機ペレッ

50

ト 2 5 0 が形成されたところである。ダイ 1 2 0 を周囲温度にまで冷まし、次いで固形有機ペレット 2 5 0 がダイ 1 2 0 から出てくるまで第 2 パンチ 1 3 0 を第 2 方向 1 3 1 に押し込むことにより有機ペレット 2 5 0 をダイから取り出す。その後、固形有機ペレット 2 5 0 を、後に使用するまで、湿分を含まない、好ましくは真空の、容器において保存する。

【0037】

図 6 に、本発明のさらに別の態様であって圧縮配置 3 0 0 の略図を示す。ここでは、乾燥窒素又は乾燥アルゴンを多孔質第 2 (下部) パンチ 3 1 0 の中を通して流す。ダイキャビティ 3 3 0 の内部で多孔質第 2 パンチ 3 1 0 の上に、測定された量の有機粉末 3 2 0 を配置する。次いで、ダイ 3 5 0 の内部に埋め込まれた加熱コイル 3 4 0 に電圧を印加して有機粉末 3 2 0 の温度を所定レベルにまで上昇させる。第 2 (下部) パンチのハウジング 3 7 0 に取り付けられた流入口 3 6 0 から乾燥窒素ガス又は乾燥アルゴンガスを流し通す。有機粉末 3 2 0 の温度が所定温度に達し、かつ、当該乾燥窒素又は乾燥アルゴンにより有機粉末 3 2 0 から吸着湿分のすべてが当然に除去されたであろう十分な時間が経過した後、ダイキャビティ 3 3 0 の内部で有機粉末 3 2 0 の上に第 1 方向 3 8 1 において第 1 (上部) パンチ 3 8 0 を差し込み、そして既知量の圧力をかける。別法として、吸着湿分の除去の迅速化を助長するため、予備加熱した乾燥窒素又は乾燥アルゴンを使用してもよい。

【0038】

図 7 に、図 6 に示した圧縮配置の最終工程 4 0 0 を示す。ここで、圧縮された固形有機ペレット 4 1 0 が形成される。次いで、ダイを室温にまで冷まし、その後有機ペレット 4 1 0 をダイキャビティから取り出して、上述したように湿分を含まない、好ましくは真空の、容器において保存する。

【0039】

【実施例】

本発明及びその従来技術と比較した有利な効果を、以下の実施例により説明する。図 8 に、発光層 (E M L) 5 1 0 が正孔輸送層 (H T L) 5 2 0 と電子輸送層 (E T L) 5 3 0 との間に配置されている OLED 5 0 0 の略横断面図を示す。これらの有機層の各々を、本発明により製造された、図 2 に示したような有機ペレット 5 2 のような有機ペレットから製造した。その際、有機粉末 2 4 (図 1 参照) からの湿分掃去剤として、酸化カルシウム乾燥剤を使用した。2 つの輸送層、すなわち H T L 5 2 0 及び E T L 5 3 0 は、それぞれアノード 5 4 0 からの正孔及びカソード 5 5 0 からの電子を、発光層 E M L 5 1 0 に送り込む。ガラス基板 5 6 0 は、OLED 5 0 0 用及び OLED 5 0 0 を電源へ接続する電気リード線用の機械的支持体を提供する。本例のアノード 5 4 0 は、電場発光に対して透明なインジウム錫化合物 (I T O) であり、カソード 5 5 0 は M g - A g 合金である。アノード 5 4 0 として使用するための厚さ 8 0 nm の I T O 層を被覆したガラス基板 5 6 0 を、順次、市販の洗剤中で超音波処理し、脱イオン水中でリンスし、そしてトルエン蒸気中で脱脂処理した。I T O 層を酸素プラズマで約 1 分間処理した後、真空チャンバに移送した。N P B を含む有機ペレットから厚さ 7 5 nm の H T L 5 2 0 を堆積し、また、ドーパされていない A l q を含む有機ペレットから厚さ 3 7.5 nm の E T L を堆積し、そして、M g - A g 合金 (構成比 9 0 : 1 0) から厚さ 2 0 0 nm のカソード 5 5 0 を堆積した。厚さ 3 7.5 nm の E M L 5 1 0 は、ホストと、緑色、赤色又は青色の発光を生ぜしめるドーパントとを含む有機ペレットから堆積した。比較目的で、従来技術により、ドーパされていない A l q 粉末から厚さ 3 7.5 nm の E M L を堆積した対照用 OLED を構築した。構築した OLED を、乾燥窒素を充填したグローブボックスに移送し、そこで周囲環境から保護するため乾燥剤と一緒に封入した。

【0040】

1 枚の基板上で複数の OLED を製造するため、ガラス基板上の I T O コーティングをパターン化した。これらの OLED の 1 つを、一定電源及び光度計を使用して EL 特性について評価した。初期輝度効率、C I E 色座標及び駆動電圧の測定は、いずれも 2 0 mA/cm² の電流密度で行った。同様に、本 OLED の動作安定性について、2 0 mA/cm² の一定電流密度において動

作させながらその輝度及び駆動電圧を監視することにより評価した。本発明により構築された具体的デバイスとして後述する追加のOLEDのEL特性及び動作安定性についても、本例と同様にして、同一の電流密度で評価した。

【0041】

例1

1：1の比率のAlqとTBADN及びドーパントとして0.5質量%のCFDMQAの混合物を含む厚さ37.5nmのEMLを堆積するため有機ペレットを使用して上述したように複数の緑色OLEDを構築した。同一条件下で当該EMLをドーピングされていないAlq粉体から堆積した唯一の対照用OLEDも構築した。

【0042】

本発明により、圧縮工程（図2参照）の際の湿分掃去剤としてCaO乾燥剤を使用することにより緑色OLED（A1、A2、A3、A4及びA5）を製造した。これらを、CaO乾燥剤を存在させずに圧縮した有機ペレットを使用することにより製造されたデバイス（B1、B2及びB3）と比較した。また、ドーピングされていないAlq粉体からEMLを堆積させた対照用緑色OLED（C1）を製造した。いずれのデバイスも同一条件下で製造し、そして同一の分析手段及び手順でELについてテストした。テスト結果を以下の表1にまとめた。本発明により製造されたデバイスは、実質的に改良された性能を示している。

【0043】

表1：本発明による緑色OLEDと従来法による緑色OLEDとのEL性能の比較

【表1】

デバイス 記号	圧縮条件	駆動電圧 (V)	輝度収率 (cd/A)	ELピーク 位置 (nm)	CIEx	CIEy	20cd/m ² における 輝度
A1	CaO あり	9.6	3.71	532	0.37	0.57	742
A2	CaO あり	9.8	3.50	528	0.37	0.57	700
A3	CaO あり	9.8	3.50	528	0.37	0.57	700
A4	CaO あり	7.8	3.40	524	0.33	0.56	680
A5	CaO あり	7.7	3.30	524	0.33	0.56	660
B1	CaO なし	9.3	3.03	528	0.38	0.57	606
B2	CaO なし	9.3	3.05	528	0.38	0.57	610
C1	対照	7.9	2.95	524	0.34	0.55	590

【0044】

例2

1：1の比率のAlqとTBADN及びドーパントとして1.75質量%のDCJT B及び5質量%のルブレンの混合物を含む厚さ37.5nmのEMLを堆積するため有機ペレットを使用して上述したように複数の赤色OLEDを構築した。同一条件下で当該EMLをドーピングされていないAlq粉体から堆積した唯一の対照用OLEDも構築した。

【0045】

本発明により、圧縮工程（図2参照）の際の湿分掃去剤としてCaO乾燥剤を使用することにより赤色OLED（D1、D2、D3、D4及びD5）を製造した。これらを、CaO乾燥剤を存在させずに圧縮した有機ペレットを使用することにより製造された赤色デバイス（E1及びE2）と比較した。また、ドーピングされていないAlq粉体からEMLを堆積させた対照用緑色OLED（C2）を製造した。いずれのデバイスも同一条件下で製造し、そして同一の分析手段及び手順でELについてテストした。テスト結果を以下の表2にまとめた。本例においても、本発明により製造されたデバイスは、実質的に改良された性能を示している。

【0046】

表2：本発明による赤色OLEDと従来法による赤色OLEDとのEL性能の比較

【表2】

デバイス 記号	圧縮条件	駆動電圧 (V)	輝度収率 (cd/A)	ELピーク 位置 (nm)	CIE _x	CIE _y	20cd/m ² における 輝度
D1	CaO あり	10.8	4.10	616	0.624	0.377	820
D2	CaO あり	10.9	3.60	616	0.625	0.372	720
D3	CaO あり	10.7	3.90	616	0.621	0.372	780
D4	CaO あり	10.9	3.60	616	0.625	0.372	720
D5	CaO あり	10.9	3.80	616	0.623	0.372	760
E1	CaO なし	10.7	3.10	616	0.629	0.370	620
E2	CaO なし	11.9	3.06	624	0.635	0.362	612
C2	対照	8.3	3.00	528	0.344	0.548	600

【0047】

例3

図9に、緑色デバイス（A1及びA2）の衰退試験の結果を、対照用緑色デバイス（C1）の当該試験結果と比較して示す。グラフは、正規化した輝度を時間に対してプロットしたものである。本グラフは、本発明により圧縮された固形有機ペレットを使用して製造されたOLEDの安定性が、対照試料と同等に安定であることを強く示唆するものである。

【0048】

本発明による固形有機ペレットは、基板上に有機層を形成させるためにペレットの一部を蒸発させる物理蒸着源の形状に一致するように選ばれた形状にすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】有機粉末を多孔質乾燥剤床の上に配置させる本発明の処理工程を示す略図である。

【図2】図1に示した処理の、有機粉末を団結した後の最終工程を示す略図である。

【図3】本発明の異なる特徴により圧縮された固形有機ペレットの横断面図であって、（A）は、多孔質乾燥剤床の上で圧縮された固形有機ペレットを示し、（B）は、2つの多孔質乾燥剤床の間に挟み込まれた固形有機ペレットを示し、（C）は、固形有機ペレットと

多孔質乾燥剤床との間に配置されたセパレータを示し、そして (D) は、(B) に示した構成において圧縮層間にセパレータを配置したものを示す。

【図 4】本発明による処理工程の別の態様を示す横断面図である。

【図 5】図 4 に示した処理工程の完成結果を示す横断面図である。

【図 6】本発明による処理工程の別の態様を示す横断面図である。

【図 7】図 6 に示した本発明の態様の完成結果を示す横断面図である。

【図 8】本発明により調製された有機ペレットを使用して形成された OLED を示す略図である。

【図 9】緑色 OLED について EL 性能の経時変化をプロットしたグラフである。

【符号の説明】

10

20…多孔質乾燥剤床

22、130…第2（下部）パンチ

24、126、320…感湿性有機粉末

28、140、380…第1（上部）パンチ

30、124、330…ダイキャビティ

32、120、350…ダイ

33、128、340…加熱コイル

52、250、410…固形有機ペレット

54…第1多孔質乾燥剤床

58…第2多孔質乾燥剤床

20

60、62、64…多孔質紙

68、70…多孔質乾燥剤床

110…多孔質レセプター

122…流入路

132…開口部

310…多孔質第2（下部）パンチ

360…流入口

370…ハウジング

500…OLED

510…発光層（EML）

30

520…正孔輸送層（HTL）

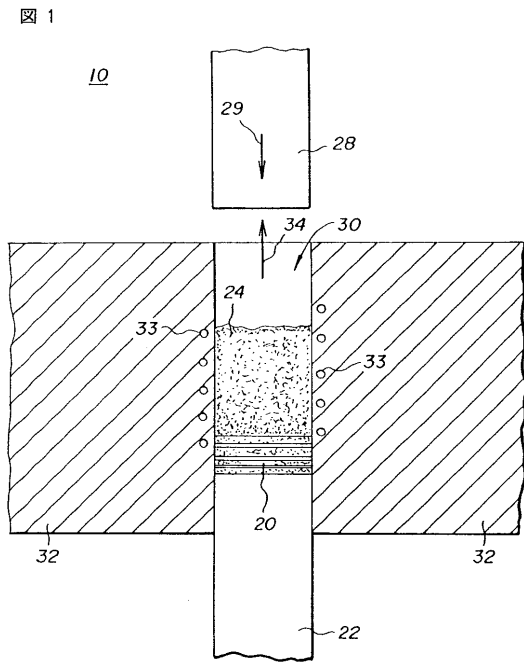
530…電子輸送層（ETL）

540…アノード

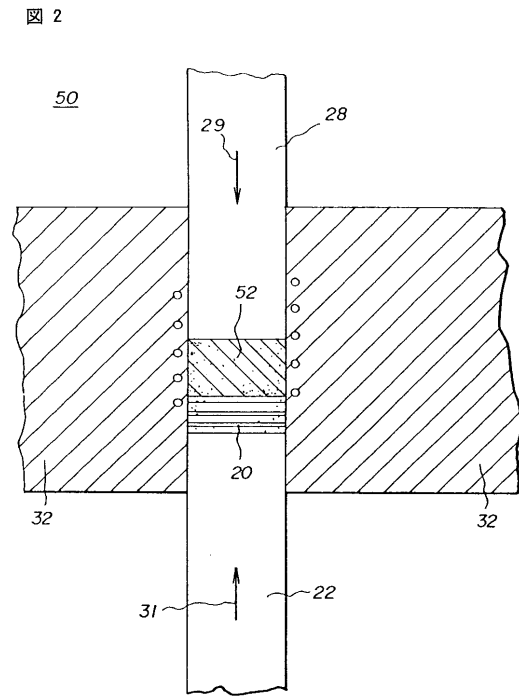
550…カソード

560…ガラス基板

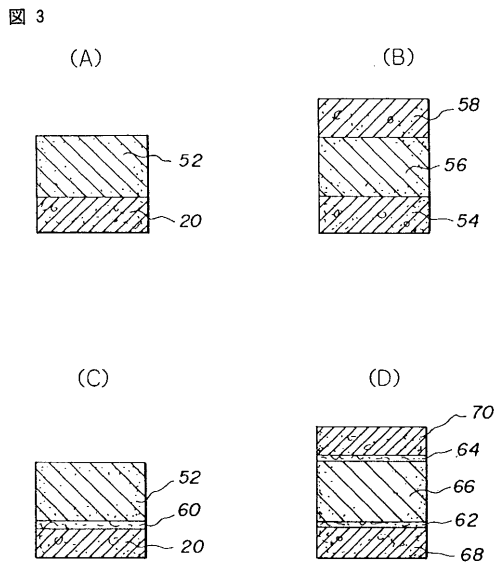
【図 1】



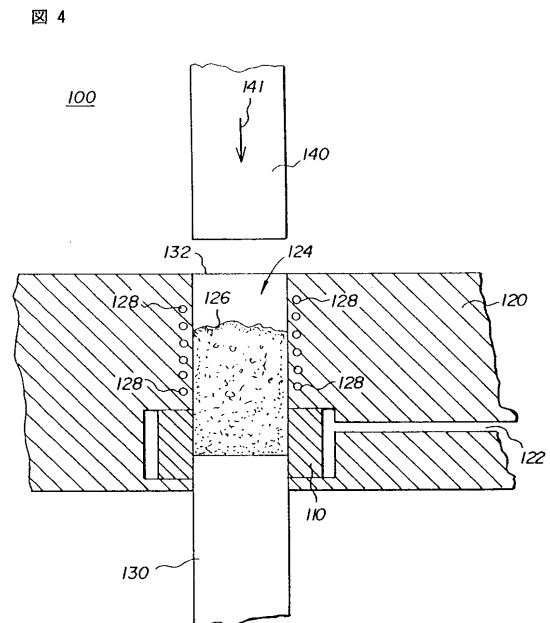
【図 2】



【図 3】

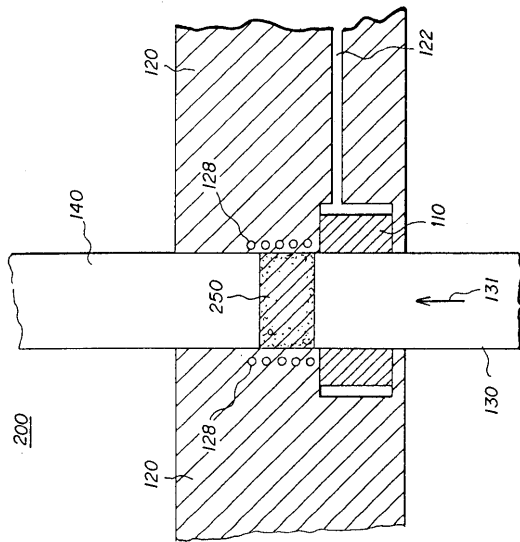


【図 4】



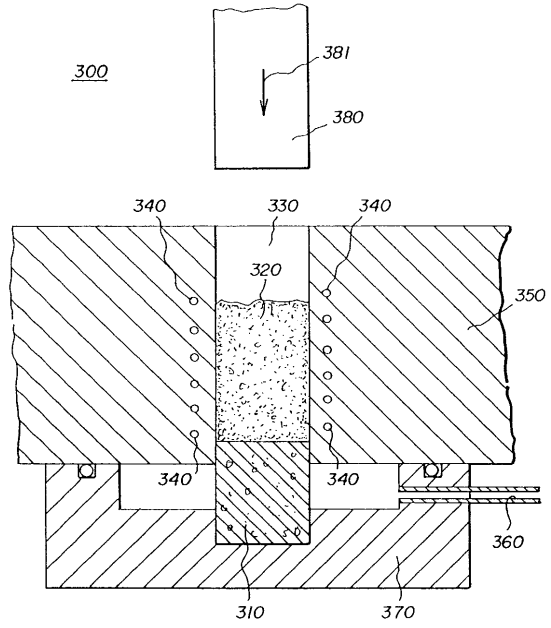
【図 5】

図 5



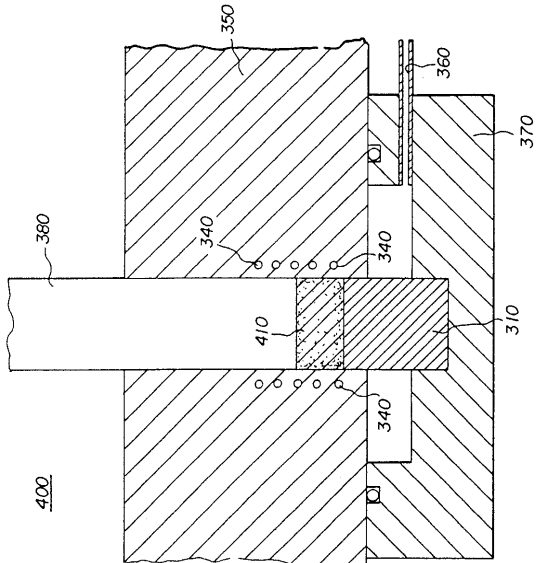
【図 6】

図 6



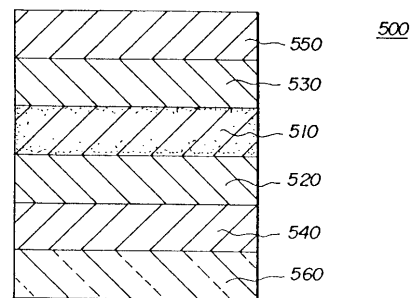
【図 7】

図 7

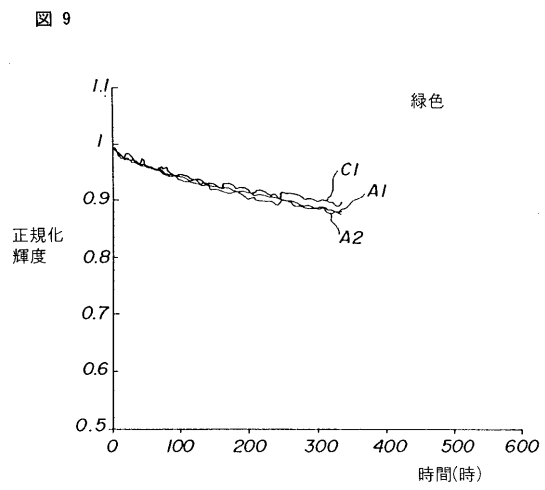


【図 8】

図 8



【図 9】



フロントページの続き

- (72)発明者 シャマル クマー ゴシュ
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 ドン バートン カールトン
アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 4 6 4, ハムリン, モスクワ ロード 5 1 8
- (72)発明者 ツカラム キサン ハトワー
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

審査官 本田 博幸

- (56)参考文献 特開平05-234677 (JP, A)
特開平11-029857 (JP, A)
特開平11-050228 (JP, A)
特開平11-092915 (JP, A)
特開2000-252061 (JP, A)
特開2003-115381 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H05B 33/10
H01L 51/50
C23C 14/12
C23C 14/24