



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2016-0137938  
(43) 공개일자 2016년12월02일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*B29C 33/38* (2006.01) *B29C 43/00* (2006.01)  
*B29C 43/36* (2006.01) *B30B 15/02* (2006.01)  
*H01B 1/04* (2006.01) *H01L 51/00* (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
*B29C 33/38* (2013.01)  
*B29C 43/006* (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2016-7001174
- (22) 출원일자(국제) 2015년03월19일  
 심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2016년01월15일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2015/058182
- (87) 국제공개번호 WO 2015/151825  
 국제공개일자 2015년10월08일
- (30) 우선권주장  
 JP-P-2014-072910 2014년03월31일 일본(JP)

- (71) 출원인  
 이데미쓰 고산 가부시키키가이샤  
 일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 3초메 1반 1코
- (72) 발명자  
 시게히사 히로마로  
 일본 시즈오카켄 오마에자키시 고후도 2125-3  
 후쿠다 마사히코  
 일본 지바켄 소테가우라시 가미이즈미 1280반치
- (74) 대리인  
 특허법인코리아나

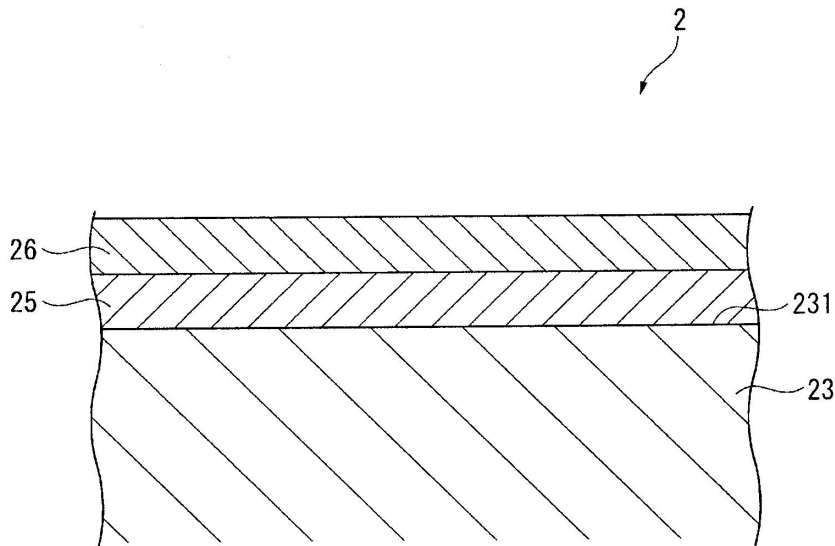
전체 청구항 수 : 총 13 항

(54) 발명의 명칭 압축 성형 금형, 압축 성형 금형의 제조 방법, 및 압축 성형체의 제조 방법

**(57) 요약**

유기 EL 소자용 재료를 가압 및 압축하여 압축 성형체를 성형하기 위한 압축 성형 금형으로서, 압축시에 상기 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 압축 성형 금형의 금속면에는, 질화물을 포함하는 질화물막이 적층되고, 상기 질화물막에는, 침지법에 의해 형성된 불화물을 포함하는 불화물막이 적층되어 있다.

**대표도** - 도2



(52) CPC특허분류

*B29C 43/361* (2013.01)

*B30B 15/022* (2013.01)

*H01B 1/04* (2013.01)

*H01L 51/0003* (2013.01)

*B29C 2043/3628* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

유기 EL 소자용 재료를 가압 및 압축하여 압축 성형체를 성형하기 위한 압축 성형 금형으로서, 압축시에 상기 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 압축 성형 금형의 금속면에는, 질화물을 포함하는 질화물막이 적층되고, 상기 질화물막에는, 침지법에 의해 형성된 불화물을 포함하는 불화물막이 적층되어 있는 압축 성형 금형.

#### 청구항 2

관통공을 갖는 본체와, 상기 관통공의 서로 상이한 관통공 입구로부터 각각 삽입되고, 상기 본체의 내부의 성형실에 충전된 유기 EL 소자용 재료를 가압하기 위한 가압면이 각각 형성되어 있는 제 1 펀치 및 제 2 펀치를 구비하고, 상기 가압면에 질화물을 포함하는 질화물막 및 침지법에 의해 형성된 불화물을 포함하는 불화물막이 적층되어 있는 압축 성형 금형.

#### 청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 관통공의 내주면에도 상기 질화물막 및 상기 불화물막이 적층되어 있는 압축 성형 금형.

#### 청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 질화물막은, 질화티탄알루미늄, 질화티탄카바이드, 질화크롬, 질화티탄, 질화티탄실리콘, 및 질화티탄알루미늄실리콘으로 이루어지는 군에서 선택되는 질화물로 구성되는 압축 성형 금형.

#### 청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 불화물은, 불화탄소계 화합물인 압축 성형 금형.

#### 청구항 6

유기 EL 소자용 재료를 가압 및 압축하여 압축 성형체를 성형하기 위한 압축 성형 금형의 제조 방법으로서, 압축시에 상기 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 압축 성형 금형의 금속면에, 질화물막을 형성하는 공정과, 상기 질화물막이 형성된 면을 불화물을 함유하는 불화물 함유 용액에 침지시키는 공정과, 상기 불화물 함유 용액을 건조시켜 불화물막을 형성하는 공정을 갖는 압축 성형 금형의 제조 방법.

#### 청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 불화물 함유 용액은, 상기 불화물 및 용매를 포함하고, 상기 불화물막을 형성하는 공정으로, 상기 용매를 제거함과 함께, 상기 불화물을 상기 질화물막에 화학 결합시켜 상기 불화물막을 형성하고, 상기 불화물막을 형성한 후에, 미반응의 불화물을 제거하는 압축 성형 금형의 제조 방법.

#### 청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 미반응의 불화물을 제거할 때에, 상기 불화물 함유 용액에 포함되어 있던 상기 용매와 동일한 종류의 용매로 상기 불화물막을 세정하는 압축 성형 금형의 제조 방법.

#### 청구항 9

제 6 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 질화물막에, 코로나 방전 처리, 플라즈마 처리, 자외선 조사 처리, 프레임 처리, 산 및 알칼리의 적어도 어느 용액에 침지시키는 처리, 산화제 처리, 그리고 오존 처리 중 적어도 어느 것의 활성화 처리를 실시한 후에, 상기 질화물막이 형성된 면을 상기 불화물 함유 용액에 침지시키는 압축 성형 금형의 제조 방법.

**청구항 10**

제 9 항에 있어서,

상기 활성화 처리는, 코로나 방전 처리, 플라즈마 처리, 자외선 조사 처리, 또는 오존 처리인 압축 성형 금형의 제조 방법.

**청구항 11**

제 9 항에 있어서,

상기 활성화 처리는, 플라즈마 처리 또는 자외선 조사 처리인 압축 성형 금형의 제조 방법.

**청구항 12**

유기 EL 소자용 재료를 가압 및 압축하여 압축 성형체를 제조하는 압축 성형체의 제조 방법으로서, 압축시에 상기 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 압축 성형 금형의 금속면에는, 질화물을 포함하는 질화물막이 적층되고, 상기 질화물막에는, 침지법에 의해 형성된 불화물을 포함하는 불화물막이 적층되어 있는 압축 성형체의 제조 방법.

**청구항 13**

제 12 항에 있어서,

상기 질화물막은, 질화티탄알루미늄, 질화티탄카바이드, 질화크롬, 질화티탄, 질화티탄실리콘, 및 질화티탄알루미늄실리콘으로 이루어지는 군에서 선택되는 질화물로 구성되는 압축 성형체의 제조 방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은, 압축 성형 금형, 압축 성형 금형의 제조 방법, 및 압축 성형체의 제조 방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 종래, 압축 성형 금형의 성형실 내에 분말 재료를 충전하고, 펀치로 압축하여 성형하는 방법이 채용되어 있다.

[0003] 또한, 최근에는, 전자 디바이스 등에 사용되는 유기 재료의 분말 재료를 압축 성형하는 방법이 검토되고 있다.

이와 같은 유기 전자 재료 소자의 1 쌍의 전극 사이에 형성되는 유기층은, 일반적으로 진공 가열 증착함으로써 형성된다. 증착원에 넣는 유기 소자용 재료는 일반적으로 분말상인데, 분말상이면, 충전 효율이 낮고, 또한 핸들링성이 뒤떨어져, 분말이 비산하는 문제가 발생하고 있었기 때문이다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

- [0004] (특허문헌 0001) 한국 공개 특허 10-2009-0097318호
- (특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 평2-297411호
- (특허문헌 0003) 일본 실용 신안 등록 제3163163호

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0005] 본 발명의 목적은, 분말 재료의 압축 성형 후에, 성형체로부터 재료가 부분적으로 박리되거나, 성형체 표면으로부터 분말이 비산하는 것을 억제할 수 있는 압축 성형 금형, 압축 성형 금형의 제조 방법 및 압축 성형체의 제조 방법을 제공하는 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0006] 본 발명의 일 양태에 의하면, 유기 EL 소자용 재료를 가압 및 압축하여 압축 성형체를 성형하기 위한 압축 성형 금형으로서, 압축시에 상기 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 압축 성형 금형의 금속면에는, 질화물막을 포함하는 질화물막이 적층되고, 상기 질화물막에는, 침지법에 의해 형성된 불화물을 포함하는 불화물막이 적층되어 있는 압축 성형 금형이 제공된다.

[0007] 본 발명의 다른 일 양태에 의하면, 관통공을 갖는 본체와, 상기 관통공의 서로 상이한 관통공 입구로부터 각각 삽입되고, 상기 본체의 내부의 성형실에 충전된 유기 EL 소자용 재료를 가압하기 위한 가압면이 각각 형성되어 있는 제 1 펀치 및 제 2 펀치를 구비하고, 상기 가압면에 질화물을 포함하는 질화물막 및 침지법에 의해 형성된 불화물을 포함하는 불화물막이 적층되어 있는 압축 성형 금형이 제공된다.

[0008] 본 발명의 다른 일 양태에 의하면, 유기 EL 소자용 재료를 가압 및 압축하여 압축 성형체를 성형하기 위한 압축 성형 금형의 제조 방법으로서, 압축시에 상기 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 압축 성형 금형의 금속면에, 질화물막을 형성하는 공정과, 상기 질화물막이 형성된 면을 불화물을 함유하는 불화물 함유 용액에 침지시키는 공정과, 상기 불화물 함유 용액을 건조시켜 불화물막을 형성하는 공정을 갖는 압축 성형 금형의 제조 방법이 제공된다.

[0009] 본 발명의 다른 일 양태에 의하면, 유기 EL 소자용 재료를 가압 및 압축하여 압축 성형체를 제조하는 압축 성형체의 제조 방법으로서, 압축시에 상기 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 압축 성형 금형의 금속면에는, 질화물을 포함하는 질화물막이 적층되고, 상기 질화물막에는, 침지법에 의해 형성된 불화물을 포함하는 불화물막이 적층되어 있는 압축 성형체의 제조 방법이 제공된다.

**발명의 효과**

[0010] 본 발명의 압축 성형 금형, 압축 성형 금형의 제조 방법 및 압축 성형체의 제조 방법에 의하면, 분말 재료의 압축 성형 후에, 성형체로부터 재료가 부분적으로 박리되거나, 성형체 표면으로부터 분말이 비산하는 것을 억제할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

- [0011] 도 1 은 일 실시형태에 관련된 압축 성형 장치의 구성을 나타내는 일부 단면 개략도이다.
- 도 2 는 상기 실시형태에 관련된 압축 성형 금형의 표면을 확대하여 나타내는 확대 단면 개략도이다.
- 도 3a 는 상기 실시형태에 관련된 압축 성형 금형을 이용하여 실시하는 압축 성형체의 제조 방법을 설명하는 도면이다.
- 도 3b 는 상기 실시형태에 관련된 압축 성형 금형을 이용하여 실시하는 압축 성형체의 제조 방법을 설명하는 도면이다.
- 도 3c 는 상기 실시형태에 관련된 압축 성형 금형을 이용하여 실시하는 압축 성형체의 제조 방법을 설명하는 도면이다.
- 도 3d 는 상기 실시형태에 관련된 압축 성형 금형을 이용하여 실시하는 압축 성형체의 제조 방법을 설명하는 도면이다.
- 도 3e 는 상기 실시형태에 관련된 압축 성형 금형을 이용하여 실시하는 압축 성형체의 제조 방법을 설명하는 도면이다.
- 도 4a 는 도 3a ~ 도 3e 에서 설명하는 압축 성형체의 제조 방법과는 상이한 압축 성형체의 제조 방법을 설명하는 도면이다.
- 도 4b 는 도 3a ~ 도 3e 에서 설명하는 압축 성형체의 제조 방법과는 상이한 압축 성형체의 제조 방법을 설명하는 도면이다.

하는 도면이다.

도 4c 는 도 3a ~ 도 3e 에서 설명하는 압축 성형체의 제조 방법과는 상이한 압축 성형체의 제조 방법을 설명하는 도면이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0012] <제 1 실시형태>

[0013] (1) 압축 성형 장치의 구성

[0014] 도 1 에는, 본 실시형태에 관련된 압축 성형 장치 (1) 의 개략도가 나타나 있다.

[0015] 본 실시형태에서는, 유기 EL 소자용 재료를 가압 및 압축하여 압축 성형체를 제조한다.

[0016] 압축 성형 장치 (1) 는, 압축 성형 금형 (2) 과, 베이스부 (10) 와, 베이스부 (10) 에 서로 평행하게 입설된 2 개의 가이드 바 (11) 와, 가이드 바 (11) 의 상단에 연결된 상부 프레임 (12) 과, 베이스부 (10) 및 상부 프레임 (12) 사이에서 지지되어 있는 하부 가동판 (13), 중부 가동판 (14) 및 상부 가동판 (15) 을 구비한다. 도 1 에 나타내는 바와 같이, 하부 가동판 (13), 중부 가동판 (14) 및 상부 가동판 (15) 은, 베이스부 (10) 측 으로부터 이 순서로 서로 평행하게 형성되어 있다. 또한, 하부 가동판 (13), 중부 가동판 (14) 및 상부 가동판 (15) 은, 가이드 바 (11) 를 따라 상하 방향으로 각각 독립적으로 이동 가능하게 형성되어 있다. 또한, 하부 가동판 (13), 중부 가동판 (14) 및 상부 가동판 (15) 은, 도시하지 않은 유압 실린더 등의 액체압식 구동 기구, 에어 실린더 등의 공기압식 구동 기구, 혹은 캠 혹은 크랭크 기구 등의 기계식 구동 기구에 의해 이동할 수 있도록 구성되어 있다.

[0017] 압축 성형 금형 (2) 은, 본체 (20) 와, 제 1 펀치 (23) 와, 이 제 1 펀치 (23) 와 대향하여 형성되는 제 2 펀치 (24) 를 구비한다. 본체 (20) 는, 중부 가동판 (14) 의 대략 중앙부에 교환 가능하게 장착되어 있다. 본체 (20) 는, 도 1 에 나타내는 바와 같이, 상하로 관통하는 관통공 (21) 을 갖는다. 이 관통공 (21) 에, 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 가 삽입되어, 압축 성형 금형 (2) 의 내부에 유기 EL 소자용 재료를 충전하기 위한 성형실 (22) 이 형성된다. 성형실 (22) 은, 성형해야 할 압축 성형체의 형상을 이루고 있다. 성형실 (22) 의 형상, 즉 압축 성형체의 형상은, 원주상이거나 타원주상이어도 되고, 횡단면이 반원형, 부채형, 삼각형, 사각형 등의 다각형이거나 소판 (小判) 형이여도 된다. 또한, 압축 성형체는, 중실체여도 되고 중공체여도 된다.

[0018] 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 는, 성형실 (22) 에 충전된 유기 EL 소자용 재료를 서로 반대 방향으로부터 가압하여 압축한다. 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 는, 관통공 (21) 에 삽입 가능하게 형성되어 있다.

[0019] 제 1 펀치 (23) 는, 하부 가동판 (13) 의 상면에 고정되어 있다. 제 1 펀치 (23) 는, 하부 가동판 (13) 이 상하 방향으로 이동함으로써, 관통공 (21) 의 축 방향으로 이동하도록 구성되어 있다. 제 1 펀치 (23) 는, 관통공 (21) 의 타방의 관통공 입구 (21b) 로부터 삽입된다. 제 2 펀치 (24) 는, 상부 가동판 (15) 의 하면에 고정되어 있다. 제 2 펀치 (24) 는, 상부 가동판 (15) 이 상하 방향으로 이동함으로써, 관통공 (21) 의 축 방향으로 이동하도록 구성되어 있다. 제 2 펀치 (24) 는, 관통공 (21) 의 일방의 관통공 입구 (21a) 로부터 삽입된다. 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 는, 관통공 (21) 보다 약간 작게 형성되어 있는 것이 바람직하다. 삽입된 제 1 펀치 (23) 의 측면과 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 사이, 그리고 제 2 펀치 (24) 의 측면과 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 사이에 간극이 형성되고, 성형실 (22) 내의 분말 재료로부터 탈기된 기체가, 당해 간극을 통과하여 배출되는 것이 바람직하다.

[0020] 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 의 각각의 단부에는, 유기 EL 소자용 재료를 가압하는 제 1 가압면 (231) 및 제 2 가압면 (241) 이 형성되어 있다. 본 실시형태에서는, 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231) 및 제 2 펀치 (24) 의 제 2 가압면 (241) 은, 평탄한 면이다. 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231) 과 제 2 펀치 (24) 의 제 2 가압면 (241) 과 본체 (20) 의 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 으로, 성형실 (22) 이 형성된다. 성형실 (22) 에 유기 EL 소자용 재료가 충전되고, 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 로 상하 방향으로부터 가압함으로써, 제 1 가압면 (231) 과 제 2 가압면 (241) 사이에서 압축되어 압축 성형체가 얻어진다.

[0021] 도 2 에는, 본 실시형태에 관련된 압축 성형 금형 (2) 의 표면의 일부로서, 제 1 펀치 (23) 의 일부를 확대하여 나타내는 단면 개략도가 나타나 있다.

[0022] 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231) 은, 가압 및 압축시에 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 금속면이다.

도 2 에 나타내는 바와 같이, 제 1 가압면 (231) 에는, 질화물을 포함하는 질화물막 (25) 이 적층되어 있다. 또한, 질화물막 (25) 상에는, 불화물을 포함하는 불화물막 (26) 이 적층되어 있다.

- [0023] 제 2 펀치 (24) 의 제 2 가압면 (241), 및 본체 (20) 의 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 도, 가압 및 압축시에 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 금속면이다. 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 에도, 제 1 가압면 (231) 과 마찬가지로, 질화물막 (25) 및 불화물막 (26) 이 적층되어 있다. 본 실시형태에서는, 제 1 가압면 (231), 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 에 적층된 불화물막 (26) 은, 침지법에 의해 형성되어 있다.
- [0024] 본 실시형태에 있어서, 질화물막 (25) 으로는, 질화티탄알루미늄, 질화티탄카바이드, 질화크롬, 질화티탄, 질화티탄실리콘, 및 질화티탄알루미늄실리콘으로 이루어지는 군에서 선택되는 질화물로 구성되는 것이 바람직하고, 질화티탄알루미늄으로 구성되는 것이 보다 바람직하다. 본 실시형태에서는, 질화물막 (25) 은, 물리 기상 증착법으로 성막한 질화티탄알루미늄으로 구성된다.
- [0025] 불화물막 (26) 은, 불화탄소계 화합물로 구성되는 것이 바람직하다. 불화탄소계 화합물은, 불화탄소로 형성되는 사슬형 부위와, 다른 물질과 결합하는 반응기로 구성된다. 불화탄소계 화합물로는, 예를 들어, 퍼플루오로알킬실란류, 퍼플루오로폴리에테르기 함유 실란 화합물류 등을 들 수 있다.
- [0026] 퍼플루오로알킬실란류로는, 하기 식 (1) 이나 식 (2) 로 나타내는 화합물을 들 수 있다.
- [0027]  $CF_3(CF_2)_nCH_2CH_2Si(OMe)_m \cdots (1)$
- [0028]  $CF_3(CF_2)_nCH_2CH_2Si(OR)_m \cdots (2)$
- [0029] 단, 상기 식 (1) 에 있어서, n 은, 1, 3, 5, 또는 7 이고, m 은, 2 또는 3 이고, Me 는, 메틸기 또는 에틸기이다.
- [0030] 또한, 상기 식 (2) 에 있어서, n 은, 1, 3, 5, 또는 7 이고, m 은, 2 또는 3 이고, R 은, 할로젠 원소이다.
- [0031] 상기 식 (1) 이나 식 (2) 로 나타내는 화합물의 구체예로는,  $CF_3(CF_2)_5CH_2CH_2Si(OCH_3)_3$  (예를 들어, 모멘티브·퍼포먼스·머테리얼즈 제조의 TSL8257),  $CF_3(CF_2)_7CH_2CH_2Si(OCH_3)_3$  (예를 들어, 모멘티브·퍼포먼스·머테리얼즈 제조의 TSL8233),  $CF_3(CF_2)_7CH_2CH_2Si(OCH_3)_2$  (예를 들어, 모멘티브·퍼포먼스·머테리얼즈 제조의 TSL8231, 또는 신에즈 화학 공업 제조의 KBM7803),  $CF_3(CF_2)_7CH_2CH_2Si(OC_2H_5)_3$  (예를 들어, 토오레·다우코닝 제조의 AY43-158E) 등을 들 수 있다.
- [0032] 퍼플루오로폴리에테르기 함유 실란 화합물류에는, 퍼플루오로폴리에테르 변성 아미노실란, 퍼플루오로폴리에테르 변성 폴리실라잔 등이 있다. 구체적으로는, 예를 들어, 신에즈 화학 공업 제조의 KY-164, 다이킨 공업 제조의 오프틀 시리즈 등을 들 수 있다.
- [0033] 불화물막 (26) 은, 침지법에 의해 형성되면 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어, 불화탄소계 화합물을 함유하는 불화물 함유 용액에, 압축 성형 금형 (2) 을 침지시키고, 침지 후, 불화물 함유 용액을 건조시킴으로써 형성된다. 본 실시형태에서는, 제 1 펀치 (23), 제 2 펀치 (24) 및 본체 (20) 를 불화물 함유 용액에 침지시킨다. 그 때, 적어도, 제 1 가압면 (231), 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 을 불화물 함유 용액에 침지시키고, 건조시켜, 각 면에 불화물막 (26) 을 형성시킨다.
- [0034] 또한, 본 실시형태에서는, 제 1 가압면 (231), 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 의 중심선 평균 거칠기 Ra 가 0.5  $\mu m$  이하인 것이 바람직하고, 0.1  $\mu m$  이하인 것이 보다 바람직하다. 본 실시형태에서는, 불화물막 (26) 이 각 면의 표층에 존재하기 때문에, 불화물막 (26) 표면의 중심선 평균 거칠기 Ra 가 0.5  $\mu m$  이하이면, 압축 성형 후, 유기 EL 소자용 재료가 이들 면에 잘 부착하지 않게 되어, 압축 성형체로부터의 박리가 억제된다.
- [0035] 압축 성형 장치 (1) 는, 성형실 (22) 내부에서 외부로 기체를 배출하는 탈기 수단을 갖는 것이 바람직하고, 압축 성형 금형 (2) 의 본체 (20), 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 의 적어도 어느 것이, 탈기 수단을 갖는 것이 바람직하다. 본 실시형태에서는, 제 1 펀치 (23) 는, 탈기 수단으로서의 도시하지 않은 진동 장치를 갖는다. 관통공 (21) 의 관통공 입구 (21b) 로부터 제 1 펀치 (23) 가 삽입되고, 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 과 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231) 으로 형성된 오목부에 분말 재료를 충전한다. 충전 후, 제 1 펀치 (23) 를 당해 진동 장치에 의해 진동시킴으로써, 충전 상태의 분말 재료로부터 탈기하여 성형실 (22) 의

외부로 배출한다.

[0036] (2) 압축 성형 금형의 제조 방법

[0037] 다음으로, 압축 성형 금형 (2) 의 제조 방법에 대하여 설명한다.

[0038] 먼저, 가압 및 압축시에 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 압축 성형 금형 (2) 의 금속면에, 질화물을 코팅하여 질화물막 (25) 을 형성하는 공정을 실시한다. 본 실시형태에서는, 적어도, 제 1 가압면 (231), 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 에 질화물막 (25) 을 형성한다. 질화물막 (25) 은, 질화물을 각 면에 코팅함으로써 형성된다. 질화물막 (25) 은, 예를 들어, 물리 기상 증착 (Physical Vapor Deposition, PVD) 법이나 화학 기상 증착 (Chemical Vapor Deposition, CVD) 법 등에 의해 형성할 수 있다. 질화물막 (25) 의 형성 전에는, 제 1 펀치 (23) 의 표면, 제 2 펀치 (24) 의 표면, 그리고 본체 (20) 의 표면 및 내주면 (21c) 을 청정화해 두는 것이 바람직하다. 청정화 처리로는, 예를 들어, 표면 연마 처리, 유기 용매 등에 침지시켜 실시하는 초음파 세정 처리, 아르곤 이온 등에 의한 블러드 처리 등을 들 수 있고, 이들 처리를 조합하여 실시해도 된다.

[0039] 다음으로, 제 1 펀치 (23), 제 2 펀치 (24) 및 본체 (20) 를 불화물 함유 용액에 침지시킨다. 그 때, 적어도, 질화물막 (25) 이 형성되어 있는 제 1 가압면 (231), 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 을 불화물 함유 용액에 침지시킨다. 그 후, 불화물 함유 용액을 건조시켜, 각 면에 불화물막 (26) 을 형성시킨다. 불화물 함유 용액은, 상온에서 건조시켜도 되고, 가열하여 건조시켜도 된다.

[0040] 본 실시형태에서는, 불화물 함유 용액은, 불화물 및 용매를 포함한다. 불화물은, 상기 서술한 불화탄소계 화합물로 구성되는 것이 바람직하다. 용매로는, 불화물을 용해시킬 수 있는 용매이면 특별히 한정되지 않지만, 유기 용매가 바람직하다. 유기 용매로는, 예를 들어, 톨루엔, 자일렌 등의 방향족 탄화수소계 용매, 아세트산에틸, 아세트산부틸 등의 에스테르계 용매, 디옥산, 디에틸에테르 등의 에테르계 용매, 부틸알코올 등의 알코올계 용매, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤 등의 케톤계 용매 등을 들 수 있다. 용매로는, 1 종류로 이루어지는 단독의 용매여도 되고, 복수 종류를 혼합시킨 혼합 용매여도 된다.

[0041] 불화물 함유 용액을 건조시킬 때에, 용매를 제거함과 함께, 불화물을 질화물막 (25) 에 화학 결합시켜 불화물막 (26) 을 형성하는 것이 바람직하다. 질화물막 (25) 에 불화물을 화학 결합시킬 때에는, 미리 질화물막 (25) 에 활성화 처리를 실시해 두는 것이 바람직하다. 활성화 처리에 의해 질화물막 (25) 의 표면에 활성화 처리를 실시하여 활성화층이 형성된다. 이 질화물막 (25) 의 표면에 형성된 활성화층에 대하여, 불화물을 화학 결합시키는 것이 바람직하다. 활성화층을 형성하기 위한 활성화 처리를 실시함으로써, 질화물막 (25) 의 표면에 부착된 오염이 분해되어 청정화되고, 질화물막 표면에는 분자 결합손을 갖는 활성화층이 형성되고, 이 분자 결합손에 수산기가 흡착되어, 불화탄소계 화합물의 반응기와 반응하여 결합하기 쉬워진다.

[0042] 활성화 처리로는, 특별히 한정되지 않지만, 물리적인 방법으로는, 코로나 방전 처리, 플라즈마 처리, 자외선 조사 처리, 프레임 처리 등을 들 수 있다. 화학적인 방법으로는, 산 및 알칼리의 적어도 어느 용액에 침지시키는 처리, 산화제 처리, 오존 처리 등을 들 수 있다. 이들 활성화 처리 중에서도, 코로나 방전 처리, 플라즈마 처리, 자외선 조사 처리, 오존 처리가, 질화물막 (25) 의 표면의 손상을 방지할 수 있기 때문에 바람직하고, 플라즈마 처리 및 자외선 조사 처리가, 질화물막 (25) 의 표면을 활성화하는 효율이 높아 더욱 바람직하다.

[0043] 불화물막 (26) 을 형성한 후, 미반응의 불화물을 제거하는 공정을 실시하는 것이 바람직하다. 미반응 불화물을 제거함으로써 불화물막 (26) 의 표면, 즉 유기 EL 소자용 재료와 접촉하는 면을 청정하게 할 수 있다. 불화물을 제거하는 방법은, 특별히 한정되지 않지만, 용매로 불화물막 (26) 을 세정하는 것이 바람직하고, 불화물 함유 용액에 사용한 용매와 동일한 종류의 용매를 이용하여 세정하는 것이 보다 바람직하다.

[0044] 이상과 같이 하여, 압축 성형 금형 (2) 의 제 1 펀치 (23), 제 2 펀치 (24), 및 본체 (20) 에, 질화물막 (25) 및 불화물막 (26) 을 포함하는 적층막이 형성된다.

[0045] (3) 압축 성형체의 제조 방법

[0046] 다음으로, 압축 성형 장치 (1), 및 압축 성형 금형 (2) 을 이용하여 실시하는 압축 성형체의 제조 방법에 대하여 설명한다.

[0047] 도 3a ~ 도 3e 에는, 압축 성형체의 제조 방법의 각 공정에 있어서의 압축 성형 금형 (2) 의 본체 (20), 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 에 대하여 기재되고, 그 밖의 구성은 생략되어 있다. 압축 성형 금형 (2) 을 이용하여 실시하는 본 실시형태의 압축 성형체의 제조 방법은, 유기 EL 소자용 재료를 충전하고, 단축을 따른

가압력으로 성형하는 방법이다.

- [0048] 먼저, 도 3a 에 나타내는 바와 같이, 제 1 가압면 (231) 을 관통공 (21) 의 내부를 향하여, 제 1 펀치 (23) 를 삽입한다. 이 때, 제 1 가압면 (231) 이 관통공 (21) 내의 소정 깊이 치수의 위치에 도달할 때까지 삽입한다. 이 깊이는, 압축 성형체의 두께 치수 등에 의해 설정된다.
- [0049] 다음으로, 도 3b 에 나타내는 바와 같이, 제 1 가압면 (231) 에 의해 저면이 형성된 관통공 (21) 의 내부에, 분말상의 유기 EL 소자용 재료 (P) 를 충전한다. 유기 EL 소자용 재료 (P) 를 충전 후, 제 1 펀치 (23) 를 전술한 진동 장치에 의해 진동시켜, 탈기 처리를 실시한다.
- [0050] 다음으로, 도 3c 에 나타내는 바와 같이, 제 2 가압면 (241) 을 관통공 (21) 의 내부를 향하여, 제 2 펀치 (24) 를 삽입하고, 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231) 과 대향시킴으로써, 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 과 제 1 가압면 (231) 과 제 2 가압면 (241) 으로, 성형실 (22) 을 형성한다. 그리고, 제 1 가압면 (231) 과 제 2 가압면 (241) 사이에서 유기 EL 소자용 재료 (P) 를 압축함으로써, 압축 성형체 (Q) 가 성형된다. 본 실시형태에서는, 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 가 이동하여, 유기 EL 소자용 재료 (P) 를 양측으로부터 가압하는 양압 방식으로 실시하는 예를 들어 설명하지만, 이 방식에 한정되지 않는다.
- [0051] 압축 압력은, 11 MPa 이상인 것이 바람직하다. 또한, 본체 (20) 의 내주면 (21c), 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231), 및 제 2 펀치 (24) 의 제 2 가압면 (241) 의 표면 온도가, 10 °C 이상인 것이 바람직하다.
- [0052] 다음으로, 도 3d 에 나타내는 바와 같이, 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231) 과 제 2 펀치 (24) 의 제 2 가압면 (241) 사이에서 압축 성형체 (Q) 를 사이에 둔 채로, 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 를 상승 이동시켜, 압축 성형체 (Q) 를 관통공 (21) 으로부터 빼낸다. 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 의 상승 이동은, 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231) 이, 본체 (20) 의 상면과 일치한 시점에서 정지하는 것이 바람직하다. 제 1 펀치 (23) 및 제 2 펀치 (24) 는, 압축 성형체 (Q) 에 작용하고 있는 응력이 단번에 해방되지 않도록, 저속도로 상승 이동시키는 것이 바람직하다.
- [0053] 다음으로, 도 3e 에 나타내는 바와 같이, 제 2 펀치 (24) 를 상승 이동시켜, 압축 성형체 (Q) 의 상면을 개방한다. 그 후, 제 1 가압면 (231) 상에 채지되어 있는 압축 성형체 (Q) 를 취출한다. 이와 같이 하여 유기 EL 소자용 재료를 압축하여 얻은 압축 성형체 (Q) 를 이용하여, 유기 EL 소자의 제조 방법을 실시하는 것이 바람직하다.
- [0054] 본 실시형태의 유기 EL 소자용 재료는, 결합제나 활택제 등의 성형 보조제가 혼합되어 있지 않다. 유기 EL 소자용 재료는, 유기 EL 소자에 사용되는 재료로서 특별히 한정되지 않고, 예를 들어, 정공 수송층에 사용되는 정공 수송성 재료, 발광층에 사용되는 호스트 재료, 도펀트 재료, 전자 수송층에 사용되는 전자 수송성 재료 등을 들 수 있다. 또한, 유기 EL 소자용 재료는, 복수 종류의 유기 EL 소자용 재료가 혼합되어 구성되어 있어도 된다.
- [0055] 본 실시형태에 있어서, 성형 전의 유기 EL 소자용 재료 (P) 의 평균 입경 D50 (메디안 직경) 은, 작은 것이 바람직하다. 유기 EL 소자용 재료 (P) 의 평균 입경 D50 이 작아질수록, 압축 성형체의 경도를 향상시킬 수 있다. 유기 EL 소자용 재료 (P) 의 평균 입경 D50 은, 70 μm 이하인 것이 바람직하고, 45 μm 이하인 것이 보다 바람직하고, 30 μm 이하인 것이 더욱 바람직하다. 유기 EL 소자용 재료 (P) 의 입경 분포에 있어서, 최대 입경과 최소 입경의 차가 작은 것이 바람직하다.
- [0056] 또한, 유기 EL 소자용 재료 (P) 의 평균 입경 D50 이, 상기 서술한 바람직한 범위를 만족하고 있는 것이 본 실시형태에 있어서 바람직하다.
- [0057] (3) 본 실시형태의 효과
- [0058] 본 실시형태에 관련된 압축 성형 금형 (2) 에서는, 유기 EL 소자용 재료 (P) 가 충전되는 성형실 (22) 은, 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231), 제 2 펀치 (24) 의 제 2 가압면 (241), 및 본체 (20) 의 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 으로 형성된다. 제 1 가압면 (231), 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 에는, 질화물막 (25) 및 불화물막 (26) 이 적층되어 있다. 불화물막 (26) 은, 침지법에 의해 형성되어 있다. 그 결과, 압축 성형 후에 압축 성형체 (Q) 로부터 재료가 부분적으로 박리되거나, 성형체 표면으로부터 분말이 비산하는 것을 억제할 수 있다. 또한, 압축 성형체 (Q) 의 표면을 매끄럽게 성형할 수 있다. 침지법에 의해 불화물막 (26) 이 제 1 가압면 (231), 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 에 균일 형성되어 있기 때문인 것으로 생각된다.

- [0059] 또한, 종래, 솔질 등의 도포법으로 불화물 함유 용액을 도포하고, 가열 건조로 불화물막을 형성하고 있지만, 이와 같은 방법으로는, 불화물막이 균일하게 형성되기 어렵고, 유기 EL 소자용 재료가 금형 표면에 부착되기 쉬워, 압축 성형체의 표면은, 거칠어지게 된다. 그 결과, 압축 성형체로부터 재료가 부분적으로 박리되거나, 성형체 표면으로부터 분말이 비산하는 양이 증가하게 되어, 성형 후의 압축 성형체의 중량이 10 % 이상 감소하여, 중량 감소가 현저하다.
- [0060] 본 실시형태에서는, 유기 EL 소자용 재료 (P) 를 충전 후, 제 1 펀치 (23) 를 전술한 진동 장치에 의해 진동시켜, 탈기 처리를 실시함으로써, 충전된 유기 EL 소자용 재료 (P) 중에 포함되어 있던 기체를 제거할 수 있다. 또한, 본 실시형태에서는, 제 1 가압면 (231) 과 제 2 가압면 (241) 사이에서 유기 EL 소자용 재료 (P) 를 압축할 때의 압축 압력은, 11 MPa 이상이다. 그 결과, 유기 EL 소자용 재료 (P) 의 입자끼리가 보다 밀하게 충전되고, 압축 성형 후에 압축 성형체 (Q) 로부터 재료가 부분적으로 박리되거나, 성형체 표면으로부터 분말이 비산하는 것을 억제할 수 있다.
- [0061] 본 실시형태에서는, 성형 보조제가 함유되어 있지 않은 유기 EL 소자용 재료를 예로 들어 설명하였다. 성형 후의 박리 등이 발생한 압축 성형체는, 그 정도가 충분하지 않다. 그 결과, 압축 성형체의 균열 등이 발생함으로써, 압축 성형체의 중량을 정확하게 파악하는 것이 곤란해져, 유기 EL 소자의 생산성의 향상을 도모할 수 없다. 한편으로, 본 실시형태에 관련된 압축 성형 금형 (2), 및 압축 성형 금형 (2) 을 사용한 압축 성형체의 제조 방법에 의하면, 압축 성형체 (Q) 로부터 재료가 부분적으로 박리되거나, 성형체 표면으로부터 분말이 비산하는 것을 억제할 수 있다. 그 때문에, 증착원에 대한 압축 성형체의 공급 횟수를 줄일 수 있어, 유기 EL 소자의 생산성의 향상을 도모할 수 있다.
- [0062] 또한, 제 1 가압면 (231), 제 2 가압면 (241), 및 내주면 (21c) 에 있어서는, 불화물막 (26) 의 내층측에 질화물막 (25) 이 형성되어 있기 때문에, 불화물막 (26) 의 내마모성을 향상시킬 수 있다.
- [0063] < 변형예 >
- [0064] 또한, 본 발명은, 상기 서술한 실시형태에 한정되는 것이 아니고, 본 발명의 목적을 달성할 수 있는 범위에서, 이하에 나타내는 변형 등도 포함한다.
- [0065] 압축 성형 금형 (2) 의 금속면에 적층시키는 적층막은, 상기 실시형태의 구성에 한정되지 않는다. 예를 들어, 질화물막 (25) 과 불화물막 (26) 사이에, 전술한 활성화층과는 상이한 층을 개재시켜도 되고, 활성화층의 형성을 생략하고 직접, 질화물막 (25) 과 불화물막 (26) 을 적층시킨 2 층 구성의 적층막으로 해도 된다.
- [0066] 압축 성형 장치 (1) 에 형성되는 탈기 수단은, 진동 장치에 한정되지 않고, 예를 들어, 초음파 발생 장치, 태핑 장치, 진공 탈기 장치여도 된다. 탈기 수단으로는, 성형실 (22) 에 충전된 분말 재료로부터 탈기할 수 있으면 된다. 또한, 탈기 수단은, 제 1 펀치 (23) 에 형성되는 경우에 한정되지 않고, 제 2 펀치 (24) 나 본체 (20) 에 형성되어 있어도 된다.
- [0067] 압축 성형 금형 (2) 의 관통공 (21) 의 관통공 입구 (21a) 에는 테이퍼 가공이 실시되어 있어도 된다. 이 테이퍼 가공은, 관통공 (21) 의 내부로부터 관통공 입구 (21a) 를 향하여 구멍 지름이 확대되도록 실시되어 있다. 이 테이퍼 가공 부분에 있어서도, 질화물막 (25) 및 불화물막 (26) 의 적층막이 형성되어 있는 것이 바람직하다. 또한, 관통공 입구 (21b) 에도 테이퍼 가공이 실시되어 있어도 된다.
- [0068] 또한, 압축 성형체 (Q) 를 압축 성형 금형 (2) 으로부터 빼내는 방법은, 상기 실시형태에서 설명한 방법에 한정되지 않는다.
- [0069] 예를 들어, 도 4a 에 나타내는 바와 같이, 본체 (20) 를 하강 이동시킨다. 도 4b 에 나타내는 바와 같이, 본체 (20) 의 하강 이동은, 본체 (20) 의 상면이, 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231) 과 일치한 시점에서 정지하는 것이 바람직하다. 본체 (20) 는, 압축 성형체 (Q) 에 작용하고 있는 응력이 단번에 해방되지 않도록, 저속도로 하강 이동시키는 것이 바람직하다. 다음으로, 도 4c 에 나타내는 바와 같이, 제 2 펀치 (24) 를 상승 이동시켜, 압축 성형체 (Q) 의 상면을 개방한다. 그 후, 제 1 가압면 (231) 상에 재치되어 있는 압축 성형체 (Q) 를 취출한다.
- [0070] 압축 성형 방법은, 상기 실시형태에서 설명한 방법에 한정되지 않는다. 예를 들어, 플로팅 다이 방식에 의해 압축 성형을 실시해도 된다. 플로팅 다이 방식으로는, 제 2 펀치 (24) 로 가압하고, 본체 (20) 의 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 과, 유기 EL 소자용 재료 사이에서 마찰력이 점차 증대하여, 본체 (20) 의 지지력보다 커지면, 본체 (20) 는 중부 가동판 (14) 과 함께 하강한다. 이 때, 제 1 펀치 (23) 는, 상대적으로 상승한

것이 된다. 그 후, 제 2 펀치 (24) 를 상승시켜, 압축 성형체를 취출한다. 이와 같은 플로팅 다이 방식에 의하면, 압축 성형체의 두께 방향에서의 밀도 조절이 가능해진다. 그 외에, 워드드로얼 방식이나, 제 2 펀치 (24) 만이 하강하는 편압 방식 등을 채용할 수 있다. 이들 방식을 채용하는 경우에 있어서도, 제 1 펀치 (23) 의 제 1 가압면 (231), 제 2 펀치 (24) 의 제 2 가압면 (241), 및 본체 (20) 의 관통공 (21) 의 내주면 (21c) 에, 질화물막 (25) 및 불화물막 (26) 의 적층막을 형성함으로써, 압축 성형 후에 압축 성형체 (Q) 로부터 재료가 부분적으로 박리되거나, 성형체 표면으로부터 분말이 비산하는 것을 억제할 수 있다.

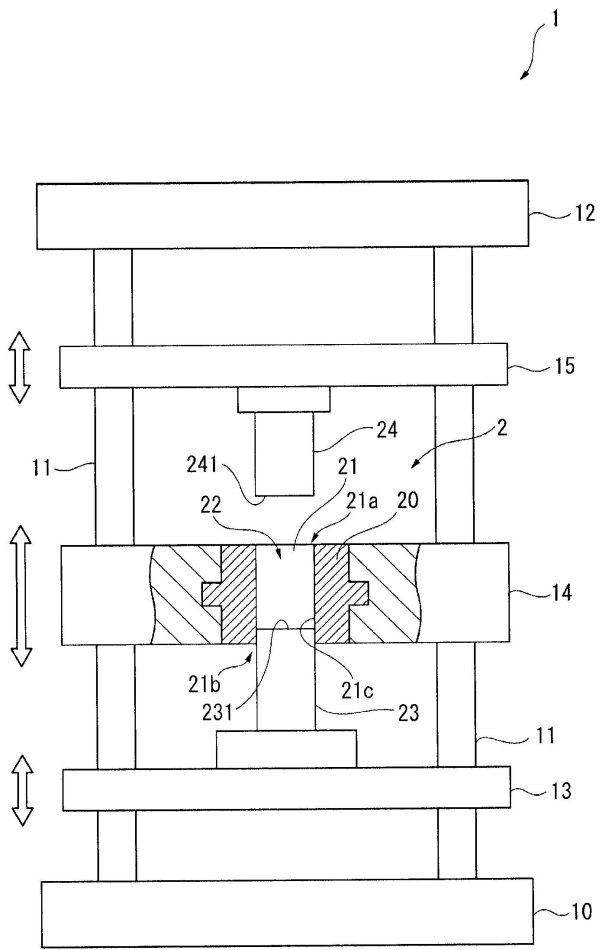
[0071] 또한, 압축 성형 금형에 관해서도, 상기 실시형태에서 설명한 기구나 형상 등에 한정되지 않고, 분말상의 재료를 가압 및 압축하여, 압축 성형체를 형성할 수 있는 기구 및 형상의 금형이면 된다.

### 부호의 설명

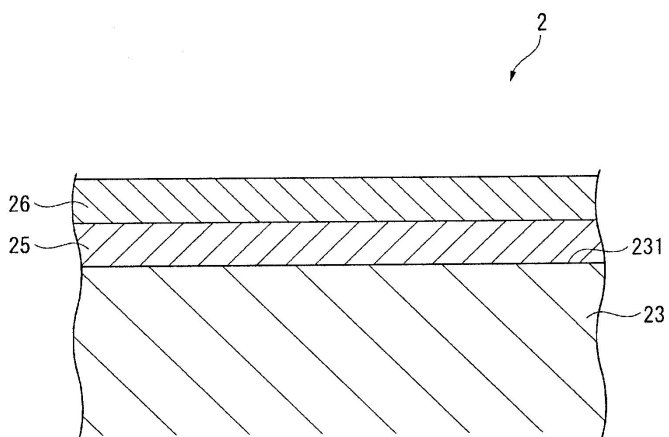
- [0072]
- 1 ; 압축 성형 장치
  - 2 ; 압축 성형 금형
  - 21 ; 관통공
  - 21a, 21b ; 관통공 입구
  - 21c ; 내주면
  - 22 ; 성형실
  - 23 ; 제 1 펀치
  - 231 ; 제 1 가압면
  - 24 ; 제 2 펀치
  - 241 ; 제 2 가압면
  - P ; 분말 재료
  - Q ; 압축 성형체

도면

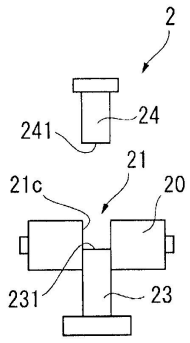
도면1



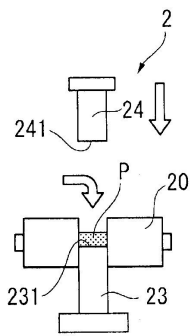
도면2



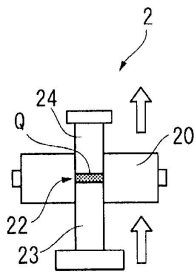
도면3a



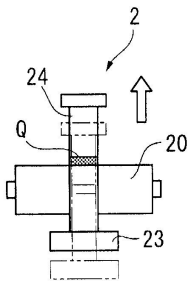
도면3b



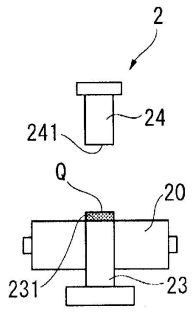
도면3c



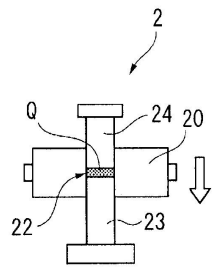
도면3d



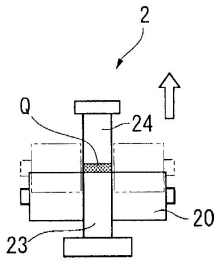
도면3e



도면4a



도면4b



도면4c

