

三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 麥可 R 波羅森
BOROSON, MICHAEL L.

2. E 史蒂芬 布蘭德
BRANDT, E. STEVEN

國 籍：(中文/英文)

1. 美國 U.S.A.

2. 美國 U.S.A.

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 美國；2005年11月10日；11/273,268

2.

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於微粒材料之物理氣體沈積領域。

【先前技術】

一 OLED 裝置包括一基板、陽極、一由有機化合物構成之電洞傳輸層、一具有適宜摻雜劑之有機發光層、有機電子傳輸層及陰極。OLED 裝置因其低驅動電壓、高亮度、寬視角並能用於全彩色平板發射顯示器而倍受人們關注。Tang 等人於其美國專利第 4,769,292 號及第 4,885,211 號中闡述了該多層 OLED 裝置。

在真空環境中之物理氣體沈積係沈積用於小分子 OLED 裝置中之薄有機材料膜之主要方法。該等方法已在(例如) Barr 之美國專利第 2,447,789 號及 Tanabe 等人之歐洲專利第 0 982 411 號中習知。當在或接近期望速率相關蒸發溫度下維持延長時間時，製造 OLED 裝置中所用有機材料通常經受降解。使敏感有機材料暴露於較高溫度可導致該等分子結構改變且因此改變材料性質。

為克服該等材料之熱敏感性，僅將少量有機材料裝載於來源中且其盡可能少的加熱。以此方式，在該材料達到造成明顯降解之溫度暴露臨限值之前將其消耗掉。採用此實踐之限制係由於對加熱器溫度之限制而使有效蒸發率極低、且由於該來源中存在少量材料而使得該來源之作業時間極短。在先前技術中，需要排空該沈積室、拆卸並清洗該蒸氣來源、再填充該來源、重新建立該沈積室中之真空。

並在重新開始作業之前數小時內將剛引入之有機材料脫氣。與再裝填一來源有關之低沈積速率及頻繁且耗時方法已經對OLED製造設備之生產量造成實質限制。

將總體有機材料裝料加熱至幾乎相同溫度之另一後果係不可能使附加有機材料(例如摻雜劑)與一主體材料混合，除非該摻雜劑之蒸發行爲及蒸氣壓力極接近於該主體材料之蒸發行爲及蒸氣壓力。通常情況並非如此，且因此，先前技術裝置通常需要使用單獨來源以共沈積主體與摻雜劑材料。

使用單一組份來源之後果係需要若干來源以產生包含一主體及若干摻雜劑之膜。該等來源係一個接一個排布，其中使外部來源朝向中心成一定角度以近似一共沈積條件。在實踐中，用於共沈積不同材料之線性來源之數量限於三個。此限定對OLED裝置之構造產生實質限制、增加該真空沈積室之必需尺寸及成本並降低該系統之可靠性。

圖1展示常用蒸發裝置5之剖面圖，其包括三個用於蒸發有機材料之單獨來源6、7及8(通稱為"加熱舟")。蒸氣羽流9較佳係來自該等不同來源之均勻材料，但實際上成份從一側到另一側發生變化導致基板15上之不均勻塗層。

常用蒸氣沈積方法之公認問題尤其係材料純度及難以維持一連續製造程序，該連續製造程序應允許沈積設備運作延長時間，不需昂貴地停機時間用於清洗、補充或更換材料及預熱。該等兩個問題對沈積系統設計皆存在明顯約束。傳統解決方案反映出沒有允許持續(或至少長期)沈積

方法及維持高材料純度水平二者之適宜解決方案之假設。

通常，例如，維持高材料純度之問題可稍間接地解決。作為來源6 (圖1)，初始用處於未經加熱狀態之材料裝填一坩堝或"舟"。然後，在可以開始沈積之前，加熱該沈積室時在預處理或預熱循環中"烘烤"該材料。在此烘烤期間，藉此自該材料有效驅除濕氣及揮發性雜質。因此，當蒸發裝置5達到運行溫度時，來源6中之材料相對純淨。利用此類型之解決方案，需要仔細處理欲沈積之材料，但(例如)在運輸中或在製備期間通常不需要預先密封來抗污染。

就減少烘烤週期並改良總體沈積效率之意圖而言，有若干以更純淨形式提供材料之建議方案。舉例而言，Chow等人標題為"Thin-Film Deposition Evaporator"之美國公開專利申請案第2004/0255857號揭示一種移動器皿，其作為一種"梭"用於在一沈積室中補充可蒸發材料之供應。該'5857 (Chow等人)之解決方法解決了在補充期間在該沈積系統中維持一適宜真空位準並降低該材料污染之總體可能性之問題。然而，該'5857 (Chow等人)揭示內容中所建議之解決方案並非對任何類型之連續處理皆有利，此乃因在將該沈積室中之材料加熱達到沈積溫度期間該間歇補充方法仍需要一預熱時期。

用於改良補充中所用材料純度之另一建議方法係在Yamazaki等人之美國專利公開申請案第2004/0139914號中給出。作為該'9914 (Yamazaki等人)解決方案之一部分，建議提供一供應坩堝或其他已經包含補充材料、經密封以防

止污染之來源用於直接放置於該坩堝用於沈積。儘管此類型之解決方案有助於改良總體材料純度，然而其仍需要停止該沈積製程加以補充，然後當該經密封來源處於適當位置時再次重新啟動、破壞該密封、並將該材料加熱至沈積溫度。

因此，可以看出，儘管諸如彼等該'5857 (Chow等人)及'9914 (Yamazaki等人)揭示內容中所建議之方法可在一定程度上用於改良材料純度且甚至將烘烤預處理需要降至最低，但該等解決方法不能完全消除該預熱循環。而且，該等解決方案中沒有一種適於與一支持連續作業之材料補充系統一起使用以便在進行材料在裝填的同時可繼續處理。

任何需要一預處理或預熱循環之方法的內在缺點涉及需要若干組份材料之同時沈積。在某些應用中，同時沈積一種以上材料係有利的。在相同容器中混合兩種或以上材料用於蒸發甚為有利。然而，由於傳統技術需要相當長的預熱或烘烤時間，兩種材料必須具有實質上相同的昇華溫度(至在小公差內差不超過約 ± 20 攝氏度之範圍內)。若材料蒸發溫度之差大於數度，則預熱或烘烤之條件可能並非最佳。

因此，可以看出，在一蒸氣沈積系統中需要一種補充方法，該方法允許再裝填材料而不打斷該沈積作業且允許以高度純化形式提供材料以便有效消除預處理、烘烤或預熱需要。

【發明內容】

本發明之一目標係提供一種將微粒材料自一容器輸送至一蒸發區之有效方法。

該目標係藉由一種用於蒸發微粒材料並使其沈積於一表面上以形成一層之方法來達成，該方法包括：

(a) 在一補充容器中設置一微粒材料之供應，該補充容器具有一密封的介面配件；

(b) 將該補充容器安裝至一供料斗以界定至少一個進給開口、並破壞該介面配件處之密封；

(c) 將微粒材料自該補充容器輸送至該供料斗；且

(d) 使該微粒材料穿過該進給開口沿一進給路徑輸送至一蒸發區，在此使該微粒材料至少一構成部分蒸發並將其運送至該表面以形成該層。

本發明之一優點在於消除先前技術裝置作業期間材料之連續加熱，此乃因僅將一小部分微粒材料加熱一短時期且係在受控速率下。微粒材料之總體係維持在較期望速率相關蒸發溫度低多達 300°C 之溫度下。當蒸發有機材料時此尤其有利。

本發明再一優點係可利用連續補充之微粒材料裝料且利用一穩定加熱器溫度來維持一穩定蒸發率。該裝置因而允許該來源之延長作業同時實質上降低極高溫度敏感有機材料降解之風險。

本發明又一優點係允許具有不同蒸發率及降解溫度臨限值之材料在相同來源中共昇華。

本發明再一優點係其允許藉由控制體積計量速率或控制

該經壓緊微粒材料之進給壓力來控制線性蒸發速率。

本發明又一優點係其可快速停止並重新開始蒸發並藉由控制該微粒材料之計量速率迅速達成一穩定蒸發率、降低該等沈積室壁之污染並當一基板未經塗佈時保存該等微粒材料。

再一優點係本發明裝置達成實質上較先前技術裝置為高之蒸發率，同時具有實質上降低之材料降解。此外，當該來源材料被消耗掉時不需要改變加熱器溫度。

本發明之再一優點係其可在任何定向上提供一蒸發來源，此通常係利用先前技術裝置不可能實現的。

本發明一些實施例之其他優點係當較少量的材料輸送穿過該裝置時可藉助加熱及真空之使用自該微粒材料去除所吸收之氣體。

【實施方式】

現轉向圖2，其展示一本發明設備一實施例之三維視圖，該設備係用於蒸發有機微粒材料並使其在一表面上冷凝形成一層。一蒸發設備10包括一歧管20及一所附裝之進給設備40。進給設備40包括一進給容器50及一進給路徑60。進給容器50提供有一定量呈微粒形式(例如在一實施例中一粉末)之有機或其他材料。

歧管20包括一或多個開孔30，藉助其經蒸發之有機材料可離開至一基板表面。所示歧管20係在藉此其可在一經垂直定向基板上形成一層之定向上，但其並不限於此定向。舉例而言，歧管20可水平定向且可在一水平基板上形成一

層。岐管20已經由Long等人詳細闡述於共同讓與上文所引用之美國專利申請案第10/784,585號中。所示進給設備40係附裝至岐管20之底部(即,與開孔30對置);然而,進給設備40亦可附裝至岐管20的一側。隨後將更詳細闡述進給設備40至岐管20之附裝類型。

為允許連續(或更確切的說,長期)作業,一補充容器72將一微粒材料之供應提供給一供料斗52作為進給容器50之材料來源。補充容器72係一在介面配件54處定位於適當位置之可替換單元,此提供一密封配件,如下文所述。為將該微粒材料有效再裝填於進給設備40中,在大多數情況下補充容器72之體積較佳大於供料斗52之體積。

現轉向圖3,其展示本發明用於進給微粒材料之進給設備40一部分之一實施例的剖面圖,藉由其將微粒材料有效流化並輸送至進給路徑60。在一補充設備400中,補充容器72容納一提供給供料斗52之有機微粒材料100之供應,並由此進給至進給容器50及整個進給路徑60。密封的介面配件54有助於防止材料污染且有助於維持進給設備40所需的真空位準或其他環境條件。補充容器72亦可包括一感測器450用於偵測剩餘微粒材料100之數量。感測器450應與控制邏輯組件(未圖示)呈連通狀態以報告一低位準微粒材料100,以便準備一可替換補充容器72來使用。

供料斗52界定一開口230用於將微粒材料100進給至一中間容納結構(例如進給容器50)或在其他實施例中直接至進給路徑60。第一容器50容納有機微粒材料100,該微粒材

料較佳呈精細粉末形式且具有合意的均勻尺寸，且其被進給至進給路徑60中之螺旋式結構80或一些其他進給機構中。在圖3之實施例中，螺旋式結構80穿過進給容器50內部並進給至上述該等歧管組件(為清晰起見圖3中未圖示)。螺旋式結構80之至少一部分係藉由馬達90旋轉以受控體積計量速率或壓力將一有機微粒材料100沿進給路徑60輸送至一蒸發區。在該蒸發區中，將該有機組份材料蒸發並隨後運送至一基板以形成一層。進給路徑60且因此流入進給路徑60中之有機微粒材料100可維持在一較該有機組份材料期望蒸發溫度為低之溫度下。為促進有機微粒材料100至螺旋式結構80之運動，有機微粒材料100可藉由使用一攪拌裝置(例如，壓電結構130或一電動機械振盪器)攪拌有機微粒材料100來流化。該經流化材料可更容易地藉由重力進給輸送至螺旋式結構80。

用以提供一有機微粒材料100連續供應之補充容器72的添加提供若干優點。使用此組件，可將大量有機微粒材料100同時裝填於進給設備40中，此允許該裝置在延長時間內連續作業。藉由(例如)量測有機微粒材料100柱之高度感測補充容器72中有機微粒材料100之數量，可選擇性地計量輸送至第一容器50之有機微粒材料100的量並在第一容器50中提供實質上恆定體積之有機微粒材料100(例如 $\pm 5 \text{ cm}^3$)。實際上，第一容器50中負載有 10 cm^3 的有機微粒材料100。本文所述的一些實施例對容器中以寬範圍材料高度可靠進給微粒材料100而言具有高製程容許度，且可使

用至幾乎耗盡而不會造成在進給路徑60中進給額外有機微粒材料100之問題。然而，據信，若在第一容器50中構建一最佳材料高度且保持在 $\pm 10\%$ 內，則促使若干組份混合均勻。此將降低有機微粒材料100沿進給路徑60之進給速率之變化。

除感測器450外，提供其他內部組件以(例如)支持均勻粒子篩分及供應係有利的。補充容器72中可採用一或多個內部篩，該等篩具有有助於控制該進給速率之適宜網目尺寸。舉例而言，攪拌裝置(例如移動臂或振動壓電致動器)亦可構建至補充容器72中，與篩協同工作。

或者，攪拌裝置(例如圖3中所示抵靠供料斗52之壁安裝之壓電結構140)可經定位於補充容器72中或抵靠補充容器72以防止有機微粒材料100在至第一容器50之進給路徑中堆積。壓電結構可以複頻(例如汽笛效應)振動以防止有機微粒材料100在振動節點處堆積。

對於進給設備40之正確作業而言，維持進給路徑60中有機微粒材料100之均勻進給速率係很重要的。有機微粒材料100通常以粉末形式提供。一種用於提供有機微粒材料100自由流動之重要方法係防止橋接，此係當微粒材料(例如粉末)圍繞一開口或開孔自聚集成一負載支撐結構時出現且由此妨礙粉末流穿過該開口之粉末粒子之特性行為。舉例而言，當一開孔之尺寸太小而不能克服一微粒材料抵抗流動之傾向時可出現橋接效應。可造成橋接之因素可包括與開孔尺寸相關之微粒粒徑、濕度、粒子間之靜電吸

引、真空位準及摩擦力。為緩解此問題，在進給料斗52與進給容器50介面處之開口230 (如圖3中所示)之尺寸必須足夠大以克服該粉末狀材料之橋接特性。此尺寸要求係根據經驗計及必須以自由流動方式供應至進給路徑60之特定微粒材料100之最差條件進行最佳確定。在第一容器50中維持一接近恆定體積之有機微粒材料100亦有助於促進有機微粒材料100至螺旋式結構80之恆定進給速率。藉由適當確定開口230之尺寸並在第一容器50中維持足夠體積之有機微粒材料100，對於多種類型之粉末狀有機微粒材料100皆可達成一均勻進給速率、提供一經流化流體而需要任何補充形式之攪拌。

若開口230必須係狹窄的，則當藉由一攪拌裝置維持靠近該螺桿式螺旋結構80橫進給部分之有機微粒材料100之流化狀態時，可確保進給速率均勻。此可藉由緩慢攪拌該螺旋推運器螺桿上之有機微粒材料100或藉由(例如)壓電結構130 (圖3)在有機微粒材料100中引發振動來達成，其中該結構經調變以使粉末狀有機微粒材料100產生液體樣運動但不會劇烈至造成氣體樣運動。

現轉向圖4，其更詳細展示本發明替代實施例中蒸發設備10一部分之剖面圖。此處，進給設備40具有供料斗52來提供無圖2及3實施例中之中間進給容器50之進給路徑60。螺旋式結構80沿進給路徑60將粉末狀有機微粒材料100輸送至歧管20中之加熱元件170中。加熱元件170可為(例如)一加熱篩，如先前在上文所引用之揭示內容中由Long等人

詳細闡述者。歧管20包括一蒸發區，其被定義成進給路徑60緊靠加熱元件170之區域。藉助接觸及熱傳導將粉末狀有機微粒材料100之薄橫截面加熱至期望速率相關溫度(其係加熱元件170之溫度)，藉此使粉末狀有機微粒材料100之薄橫截面蒸發以運送至一基板表面形成一層。螺旋式結構80及其旋轉速率控制有機微粒材料100進給至加熱元件170之速率。此提供蒸發率且因此控制有機微粒材料100以蒸氣狀態離開該歧管120之速率之線性控制。由此有機微粒材料100至螺旋式結構80且至該蒸發區之進給速率控制該經蒸發有機微粒材料100至該期望表面上之沈積速率。

另外，可包括一基座180。基座180係一有助於防止加熱元件170之輻射熱穿越進給路徑60之長度之散熱結構，且因此在有機微粒材料100到達緊靠加熱元件170之蒸發區之前使其總體有效冷卻。基座180之散熱方法已經由Long等人闡述於上述共同讓與之美國專利申請案第10/784,585號中。藉此產生之大熱梯度保護進給路徑60中之材料不會因高溫而蒸發。

利用此加熱佈置，該經蒸發之有機蒸氣快速穿過加熱元件170並進入加熱歧管20。有機微粒材料100在該期望蒸發溫度下之停留時間極短且因此極大地降低熱降解。利用此佈置有機微粒材料100在高溫(即，在速率相關蒸發溫度)下之停留持續時間較利用先前技術裝置及方法之持續時間少若干數量級。此持續時間係數秒對利用常用方法之數小時或數天。此允許將有機微粒材料100加熱至較利用常用方

法為高之溫度。因此，本發明裝置及方法實質上可達成較高蒸發率，而不會造成有機微粒材料100組份之明顯降解。

有機微粒材料100可包括一單一組份，或可包括兩種或以上不同有機或其他材料組份，每一種皆具有不同的蒸發溫度。該蒸發溫度可藉由各種方法來確定。舉例而言，圖5展示一針對OLED裝置中通常所用雙組份有機材料之蒸氣壓力對溫度之圖示。該蒸發率與該蒸氣壓力成比例，因此對於一期望蒸發率而言，圖5中之數據可用於確定對應於該期望蒸發率之所需加熱溫度。在其中有機微粒材料100包括兩種或以上有機組份之情況下，加熱元件170之溫度係經選擇以便蒸發受進給速率限制，即，該加熱元件溫度下之蒸氣壓力實質上高於該歧管中彼組份之期望分壓，因此每一該等有機材料組份同時蒸發。

當進行蒸發時歧管20中產生壓力，且蒸氣流穿過圖2中所示一系列開孔30離開歧管20。由於僅一小部分有機微粒材料100（該部分停留在該蒸發區中）被加熱至該速率相關蒸發溫度，而該材料之總體保持適當低於該蒸發溫度，故可藉由一種用於中斷加熱元件170處加熱之方法（例如停止螺旋式結構80之運動）來中斷該蒸發。此可當一基板表面未經塗佈時實施以便保存有機微粒材料100並降低任何相關設備（例如一沈積室之壁）之污染，此將在下文中闡述。

由於加熱元件170可係一防止粉末或壓緊材料自由穿過其之細網篩，故該歧管可以任何定向使用。舉例而言，圖

構105亦將粉末狀有機微粒材料100壓成一薄環狀，此實質上改良粉末狀有機微粒材料100與溫度受控進給路徑60及靜止中心部分125間之熱接觸。該等特性在允許混合組份有機材料、及蒸發前液化之組份有機材料之受控蒸發方面尤為重要。因此，此實施例克服了該第一螺旋式結構之定向限制同時保留將粉末狀有機微粒材料100壓成一實心形狀並形成一汽封之能力。

以上主要基於圖2之蒸發設備10的本發明實施例係在大氣壓力下及降至約大氣壓力一半之壓力下使用。根據試驗可觀察到，在低於大氣壓力一半之部分真空下細粉末很難以計量。當去除殘餘空氣分子時粉末狀有機微粒材料100結塊，且粒子間彈性偶合降低，在大氣條件下此可藉助粉末狀有機微粒材料100有效地傳遞振動能量。此效應不利地影響該螺旋式結構之粉末進給均勻性。因此，需要一種不同的攪拌裝置。

現轉向圖7，其展示一用於本發明用於克服低壓條件下之限制之攪拌裝置另一實施例之剖面圖。此實施例利用三個壓電結構作為該攪拌裝置。壓電結構150及155以一陡峭角傾斜且在第一容器50之底部處形成一漏斗之對置壁。該等兩個壓電結構之底部部分190並未經支撐且直接引導至螺旋式結構80之橫進給部分。壓電結構150與155之未經支撐部分具有高振幅且有效地流化靠近其表面之粉末狀有機微粒材料100。第三壓電結構130係安裝於螺旋式結構80之下且賦予振動，該振動之振幅實質上垂直於另外兩個壓電

結構150及155之振動。該壓電結構係藉由一頻率掃描電路驅動。該變化頻率起防止形成節點之作用且明顯改良粉末進給效率。螺旋式結構80可為任何上述螺旋式結構。

圖8係用於本發明克服在低壓條件下限制之攪拌裝置另一實施例之剖面圖。開口230代表上述供料斗52之末端或者一在第一容器50之基座處之開口。旋轉螺紋型裝置210包括在一共用軸上以左手及右手螺旋方式纏繞之金屬絲。旋轉螺紋型裝置210係定位於該螺旋式結構之橫進給部分之上以便該等金屬絲實質上接觸螺旋式結構80之螺紋。該旋轉螺紋不應妨礙該等螺旋推運器螺杆螺紋，但其可繼續以多達1毫米之間隙有效操作。旋轉螺紋型裝置210係經由馬達90驅動之齒輪驅動器220緩慢旋轉，且亦使螺旋式結構80旋轉。在實踐中，旋轉螺紋型裝置210之旋轉速度可端視粒徑及特殊粉末狀有機微粒材料100之性質而變，但一實踐導則係使該旋轉螺紋之軸向轉換速率與該螺旋推運器螺杆螺紋之軸向轉換速率匹配。旋轉螺紋型裝置210之金屬絲傾向於朝開口230之中心推動粉末狀有機微粒材料100並防止粉末在螺旋式結構80上橋接。螺旋式結構80可為任何上述螺旋式結構。當賦予粉末狀有機微粒材料100極少能量且因此不可能因尺寸或密度造成粒子分離時，此攪拌裝置極其適用於進給混合組份有機材料。

現轉向圖9，其展示本發明蒸發設備10另一實施例一部分之三維視圖，該設備係用於蒸發粉末狀有機材料並使其在一表面上冷凝以形成一層，其包括一用於預處理有機微

粒材料100以驅除所吸收之氣體或雜質之設備。該裝置包括與上述進給容器50協作之補充容器72用於容納一定量有機微粒材料。該裝置亦可包括攪拌裝置，如圖3及4所示實施例中所闡述者。將來自進給容器50之有機微粒材料100進給至第一進給路徑260用於預處理。第一進給路徑260包括一與進給容器50相關用於將有機微粒材料100自進給容器50輸送至第一進給路徑260之螺旋式結構。該螺旋式結構之至少一部分係藉由馬達90轉動以沿第一進給路徑260進給粉末狀有機微粒材料100。第一進給路徑260包括真空暴露口270，其與一部分真空來源成連通狀態。或者，可加熱第一進給路徑260以便當粉末狀有機微粒材料100暴露於一部分真空時將其加熱，以當有機微粒材料100作為經預處理之有機微粒材料100沿第一進給路徑260輸送至該蒸發區時驅除所吸收之氣體或雜質。就典型沈積速率而言，在此預處理階段、被壓緊並蒸發之前自由粉末狀有機微粒材料100有數分鐘用以釋放所吸收之水蒸汽及氣體分子。然後，將經預處理之粉末狀有機微粒材料100輸送至如上所述由一螺旋式結構界定之第二進給路徑265，在此該材料經壓實，即其經壓緊並繞該螺旋式結構均勻分佈。粉末狀有機微粒材料100係如上所述沿第二進給路徑265藉由該螺旋式結構進給至一歧管及蒸發區(未圖示)，其中該有機材料經蒸發並隨後在一OLED基板之表面上冷凝形成一有機層。可選第三容器250可接收來自第一進給路徑260之經暴露粉末狀有機微粒材料100。在此一情況下，界定第二

進給路徑265之螺旋式結構亦與第三容器250聯合用於將經暴露粉末狀有機微粒材料100進給至第二進給路徑265，且該等螺旋式結構穿過第三容器250之內部。此設備亦包含用於流化粉末狀有機微粒材料100之構件，如已經闡述者。在一替代實施例中，進給路徑260包括真空暴露口270且不使用一第二進給路徑直接進給至一岐管。

在實踐中，本文所述之設備係如下操作。一用於在一OLED裝置上形成一層之粉末狀有機微粒材料100係自補充容器72中之材料提供。有機微粒材料100係以受控方式輸送至進給容器50，以此方式來維持進給容器50中一實質上恆定體積之粉末狀有機微粒材料100。粉末狀有機微粒材料100係藉由本文所闡述之方法流化且由此輸送至一螺旋式結構80，該螺旋式結構將粉末狀有機微粒材料100輸送至一蒸發區，如本文所述。有機微粒材料100係在該蒸發區經蒸發進入一岐管20，該岐管將該經蒸發有機材料運送至一OLED基板之表面形成一層，如下文詳細闡述者。

如上文所提及，真空位準易於使計量出均勻量之細粉末狀有機材料100之問題變得複雜。返回參考圖2，可觀察到，在進給路徑60中維持一有機微粒材料100之連續柱。在一實施例中，若有機微粒材料100之微粒特性允許，則有機微粒材料100之此柱(適當時可經壓緊)可用作一種真空密封。利用此佈置，在加熱元件170處及在岐管20中之有機微粒材料100可存在一高真空位準。因而，在第一容器50處可維持一較低真空位準，其甚至可處於大氣壓力下。

即使一部分密封亦係有利的。此密封效應亦可用於隔離所用周圍氣體用於儲存第一容器50中之有機微粒材料100及/或補充容器72中之有機微粒材料100。例如，對於一些材料而言，可有利的在一惰性氣體(例如氫或氦)下儲存材料。

現轉向圖10，其展示本發明一沈積設備32之實施例，其使用補充設備400且包括一密封一基板之沈積室。沈積室280係一利用自歧管20輸送之有機材料塗佈一OLED基板285之封閉設備。歧管20係經由進給路徑60供應有機材料，如上所述。沈積室280係保持於受控條件下，例如一藉由真空來源300提供之1托或更小之壓力。沈積室280包括負載鎖定裝置275，其可用於負載未經塗佈之OLED基板285並卸載經塗佈之OLED基板。OLED基板285可藉由輸送設備295運動以在OLED基板285之總體表面上提供經蒸發有機材料之均勻塗佈。儘管所示蒸發設備10係由沈積室280部分封閉，但應瞭解，其他佈置亦係可能的，其包括其中整個蒸發設備19(包括任何用於容納粉末狀有機微粒材料100之容器)皆由沈積室280封閉之佈置。

在實踐中，OLED基板285係經由負載鎖定裝置275放置於沈積室280中且由輸送設備295或相關設備握持。蒸發設備10係如上所述操作，且輸送設備295使OLED基板285在垂直於來自歧管20之有機材料蒸氣噴射方向上運動，藉此將經蒸發之有機材料運送至OLED基板285之表面以在該表面上冷凝並形成一有機材料層。

現轉向圖11，其中顯示可部分地根據本發明製備之發光OLED裝置310之一像素之剖面圖。OLED裝置310最低限度包括一基板320、陰極390、與陰極390間隔開之陽極330及發光層350。該OLED裝置亦可包括一電洞注入層335、電洞傳輸層340、電子傳輸層355及電子注入層360。電洞注入層335、電洞傳輸層340、發光層350、電子傳輸層355及電子注入層360包括一系列佈置於陽極330與陰極390間之有機層370。有機層370係最適宜藉由本發明裝置及方法沈積之有機材料層。下文將更詳細闡述該等組件。

基板320可係一有機固體、無機固體或有機與無機固體之組合。基板320可為剛性或撓性且可作為單獨的單個片(例如薄板或晶圓)或作為一連續卷材處理。典型基板材料包括玻璃、塑膠、金屬、陶瓷、半導體、金屬氧化物、氧化物半導體、氮化物半導體、或其組合。基板320可為材料之均勻混合物、材料複合物或若干材料層。基板320可為一OLED基板，即通常用於製備OLED裝置之基板，例如主動矩陣型低溫多晶矽或非晶形矽TFT基板。基板320可端視預期光發射方向而為透光或不透明。該透光性便於透過該基板觀察該EL發射的情況。透明玻璃或塑膠通常用於該等情況中。對於其中透過頂部電極觀察EL發射之應用而言，底部支承件之透射特性並不重要，因此其可為透光性、吸光性或光反射性。用於此情況之基板包括(但不限於)玻璃、塑膠、半導體材料、陶瓷及電路板材料、或任何其他通常用於形成OLED裝置(其可為被動矩陣型裝置或

主動矩陣型裝置)之材料。

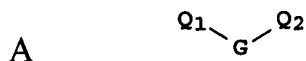
一電極係形成於基板320上且通常經構造作為一陽極330。當透過基板320觀察EL發射時，陽極330對所關心之發射應為透明或基本上透明。用於本發明之常用透明陽極材料係氧化銦錫及氧化錫，但其它金屬氧化物亦適用，其包括(但不限於)經鋁或銦摻雜之氧化鋅、氧化鎂銦及氧化鎳鎢。除該等氧化物外，諸如氮化鎵等金屬氮化物、諸如硒化鋅等金屬硒化物及諸如硫化鋅等金屬硫化物亦可用作一陽極材料。對於其中透過該頂部電極觀察EL發射之應用而言，該陽極材料之透射特性並不重要，且可使用任何透明、不透明或反射性導電材料。用於該應用之實例導體包括(但不限於)金、鉍、鈿、鈹及鉑。較佳陽極材料(透射性或非透射性)之功函數為4.1 eV或以上。可藉由任何適宜方法沈積所需陽極材料，例如蒸發、濺鍍、化學氣體沈積或電化學方法。陽極材料可使用習知之微影蝕刻方法圖案化。

儘管未必需要，但有時在一有機發光顯示器中於陽極330上形成一電洞注入層335亦係有用的。該電洞注入材料可用於改良隨後有機層之成膜特性並有助於將電洞注入該電洞傳輸層中。用於電洞注入層335之適宜材料包括(但不限於)美國專利第4,720,432號中闡述之卟啉類化合物、美國專利第6,208,075號中闡述之電漿沈積之氟碳聚合物及包括氧化釩(VOx)、氧化鉬(MoOx)、氧化鎳(NiOx)等在內的無機氧化物。據稱用於有機EL裝置中之替代電洞注入材料

係闡述於歐洲專利第0 891 121 A1號及歐洲專利第1 029 909 A1號中者。

儘管未必需要，但通常將一電洞傳輸層340形成並佈置於陽極330上係有用的。合意的電洞傳輸材料可藉由任何適宜方法(例如蒸發、濺鍍、化學氣體沈積、電化學方法、自一供體材料之熱轉移或雷射熱轉移)沈積，且可藉由本文所闡述之裝置及方法沈積。習知用於電洞傳輸層340之電洞傳輸材料包括諸如芳族三級胺等化合物，其中後者應理解為一包含至少一個僅鍵結至碳原子(其至少之一係一芳環之成員)之三價氮原子之化合物。在一種形式中，該芳族三級胺可為芳基胺，例如單芳基胺、二芳基胺、三芳基胺或聚合芳基胺。實例性單體三芳基胺由Klupfel等人闡釋於美國專利第3,180,730號中。其它經一或多個乙烯基自由基取代及/或包含至少一個含活性氫基團之適宜三芳基胺由Brantley等人揭示於美國專利第3,567,450號及第3,658,520號中。

一類更佳的芳族三級胺係彼等包括至少兩個芳族三級胺部分者，如闡述於美國專利第4,720,432號及第5,061,569號中者。該等化合物包括彼等由結構式A表示者。



其中：

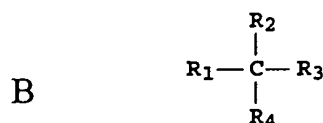
Q₁與Q₂皆獨立選自芳族三級胺部分；且

G係一連接基團，例如一碳碳鍵之伸芳基、伸環烷基或

伸烷基基團。

在一實施例中，Q1或Q2中至少之一包含一多環稠合環結構，例如萘。當G為一芳基基團時，其方便地為一伸苯基、伸聯苯基或萘部分。

一類滿足結構式A且包含兩個三級胺部分之有用三級胺係由結構式B代表。



其中：

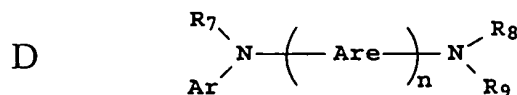
R₁與R₂每一皆獨立代表一氫原子、芳基基團或烷基基團，或R₁與R₂一起代表構成一環烷基基團之原子；且

R₃與R₄每一皆獨立代表一芳基基團，其進而可經一經二芳基取代之胺基基團(如結構式C所表示者)取代。



其中R₅與R₆皆獨立係經選擇芳基基團。在一實施例中，R₅或R₆中至少之一包含一多環稠合環結構，例如萘。

另一類芳族三級胺係四芳基二胺。合意的四芳基二胺包括兩個藉助一伸芳基基團連接之二芳基胺基基團(例如由式C所表示者)。有用之四芳基二胺包括彼等由式D所代表者。



其中：

每一 Are 皆獨立選自伸芳基基團，例如一伸苯基或蔥部分；

n 係一自 1 至 4 之整數；且

Ar、R₇、R₈及 R₉皆獨立係經選擇芳基基團。

在一典型實施例中，Ar、R₇、R₈及 R₉中至少之一係一多環稠合環結構，例如萘。

上述結構式 A、B、C、D 之各烷基、伸烷基、芳基及伸芳基部分每一皆可依次經取代。典型取代基包括烷基基團、烷氧基基團、芳基基團、芳氧基基團及諸如氟、氯、溴及碘等鹵素。各烷基及伸烷基部分通常包含 1 至約 6 個碳原子。該等環烷基部分可包含 3 至約 10 個碳原子，但通常包含 5、6 或 7 個碳原子，例如環戊基、環己基及環庚基環結構。該等芳基及伸芳基部分通常係苯基及伸苯基部分。

一 OLED 裝置中之電洞傳輸層可由單一芳族三級胺化合物或其混合物形成。特別地，可使用一三芳基胺(例如滿足式 B 之三芳基胺)結合一四芳基二胺(例如式 D 所表示者)。當三芳基胺與一四芳基二胺結合使用時，後者係作為一層經定位插入該三芳基胺與該電子注入及傳輸層之間。本文所闡述之裝置及方法可用於沈積單組份及多組份層，且可用於相繼沈積若干層。

另一類有用電洞傳輸材料包括闡述於歐洲專利第 1 009 041 號中之多環芳族化合物。另外，可使用聚合電洞傳輸材料，例如聚(N-乙烯基卡唑)(PVK)、聚噻吩、聚

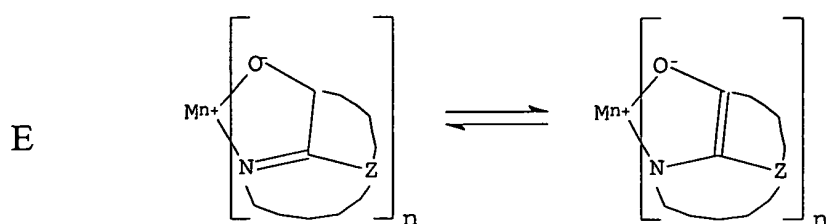
吡咯、聚苯胺及諸如聚(3,4-伸乙基二氧基噻吩)/聚(4-苯乙烯磺酸鹽)(亦稱為PEDOT/PSS)等共聚物。

發光層350響應電洞-電子重組產生光。發光層350通常佈置於電洞傳輸層340之上。合意的有機發光材料可藉由任何適宜方法(例如蒸發、濺鍍、化學氣體沈積、電化學方法、或自一供體材料之輻射熱轉移)沈積，且可藉由本文所闡述之裝置及方法沈積。有用的有機發光材料眾所周知。如美國專利第4,769,292號及第5,935,721號中更全面地闡釋，該有機EL元件之發光層包括一發光或螢光材料，其中因該區域中電子-電洞對重組而產生電致發光。該等發光層可包括一單一材料，但更常見包括一摻雜有客體化合物或摻雜劑之主體材料，其中光發射主要來源於該摻雜劑。該摻雜劑係經選擇以產生一具有特定光譜之色彩光。該發光層中之主體材料可係一下文所定義之電子傳輸材料、一上文所定義之電洞傳輸材料、或另一支持電洞-電子重組之材料。該摻雜劑通常選自高螢光染料，但諸如WO 98/55561、WO 00/18851、WO 00/57676及WO 00/70655中所闡釋之過渡金屬錯合物等磷光化合物亦適用。摻雜劑通常以0.01至10重量%塗敷至該主體材料。本文所述之裝置及方法可用於塗佈多組份客體/主體層而不需要若干蒸發來源。

習知有用之主體及發射分子包括(但不限於)彼等揭示於美國專利第4,768,292號；第5,141,671號；第5,150,006號；第5,151,629號；第5,294,870號；第5,405,709號；第

5,484,922 號 ; 第 5,593,788 號 ; 第 5,645,948 號 ; 第 5,683,823 號 ; 第 5,755,999 號 ; 第 5,928,802 號 ; 第 5,935,720 號 ; 第 5,935,721 號 ; 及第 6,020,078 號中者。

8-羥基喹啉之金屬錯合物及類似衍生物(式E)構成一類有用的能支持電致發光之主體材料，且特別適於發射波長長於500奈米(例如綠色、黃色、橙色及紅色)之光。



其中：

M代表一金屬；

n係一自1至3之整數；且

Z在每一情況下獨立代表構成一具有至少兩個稠合芳環之核之原子。

自以上顯而易見，該金屬可為單價、二價或三價金屬。該金屬可為(例如)鹼金屬，例如鋰、鈉或鉀；一鹼土金屬，例如鎂或鈣；或土金屬，例如硼或鋁。通常可使用任何習知為一有用螯合金屬之單價、二價或三價金屬。

Z構成一包含至少兩個稠合芳環(其中至少一個為唑或吡嗪環)之雜環核。若需要，額外地環(包括脂肪族及芳族環二者)可與該兩個所需環稠合。為避免增加分子體積而未改良功能，環原子數通常維持在18個或更少。

發光層350中之主體材料可為一在9及10位具有烴或經取

代煙取代基之蔥衍生物。舉例而言，9,10-二-(2-萘基)蔥衍生物構成一類有用的能支持電致發光之主體材料，且特別適合於發射波長長於400奈米之光(例如藍色、綠色、黃色、橙色或紅色)。

苯并吡咯衍生物構成另一類能支持電致發光之有用主體材料，且特別適合於發射波長長於400奈米之光(例如藍色、綠色、黃色、橙色或紅色)。一有用苯并吡咯之實例係2,2',2''-(1,3,5-伸苯基)三[1-苯基-1H-苯并咪唑]。

合意的螢光摻雜劑包括芘或芘衍生物、蔥衍生物、并四苯、咕噸、紅螢烯、香豆素、羅丹明(rhodamine)、喹吖啶酮、二氰基亞甲基吡喃化合物、噻喃化合物、聚次甲基化合物、氧雜苯及硫雜苯化合物、二苯乙烯基苯或二苯乙烯基聯苯之衍生物、雙(吡嗪基)甲烷硼錯合物及喹諾酮化合物。

其他有機發射材料可為聚合物質，例如聚伸苯基伸乙烯基衍生物、二烷氧基-聚伸苯基伸乙烯基、聚-對-伸苯基衍生物及聚萘衍生物，如Wolk等人在共同讓與美國專利第6,194,119 B1號中所教示者且以引用的方式併入本文中。

儘管未必需要，但通常OLED裝置310包括佈置於發光層350上之電子傳輸層355係有用的。合意的電子傳輸材料可藉由任何適宜方法(例如蒸發、濺鍍、化學氣體沈積、電化學方法、自一供體材料之熱轉移或雷射熱轉移)來沈積，且可藉由本文所述之裝置及方法來沈積。用於電子傳輸層355之較佳電子傳輸材料係金屬螯合之類噁辛化合物。

物，其包括喹星自身(通常亦稱為8-喹啉醇或8-羥基喹啉)之螯合物。此等化合物有助於注入及傳輸電子、展示高性能水準、且易於製成薄膜形式。所涵蓋類噁辛化合物之實例係彼等滿足上述結構式E者。

其它電子-傳輸材料包括美國專利第4,356,429號中所揭示之各種丁二烯衍生物及美國專利第4,539,507號中所闡釋之各種雜環螢光增白劑。滿足結構式G之苯并吡咯亦係有用之電子傳輸材料。

其他電子傳輸材料可係聚合物質，例如聚伸苯基伸乙烯基衍生物、聚-對-伸苯基衍生物、聚萘衍生物、聚噻吩、聚乙炔及其他導電聚合物有機材料(例如彼等 *Handbook of Conductive Molecules and Polymers*，第1-4卷，H.S. Nalwa 編輯，John Wiley and Sons, Chichester (1997)中所列舉者)。

在該陰極與該電子傳輸層之間亦可存在一電子注入層360。電子注入材料之實例包括鹼或鹼土金屬、鹼金屬鹵化物鹽(例如上文提及之LiF)或經鹼或鹼土金屬摻雜之有機層。

陰極390係形成於電子傳輸層355上或發光層350上(若不需要一電子傳輸層)。當藉助陽極330發射光時，該陰極材料可包括幾乎任何導電材料。合意的材料應具有良好之成膜特性，以確保良好接觸下伏有機層，在低電壓下促進電子注入且具有良好的穩定性。有用的陰極材料通常含有一低功函數金屬(<3.0 eV)或金屬合金。如美國專利第

4,885,221號中所闡釋，一較佳陰極材料係由一Mg:Ag合金構成，其中銀之百分比介於1至20%範圍內。另一類適宜陰極材料包括由覆蓋有一導電金屬之較厚層之低功函數金屬或金屬鹽之薄層構成之雙層。如美國專利第5,677,572號中所述，此一陰極係由一薄LiF層及後續一較厚之鋁層組成。其他有用之陰極材料包括(但不限於)彼等揭示於美國專利第5,059,861號；第5,059,862號；及第6,140,763號中者。

當透過陰極390觀察光發射時，則該陰極必須為透明或接近透明。對於此等應用而言，金屬必須較薄或必須使用透明導電氧化物、或此等材料之組合。光學透明陰極已更詳細地闡述於美國專利第5,776,623號中。陰極材料可藉由蒸發、濺鍍或化學氣體沈積來沈積。當需要時，可藉由許多習知方法來達成圖案化，該等方法包括(但不限於)：通罩沈積、美國專利第5,276,380號及EP 0 732 868中所闡釋之整體陰罩、鐳射切割及選擇性化學氣體沈積。

陰極材料可藉由蒸發、濺鍍或化學氣體沈積來沈積。當需要時，可藉由許多習知方法來達成圖案化，該等方法包括(但不限於)：通罩沈積、美國專利第5,276,380號及EP 0 732 868中所闡釋之整體陰罩、鐳射切割及選擇性化學氣體沈積。

補充容器實施例

現參考圖12A及12B，其展示在一實施例中使用瓶422作為補充容器72之補充設備400之該等組件及之作業，其中

在介面配件54處維持真空密封。一負載瓶422係安裝於一配備有O-環密封423及425之轉接接頭424中。引入該輸送設備之前，補充容器72裝載材料並抽真空。該真空密封係藉由主O-環密封436及一彈簧加載鉸鏈434來維持。可製造若干型式之轉接接頭424以容納不同尺寸及形狀之瓶422或其他用作補充容器72之組件。將轉接接頭424與瓶422一起裝載於一機械波紋筒420，其藉由真空密封固定於一滑動閘閥總成406。當安裝時，波紋筒420係藉由連接至壓力控制配件432之真空幫浦抽真空。降低波紋筒420中壓力以使波紋筒420與補充容器72內部間之壓力相等。當波紋筒420中之壓力等於或小於補充容器72中之壓力時，僅藉由彈簧加載鉸鏈434之彈簧張力即可將蓋子454保持在適當位置。在此壓力下，一真空閘閥448打開以使高真空環境之蒸發材料穿過真空室430。在此一實施例中，可保持進給路徑60之傳送機構(如圖3、4、6A、7及8之實例中所示)及岐管20(例如)之真空位準。在此，對於整個沈積製程而言，維持瓶422中之真空密封很重要。為破壞該密封並將瓶內容物進給至顯示料斗52，真空閘閥448係用作密封408之一部分。如圖12A中所示定位於一開口428之上之真空閘閥448初始係抵靠O-環404或其他密封組件固定，使其移動至右側(在圖12A及12B所示之定向上)以穿過開口428進入瓶422。當真空閘閥448移動離開其適當位置時，瓶422可藉由用機械構件(未圖示)壓縮撓性波紋筒420來降低。

撓性波紋筒420係用於破壞該密封並獲得瓶422之內容

物。當波紋筒420壓扁時，用作補充容器72之瓶422之口被拉入開口428，如圖12B中所示。當壓靠在O-環密封436上之彈簧加載鉸鏈434碰到真空室430中之一障礙物438時，其致動。此動作破壞瓶422之密封，以將材料分配至供料斗52中。

現參照圖13，展示補充設備400之一替代實施例。再一次，密封408使用抵靠成對O-環404固定之滑閥402。利用此佈置，補充容器72在壓力下分配其微粒材料100之供應。一旦密封408被破壞，閥門412致動，此迫使諸如空氣或惰性氣體等之氣體進入補充容器72。

或者，補充容器72初始包含有機材料及一惰性氣體。打開滑閥402之前，閥門412係用於使補充容器72抽真空。因此，一旦滑閥402打開，該材料將穿過開口428使用重力或其他方法(例如機械進給方法)分配。

參考圖14，其展示閥門410之替代構造。在此處，閥門410為具有開孔414之可旋轉圓盤416之形式。展示補充容器72之輪廓用於參考。一些機構可用於當補充容器72處於適當位置時旋轉閥門410至一進給位置。

參考圖15，其展示補充設備400之一替代實施例，其亦利用一壓差用於分配微粒材料100。在此處，閥門412控制用於使一氣囊440膨脹之氣體流動，氣囊440推動微粒材料100穿過開口428。此組合尤其有利的用於在供料斗52中維持一真空位準。

參考圖16，其展示一在補充設備400另一實施例中之旋

轉攪拌器 442。旋轉攪拌器 442 可經致動有助於迫使微粒材料 100 自補充容器 72 離開。

參考圖 17，其展示補充設備 400 之替代實施例，其使用一活塞 444 用於分配來自補充容器 72 之微粒材料 100。圖 18 展示活塞 444 之替代構造。

本發明已具體參照其某些較佳實施例(即有機微粒材料至一蒸發區之運送)進行詳細闡述。然而，應瞭解，本發明適用於更寬範圍之微粒材料，包括有機及其他類型之微粒材料。術語"微粒材料"可包括寬範圍微粒形式之物質，其包括(但不限於)晶體、奈米管、粉末、針狀、片狀及其他可歸為(例如)不連續形式之固體材料。而且，該等微粒材料可以含一定量作為該組份材料之載體之惰性材料的混合物來提供。惰性載體可包括其他類型之固體材料以及膏狀物及液體、尤其具有較高黏度之液體材料。所選任何惰性材料必須與該蒸發方法相容，以便在蒸發組份微粒材料之前或期間適當排出該惰性載體。舉例而言，該惰性載體可選擇具有較合意的微粒組份材料為高之蒸發溫度之材料。僅作為一實例，有機微粒材料 100 (圖 3) 可係一包含沙子及欲蒸發微粒組份材料之混合物。此一惰性載體連同適宜混合技術之使用允許計量極少量組份微粒材料(例如一有機微粒材料)用於蒸發。

應瞭解，在本發明之精神及範圍內可進行各種改變及修改。舉例而言，可容易地理解，在介面配件 54 處有若干用於補充容器 72 之不同類型的密封。圖 12A 至 18 中所述各種

佈置僅係介面配件54處可使用密封及配件之寬範圍解決方案的一些實施例。補充容器72可將其微粒材料100儲存在真空中、或惰性氣體或氣體適宜氣體介質中。本發明方法及設備允許以一極純淨形式製備並儲存微粒材料100且具有極低濕氣含量，藉此消除蒸發前該材料烘烤預熱或其他預處理之需要。本發明亦允許將若干組份材料包裝在一起作為微粒材料100，藉此簡化期望同時沈積若干材料之沈積製程儀器之設計。

有若干方法用以偵測補充容器72中微粒材料100是否消耗盡。各種類型之光學感測器或感測重量、電導率或其他材料特性之裝置皆可用作感測器450 (圖3)。

本發明之優點在於其能夠設計一可更換補充容器72。此可提供成本優點並減少浪費。補充容器72之體積超過供料斗52之體積，因此提供一用於供應之有效機構以支持一連續沈積製程。

因此，本發明所提供者係一種使用一可更換補充容器物理蒸氣沈積微粒材料之方法極設備。

【圖式簡單說明】

圖1係一先前技術蒸發裝置之剖面圖；

圖2係本發明設備用於蒸發有機微粒材料並使其在一表面上冷凝形成一層之一實施例的三維視圖；

圖3係根據本發明以上用於進給微粒材料之設備一部分的一實施例剖面圖，其包括用於本發明一攪拌裝置之實施例；

圖 14 係一替代實施例中一替代可旋轉閥門機構之俯視圖；

圖 15 係使用一壓差進給材料之補充容器的剖面側視圖；

圖 16 係另一實施例中具有一攪拌器機構之補充容器的剖面側視圖；

圖 17 係使用一活塞機構進給材料之補充容器的剖面側視圖；且

圖 18 係一使用替代類型之活塞進給材料之補充容器的剖面側視圖。

【主要元件符號說明】

5	蒸發裝置
6	來源
7	來源
8	來源
9	蒸氣羽流
10	蒸發設備
15	基板
20	岐管
30	開孔
32	沈積設備
40	進給設備
50	進給容器
52	供料斗
54	介面配件

60	進給路徑
72	補充容器
80	螺旋式結構
85	螺旋推運器螺杆
85a	螺旋推運器螺杆
85b	螺旋推運器螺杆
85c	螺旋推運器螺杆
90	馬達
95	螺旋式結構
100	微粒材料
105	螺旋式結構
110	篩
115	螺旋螺紋
120	篩
125	中心部分
130	壓電結構
135	無螺紋部分
140	壓電結構
150	壓電結構
155	壓電結構
170	加熱元件
180	基座
190	底部部分
210	旋轉螺紋型裝置

220	齒輪驅動器
230	開口
240	馬達
250	第三容器
260	第一進給路徑
265	第二進給路徑
270	真空暴露口
275	負載鎖定裝置
280	沈積室
285	OLED基板
295	輸送設備
300	真空來源
310	OLED裝置
320	基板
330	陽極
335	電洞注入層
340	電洞傳輸層
350	發光層
355	電子傳輸層
360	電子注入層
370	有機層
390	陰極
400	補充設備
402	滑閥

404	O-環
406	閥總成
408	密封
410	閥門
412	閥門
414	開孔
416	圓盤
420	波紋筒
422	瓶
423, 425	密封
424	轉接接頭
428	開口
430	真空室
432	壓力控制配件
434	鉸鏈
436	密封
438	障礙物
440	氣囊
442	攪拌器
444	活塞
448	閥門
450	感測器
454	蓋子

五、中文發明摘要：

本發明係關於一種用於蒸發微粒材料並使其沈積於一表面上以形成一層之方法，其包括在一補充容器中設置微粒材料之供應，該補充容器具有一密封的介面配件；將該補充容器安裝至一供料斗以界定至少一進給開口、並破壞該介面配件處之密封；將微粒材料自該補充容器輸送至該供料斗；並使該微粒材料穿過該進給開口沿一進給路徑輸送至一蒸發區，於此使該微粒材料至少一構成部分蒸發並將其運送至該表面以形成該層。

六、英文發明摘要：

十一、圖式：

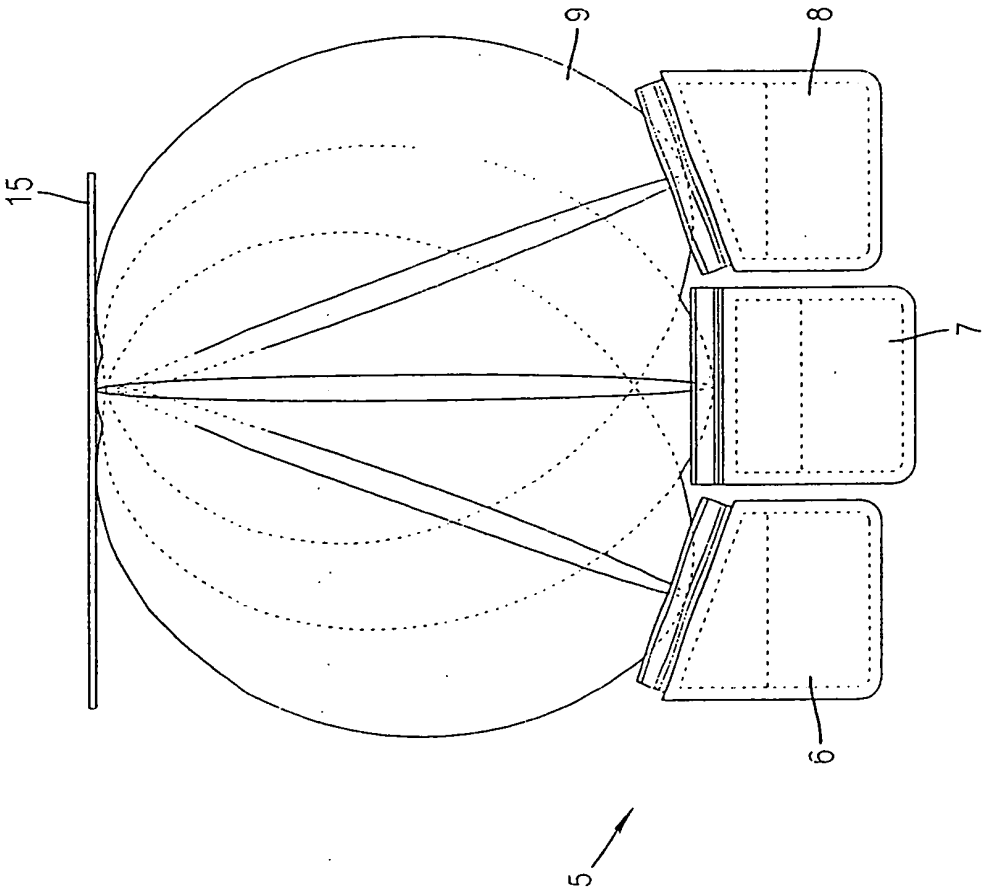


圖 1
(先前技術)

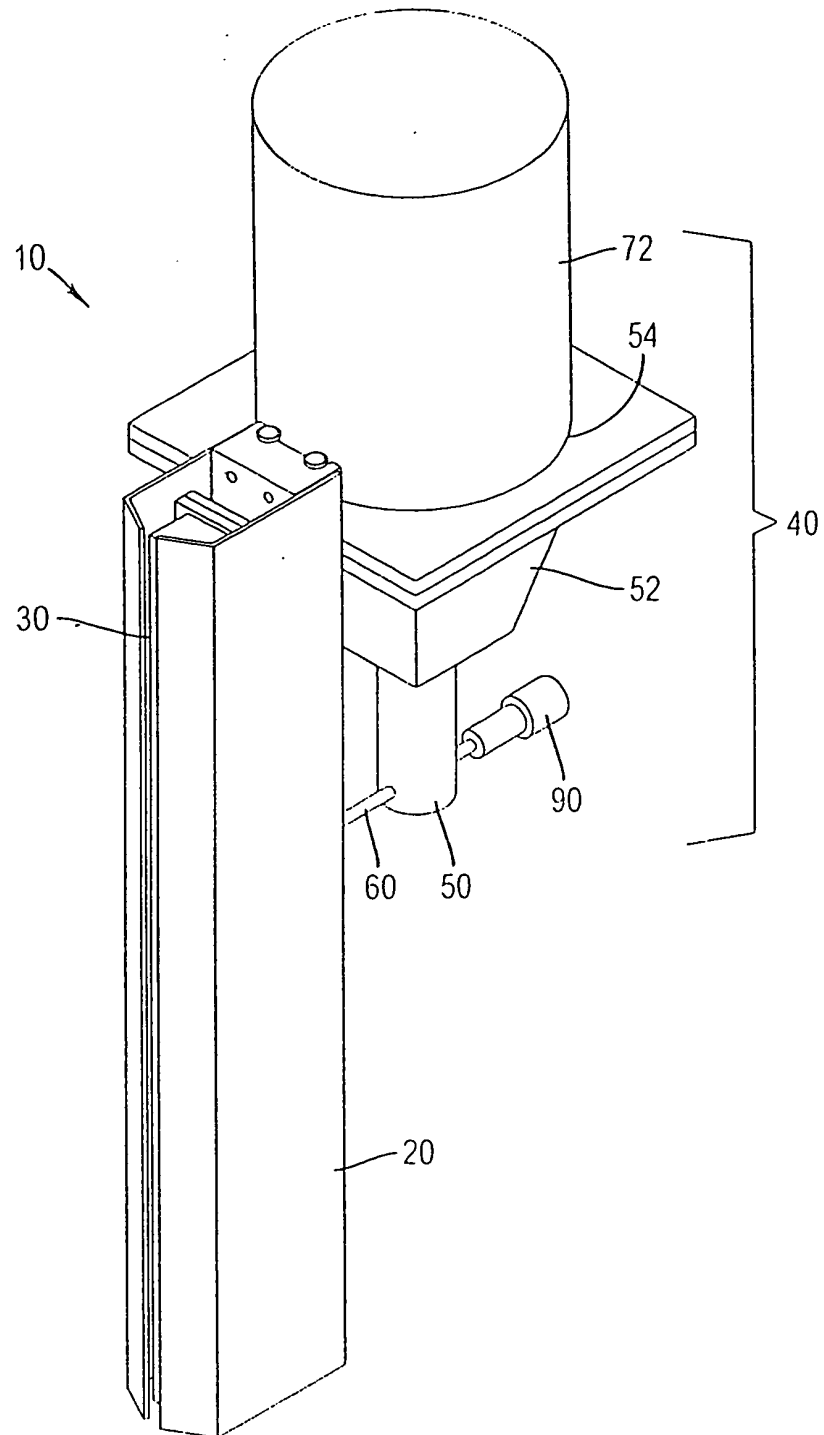


圖 2

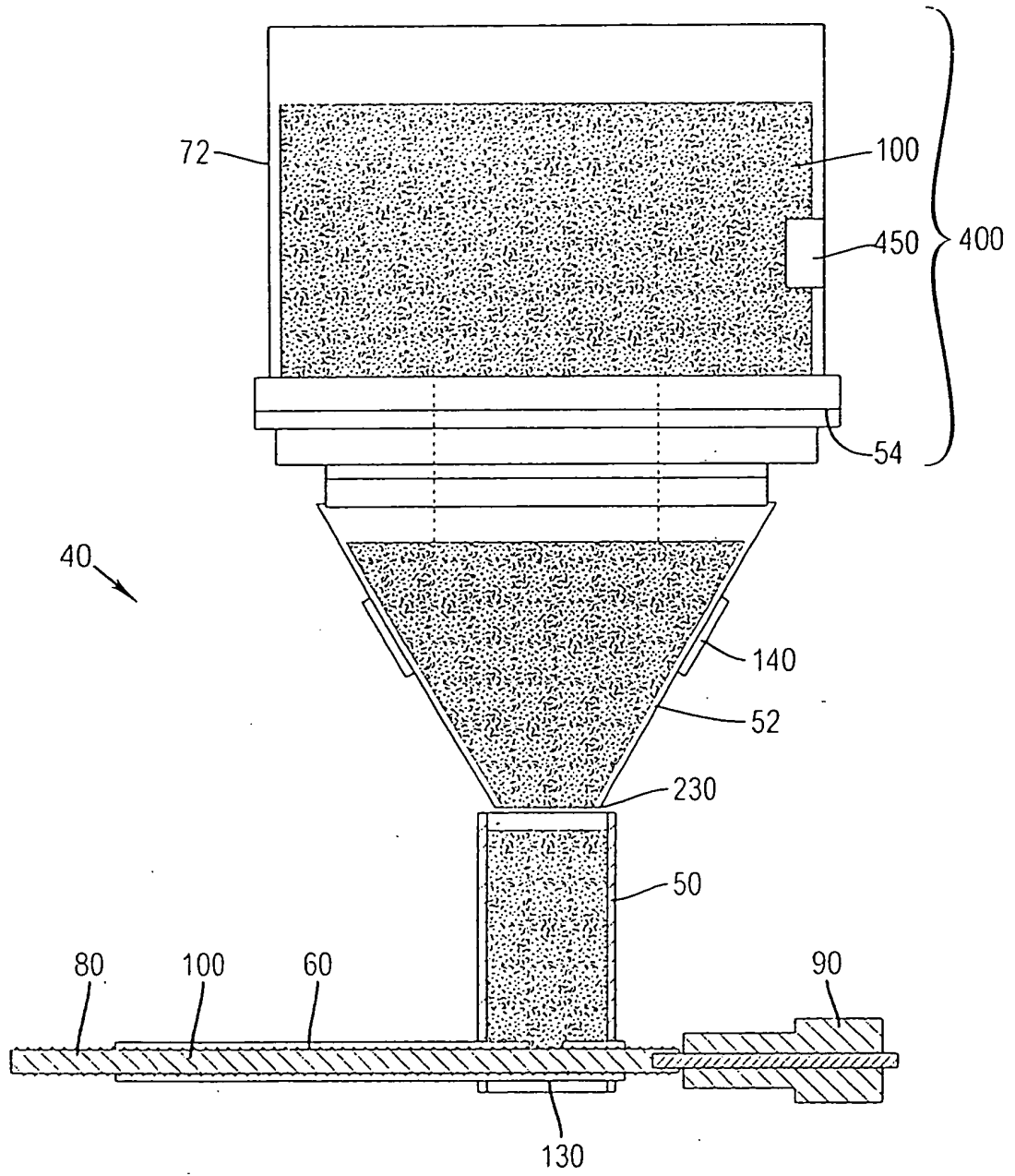


圖 3

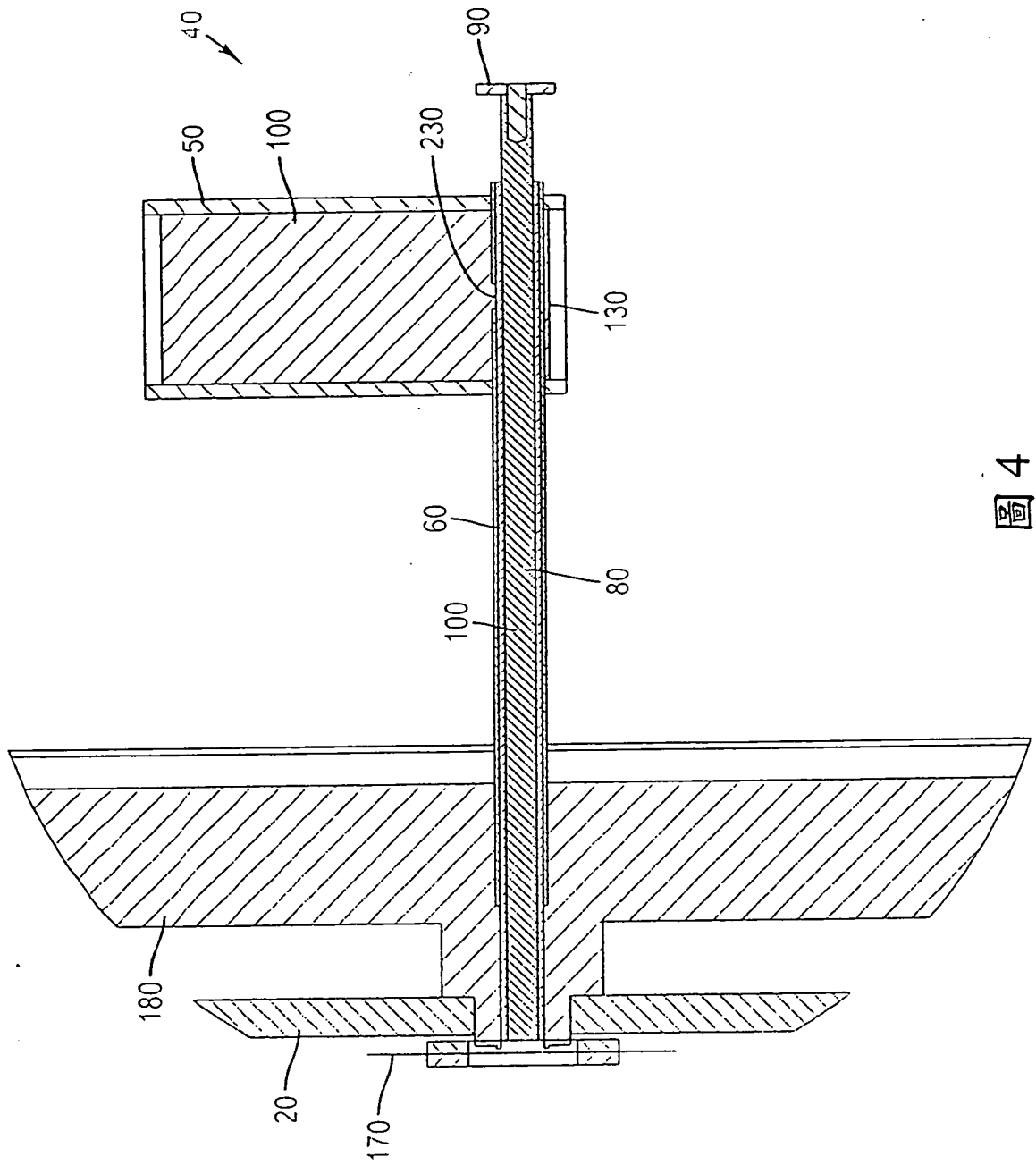


圖 4

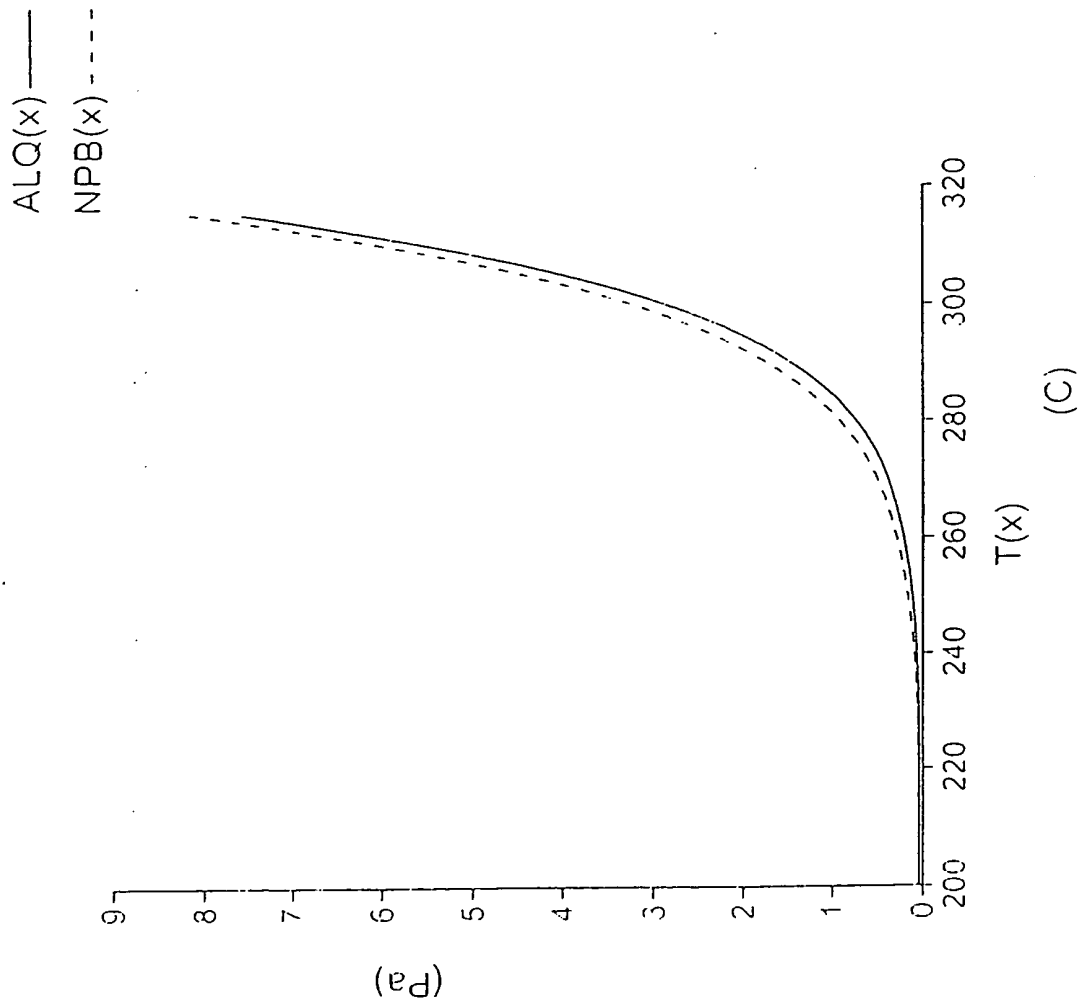


圖 5

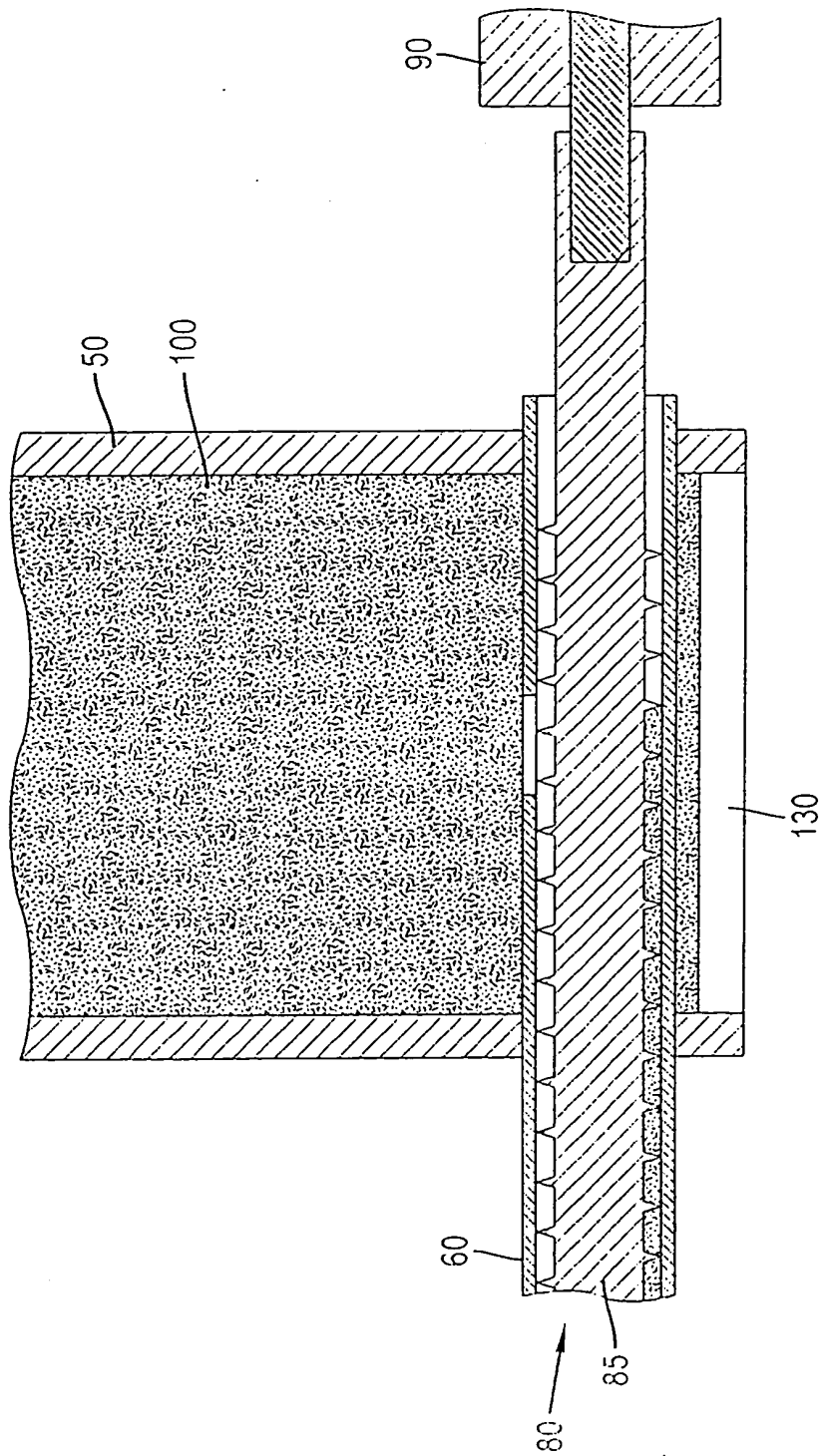


圖 6 A

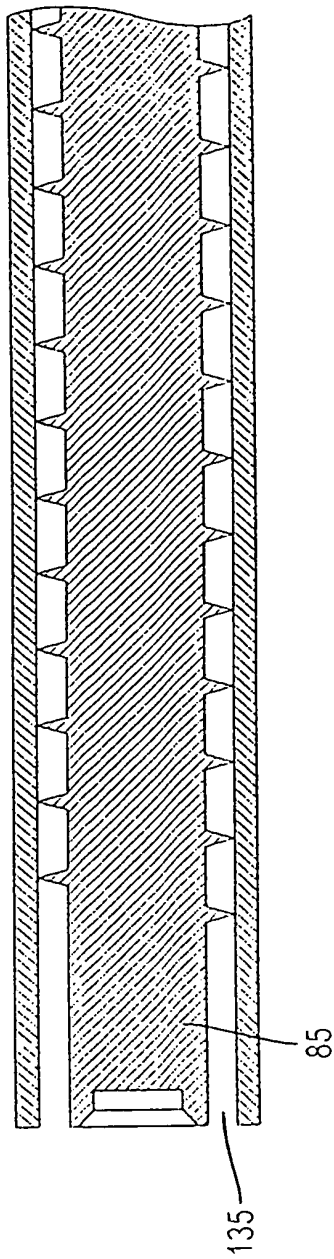


圖 6B

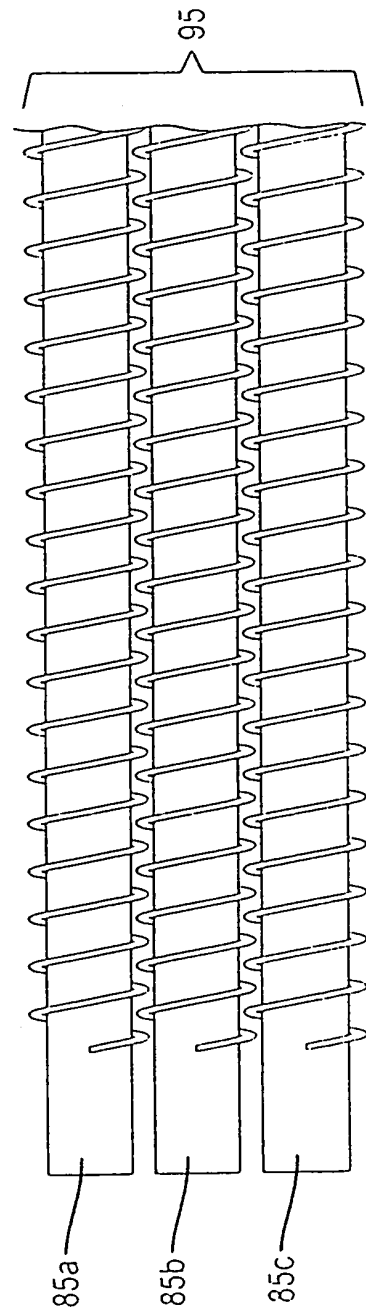


圖 6C

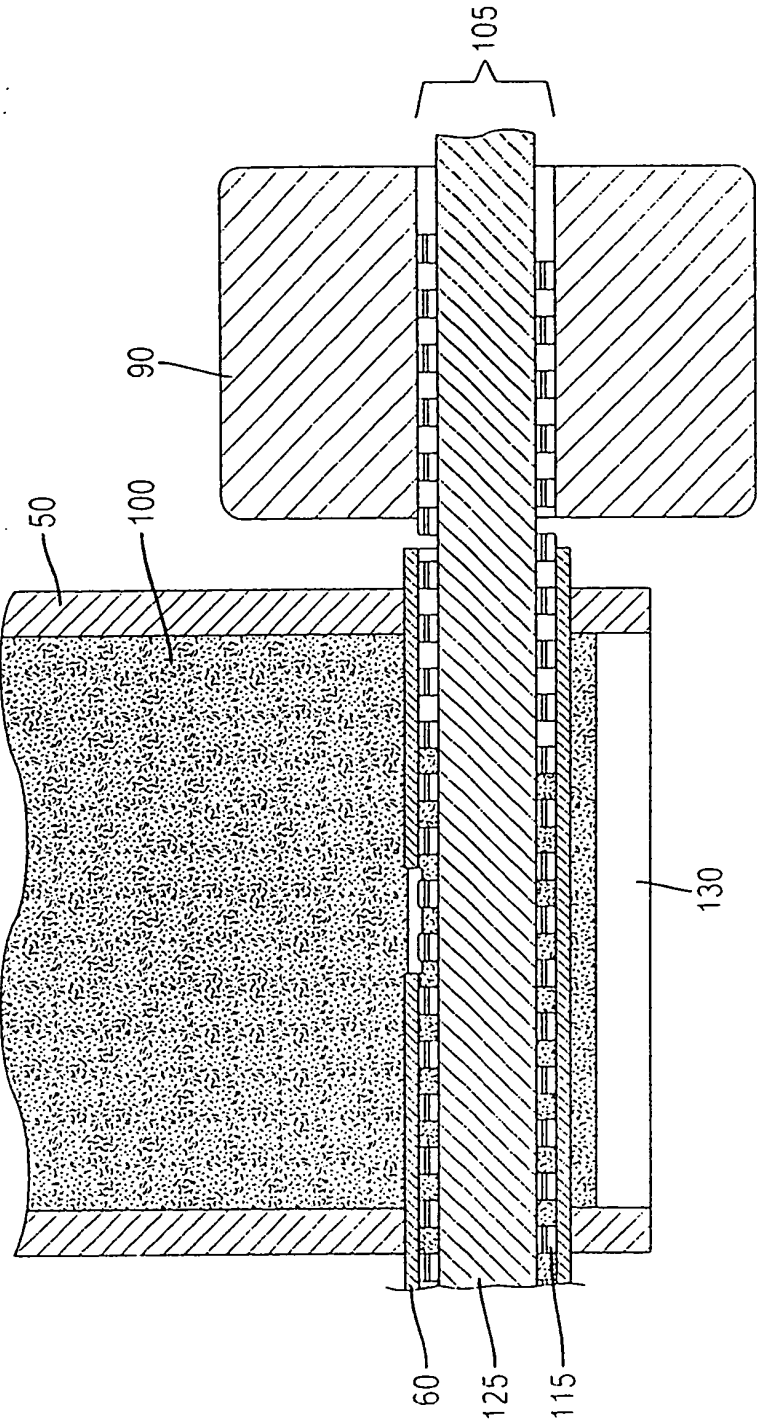


圖 6D

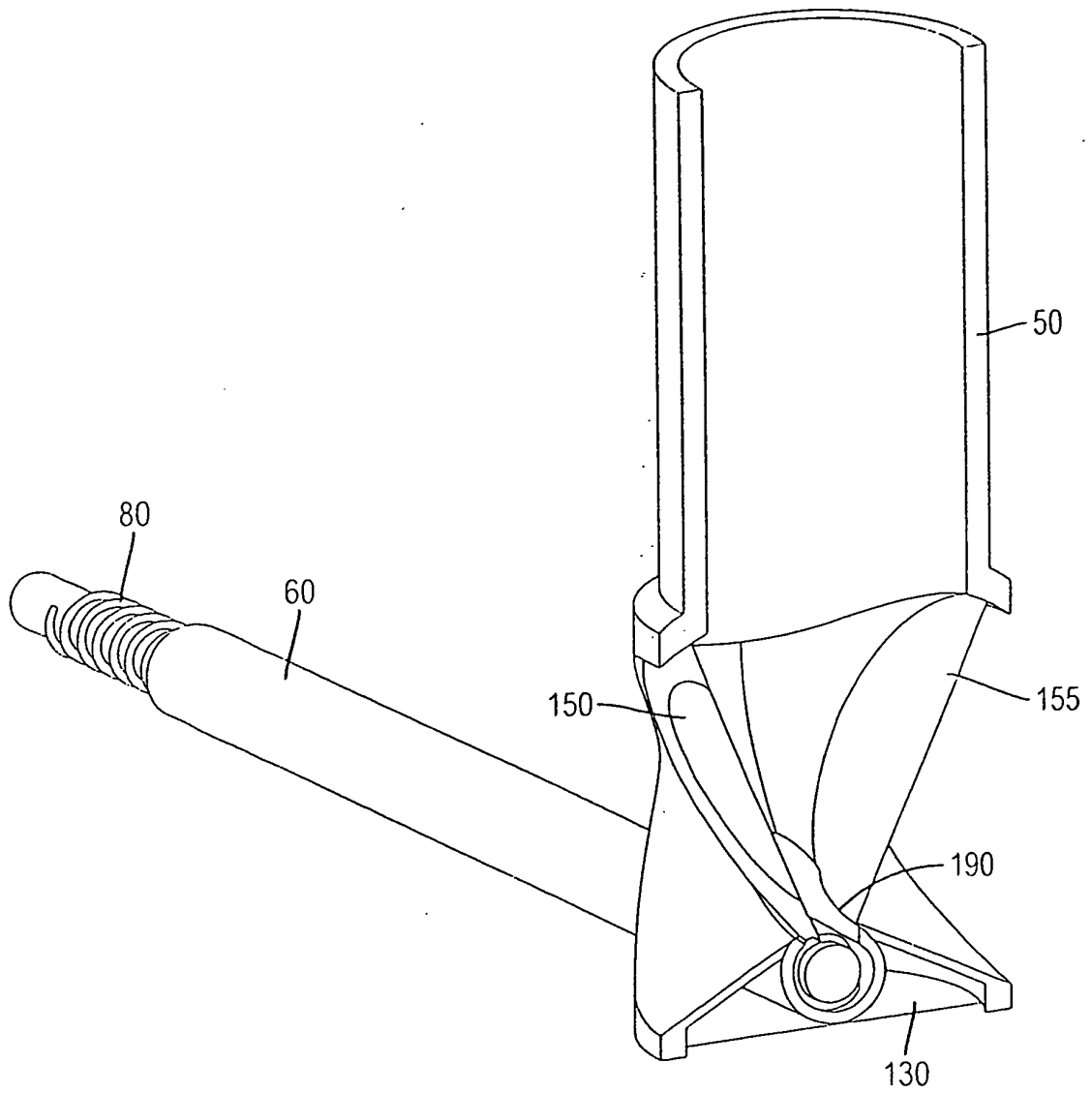
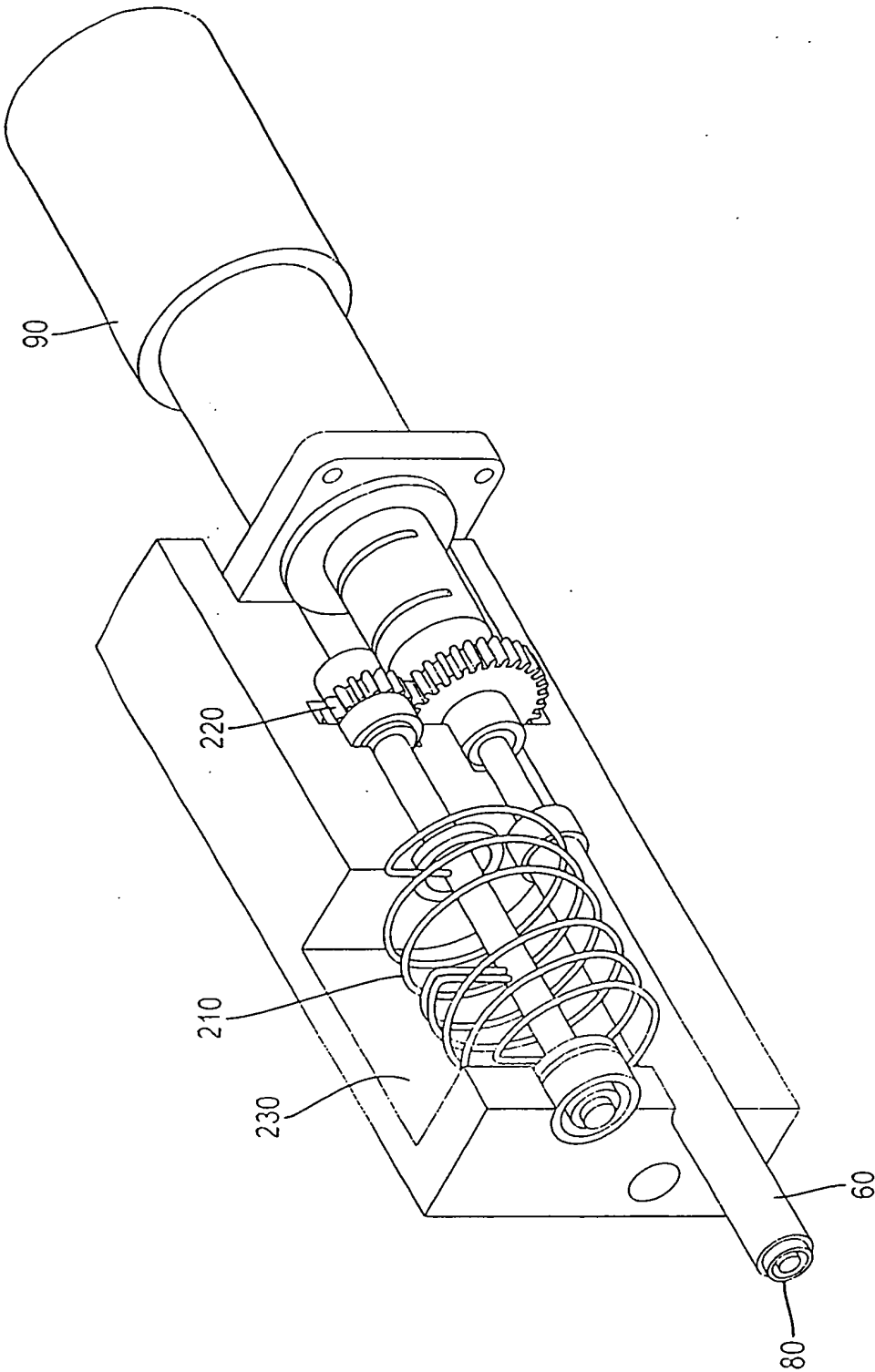


圖 7



8
圖

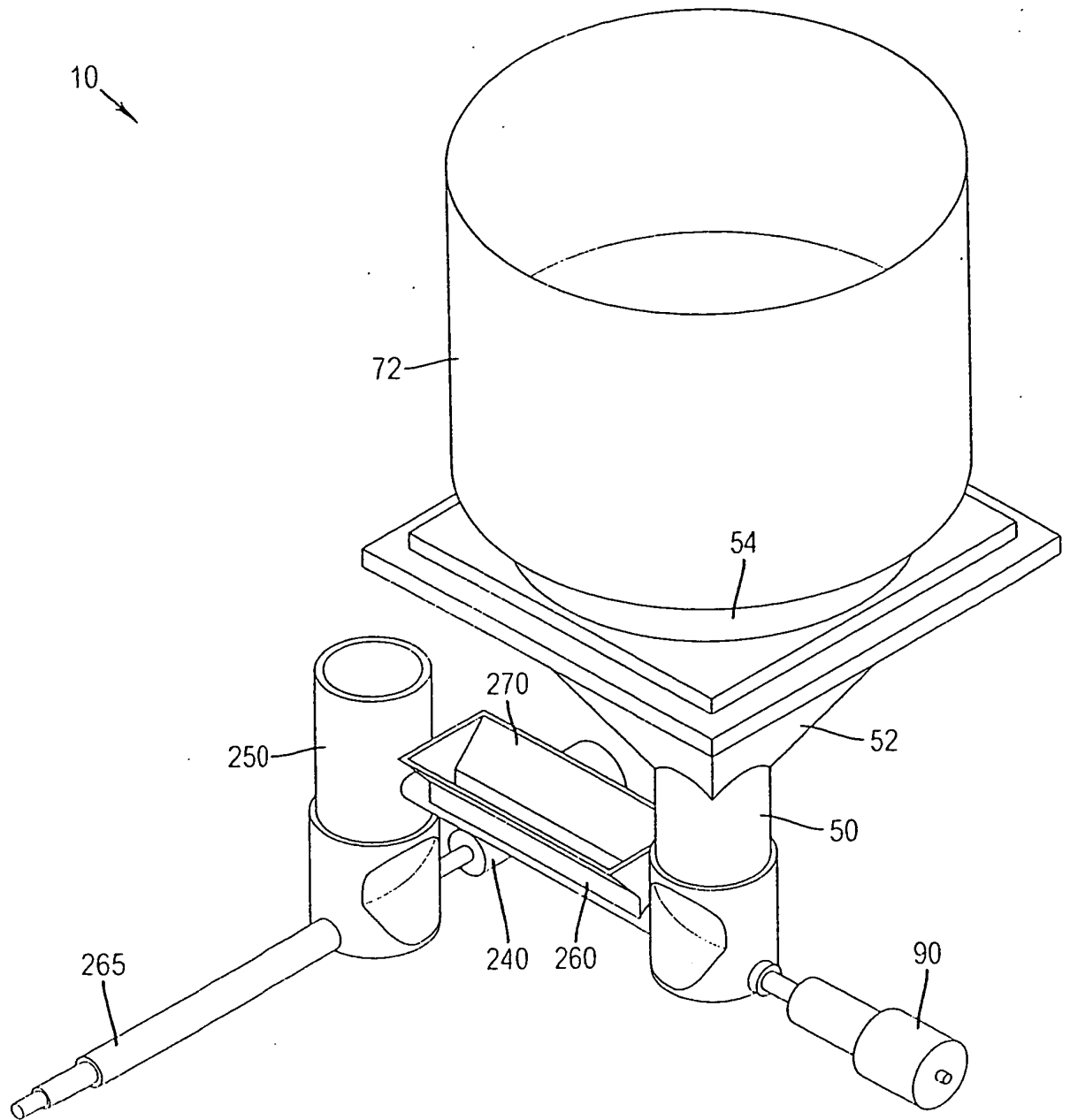


圖 9

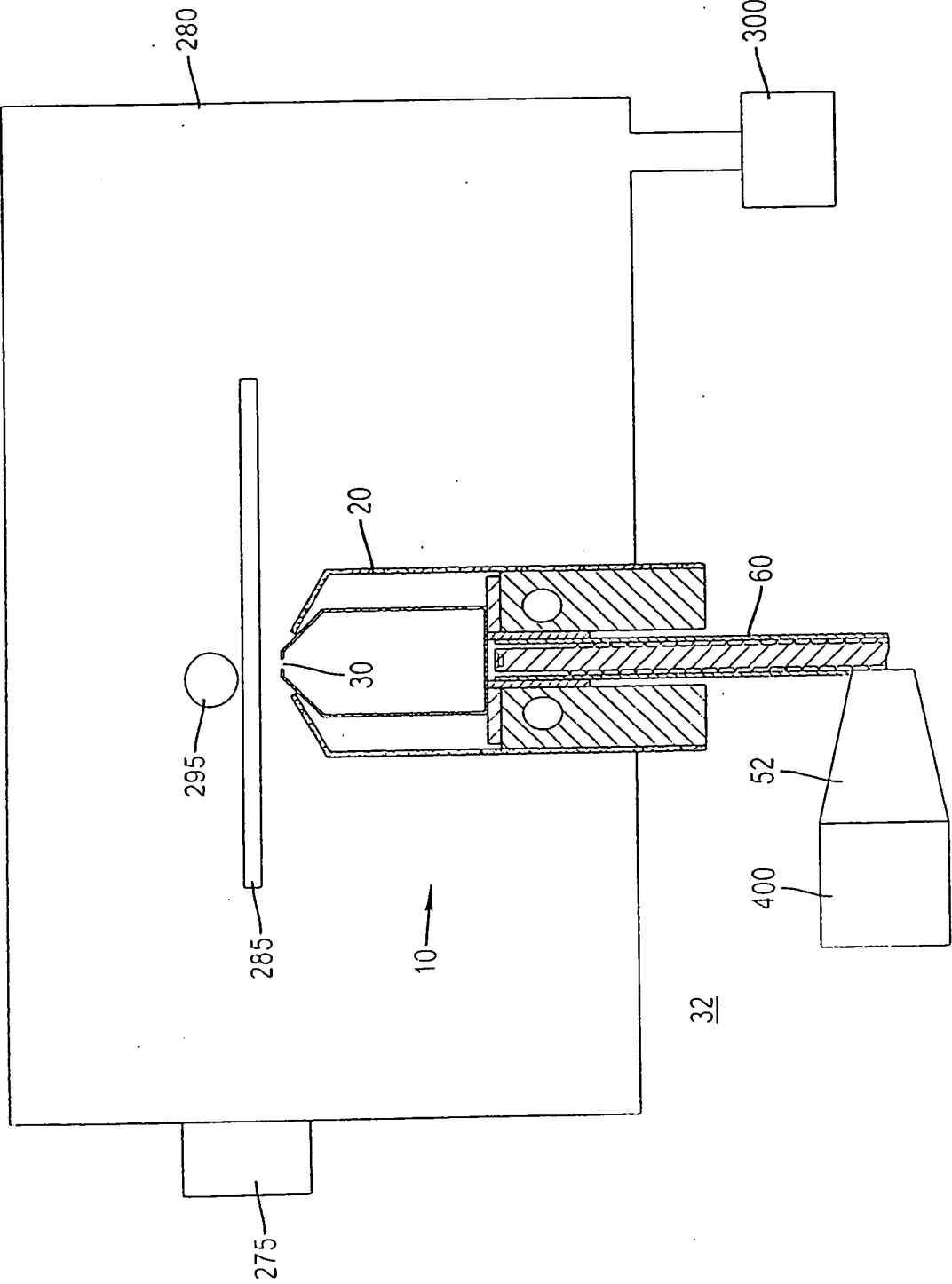


圖 10

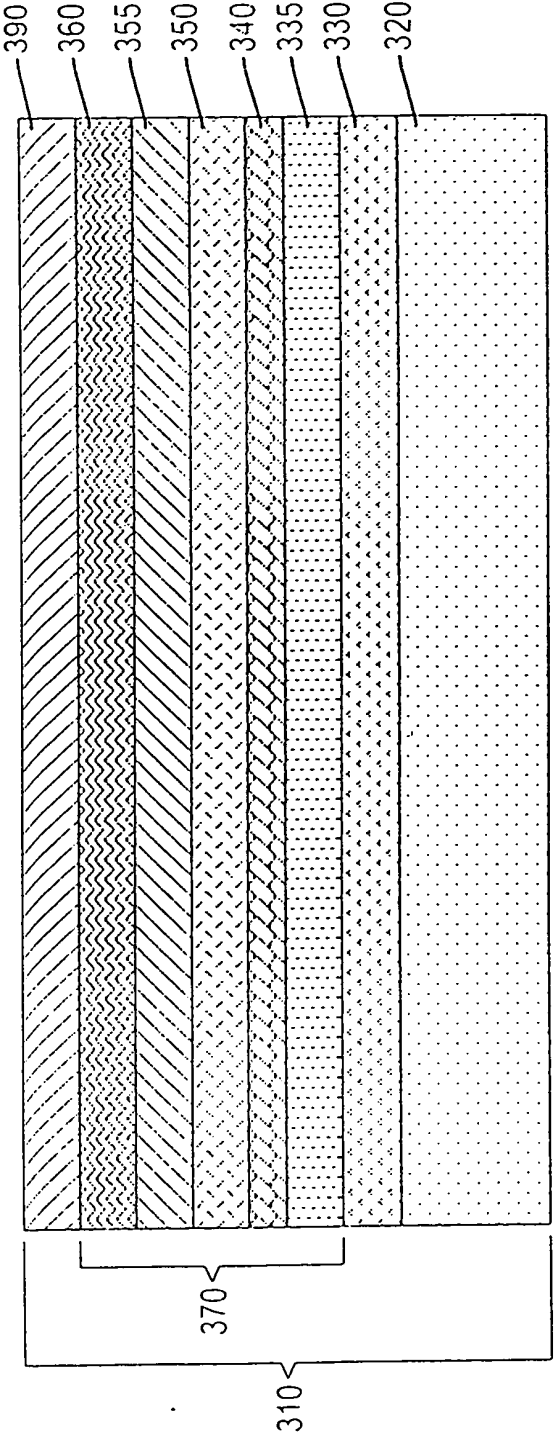
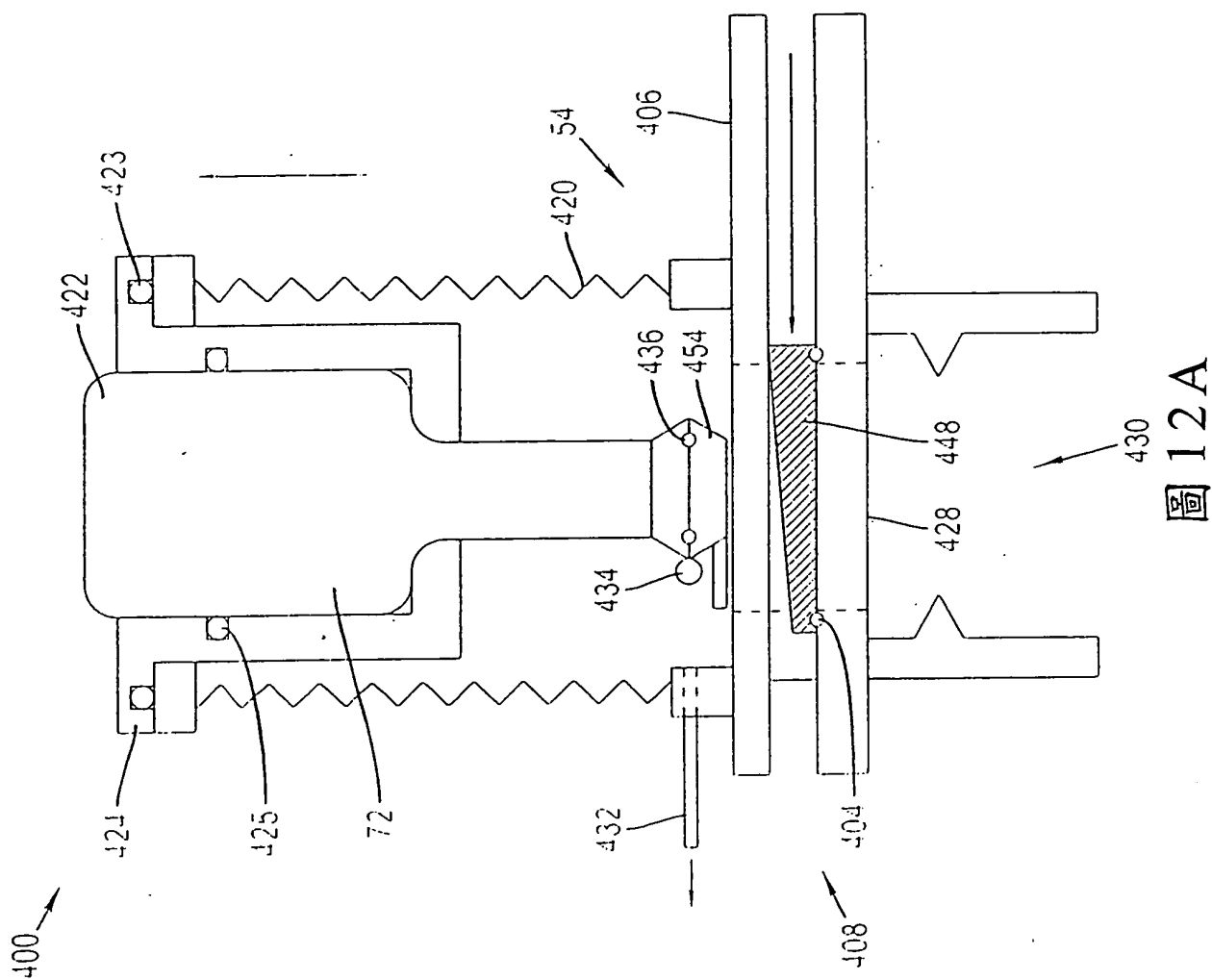


圖 11



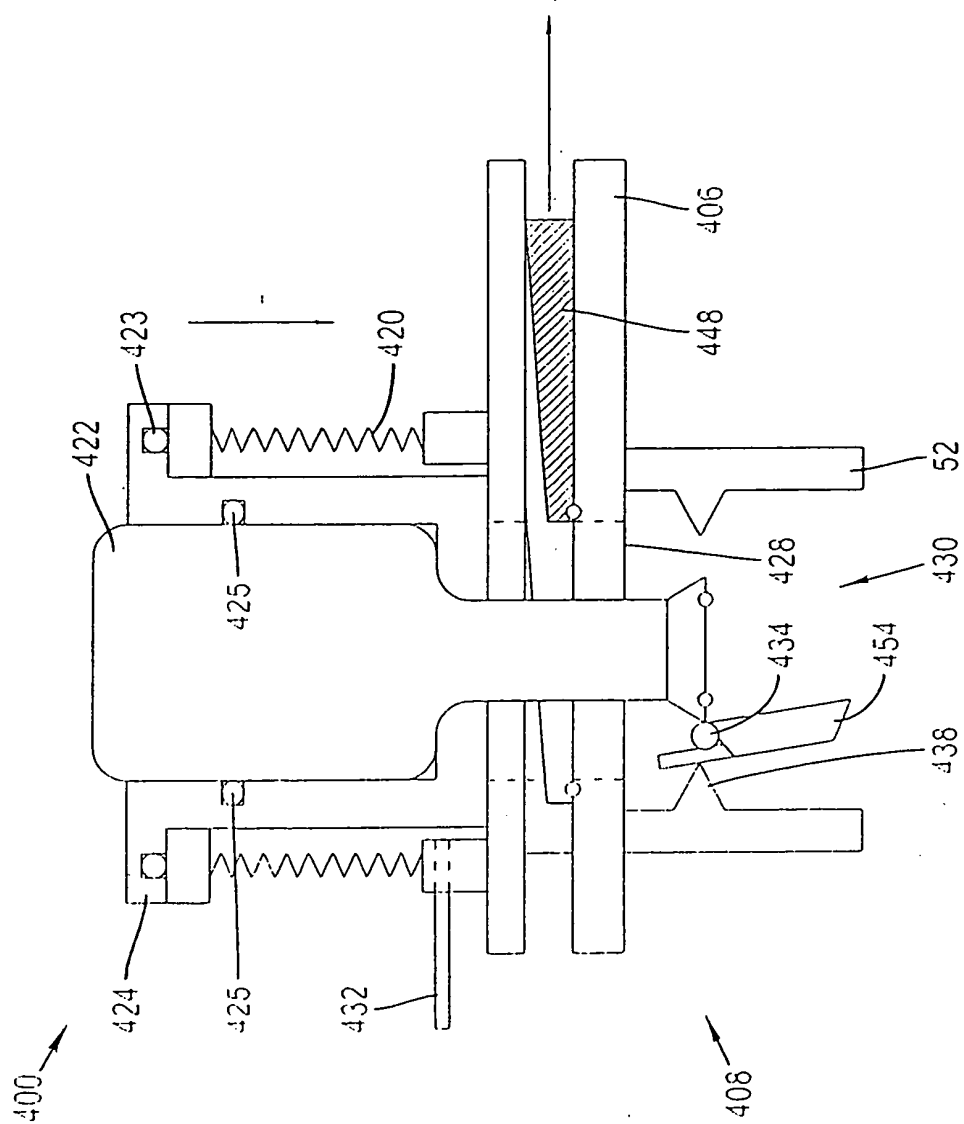
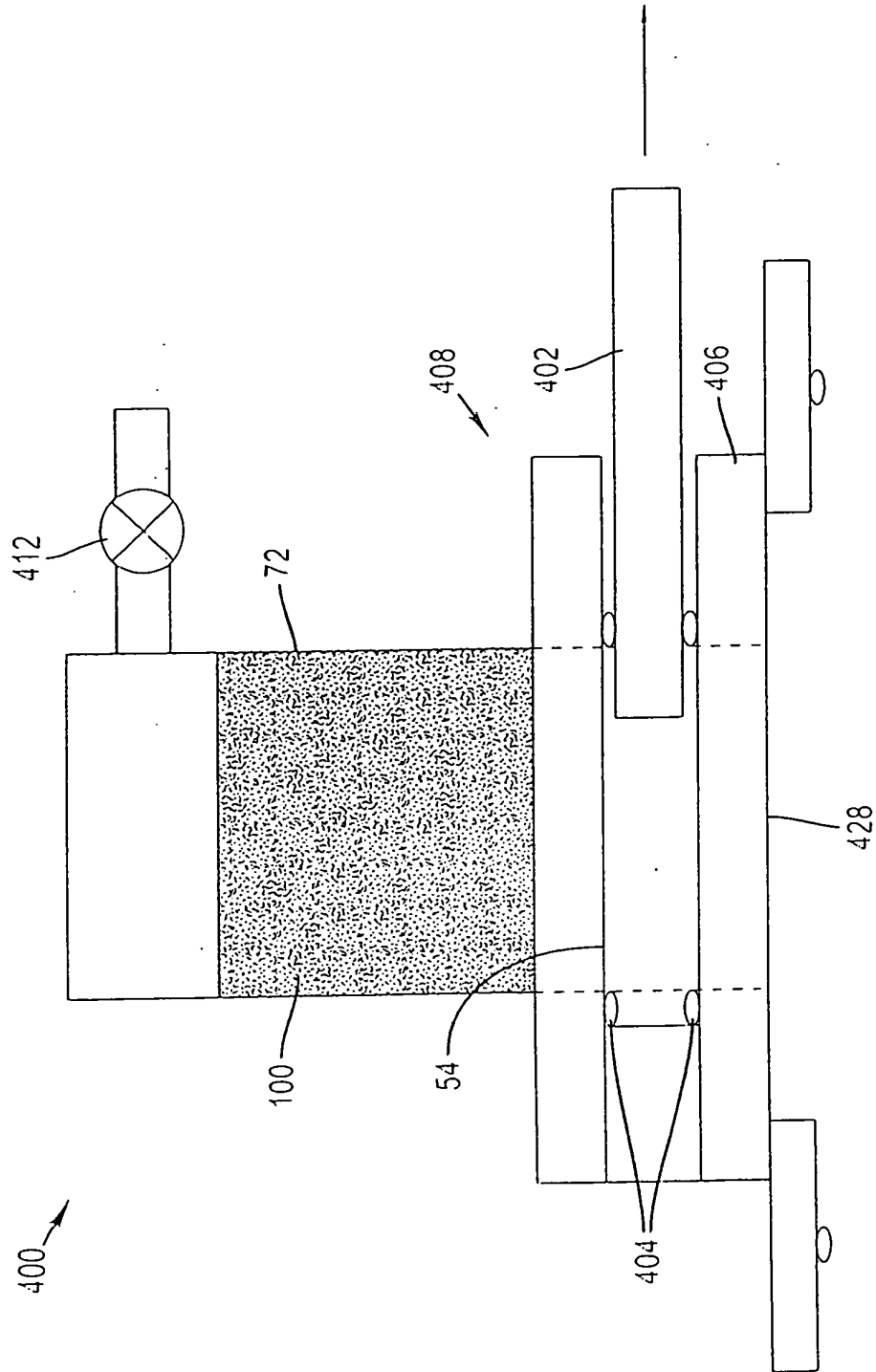


圖 12B



13

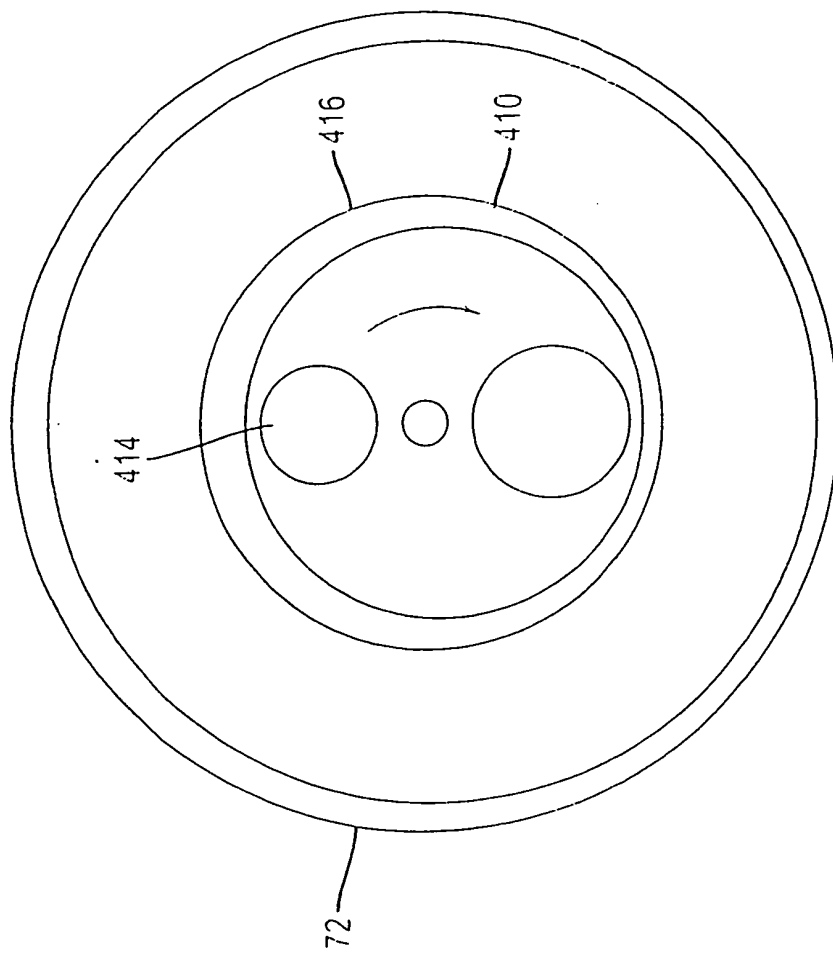


圖 14

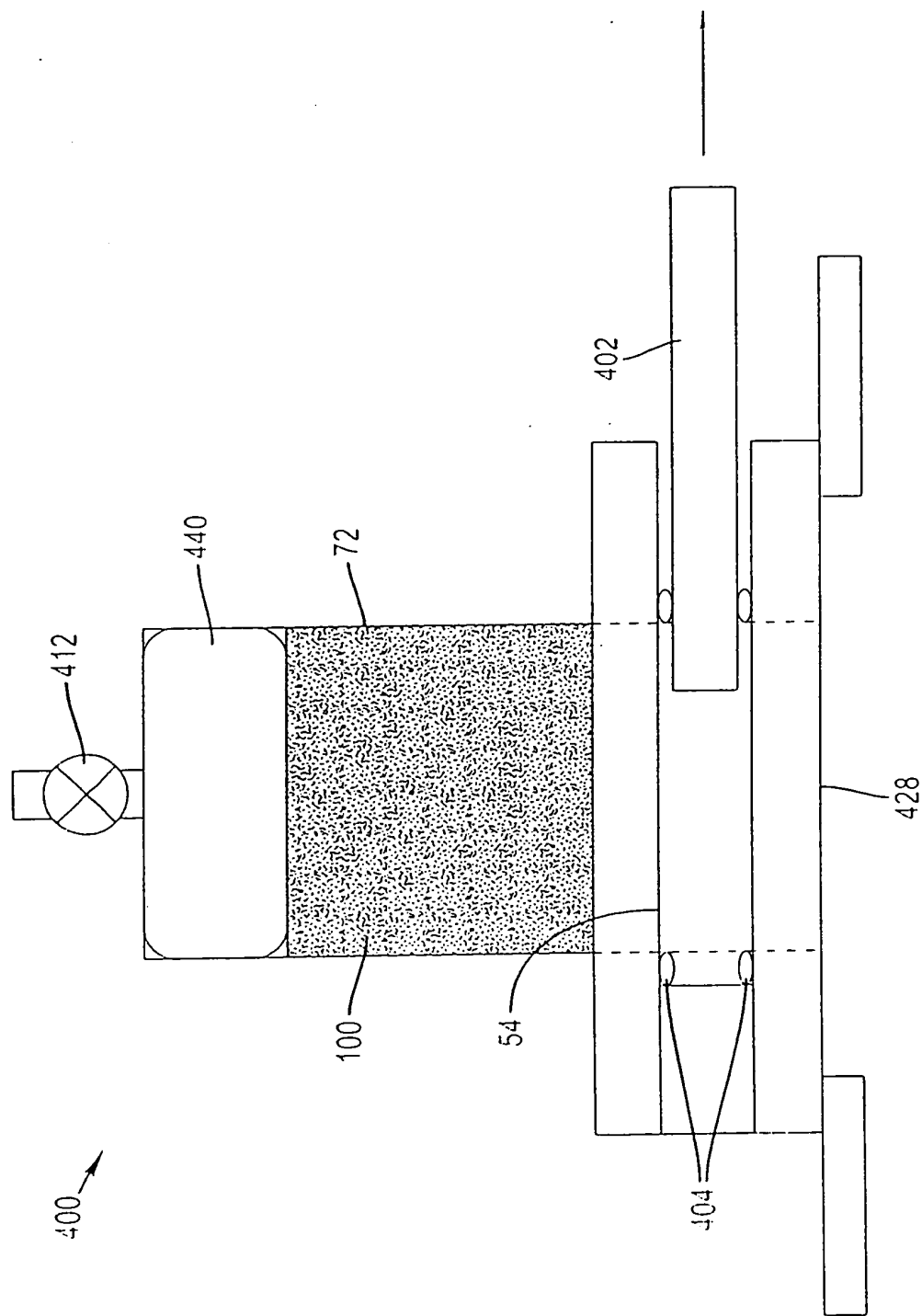


圖 15

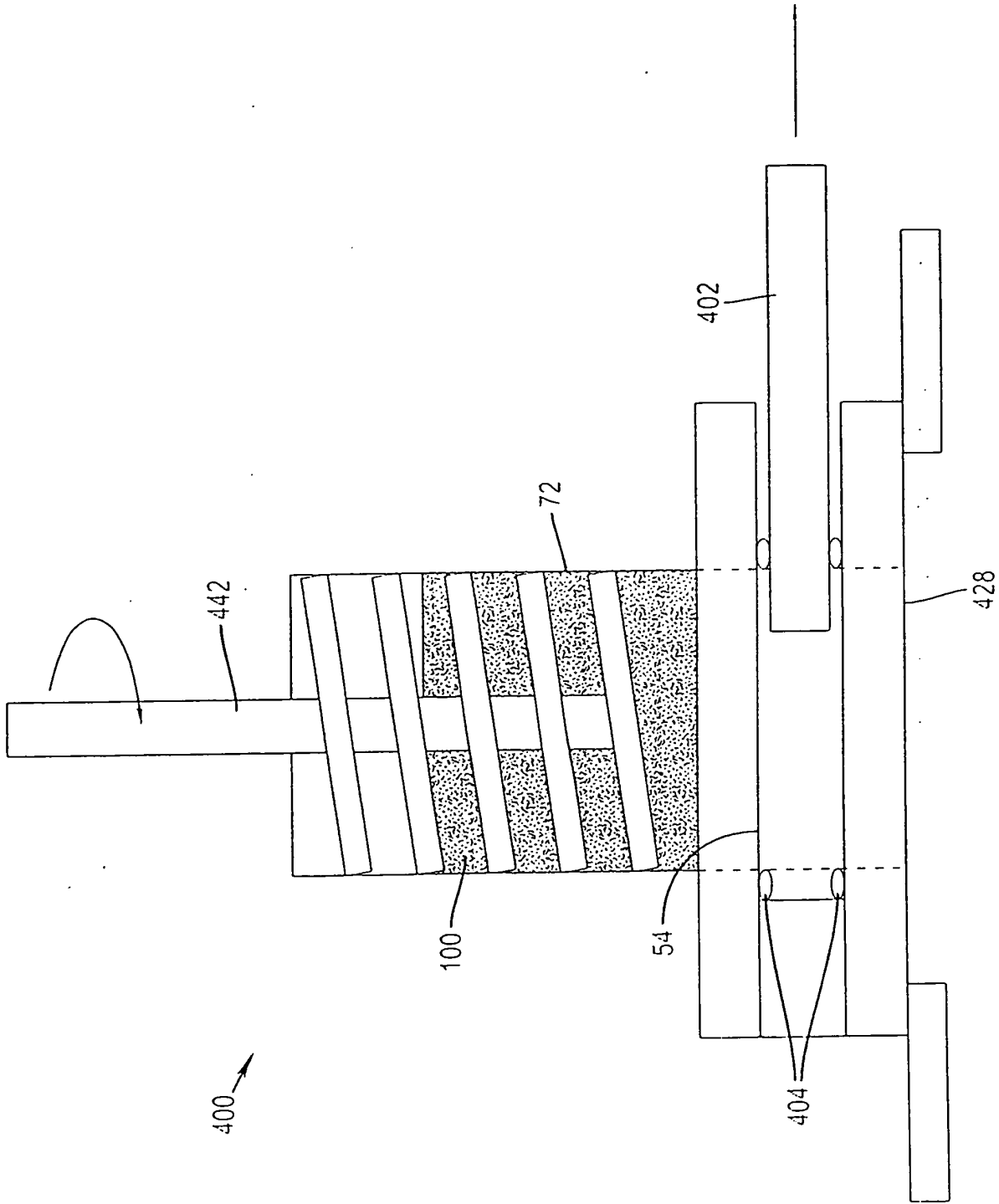


圖 16

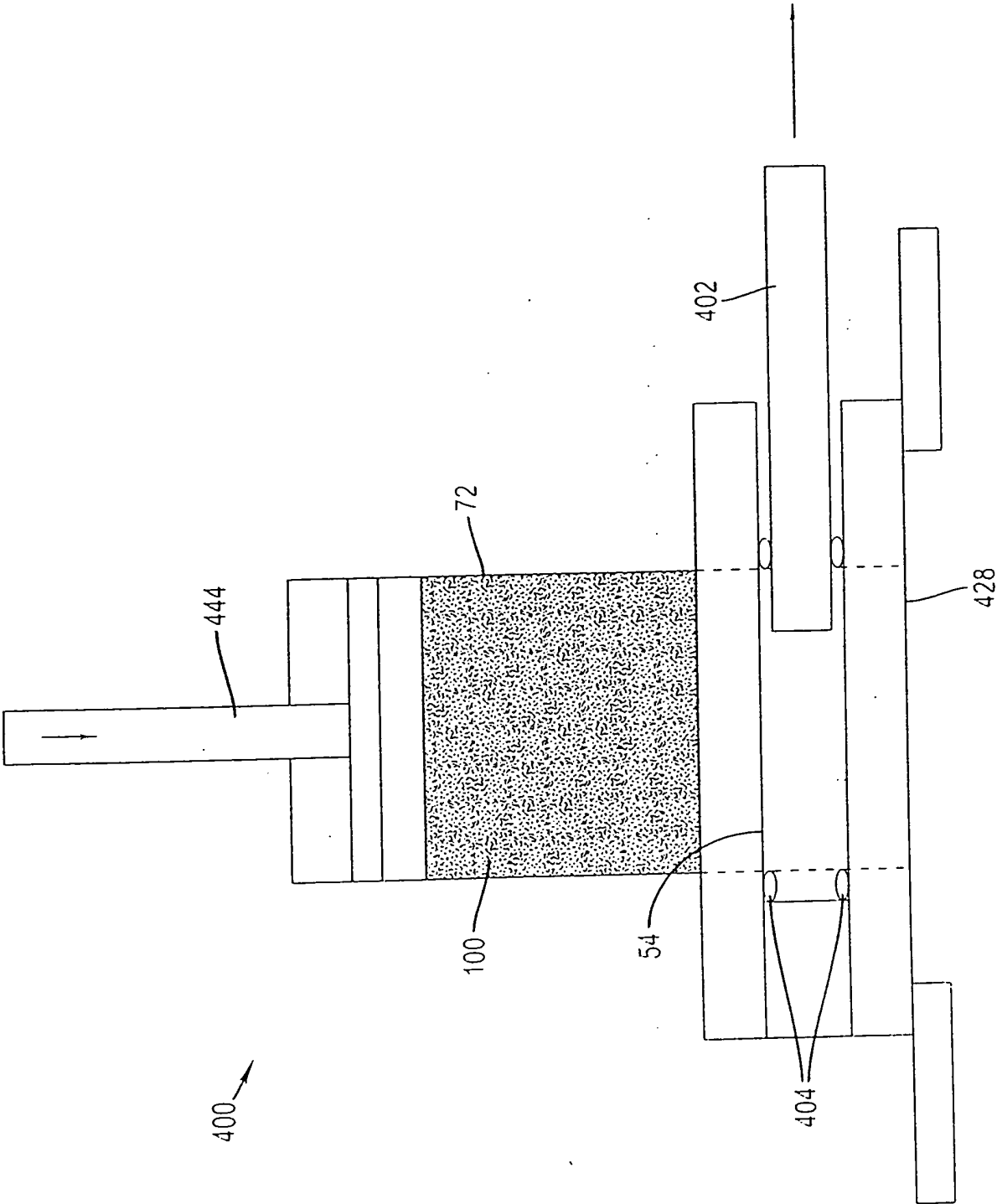


圖 17

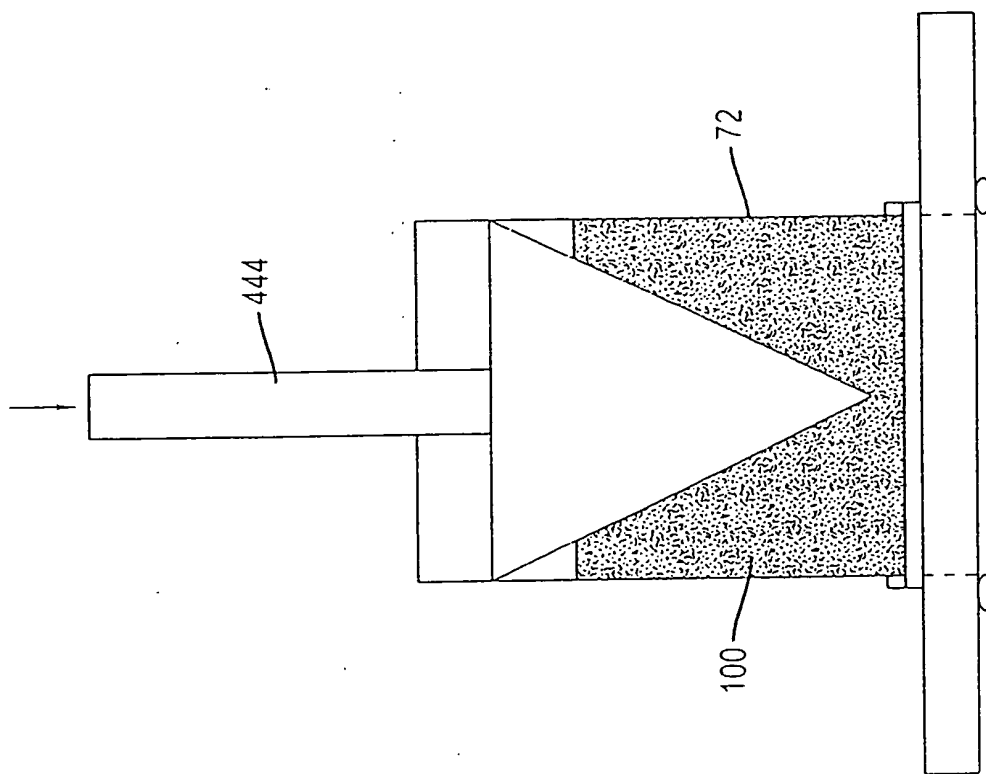


圖 18

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(3)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

40	進給設備
50	進給容器
52	供料斗
54	介面配件
60	進給路徑
72	補充容器
80	螺旋式結構
90	馬達
100	微粒材料
130	壓電結構
140	壓電結構
230	開口
400	補充設備
450	感測器

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)

發明專利說明書

公告本

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：95141450

※ 申請日期：95-11-09

※IPC 分類：H01L 51/56 (2006.01)

H05B 33/00 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

使用密封補充容器之沉積方法

DEPOSITION METHOD USING SEALED REPLENISHMENT
CONTAINER

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

全球OLED科技公司

Global OLED Technology LLC

代表人：(中文/英文)

金周燮

Joo Sup KIM

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國德拉瓦州威明頓市橘街1209號

1209, Orange Street, Wilmington, Delaware 19801, USA

國 籍：(中文/英文)

美國 U.S.A.

2之歧管20可經定向向下以便塗佈一放置於其下之基板。此係使用先前技術之加熱舟未發現之一優點。

現轉向圖6A，其展示一用於本發明螺旋式結構80之一實施例的剖面圖。螺旋式結構80包括一藉由馬達90轉動之螺旋推運器螺杆85。該螺杆螺旋線之螺紋間之距離及螺紋高度係經選擇以足夠大使粉末狀有機微粒材料100不會擠入該螺旋線中並與其一起旋轉，而是停留在一水平定向螺旋推運器管之底部並藉助螺旋推運器螺杆85與該螺旋推運器管之間之相對運動來線性運輸。舉例而言，已發現一具有2.5毫米螺距之螺紋導程及0.8毫米螺紋高度之螺旋推運器螺杆85係在水平定向上運輸及壓實粉末狀有機微粒材料100之有效組合。

已發現，螺旋推運器尺寸對維持一均勻流速具有影響。類似於以上針對開口230之尺寸所提及之橋接效應，適當螺旋推運器大小及螺杆螺紋螺距係根據經驗計及有機微粒材料100之特定組合物之最差條件來進行最佳確定。

亦已發現，螺旋推運器螺杆螺紋之角度可經最優化以促使有機微粒材料100沿進給路徑60自由流動。儘管最佳螺杆螺紋角可端視粉末狀有機微粒材料100之特定組份材料而稍微改變，但已確定相對於螺旋式結構80之旋轉軸介於不小於約4度至不超過約15度間之螺杆螺紋角針對大多數通常所沈積有機材料100之類型提供最佳流動條件。

已發現各種材料及該螺旋推運器軸之表面處理有助於螺旋推運器作業、允許經增加之進給速率。儘管不銹鋼可提

供可接受之性能，但可藉由表面處理(例如電拋光)或藉由塗層(例如一氮化鈦塗層)來獲得附加優點。

儘管恆定速率之連續螺旋推運器旋轉可提供一可接受之性能水平，但可藉由使該螺旋推運器以脈動方式運作從而以重複增量方式提供螺旋推運器軸旋轉獲得額外優點。一脈動動作藉由降低該螺旋推運器螺桿與該微粒材料間之有效摩擦係數來降低粉末狀有機微粒材料100與該螺旋推運器螺桿一起旋轉之傾向。藉此改良螺旋式結構80之粉末進給效率。舉例而言，當在一時間間隔內改變該進給速率有用時脈動行為亦係有利的。

在該水平定向上，有機微粒材料100沿螺旋推運器螺桿85之底部以翻滾及分散形式前進。在螺旋推運器螺桿85之末端，可產生1 Mpa之粉末壓力使有機微粒材料100之體積密度增加至其作為一汽封之程度，以防止該歧管中壓力大於周圍真空位準之經蒸發材料沿該螺旋推運器螺桿流回至其在第一容器50處之來源。如圖6B中所示，螺旋推運器螺桿85之末端係經構造以便具有一在一小長度上具有恆定圓形截面之無螺紋部分135以強迫經壓實粉末狀有機微粒材料100形成一狹窄環形或管狀形狀。此狹窄環形實質上改良總體有機微粒材料100在溫度受控螺旋推運器螺桿85與溫度受控進給路徑60間之熱接觸及溫度均勻性。此構造另外確保有機微粒材料100在一給定橫截面(相對於一圓形截面)處良好之溫度均勻性且實質上增加有機微粒材料100在螺旋式結構80與加熱元件170間可達成之溫度梯度。粉末

狀有機微粒材料100以管狀自該螺旋式結構擠出且經充分壓實以便當其離開該螺旋推運器管之支承件後維持該管狀擠出形式至少數毫米。此實心形式防止由有機材料蒸發產生之加壓蒸氣、防止流回至螺旋式結構80且能夠使粉末狀有機微粒材料100橋接該溫度受控螺旋式結構之末端與該加熱元件間之短間隙。

具有此環狀構造(其中該加熱元件距螺旋式結構80之底部130微米)之粉末分配系統之熱模型表明：當加熱元件170與螺旋式結構80末端間之溫差為 270°C 時，跨越二者之有機微粒材料100可達成 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{微米}$ 之平均軸向熱梯度。因此，通過壓實粉末狀有機微粒材料100之最初200微米後會有 100°C 溫降。此梯度防止自混合組份有機材料之總體積中正常濾除更具揮發性成份且使一單一來源能夠用以共沈積若干組份有機材料。此大梯度進一步有助於在該螺旋推運器管之出口處甚至當使用蒸發前液化之組份有機材料時保持有機微粒材料100呈一壓實粉末形式。

圖6A中所示螺旋式結構80之佈置在水平方向上運輸粉末狀有機微粒材料100係有效的，但在垂直方向上運輸粉末狀有機微粒材料100並不如此有效，此乃因粉末狀有機微粒材料100僅傾向於與該螺桿一起旋轉且並不沿該結構之長度前進。現轉向圖6C，其係在一替代實施例中螺旋式結構95另一實施例之立體圖。螺旋式結構95包括兩個或更多具有相同交錯螺旋螺紋之螺旋推運器螺桿，例如螺旋推運器螺桿85a、85b及85c。螺旋推運器螺桿85a、85b及85c所

有皆在相同方向上旋轉。當有機材料旋轉接觸該第二旋轉螺旋推運器螺杆(例如85b)之交錯螺紋時，由於相鄰螺杆之面對部分以相反方向運動，故擠入一螺旋推運器螺杆(例如85a)之螺紋間的可有機材料將移動。因此螺旋式結構95克服了圖6A單螺杆螺旋式結構之定向限制，同時保留將粉末狀有機微粒材料100壓成一實心形狀並形成一氣封之能力。螺旋式結構95之卸貨部分應具有一可延伸穿越歧管20整個長度之伸長截面以便沿其長度實質上均勻地注入材料。

現轉向圖6D，其係螺旋式結構105再一實施例之剖面圖。螺旋式結構105包括一旋轉螺旋螺紋115、靜止中心部分125及一靜止外管(其在此情況下係進給路徑60)。在此實施例中，僅螺旋式結構105之一部分(包含螺旋螺紋115之部分)旋轉且係藉由馬達90轉動。已經證明係利用環形截面螺旋螺紋進給粉末狀有機微粒材料100。由0.7毫米直徑之鋼絲構成之螺紋形成外徑5毫米且螺距2.5毫米之螺旋線。其他材料(例如鈦及不銹鋼)之平滑絲線亦適宜。該金屬絲亦可具有一非圓形截面，其中一矩形截面尤其有利，此乃因當其在推動粉末狀有機微粒材料100的同時遇到扭轉阻力時，其提供附加剛性以防止該螺旋螺紋改變尺寸。靜止中心部分125與進給路徑60協作實質上防止除粉末狀有機微粒材料100之一薄膜以外所有皆與該螺旋推運器一起旋轉。較佳地，螺旋式結構105並不依靠重力來積聚粉末狀有機微粒材料100且可在任何定向上操作。螺旋式結

圖4係根據本發明以上用於進給及蒸發有機微粒材料之設備一部分的一實施例剖面圖剖面圖；

圖5展示兩種有機微粒材料之蒸氣壓力對溫度之圖示；

圖6A係一展示用於本發明之螺旋式結構一實施例之剖面圖；

圖6B係圖6A中螺旋式結構之末端之剖面圖；

圖6C係一展示用於本發明之螺旋式結構另一實施例之立體圖；

圖6D係一展示用於本發明之螺旋式結構另一實施例之剖面圖；

圖7係一用於本發明攪拌裝置之另一實施例之剖面圖；

圖8係一用於本發明攪拌裝置之另一實施例之剖面圖；

圖9係本發明設備另一實施例一部分之三維視圖，該設備係用於蒸發微粒有機材料並使其在一表面上冷凝以形成一層，其包括一用於驅除所吸收之氣體或雜質之設備；

圖10係根據本發明包括一密封一基板之沈積室之裝置之剖面圖；

圖11係一可利用本發明製備之OLED裝置結構之剖面圖；

圖12A係一實施例中分配材料之前一補充容器之剖面側視圖；

圖12B係處於適當位置用於分配材料之一補充容器之側視圖；

圖13係使用一滑閥機構之補充容器的剖面側視圖；

十、申請專利範圍：

1. 一種用於蒸發微粒材料並使其沈積於一表面上以形成一層之方法，其包括：
 - (a) 在降低氧氣及濕氣之條件下，在一補充容器中設置一微粒材料之供應，該補充容器具有一密封及一密封的介面配件；
 - (b) 將該補充容器之該介面配件安裝至一供料斗，以在降低氧氣及濕氣之條件下，界定至少一進給開口，並破壞該密封，以使該補充容器中之材料暴露於該供料斗；
 - (c) 在降低氧氣及濕氣之條件下，將微粒材料自該補充容器輸送至該供料斗；以及
 - (d) 在降低氧氣及濕氣之條件下，使該微粒材料穿過該進給開口沿一進給路徑輸送至一蒸發區，在此使該微粒材料之至少一構成部分蒸發並將其運送至該表面以形成該層，以降低環境污染。
2. 如請求項1之方法，其中該補充容器之體積大於該供料斗之體積。
3. 如請求項1之方法，其中該進給路徑係藉由一螺旋推運器界定。
4. 如請求項1之方法，其中該介面配件提供一真空密封。
5. 如請求項1之方法，其中該介面配件提供一惰性氣體密封。
6. 如請求項1之方法，其中該介面配件包括一波紋筒。

7. 如請求項1之方法，其中該微粒材料包含一或多種有機組份。
8. 如請求項1之方法，其中該供料斗進給開口之尺寸被確定為可促使該微粒材料以自由流動方式穿過該進給開口的尺寸。
9. 如請求項1之方法，其中穿過該進給開口輸送該微粒材料包括攪拌該微粒材料之步驟。
10. 如請求項1之方法，其中該供料斗係維持在一低於大氣壓力之壓力下。
11. 如請求項3之方法，其包括以一重複增量方式旋轉該螺旋推運器以進給材料之步驟。
12. 如請求項1之方法，其中該蒸發區包括一加熱元件。
13. 如請求項1之方法，其中在該進給路徑中之該微粒材料之溫度係維持低於期望蒸發溫度。
14. 如請求項1之方法，其進一步包括以受控體積計量速率或壓力計量進入該蒸發區之該微粒材料。
15. 如請求項1之方法，其進一步包括感測該補充容器中微粒材料之數量。
16. 如請求項1之方法，其中該穿過該進給開口輸送該微粒材料之步驟包括藉由一攪拌裝置攪拌該微粒材料。
17. 如請求項16之方法，其中該攪拌裝置包括一壓電結構或一旋轉螺紋型裝置。
18. 如請求項1之方法，其進一步包括在沿該進給路徑輸送的同時加熱該微粒材料。

19. 如請求項1之方法，其中該微粒材料包括兩種或以上不同的有機材料組份。