

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4275962号
(P4275962)

(45) 発行日 平成21年6月10日(2009.6.10)

(24) 登録日 平成21年3月13日(2009.3.13)

(51) Int.Cl.

F 1

H05B	33/10	(2006.01)	H05B	33/10
C23C	14/12	(2006.01)	C23C	14/12
H01L	51/50	(2006.01)	H05B	33/14

A

請求項の数 10 (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2003-32322 (P2003-32322)
(22) 出願日	平成15年2月10日 (2003.2.10)
(65) 公開番号	特開2003-249359 (P2003-249359A)
(43) 公開日	平成15年9月5日 (2003.9.5)
審査請求日	平成18年2月3日 (2006.2.3)
(31) 優先権主張番号	10/073690
(32) 優先日	平成14年2月11日 (2002.2.11)
(33) 優先権主張国	米国 (US)

(73) 特許権者	590000846 イーストマン コダック カンパニー アメリカ合衆国 ニューヨーク州 ロ彻エ スター ステート ストリート 343
(74) 代理人	100077517 弁理士 石田 敬
(74) 代理人	100092624 弁理士 鶴田 準一
(74) 代理人	100105706 弁理士 竹内 浩二
(74) 代理人	100082898 弁理士 西山 雅也
(74) 代理人	100081330 弁理士 樋口 外治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】有機層の製造方法

(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基板の上に有機材料から有機層を製造する方法であって、

- (a) 昇華性有機材料粉末を用意し、
- (b) 伝熱性の非昇華性セラミック材料粉末を用意し、
- (c) 該昇華性有機材料粉末と該伝熱性の非昇華性セラミック材料粉末との混合物を形成し、
- (d) 該混合物をダイに入れ、その混合物に、対向する2つのパンチを用いて十分な圧力を加え、
- (e) 該対向するパンチにより圧力を加えている間、又は該圧力を加える前に、該粉末混合物を団結させて固形ペレットにすることを促進するように、該ダイに熱を加え、そして
- (f) 該ペレットを該ダイから取り出すことを特徴とする方法。

【請求項 2】

請求項1に記載の方法において形成されたペレットを使用して有機発光デバイスの有機材料層を製造する方法であって、

- (a) 該ペレットを、チャンバ内に配置された物理蒸着源に入れ、
- (b) 該基板を、該チャンバ内に、該蒸着源から一定の間隔を置いて配置し、
- (c) 該チャンバを排気して減圧にし、そして

(d) 該ペレット中の該有機材料の少なくとも一部を昇華させる一方で該伝熱性セラミック材料は昇華されないままでいるように該蒸着源に熱を加えることにより該有機材料の蒸気を提供し、よって該蒸気が該基板上の該有機層になることを特徴とする方法。

【請求項3】

工程(a)が、有機正孔輸送材料、有機発光材料又は有機電子輸送材料を用意することを含む、請求項1に記載の方法。

【請求項4】

工程(a)が、少なくとも1種の有機正孔輸送ホスト材料とそのための少なくとも1種の有機ドーパント材料、少なくとも1種の有機発光ホスト材料とそのための少なくとも1種の有機ドーパント材料、又は少なくとも1種の有機電子輸送ホスト材料とそのための少なくとも1種の有機ドーパント材料を用意することを含む、請求項3に記載の方法。

10

【請求項5】

該伝熱性セラミック材料が、窒化アルミニウム、炭化タンゲステン及び炭化チタン並びにこれらの混合物からなる群より選ばれる、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

工程(c)が、該昇華性有機材料粉末の部分として50～99質量%の範囲内を選定し、かつ、該伝熱性の非昇華性セラミック材料粉末の部分として1～50質量%の範囲内を選定することを含む、請求項5に記載の方法。

20

【請求項7】

工程(a)が、該物理蒸着源に2個以上のペレットを入れることを含む、請求項2に記載の方法。

【請求項8】

有機発光デバイスの一部となる基板の上有機層を製造するための気化法に用いられるペレットであって、少なくとも(1)伝熱性の非昇華性セラミック材料と(2)昇華性有機材料との2成分を有する団結された固体混合物を含むことを特徴とするペレット。

【請求項9】

該伝熱性セラミック材料が、窒化アルミニウム、炭化タンゲステン及び炭化チタン並びにこれらの混合物からなる群より選ばれる、請求項8に記載のペレット。

【請求項10】

30

該有機材料が、少なくとも一種の有機ホスト材料と少なくとも一種の有機ドーパント材料とを含む、請求項8に記載のペレット。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、一般に有機発光デバイス(OLED)の製造方法に関し、より詳細には、有機材料粉末から固形ペレットを形成する方法、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の一部となる基板の上有機層を形成する方法の改良に関する。

【0002】

【従来の技術】

40

有機発光デバイスは、有機エレクトロルミネセント(EL)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有機発光デバイス(OLED)では、ガラス基板のような透光性基板の上有第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10⁻³Torr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。

【0003】

50

このような従来のパッシブ型有機発光デバイスは、特定のカラム（アノード）と、順次方式で各口ウ（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って観察者に到達する。

【 0 0 0 4 】

アクティブ型有機発光デバイス(OLED)では、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

【 0 0 0 5 】

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。

【 0 0 0 6 】

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ピングした有機発光材料、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

【 0 0 0 7 】

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ュ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、その蒸気を基板上に凝縮させてその上に有機層を設けていた。

【 0 0 0 8 】

物理蒸着法において有機粉末、フレーク又はグラニュ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ュールは、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ュ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ュ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ュールは、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ュールは、粒子間の接触面積が比較的小いため、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ュールは、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／又は水分を運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ュールは、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、基板上有機層を物理蒸着する際に蒸着源から蒸気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。

【 0 0 0 9 】

50

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、基板上に形成される蒸着有機層が不均一となるおそれがある。

【0010】

【特許文献1】

米国特許第5294870号明細書

【特許文献2】

米国特許第4769292号明細書

【特許文献3】

米国特許第4720432号明細書

【特許文献4】

米国特許第4539507号明細書

【特許文献5】

米国特許第4356429号明細書

【特許文献6】

米国特許第5550066号明細書

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、有機発光デバイス(OLED)の一部となる基板の上に有機層を形成させるのに適した有機材料の取扱い方法を提供することにある。

本発明の別の目的は、有機粉末を団結させ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の一部となる基板の上に有機材料の固形ペレットから有機層を形成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、昇華性有機材料粉末と伝熱性非昇華性セラミック粉末との混合物を団結させて固形ペレットに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基板の上に有機材料から有機層を製造する方法であって、

(a) 昇華性有機材料粉末を用意し、

(b) 伝熱性の非昇華性セラミック材料粉末を用意し、

(c) 該昇華性有機材料粉末と該伝熱性の非昇華性セラミック材料粉末との混合物を形成し、

(d) 該混合物をダイに入れ、その混合物に、上方パンチ及び下方パンチの2つのパンチを用いて、該粉末混合物を団結させて固形ペレットにするのに十分な圧力を加え、

(e) 該対向するパンチにより圧力を加えている間、又は該圧力を加える前に、該粉末混合物を団結させて固形ペレットにすることを促進するように、該ダイに熱を加え、そして

(f) 該ペレットを該ダイから取り出す

ことを特徴とする方法を提供するものである。

【0013】

本発明は、別の側面として、形成されたペレットを使用して有機発光デバイスの有機材料層を製造する方法であって、

(a) 該ペレットを、チャンバ内に配置された物理蒸着源に入れ、

(b) 該基板を、該チャンバ内に、該蒸着源から一定の間隔を置いて配置し、

(c) 該チャンバを排気して減圧にし、そして

(d) 該ペレット中の該有機材料の少なくとも一部を昇華させる一方で該伝熱性セラミック材料は昇華されないままでいるように該蒸着源に熱を加えることにより該有機材料の蒸気を提供し、よって該蒸気が該基板上の該有機層になる

10

20

30

40

50

ことを特徴とする方法を提供するものである。

【0014】

【発明の実施の形態】

本明細書中の用語「粉末」及び「粉末形態」は、フレーク形、グラニュール形又は粒子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。

【0015】

OLEDの発光層(EML)は、該層内で電子-正孔再結合が起こる結果、電場発光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。最も簡素な従来技術の構造を図1に示す。アノード12とカソード15の間に発光層14が挟みこまれている。発光層14は、発光効率の高い単一の純粋材料であることができる。この目的に対して周知の材料は、トリス(8-キノリノラト-N1,08)アルミニウム(Alq)であり、優れた緑色の電場発光が得られる。発光層14には、電場発光(EL)効率や発光色を変更する機能を有する他の材料(通称、ドーパント)を少量含めることもできる。基板11は、OLED10の機械的支持体であると共に、OLEDを電源につなぐ導線の支持体にもなる。層12～15及び基板11の全体でOLED10を構成する。電場発光に対してカソード15、又はアノード12と基板11の両方、が透明であることにより、当該光の観察が可能となる。用語「透明」とは、電場発光の80%以上を透過させ得ることを意味する。この基板の変形として、基板上に、アノードではなく、カソードを搭載したものがある。その変形の場合には、電場発光に対してアノード、又はカソードと基板の両方、が透明である。カソードとアノードを電源(図示なし)につなぐと、アノードから正孔が注入され、またカソードからは電子が注入され、そして両者が発光層内で再結合することにより電場発光が得られる。

【0016】

より精巧なOLED20では、図2に示したように、正孔輸送層24と電子輸送層26の間に発光層(EML)25が配置されている。これらの層はそれぞれ有機材料を主成分とする。これら二つの輸送層は、それぞれアノード22からの正孔及びカソード27からの電子を発光層25へ送り込む。任意の正孔注入層23により、アノード22から正孔輸送層24への正孔注入が促進される。発光層25は、電子-正孔再結合及び得られる電場発光のための主要部位として機能する。この点で、個別の有機層の機能は区別されており、したがつて別個独立に最適化することができる。このため、発光層25は、所望のEL色及び高輝度効率について最適化することができる。発光層25は、EL効率や発光色を変更する機能を有する発光性ドーパントを少量含有することもできる。同様に、正孔輸送層24及び電子輸送層26を、それぞれの電荷輸送特性について最適化することもできる。基板21はOLED20の機械的支持体であると共に、OLED20を電源につなぐ導線の支持体にもなる。層22～27及び基板21の全体でOLED20を構成する。電場発光に対してカソード、又はアノードと基板の両方、のいずれかが透明である。この基板の変形として、基板上に、アノードではなく、カソードを搭載したものがある。その変形の場合には、電場発光に対してアノード、又はカソードと基板の両方、のいずれかが透明である。この基板の別の変形として、発光層と電子輸送層を合体させて両機能を発揮する単一層を形成したものがある。この基板のさらに別の変形として、正孔輸送層を組成の異なる2以上の二次層を含むものとし、それらの組成を、アノードとの電荷注入界面と、当該正孔輸送層の残部の電流伝送特性とを、別個独立に最適化するように選定することも可能である。

【0017】

アノード22とカソード27の間に電位差(図示なし)を印加すると、カソード27から電子が電子輸送層26に注入され、その層内を移動して発光層25に達する。同時に、アノード22から正孔が正孔輸送層24に注入され、その層内を移動して発光層25に達する。正孔と電子は、発光層25において、多くの場合正孔輸送層24と発光層25の間の接合部付近で、再結合する。再結合過程で放出されたエネルギーの一部が電場発光として放出され、これが透明アノード又はカソード及び/又は基板を通って出てくる。

【0018】

10

20

30

40

50

図3に、各種層を示すため要素の一部を剥ぎ取ったパッシブ型有機発光デバイス(OLED)30の略透視図を示す。透光性基板31の表面に、横方向に間隔を置いて並べられた複数の第1アノード32が形成されている。詳しく後述するように、有機正孔輸送層(HTL)33と、有機発光層(LEL)34と、有機電子輸送層(ETL)35とが物理蒸着法により逐次形成されている。横方向に間隔を置いて並べられたカソードは、有機電子輸送層35の上に、該第1アノード32と実質的に直交する方向において形成されている。当該基板の環境的影響を受ける部分を封入体又はカバー38でシールすることにより、OLED完成品30が提供される。

【0019】

図4に、比較的多数の有機発光デバイスを製造するのに適した装置であって、緩衝ハブ102及び移送ハブ104から延在する複数のステーション間で基板を輸送又は移送するための自動化手段又はロボット手段(図示なし)を使用する装置100の略透視図を示す。ハブ102、104の内部及びこれらのハブから延在する各ステーションの内部の減圧は、ポンプ口107を介して真空ポンプ106が提供する。装置100の内部の減圧は、圧力ゲージ108が指示する。当該圧力は約 $10^{-3} \sim 10^{-6}$ Torrの範囲内とすることができる。

【0020】

該ステーションには、基板を装填するための装填ステーション110、有機正孔輸送層(HTL)を形成するための蒸着ステーション130、有機発光層(LEL)を形成するための蒸着ステーション140、有機電子輸送層(ETL)を形成するための蒸着ステーション150、複数の第2電極(カソード)を形成するための蒸着ステーション160、基板を緩衝ハブ102から移送ハブ104(これ自体が保存ステーション170を提供する)へ移送するための取出ステーション103及び該ハブ104に接合口105を介して連結されている封入ステーション180が含まれる。これらステーションの各々は、それぞれハブ102及び104の中に延在する開放口を有し、そして各ステーションは、洗浄用、材料補充用、及び部品交換・修理用のステーションへのアクセスを提供するための真空シールされたポート(図示なし)を有する。各ステーションは、チャンバを画定するハウジングを含む。

【0021】

図5は、図4の分断線5-5に沿って切断された装填ステーション110の略断面図である。装填ステーション110は、チャンバ110Cを画定するハウジング110Hを有する。該チャンバの内部には、予め第1電極32を形成しておいた複数の基板31(図3参照)を担持するように設計されたキャリヤ111が配置されている。複数のアクティブ型基板を支持するための別のキャリヤ111を提供することもできる。キャリヤ111は、取出ステーション103及び保存ステーション170においても提供されることがある。

【0022】

図6(A)~(F)に、一軸プレス500の中に配置されたダイキャビティ526において有機正孔輸送材料又は発光材料13aの粉末を団結させることにより有機正孔輸送材料(NPB)及び発光材料用有機ホスト(Alq)の固形ペレット13pを形成するための一連の処理工程を略示する。一軸プレス500は、ポスト516に取り付けられた可動プラットフォーム514と固定プラットフォーム512を含む。可動プラットフォーム514は液圧手段又は液圧手段と空気もしくは機械手段との組合せ(図示なし)によって駆動されることができ、そしてダイ520及び下方パンチ522を支持する。

【0023】

図6(A)において、粉末状、フレーク状、粒状又はグラニュール状の有機正孔輸送材料又は有機発光材料13aをダイキャビティ526の中に下方パンチ522の上のレベル13bまで充填する。加熱コイル530はダイ520を約20℃の周囲温度から約300℃の温度にまで加熱することができ、また少なくとも1つの冷却コイル540は、加熱されたダイを相対的に迅速に、例えば300℃の温度から50℃の温度又は周囲温度にまで、冷却することができる。ダイ520はまた、誘導加熱されることもできる。

10

20

30

40

50

【0024】

図6(B)において、上方パンチ524をダイキャビティ526内に配置して、有機粉末13aの上面(充填レベル13b)と接触させる。

ダイ520の内面521は磨き面であり、そして少なくとも下方パンチ522の表面523及び上方パンチ524の表面525は磨き面である。本明細書では、ダイと下方パンチと上方パンチをまとめてダイと称する場合もある。

【0025】

図6(C)に、可動プラットフォーム514を固定プラットフォーム512に向けて上方に駆動させ、上方パンチ524及び下方パンチ522により圧力を加えた状態を示す。一方でのみ圧力を加える一軸プレス500は、上方パンチ524及び下方パンチ522が協同して圧力をかけることにより、ダイ526内部の有機粉末材料13aを団結させて固形ペレット13pにするように、上方パンチ524及び下方パンチ522に作用する。一軸プレス500により加えられる圧縮圧は、高密度固形ペレットを得るため、2000~15000psi、より好ましくは4000~10000psiの範囲内とする。ダイ内部のキャビティを形成するためのパンチの予備位置は、団結後の所要固形寸法を達成するためのOLED粉末の正確な容量を含有するように予め決められる。

10

【0026】

図6(D)に、可動プラットフォーム514を下降させ、そして上方パンチ524をダイ520から取り外した状態を示す。ダイ520は、対向するパンチ524及び522による加圧中又は加圧前に、加熱されることができる。このことは、加熱された粒子混合物が、粉末混合物を団結させて固形ペレットにすることを促進する限りにおいて、当てはまる。固形ペレット13pの形成前又は形成中にダイ520を加熱した場合には、少なくとも1つの冷却コイル540により温度を20~80の範囲内に冷却した上でダイから上方パンチ524を取り外す。

20

【0027】

図6(E)に、一軸プレス500からダイ520を取り外し、そしてダイ520から下方パンチ522を取り外した状態を示す。例示目的にすぎないが、有機固形ペレット13pがダイ520の内面521に付着した状態で示されている。

図6(F)に、ダイ520から固形ペレット13pを取り外すためにペレットプランジャー550を使用している状態を示す。固形ペレット13pは、固形ペレット13pへのダメージを極力抑えるため、コンプライアントな容器560に捕捉される。

30

【0028】

一軸プレス500において加圧前又は加圧中にダイ520を加熱すると、短期の加圧インターバル中に、又はその代わりに一層低い圧力で、固形ペレット13pの密度を高めることができる。ダイ温度の好適な範囲は50~300に及ぶ。このダイ温度は、一般に、固形ペレット13pを形成する有機材料のガラス転移温度Tgよりも低く維持される。固形ペレット13pをダイ520から取り出す前に、好ましくは上方パンチ524をダイ520から取り外す前に、ダイ520を80~20の好適な温度範囲に冷却する。

【0029】

用語「粉末」には、有機正孔輸送材料13aの微粒子、フレーク、粒体又はグラニュールが含まれ、これは、1種以上の正孔輸送ホスト材料と1種以上の有機ドーパント材料との混合物を含むことができる。このような混合物を団結させた固形ペレット13pを物理蒸着源の中に配置することにより、ドープされた有機正孔輸送層13を基板の上に形成することができる。このようなドープされた層又は二次層は、譲受人共通の米国特許出願第09/875,646号(出願日:2001年6月6日、発明の名称「Organic Light-Emitting Device Having a Color-Neutral Dopant in a Hole-Transport Layer and/or in an Electron-Transport Layer」)に開示されているように、OLEDの発光動作安定性を高めることができており、この開示事項を本明細書の一部とする。

40

【0030】

ドープされた有機発光層を基板上に蒸着するのに有効なドーパントは、譲受人共通の米国

50

特許第4,769,292号及び同第5,294,870号に記載されている。

予備ドープされた有機発光材料、及びそれから蒸着法により形成されたドープ型発光層は、譲受人共通の米国特許出願第09/574,949号（出願日：2000年5月19日、発明の名称「*Pre-doped Materials for Making an Organic Light-Emitting Device*」）に記載されており、この開示事項を本明細書の一部とする。

【0031】

下方パンチ522と、ダイ520と、上方パンチ524の少なくとも一部とを取り囲むために着脱可能なシュラウド（図示なし）を使用してもよい。シュラウド及びこれに囲まれた要素は、排気されて減圧にことができる。別法として、シュラウド内に不活性ガスを導入してシュラウド内部の雰囲気を不活性に、すなわち化学的に非反応性により、ダイ520を300まで加熱する場合に有機粉末（例、13a）及びそれから形成される固体ペレット（例、13p）を分解から保護することもできる。これは、湿分の影響を非常に受けやすい有機粉末にとって役立つことにもなる。なぜなら、湿分が団結過程の際にペレット13pの内部にトラップされる可能性があるからである。

10

【0032】

パンチ表面523及び525は平面とすることができます。別法として、下方パンチ522の表面523もしくは上方パンチ524の表面525を凸形面とすること、又は表面523及び525の両方を凸形とすることにより、固体ペレットが、それぞれ、主要共平面、1つの主要平面と1つの主要凸形面、又は2つの主要凸形面を有することもできる。

20

【0033】

図7(A)～(E)に、図6(A)～(D)の一軸プレス500において、ダイ520並びに対応する上方パンチ524及び下方パンチ522を選定することにより容易に形成することができる有機材料の固体ペレットの形状を例示する。

図7(A)は、2つの主要共平面13pA-1及び13pA-2を有する有機正孔輸送材料の円形ペレット13pAを示す。

図7(B)は、1つの主要平面13pB-1と1つの対向する主要凸形面13pB-2とを有する円形ペレット13pBを示す。

図7(C)は、2つの主要凸形面13pC-1及び13pC-2を有する円形ペレット13pCを示す。

図7(D)は、2つの主要共平面13pD-1及び13pD-2を有する細長いペレット13pDを示す。

30

図7(E)は、1つの主要平面13pE-1と1つの対向する主要凸形面13pE-2とを有する細長いペレット13pEを示す。

【0034】

ペレットを配置すべき個別具体的な蒸着源に適合するようにペレットの具体的形状を選定する。例えば、底面が平らなシリンダ形蒸着源においては、ペレット13pA（図7(A)参照）を利用することができます。細長いシリンダ形管状蒸着源においては、ペレット13pE（図7(E)参照）を、その主要凸形面13pE-2の曲率を当該シリンダ形管状蒸着源のキャビティの半径にほぼ適合させて利用することができます。

40

【0035】

図8に、図4の分断線8-8で切断したときの有機HTL、ETL又はEML物理蒸着ステーション130の略横断面図を示す。ハウジング130Hがチャンバ130Cを画定する。基板31（図1参照）は、マスクフレームとして構成することができるホルダ131に保持される。蒸着源134は断熱性支持体132の上に配置される。蒸着源134は、有機正孔輸送材料のペレット13p、例えば図7(A)のペレット13pAで、充填されている。蒸着源134は、リード線245及び247を介して蒸着源電源240の対応する出力端子244及び246に接続されている加熱要素135により加熱される。

【0036】

蒸着源温度が十分に高くなると、ペレットの一部が昇華又は気化して、破線及び矢印で略示したように、有機正孔輸送材料の蒸気による蒸着ゾーン13vが提供される。同様に、

50

ETLやEMLのような他の有機層を順次物理蒸着することにより形成することで、OLED 3 0 を形成することができる。

【 0 0 3 7 】

基板 3 1 及び従来のクリスタル質量センサ 2 0 0 が蒸着ゾーン内に配置され、それら各要素の上に、破線で示した記号 1 3 f が示すように、有機正孔輸送層 (HTL) が形成される。

【 0 0 3 8 】

当該技術分野で周知であるように、クリスタル質量センサ 2 0 0 は、リード線 2 1 0 を介して蒸着速度モニタ 2 2 0 の入力端子 2 1 6 に接続される。該センサ 2 0 0 は、該モニタ 2 2 0 に配備される発振器回路の一部である。該回路は、層 1 3 f の形成による荷重のよう 10 な当該クリスタルの積載質量にほぼ反比例する周波数において発振する。モニタ 2 2 0 は、積載質量速度に比例する、すなわち層 1 3 f の蒸着速度に比例する信号を発生する示差回路を含む。この信号は、蒸着速度モニタ 2 2 0 によって指示され、そしてその出力端子 2 2 2 において提供される。リード線 2 2 4 がこの信号をコントローラ又は增幅器 2 3 0 の入力端子 2 2 6 に接続する。コントローラ又は增幅器は、出力端子 2 3 2 において出力信号を提供する。後者の出力信号は、リード線 2 3 4 及び入力端子 2 3 6 を介して蒸着源電源 2 4 0 への入力信号となる。

【 0 0 3 9 】

このように、蒸着ゾーン 1 3 v の内部の蒸気流が一時的に安定な場合には、層 1 3 f の質量蓄積、すなわち成長は、一定速度で進行する。速度モニタ 2 2 0 は出力端子 2 2 2 に一定信号を提供し、そして蒸着源電源 2 4 0 はリード線 2 4 5 , 2 4 7 を介して蒸着源 1 3 4 の加熱要素 1 3 5 に一定電流を提供し、よって蒸着ゾーン内部の蒸気流は一時的に安定に維持される。安定な蒸着条件下、すなわち蒸着速度が一定である条件下では、有機正孔輸送層 3 3 又は有機発光層 3 4 又は有機電子輸送層 3 5 (図 3 参照) の所望の最終厚さが一定蒸着期間中に基板及びクリスタル質量センサ 2 0 0 の上に達成され、その時点で、蒸着源 1 3 4 の加熱を止める、又は蒸着源の上にシャッター (図示なし) を配置する、ことにより、蒸着を停止させる。

【 0 0 4 0 】

図 8 には例示目的につき比較的単純なるつぼ蒸着源 1 3 4 が示されているが、蒸着ゾーン内部に有機材料の蒸発又は昇華した蒸気を提供するためにその他多数の蒸着源構成を有効利用できることは認識される。有用な蒸着源として、譲受人共通の米国特許出願第09/518,600号 (2000年3月3日出願) に開示されている拡張型又は線形型物理蒸着源が挙げられ、この開示事項を本明細書の一部とする。

【 0 0 4 1 】

特に有用な物理蒸着源は、譲受人共通の米国特許出願第09/843,489号 (2001年4月26日出願) に開示されている細長い管状蒸着源であり、この開示事項を本明細書の一部とする。

【 0 0 4 2 】

図 8 では、図面の明瞭さを確保するため、単一のクリスタル質量センサ 2 0 0 が示されている。譲受人共通の米国特許出願第09/839,886号 (2001年4月20日出願) に開示されているように、OLED 製造における物理蒸着による有機層形成の監視制御を 1 つ又は複数の可動クリスタル質量センサにより行えることは認識されており、この開示事項を本明細書の一部とする。

【 0 0 4 3 】

OLED 製造において有機層の厚さを制御するための他の装置が、譲受人共通の米国特許出願第09/839,885号 (2001年4月20日出願) に開示されており、この開示事項を本明細書の一部とする。

【 0 0 4 4 】

図 9 に、シリンドラ形管状物理蒸着源集成体 7 0 0 の長手方向略断面図を示す。該集成体は、中心線 C L を有する管状蒸着源 7 1 0 を含む。管状蒸着源 7 1 0 は、断熱性かつ電気絶縁性のエンドキャップ 7 3 2 及び 7 3 4 によって支持されている。該エンドキャップは、

10

20

30

40

50

熱反射面 742 を有するヒートシールド 740 をも支持する。

【0045】

管状蒸着源 710 は、ヒートシールド支持体及びエンドキャップ 732、734 と共に、キャビティ 712 を画定し、その内部に、着脱可能なキャビティシール 758 を介して、有機正孔輸送材料の細長い固形ペレット 13p が 3 個配置されている。

【0046】

管状蒸着源 710 は、キャビティ 712 の中にまで延在する複数の開口部 714 を含む。開口部 714 は長さ寸法 L のライン状に配置されている。L は、管状蒸着源の高さ寸法 H の 3 倍以上である（シリンダ形管状蒸着源の場合、H はキャビティ 712 の直径に相当する）。開口部 714 は直径 d 及び中心間隔 1 を有する。

10

【0047】

グライドブラケット 760 は、ヒートシールド 740 に取り付けられ、そして Z 形タング 760T 及びねじ込みボア 762 を有する。ねじ込みボア 762 は、譲受人共通の米国特許出願第09/843,489号（2001年4月26日出願）に詳細に記載されているように、当該チャンバに配置された基板に関して集成体 700 をチャンバ内で並進、移動又は走査できるよう、親ネジ（図示なし）によって係合される。この開示事項を本明細書の一部とする。

【0048】

10^{-3} Torr 未満の減圧に保持されたチャンバ（例えば、図 4 の HTL 蒸着ステーション 130 のチャンバ 130C）に配置されると、ランプリード線 757a 及び 757b を介してヒートランプ 757 のフィラメント 757F に電力を供給することによりペレット 13p の有機正孔輸送材料の昇華又は蒸発を操作する。ヒートランプ 757 は、キャビティ 712 の内側に配置され、そしてヒートシールド支持体及びエンドキャップ 732、734 により、管状蒸着源 710 の開口部 714 の方向において中心線 CL から上方の位置に、支持される。キャビティ 712 の中でこうして形成された蒸気雲はキャビティから開口部 714 を通って出てくる。

20

【0049】

細長いペレット 13p は、主要凸形面がシリンダ形管状蒸着源 710 の内面と接触し、かつ、該ペレットの主要平面がヒートランプ 757 の方へ上向きとなるように、図 7 (E) のペレット 13p E と同等の形状にすることができる。

【0050】

30

蒸着源の例を 2 種類図示したが（図 8 及び図 9）、固形ペレットを提供し、これを OLED の製造に使用する本発明による有機材料の取扱い方法は、種々の熱物理蒸着源及びシステムに適用可能であることが認識される。

【0051】

図 6 (A) ~ (F)、図 7 (A) ~ (E)、図 8 及び図 9 において、固形ペレットの製造方法及び使用方法を、有機正孔輸送材料とそれから製造されたペレット 13p に関して説明してきた。本発明の方法は、図 4 の OLED 装置の各蒸着ステーション 140 (EML) 及び 150 (ETL) において製造される、それぞれ図 3 に示した層 34 (EML) 及び層 35 (ETL) のような、ドープ型又は非ドープ型有機発光層及びドープ型又は非ドープ型有機電子輸送層を製造するための対応する固形ペレットを提供するためのドープ型又は非ドープ型有機発光材料及びドープ型又は非ドープ型有機電子輸送材料の取扱い方法を包含する。

40

【0052】

図 10 は、昇華性 OLED 材料粉末と非昇華性伝熱性セラミック材料粉末との混合物から固形ペレットを製造する工程を示すプロセスフローチャートである。

該プロセスは工程 800 から開始する。工程 810 において、昇華性 OLED 材料を粉末形態で用意する。昇華性有機材料には、ドープ型又は非ドープ型有機正孔輸送材料、有機発光材料、及びドープ型又は非ドープ型有機電子輸送材料が含まれる。

【0053】

工程 812 において、OLED 材料粉末の（形成すべき混合物の）質量分率を選定する。OLED 材料粉末の好適な質量分率は 50 ~ 99 % の範囲内にある。

50

工程 820において、伝熱性非昇華性セラミック材料を粉末形態で用意する。好適な伝熱性非昇華性セラミック材料には、粉末状の窒化アルミニウム、炭化チタン、炭化タンゲステンその他の伝熱性炭化物もしくはこれらの混合物が含まれる。

【0054】

工程 822において、伝熱性非昇華性セラミック材料粉末の（形成すべき混合物の）質量分率を、1.0～50%の好適な範囲内で選定する。

工程 830において、選定された質量分率の昇華性OLED材料粉末と伝熱性非昇華性セラミック材料粉末を混合又はブレンドし、比較的均一な均質混合物を提供する。

【0055】

工程 840において、当該混合物（又はその一部）をダイに入れ、該混合物が団結して固体ペレットとなるように十分な圧力を下方パンチ及び上方パンチに加える。該ダイは、パンチ内の混合物に十分な圧力をかける前に、又は圧力をかけている間に、50～300の範囲内で、当該有機材料のTgを越えないように選定された温度に加熱されることができる。

10

【0056】

工程 850において、固体ペレットをダイから取り出す。ダイを加熱した場合には、当該ダイから固体ペレットを取り出す前に、ダイの温度を50～20の範囲内の温度にまで冷却する。ここでプロセスが終了する（860）。

【0057】

当該ペレットをチャンバ内に配置された物理蒸着源に入れ、OLEDの一部となる基板の上に有機層を形成することができる。

20

図11は、第1に昇華性OLEDホスト有機材料(AIq及びNPB)粉末を昇華性有機ドーパント材料粉末と混合し、第2に当該ホスト／ドーパント混合物を伝熱性非昇華性セラミック材料粉末と混合することによりペレットを団結させる工程を示すプロセスフローチャートである。

【0058】

該プロセスは工程900から開始する。工程902において、昇華性OLEDホスト有機材料を粉末形態で用意する。昇華性OLEDホスト有機材料には、有機正孔輸送ホスト材料、有機発光ホスト材料及び有機電子輸送ホスト材料が含まれる。

30

【0059】

工程904において、選定された質量分率の昇華性有機ドーパント材料粉末を用意する。選定される質量分率は、ドープ対象のOLEDホスト材料、選ばれたドーパントの種類、及び基板上に形成される層がホスト材料中に所定のドーパント濃度を有するように当該ホスト材料中で達成されるべきドーパント濃度、によって左右される。

工程906において、選定された質量分率の有機ドーパント材料を有機ホスト材料と混合又はブレンドすることにより、有機材料の比較的均質な第1混合物を提供する。

【0060】

開始の指令900から遅延905の後、遅延開始指令915により、工程920において伝熱性非昇華性セラミック材料を粉末形態で用意する。好適な伝熱性非昇華性セラミック材料には、粉末状の窒化アルミニウム、炭化チタン、炭化タンゲステンその他の伝熱性炭化物もしくは窒化物又はこれらの混合物が含まれる。

40

工程912において、第1ホスト／ドーパント混合物の（形成すべき第2混合物の）質量分率を選定する。この有機混合物の好適な質量分率は50～99%の範囲内である。

【0061】

工程922において、伝熱性非昇華性セラミック材料粉末の（形成すべき第2混合物の）質量分率を、1～50%の好適な範囲内で選定する。

工程930において、選定された質量分率の第1有機ホスト／ドーパント粉末混合物と伝熱性非昇華性セラミック材料粉末を混合又はブレンドし、選定された部分の第1混合物と伝熱性非昇華性セラミック材料粉末を含む比較的均一な第2混合物を提供する。

【0062】

50

工程 940において、当該第2混合物（又はその一部）をダイに入れ、パンチ内の第2混合物に、該第2混合物が団結して固形ペレットとなるように十分な圧力を加える。該ダイは、パンチ内の第2混合物に十分な圧力をかける前に、又は圧力をかけている間に、20 ~ 300 の範囲内で選定された温度に加熱することができる。

工程 950において、固形ペレットをダイから取り出す。ダイを加熱した場合には、当該ダイから固形ペレットを取り出す前に、ダイの温度を80 ~ 20 の範囲内の温度にまで冷却する。ここでプロセスが終了する（960）。

【0063】

当該ペレットをチャンバ内に配置された物理蒸着源に入れ、有機発光デバイス（OLED）の一部となる基板の上にドープ型有機層を形成することができる。

10

【0064】

ドープ型有機正孔輸送層又は二次層及びドープ型有機電子輸送層又は二次層はOLEDの発光動作安定性を高めることができ、またドープ型有機発光層はOLEDの発光動作安定性並びに可視スペクトル領域内の発光の発光効率を高めることができる。さらに、ドープされた層又は二次層は、低い駆動電圧レベルで動作することができるOLEDを提供する。

【0065】

【実施例】

実施例 1

有機発光材料Alq粉末を、ボールミル中、5 ~ 10 質量%の比率で、伝熱性AINセラミック粉末と均質混合した。次いで、その粉末混合物を、ダイにおいて、3000psi ~ 15000psiの圧力範囲内、かつ、60 ~ 300 の範囲内のダイ温度で、液圧により団結させた。得られた固形ペレットは良好な物理的団結性を示し、その密度は理論密度の90%を上回った。次いで、この固形ペレットを蒸発源として使用し、OLEDデバイスの発光層を蒸着した。3000psi ~ 12000psiの範囲内の圧力、好ましくは5000 ~ 10000psiの範囲内の圧力、かつ、50 ~ 120 の温度範囲内で団結させたペレットは、粉末Alq材料から製造した対照試料と比べ、最良のデバイス性能を発揮した。

20

【0066】

実施例 2

有機正孔輸送ホスト材料NPB粉末を、ボールミル中、5 ~ 10 質量%の比率で、伝熱性AINセラミック粉末と均質混合した。次いで、その粉末混合物を、ダイにおいて、2000psi ~ 15000psiの圧力範囲内、かつ、60 ~ 200 の範囲内のダイ温度で、液圧により団結させた。得られた固形ペレットは良好な物理的団結性を示し、その密度は理論密度の90%を上回った。次いで、この固形ペレットを蒸発源として使用し、OLEDデバイスの正孔輸送層を蒸着した。2000psi ~ 10000psiの範囲内の圧力、好ましくは3000 ~ 8000psiの範囲内の圧力、かつ、50 ~ 100 の温度範囲内で団結させたペレットは、粉末NPB材料から製造した対照試料と比べ、最良のデバイス性能を発揮した。

30

【0067】

比較例

有機Alq及びNPB粉末を、5 ~ 25 質量%の銅及びアルミニウムからなる伝熱性金属粉末と混合した。有機発光材料Alq粉末及び有機正孔輸送材料NPB粉末の各々を、ボールミル中、5 ~ 25 質量%の比率で、伝熱性AI及びCu金属粉末と均質混合した。次いで、その粉末混合物を、ダイにおいて、2000psi ~ 15000psiの圧力範囲内、かつ、60 ~ 200 の範囲内のダイ温度で、液圧により団結させた。得られた固形ペレットは良好な物理的団結性を示し、その密度は理論密度の90%を上回った。次いで、この固形ペレットを蒸発源として使用し、OLEDデバイスの発光層及び正孔輸送層を蒸着した。これらのデバイスは、それぞれの粉末蒸着源から製造された対照デバイスと比較して、不十分な電気光学特性を示した。Cu及びAIの金属種がOLEDデバイスを汚染したようである。

40

【0068】

1種以上の有機ホスト材料粉末と1種以上の有機ドーパント材料粉末とを混合又はブレンドして有機材料からなる第1混合物を用意し、次いでこれを伝熱性非昇華性セラミック材

50

料粉末と混合又はブレンドして第2混合物を用意し、そこから固形ペレットを形成するこ
ともできる。

【0069】

【発明の効果】

本発明の特徴は、有機粉末を団結させて固形ペレットにする方法を、比較的簡単な道具で
、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できる点に
ある。

本発明の別の特徴は、有機粉末を団結させて固形ペレットにする方法により、様々な場所
で、またその間に、有機材料を取り扱い、移し、又は輸送することが、実質的に容易になる
点にある。

10

【0070】

本発明の別の特徴は、本発明の方法により製造された複数のペレット状の有機材料を、同
等の質量を有する粉末形態の有機材料を取り扱い、移し、又は輸送するための容器よりも実
質的に容量が小さい容器において取り扱い、移し、又は輸送することができる点にある。

本発明の別の特徴は、本発明の方法により、少なくとも1種のOLEDホスト材料粉末と少な
くとも1種の有機ドーパント材料粉末とを混合又はブレンドして混合物を提供した後に該
混合物を団結させて固形ペレットにすることにより、OLED材料の固形ペレットを製造でき
る点にある。

【0071】

本発明の別の特徴は、粉末を団結させて固形ペレットにする方法と、物理蒸着源において
固形ペレットの一部を蒸発させることにより基板の上有機層を形成する方法とによって
、蒸着源から粉末粒子が押出されることが実質的になくなり、よって粒状物を実質的に包
含しない有機層が得られる点にある。

20

本発明の別の特徴は、粉末を団結させて固形ペレットにする方法を、基板上有機層を形
成す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と一致するように選ばれた形
状を有するペレットを提供するように調節することができる点にある。

【0072】

本発明の別の特徴は、伝熱性セラミック粉末を、これがなければ非伝熱性となる固形有機
ペレット中に均質分散させることにより、団結プロセスが促進され、かつ、該固形ペレット
全体に均一に熱を分布させる手段による熱蒸発が促進される。

30

本発明の重要な特徴は、伝熱性セラミック粉末が、熱蒸発した有機分子を妨害することも
汚染することもないことである。

【図面の簡単な説明】

【図1】従来技術の有機発光デバイス(OLED)を示す略図である。

【図2】従来技術の別の有機発光デバイスを示す略図である。

【図3】各種層を示すため要素の一部を剥ぎ取ったパッシブ型有機発光デバイスを示す略
透視図である。

【図4】比較的多数の有機発光デバイス(OLED)を製造するのに適した装置であって複数の
ステーションがハブから延在しているものを示す略透視図である。

【図5】比較的多数の基板を含有するキャリヤであって、図4の分断線5-5が示す図4
の装置の装填ステーションに配置されるものを示す略断面図である。

40

【図6】(A)～(F)は、本発明により、一軸プレスに配置されたダイの中で有機粉末と
セラミック粉末との混合物から固形ペレットを形成するための一連の処理工程を示す略図
である。ここで、図6(A)は、下方パンチの上のダイキャビティ内に充填された有機粉末
及びセラミック粉末の混合物を有するダイを示し、同(B)は、ダイキャビティ内に上方パ
ンチを配置して粉末材料の上面と接触させた状態を示し、同(C)は、上方パンチと下方パ
ンチに一軸プレスで圧力を加えて有機粉末及びセラミック粉末の混合物を団結させて固形
ペレットにする工程を示し、同(D)は、ダイキャビティから上方パンチを取り外した状態
を示し、同(E)は、プレスからダイを取り外してそのダイキャビティから下方パンチを取り
外した後、ペレットがダイキャビティの側面に付着している状態を示し、そして同(F)

50

は、ダイからペレットを取り出してこれをコンプライアントな容器に捕捉するのに有用なペレットプランジャーを示す。

【図7】(A)～(E)は、図6(A)～(D)のプレスにおいて所望のダイ並びに対応する下方パンチ及び上方パンチを選定することにより形成することができる固形ペレットの形状を例示するものである。ここで、図7(A)は、2つの主要共平面を有する円形ペレットを示し、同(B)は、1つの主要平面と1つの対向する主要凸形面とを有する円形ペレットを示し、同(C)は、2つの主要凸形面を有する円形ペレットを示し、同(D)は、2つの主要共平面を有する細長いペレットを示し、そして同(E)は、1つの主要平面と1つの対向する主要凸形面とを有する細長いペレットを示す。

【図8】図4の分断線8-8が示す図4の装置内で基板上に有機正孔輸送層(HTL)を形成するのに供する物理蒸着ステーションの略横断面図であって、本発明により蒸着源内に有機正孔輸送材料の固形ペレットを配置した状態を示すものである。 10

【図9】キャビティを有する管状蒸着源の部分横断面図であって、キャビティ内に有機正孔輸送材料の細長い固形ペレットを3個配置した状態のものを示す。

【図10】本発明の別の側面により、昇華性有機材料粉末と伝熱性非昇華性セラミック材料粉末の混合物から固形ペレットを製造する工程を示すプロセスフローチャートである。 20

【図11】本発明の別の側面により、第1に昇華性OLEDホスト材料粉末を昇華性有機ドーパント材料粉末と混合し、第2に当該ホスト/ドーパント混合物を伝熱性非昇華性セラミック材料粉末と混合することにより固形ペレットを製造する工程を示すプロセスフローチャートである。 20

【符号の説明】

10、20…有機発光デバイス

11、21…基板

12、22…アノード

14、25…発光層

15、27、36…カソード

23…正孔注入層

24…正孔輸送層

26…電子輸送層

30…パッシブ型有機発光デバイス

30

31…透光性基板

32…第1アノード

33…有機正孔輸送層(HTL)

13a…有機正孔輸送材料

13p…固形ペレット

13v…蒸気

34…有機発光層(EML)

35…有機電子輸送層(ETL)

38…封入体又はカバー

100…有機発光デバイス製造装置

40

102…緩衝ハブ

104…移送ハブ

106…真空ポンプ

108…圧力ゲージ

110…装填ステーション

111…キャリヤ

130…蒸着ステーション

131…ホルダ

132…断熱性支持体

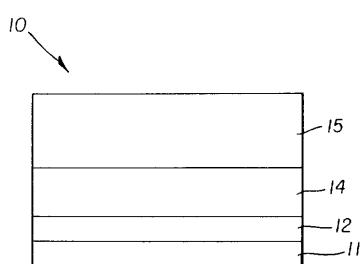
134…蒸着源

50

1 3 5 ... 加熱要素	
2 0 0 ... クリスタル質量センサ	
2 2 0 ... 蒸着速度モニタ	
2 3 0 ... コントローラ	
2 4 0 ... 蒸着源電源	
5 0 0 ... 一軸プレス	
5 1 2 ... 固定プラットフォーム	
5 1 4 ... 可動プラットフォーム	
5 1 6 ... 支持体	
5 2 0 ... ダイ	10
5 2 2 ... 下方パンチ	
5 2 4 ... 上方パンチ	
5 5 0 ... ペレットプランジャー	
5 6 0 ... コンプライアント容器	
7 0 0 ... シリンダ形管状物理蒸着源集成体	
7 1 0 ... 管状蒸着源	
7 1 2 ... キャビティ	
7 1 4 ... 開口部	
7 3 2、7 3 4 ... エンドキャップ	
7 4 0 ... ヒートシールド	20
7 5 7 ... ヒートランプ	
7 5 8 ... キャビティシール	
7 6 0 ... グライドブラケット	
7 6 2 ... ねじ込みボア	

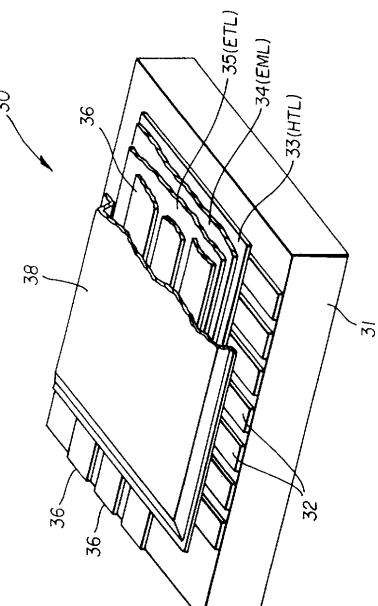
【図 1】

図 1 (従来技術)



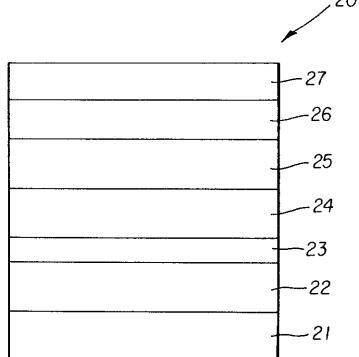
【図 3】

図 3

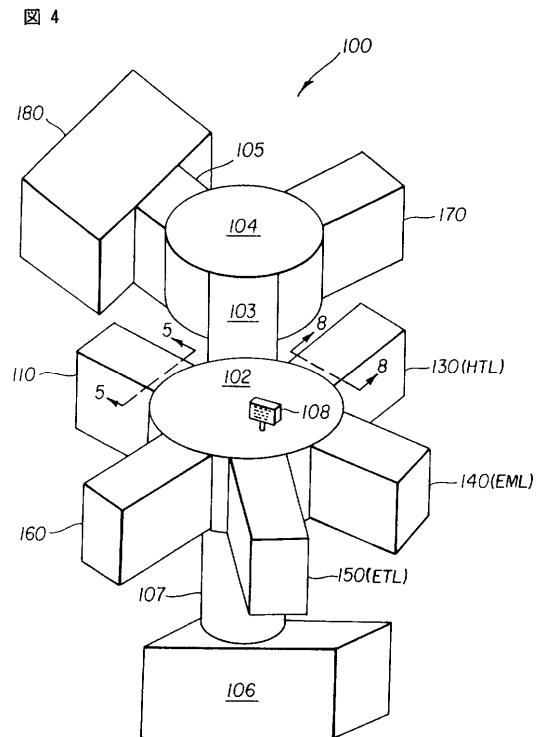


【図 2】

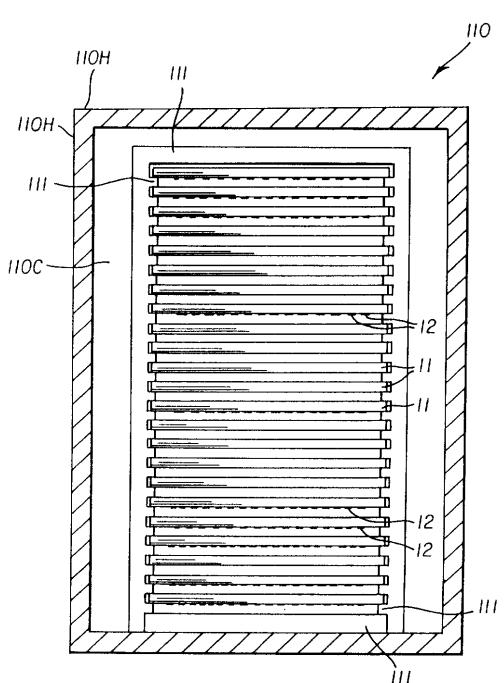
図 2 (従来技術)



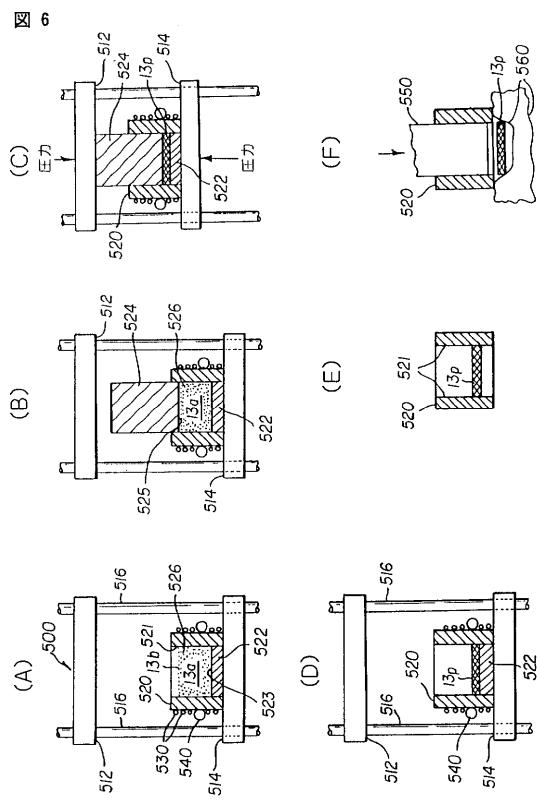
【 図 4 】



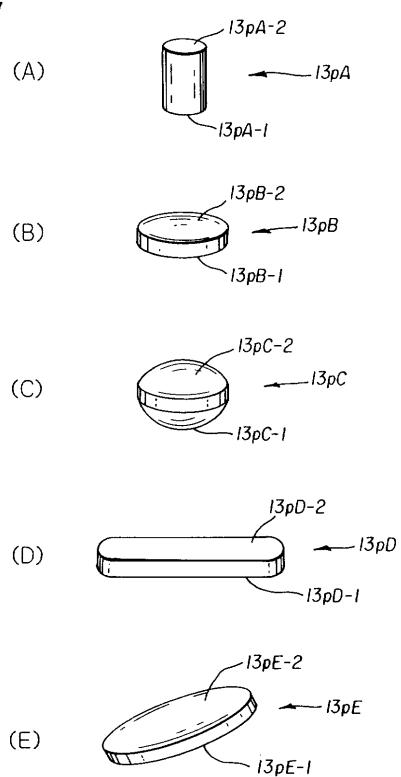
【図5】



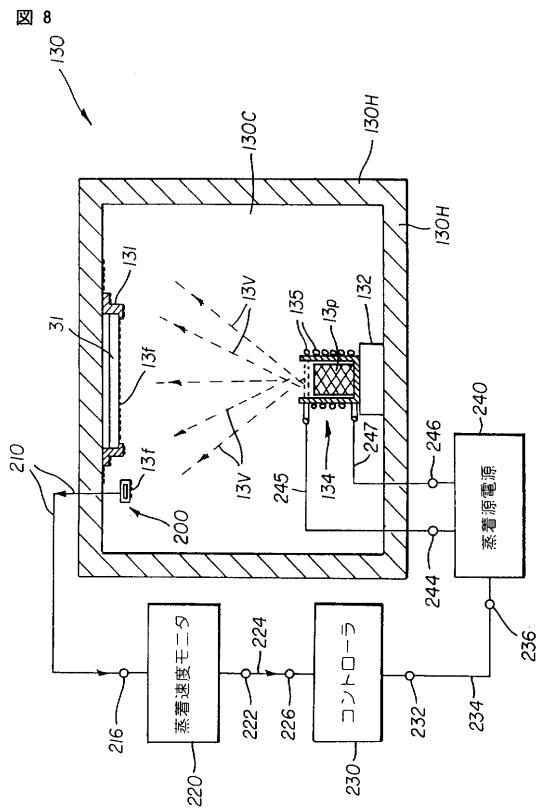
【図6】



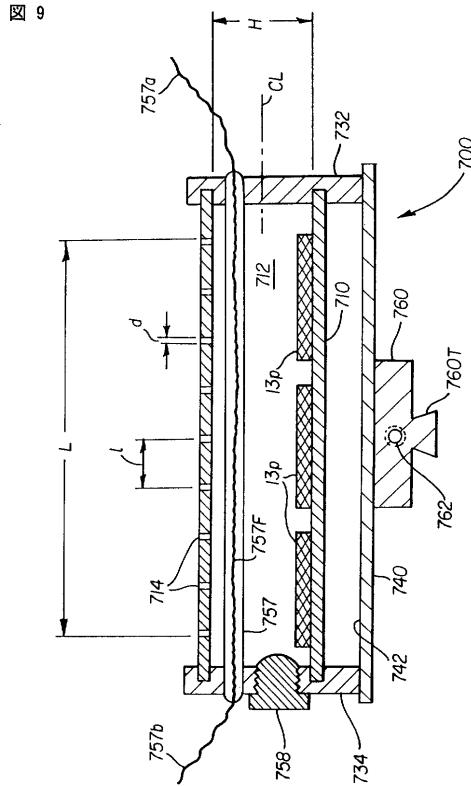
【 図 7 】



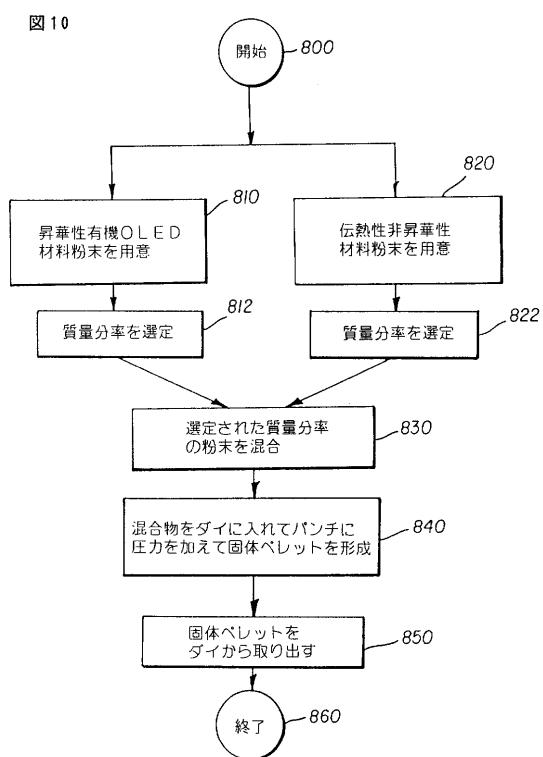
【 四 8 】



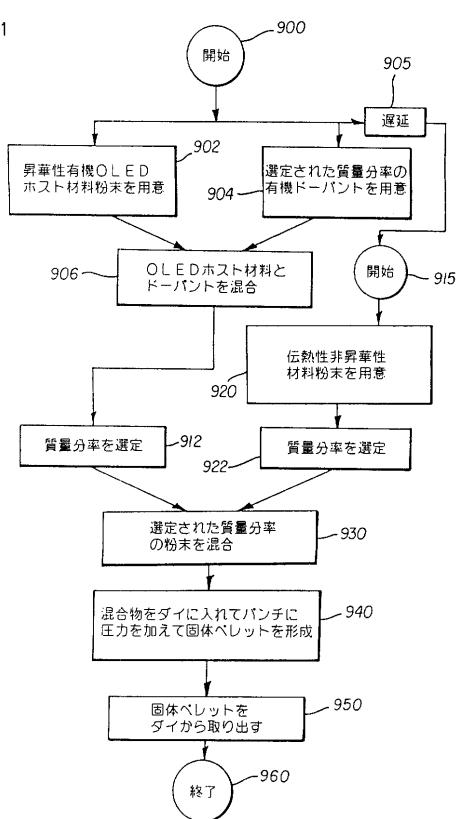
【図9】



【 図 1 0 】



【図11】



フロントページの続き

(72)発明者 シャマル クマー ゴーシュ
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14612, ロチェスター, クレイトン レーン 42
(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 14464, ハムリン, モスコー ロード 518
(72)発明者 タカラン キサン ハトウォー
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14526, ペンフィールド, ウッドリン ウェイ 8
(72)発明者 スティーブン アーランド パン スライク
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14534, ピッツフォード, サンセット ブールバード 16

審査官 福島 浩司

(56)参考文献 特開平10-330917(JP, A)
特開2001-172232(JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H05B 33/10

C23C 14/12

H01L 51/50