

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5551336号
(P5551336)

(45) 発行日 平成26年7月16日 (2014. 7. 16)

(24) 登録日 平成26年5月30日 (2014. 5. 30)

(51) Int. Cl.

F I

H05B 33/10 (2006.01)

H05B 33/10

H01L 51/50 (2006.01)

H05B 33/14

A

C23C 14/24 (2006.01)

C23C 14/24

D

請求項の数 4 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2007-554147 (P2007-554147)
 (86) (22) 出願日 平成18年1月30日 (2006. 1. 30)
 (65) 公表番号 特表2008-530733 (P2008-530733A)
 (43) 公表日 平成20年8月7日 (2008. 8. 7)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2006/003040
 (87) 国際公開番号 W02006/083734
 (87) 国際公開日 平成18年8月10日 (2006. 8. 10)
 審査請求日 平成21年1月20日 (2009. 1. 20)
 (31) 優先権主張番号 11/050, 924
 (32) 優先日 平成17年2月4日 (2005. 2. 4)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 510059907
 グローバル オーエルイーディー テクノ
 ロジー リミティド ライアビリティ カ
 ンパニー
 アメリカ合衆国, バージニア 2017
 1, ハーンドン, パーク センター ロー
 ド 13873, スイート 330
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100128495
 弁理士 出野 知

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 OLEDの製造における有機材料の制御可能な供給

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

粉末有機材料または粒子状有機材料を計量して加熱された表面に供給することによりその材料を物理的気相蒸着によってOLEDの有機薄膜層を堆積させる方法であって、

(a) 少なくとも1つの成分を含む粉末有機材料または粒子状有機材料を容器に供給するステップと；

(b) その容器から粉末有機材料または粒子状有機材料を受け取る位置に配置された回転可能なスクリーンを用意し、そのスクリーンが回転することにより、その粉末有機材料または粒子状有機材料を供給路に沿って、部材を含む供給位置まで移動させるステップと；

(c) その供給位置の該部材に複数の開口部を設け、その供給位置でスクリーンが回転したときに発生する圧力によって上記の粉末有機材料または粒子状有機材料を制御された状態で該部材の開口部から上記加熱された表面へと移動させた後に、当該加熱された表面において当該有機材料を蒸発させるステップを含む方法。

【請求項 2】

粉末有機材料または粒子状有機材料を計量して加熱された表面に供給することによりその材料を物理的気相蒸着によってOLEDの有機薄膜層を堆積させる装置であって、

(a) 少なくとも1つの成分を含む粉末有機材料または粒子状有機材料を収容した容器を備え；

(b) その容器から粉末有機材料または粒子状有機材料を受け取る位置に配置された回

転可能なスクリューを備え、そのスクリューが回転することにより、その粉末有機材料または粒子状有機材料が供給路に沿って、部材を含む供給位置まで移動し；

(c) その供給位置の該部材に複数の開口部を備え；

(d) 上記開口部と上記回転可能なスクリューの間に配置されていて圧力を発生させる回転可能なワイパー部材を備え、その圧力により、上記の粉末有機材料または粒子状有機材料が、制御された状態で該部材の開口部を通過して上記加熱された表面へと移動した後に、当該加熱された表面において当該有機材料が蒸発する装置。

【請求項3】

上記粉末有機材料または粒子状有機材料の粒子直径が2mm未満である、請求項2に記載の装置。

【請求項4】

上記粒子のサイズが上記開口部のサイズの半分未満であり、かつ、上記開口部の断面が円形であり、その直径が2mm未満である、請求項3に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機発光ダイオード(OLED)デバイスの製造に関するものであり、より詳細には、加熱された表面に有機材料を制御可能な方法で供給することに関する。

【背景技術】

【0002】

OLEDデバイスは、基板と、アノードと、有機化合物からなる正孔輸送層と、適切なドーパントを含む有機発光層と、有機電子輸送層と、カソードを備えている。OLEDデバイスが魅力的なのは、駆動電圧が低く、高輝度で、視角が広く、フル-カラーのフラット発光ディスプレイが可能だからである。Tangらは、この多層OLEDデバイスをアメリカ合衆国特許第4,769,292号と第4,885,211号に記載している。

【0003】

真空環境中での物理的気相蒸着は、小分子OLEDデバイスで用いられているような有機材料の薄膜を堆積させる主要な方法である。このような方法はよく知られており、例えばBarrのアメリカ合衆国特許第2,447,789号とTanabeらのヨーロッパ特許第0 982 411号に記載されている。OLEDデバイスの製造に用いられる有機材料は、速度に依存した望ましい気化温度またはそれに近い温度に長時間にわたって維持したとき、分解することがしばしばある。感受性のある有機材料をより高温に曝露すると、分子構造が変化し、それに伴って材料の性質が変化する可能性がある。このような材料の熱感受性という問題を解決するため、ほんの少量の有機材料を蒸発源に供給し、その少量をできるだけ少なく加熱するということが行なわれてきた。このようにすると、材料は、顕著な分解を引き起こす温度曝露閾値に到達する前に消費される。この方法の欠点は、ヒーターの温度に制約があるために利用できる気化速度が非常に小さいことと、蒸発源の中に存在する材料が少量であるために蒸発源の動作時間が非常に短いことである。従来技術では、蒸着チェンバーに通気口を設け、蒸発源を分解清掃し、蒸発源に材料を再装填し、蒸着チェンバーの中を再び真空にし、導入したばかりの有機材料を数時間にわたって脱ガスした後に操作を再開する必要がある。小さな蒸着速度と、蒸発源への頻繁な材料供給に時間のかかることが、OLED製造設備のスループットに関する実質的な制約となっている。

【0004】

装填する有機材料全体をほぼ同じ温度に加熱することの二次的な結果として、追加の有機材料(例えばドーパント)を宿主材料と混合することが実際上できなくなる。ただし例外は、ドーパントが気化するときの挙動および蒸気圧が、宿主材料が気化するときの挙動および蒸気圧と非常に近い場合である。このようなことは一般にないため、その結果として、従来の装置は、宿主材料とドーパント材料を同時に堆積させるのに別々の蒸発源を必要とすることがしばしばある。

【0005】

10

20

30

40

50

単一成分の蒸発源を用いることの1つの帰結は、1種類のホストと複数種類のドーパントを含む膜を形成するのに多数の蒸発源が必要とされることである。これらの蒸発源は隣り合わせに配置されるため、同時蒸着条件をほぼ満たそうとすると外側の蒸発源ほど中心に向けて傾けることになる。実際上は、異なる材料を同時に蒸着するのに用いられる直線配列の蒸発源の数は、3つまでに制限されてきた。この制約があるため、OLEDデバイスの構造が実質的に制限されていた。そのため真空蒸着チェンバーに必要なサイズが大きくなり、真空蒸着チェンバーに必要とされるコストが上昇し、システムの信頼性が低下する。

【0006】

さらに、別々の蒸発源を使用すると、堆積される膜に勾配効果が生じる。すなわち、移動している基板に最も近い蒸発源内の材料がその基板に直接接する最初の膜において過剰になるのに対し、最後の蒸発源内の材料は、最終的な膜の表面において過剰になる。勾配のあるこの同時堆積は、単一の材料が複数ある蒸発源のそれぞれから気化する従来の蒸発源では不可避である。共同ホストを用いるときなどに堆積される膜に勾配があることは、両端部いずれかの蒸発源の寄与が中央の蒸発源からの寄与の数%を超える場合に特に明らかである。

【0007】

従来の蒸発源のさらに別の制約は、装填した有機材料が消費されるにつれて蒸気用マニホールドの内部の形状が変化することである。この変化があるため、気化速度を一定に維持するにはヒーターの温度を変化させねばならない。実際、オリフィスから出てくる蒸気の気柱の全体的な形状は、蒸発源の内部における有機材料の厚さおよび分布の関数として変化することが観察されている。特に、材料を十分に装填した蒸発源の中での蒸気流に対するコンダクタンスが十分に小さくてその蒸発源の内部で不均一な気化による圧力勾配が維持されるときにそうなる。この場合、装填された材料が消費されるにつれてコンダクタンスが大きくなるため、圧力分布が、したがって気柱の全体的な形状が、改善される。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

したがって本発明の1つの目的は、粉末を気化させる効果的な方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

この目的は、粉末材料または粒子状材料を計量して加熱された表面に供給することによりその材料を気化させる方法であって、

(a) 少なくとも1つの成分を含む粉末材料または粒子状材料を容器に供給するステップと；

(b) その容器から粉末材料または粒子状材料を受け取る位置に配置された回転可能なスクリーンを用意し、そのスクリーンが回転することにより、その粉末材料または粒子状材料を供給路に沿って供給位置まで移動させるステップと；

(c) その供給位置に少なくとも1つの開口部を設け、その供給位置でスクリーンが回転したときに発生する圧力によって粉末材料または粒子状材料を制御された状態でその開口部から加熱された表面へと移動させるステップを含む方法によって達成される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

図1を参照すると、有機材料10を計量して加熱された表面40に供給する装置5が示してある。この装置5は容器15を備えており、その中には、少なくとも1つの成分を含む有機材料10が収容されている。回転可能なスクリーン20がスクリーン収容部22の中に配置されており、そのスクリーン収容部22は、容器15から材料を受け取る位置に配置されている。スクリーン収容部22は、容器15から粉末材料を受け取るための開口部24を備えている。回転可能なスクリーン20は、材料を供給路25に沿って供給位置30まで移動させる。回転可能なスクリーン20がモータ45によって回転すると、有機材料が供給位置30で加圧される。この圧

力により、部材36に形成された1つ以上の開口部35を有機材料10が通過する。部材36は、スクリュウ収容部22の一部になっていてもよい。粉末化した有機材料10に対して供給位置30において及ぼされる圧力により、その粉末化した有機材料10は加熱された表面40と接触し、瞬間的に蒸発する。供給位置30は加熱された表面40に近いので、輻射によって加熱される可能性がある。スクリュウ収容部22も熱伝導によって加熱される可能性がある。供給位置30と開口部35も断熱層（例えば酸化物層）か、ガラスまたはマイカの薄層でコーティングすることが望ましい可能性がある。さらに、供給位置30を熱伝導率の大きな材料で製造し、ヒート・シンク70への熱伝導路65を設けることができる。ヒート・シンク70は、流体への熱の輻射または対流に依存する受動的な装置にすること、または能動的な冷却装置（例えばペルティエ効果冷却器）にすることができる。供給位置30を断熱してヒート・シンク70への熱伝導路65を設けることで、スクリュウ収容部22の中にある材料の寿命が長くなり、供給位置30の中、特に開口部35の周辺に材料が凝縮することが少なくなる。

【0011】

装置5は、クローズド・ループ制御モードでの動作が可能である。その場合には、センサー50を用い、有機材料10が加熱された表面40で気化するときの気化速度を測定する。センサー50は、材料の気化速度を直接的または間接的に測定するのにも使用できる。例えばレーザーを気化した材料からなる気柱に向け、材料の局所的な濃度を直接測定することができる。あるいは結晶式速度モニタを用いて気化した材料の堆積速度を測定することにより、気化速度を間接的に測定することもできる。これら2つの方法は、気化速度を感知するよく知られた多数の方法のうちのほんの2つの例である。

【0012】

ここで図2を参照する。装置5は、ブロック・ダイアグラムで示したクローズド・ループ制御での動作が可能である。クローズド・ループ制御システムでは、センサー50がデータを制御装置55に提供し、この制御装置55がモータ45の回転速度を決定する。クローズド・ループ制御は多くの形態が可能である。特に好ましい一実施態様では、制御装置55は、プログラム可能なデジタル式論理装置（例えばマイクロ制御装置）であり、センサー50への入力を読み取る。その入力は、アナログ入力でも直接的なデジタル入力でもよい。制御装置55は、センサー入力と、モータ45の回転速度に関する内部または外部に由来する情報と、加熱された表面40の温度とを利用したアルゴリズムによって動作し、回転可能なスクリュウ20に指示する新たな速度と、加熱された表面40に指示する新たな温度を決定する（図1を参照のこと）。装置5の制御に適するように改変できる公知の多数のアルゴリズムが存在している。それは例えば、比例積分差分制御アルゴリズム、比例制御アルゴリズム、差分制御アルゴリズムなどである。制御法として、フィードバックまたはフィードフォワードを利用することができる。あるいは制御装置55は、上記の機能を実行できるアナログ制御装置として実現することも可能である。

【0013】

図3には、複数の開口部35を用いた特別な1つの構成をより詳しく示してある。開口部35は、回転可能なスクリュウ20の軸に垂直な、スクリュウ収容部22の平坦面の中に存在している。開口部35は円形断面の小さな開口部が規則正しく並んだ状態を示してあるが、別の形態にすることや、別の配置にすることや、スクリュウ収容部22の円筒面上に配置することも可能である。有機材料10が粒子であるとき、開口部35は、その有機材料の粒子がその開口部35に到達したときにその有機材料の粒径よりも大きくなければならない。さらに、粒子は、開口部のサイズの半分未満の大きさであることが望ましい。粒子の直径は2mm未満であることが好ましい。粒子のサイズ分布として、粒子がほぼ均一であり、開口部35のせいぜい半分のサイズとなるような状態を維持すると、粉末が回転可能なスクリュウ20と開口部35に詰まることが少なくなるであろう。

【0014】

図4に、開口部35がスクリュウ収容部22の円筒面上に配置された本発明の別の一実施態様を示してある。図3の説明で指摘したように、開口部35のこの配置と形状は、開口部35に関する多数の配置と形状のうちのほんの一例である。

【 0 0 1 5 】

図5に、本発明のさらに別の実施態様を示してある。この場合には、開口部35は、円筒形の穴ではなくスリットである。開口部35は、図4の穴と同様、スクリー収容部22の円筒面上に配置されている。これらの図面では開口部がスクリーの回転軸に対して平行または垂直になっているが、当業者であれば、開口部を別の方向に向けること（例えば回転可能なスクリー20の軸に対して傾いた方向）も可能であることがわかるであろう。

【 0 0 1 6 】

図6には、加熱された表面40の2つの実施態様を示してある。図6Aでは、加熱された表面40はスクリーン材料で形成されている。図6Bでは、加熱された表面40は隙間のない材料で形成されている。スクリーン材料は径方向に位置する開口部に関して図示してあるが、図1に示したように軸方向に位置する加熱された表面40も、隙間がないようにすること、またはスクリーンに存在するような開口部を持つようにできることが理解されよう。スクリーンという用語は、本発明が繊維またはワイヤーを織って作ったスクリーンに限定されることを意味するのではなく、実質的に開放された部分を有する任意の材料（例えば孔の開いた金属）を意味する。加熱された表面40と開口部35の距離は、一般に、千分の1インチの数倍にすぎない。図は、見やすくするため、実際の縮尺通りには描かれていない。

【 0 0 1 7 】

ここで図7を参照する。ワイパー60が回転可能なスクリー20の一端に位置していて、回転可能なスクリー20とともに回転する。ワイパー60は、開口部35を有する部材36と接触している。回転可能なスクリー20が回転すると粉末が供給位置30に供給され、その位置では、ワイパー60が回転することによってワイパー60と部材36の間で材料が一点に集まってくさびを形成するため、粉末に対してスクリー単独の場合よりも大きな力を与えることができ、その結果として、粉末は、非常に小さな開口部でさえ通過する。粉末はこのように非常に大きな圧力で圧縮されるため、開口部35から出てくる材料は、開口部35と加熱された表面40を隔てる距離にまたがるブリッジを形成することができる（図6Aと図6Bを参照のこと）。ワイパー60は回転可能なスクリー20と一体化した状態を図示してあるが、当業者には、ワイパー60と回転可能なスクリー20を独立に形成できることが明らかではなくである。ワイパー60と回転可能なスクリー20を別々に駆動する場合には、両者を独立な速度で回転させることや、互いに反対の方向に回転させることができる。ワイパー60は軸方向を向いた開口部を利用する構成について示してあるが、当業者には、径方向に並んだ穴や傾斜した穴でワイパー60が動作する構成も可能であることは明らかであろう。

【 0 0 1 8 】

図8に別の構成を示してある。スクリー収容部22は、容器15の内部で鉛直方向を向いている。したがって回転可能なスクリー20は向きが水平方向に限定されることはなく、任意の方向を向けることができる。

【 0 0 1 9 】

図8には、加熱された表面40がるつぼ（気化装置で用いる場合にはボートと呼ばれることがしばしばある）によって提供されることが示されている。したがって加熱された表面は、スクリーンに限定されたり、熱伝導性材料の薄いシートに限定されたりすることはなく、材料を瞬間的に気化させてスクリー収容部22上の開口部35から出て行かせるのに十分な温度に維持できるのであれば、任意の形態が可能である。

【 0 0 2 0 】

図9では、攪拌用スクリー75が容器15に組み込まれている。攪拌用スクリー75が回転すると粉末材料がぎっしり詰まった状態が緩和され、流体様の挙動が増える。さらに、振動性アクチュエータ80がじょうご85に取り付けられている。じょうご85が材料をガイドする一方で、振動性アクチュエータ80は材料が固まってじょうごが詰まることを減らす。

【 0 0 2 1 】

本発明を有機材料を用いて説明してきたが、本発明は、任意の粉末材料または粒子状材料の気化に適している。

【 図面の簡単な説明 】

10

20

30

40

50

【 0 0 2 2 】

【図 1】本発明の一実施態様の断面図である。

【図 2】図1に示したシステムを制御するためのブロック・ダイアグラムである。

【図 3】図1に示した装置の詳細図である。

【図 4】図3に示した装置の別の実施態様である。

【図 5】図3に示した装置の別の実施態様である。

【図 6】加熱された表面の詳細図である。

【図 7】本発明の別の実施態様の詳細図である。

【図 8】本発明の別の実施態様の断面図である。

【図 9】材料の流動性を大きくするメカニズムを示す断面図である。

10

【符号の説明】

【 0 0 2 3 】

5 供給装置

10 有機材料

15 容器

20 回転可能なスクリー

22 スクリー収容部

24 スクリー収容部の開口部

25 供給路

30 供給位置

20

35 開口部

36 部材

40 加熱された表面

45 モータ

50 センサー

55 制御装置

60 ワイパー

65 熱伝導路

70 ヒート・シンク

75 攪拌用スクリー

30

80 振動性アクチュエータ

85 じょうご

【図 1】

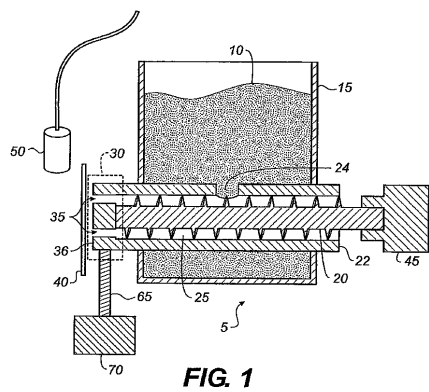


FIG. 1

【図 2】

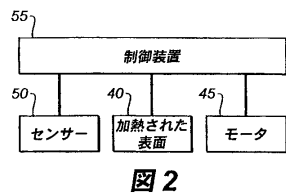


図 2

【図 3】

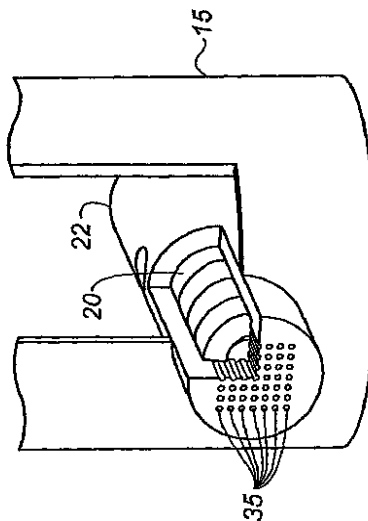


FIG. 3

【図 4】

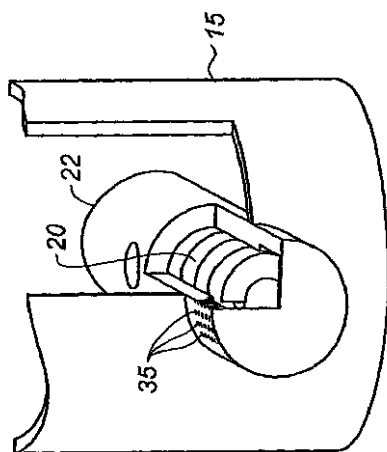


FIG. 4

【図 5】

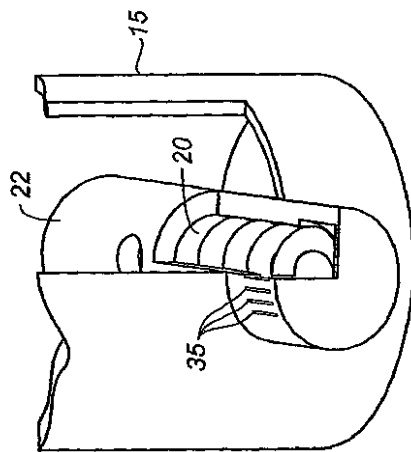


FIG. 5

【図 6 A】

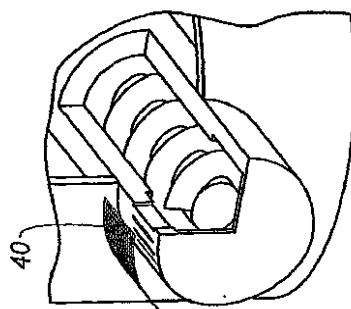


FIG. 6A

【図 6 B】

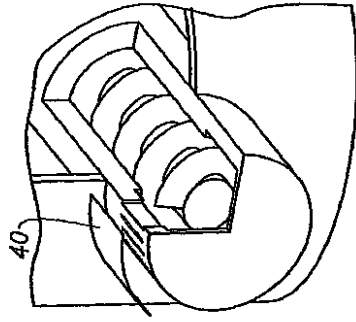


FIG. 6B

【図 7】

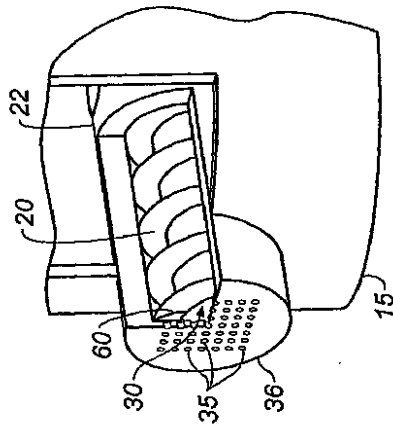


FIG. 7

【図 8】

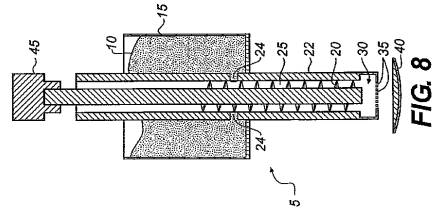


FIG. 8

【図 9】

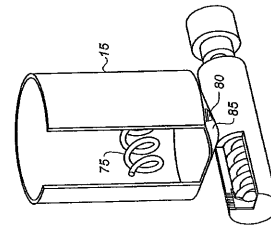


FIG. 9

フロントページの続き

(74)代理人 100111903

弁理士 永坂 友康

(74)代理人 100102990

弁理士 小林 良博

(74)代理人 100114018

弁理士 南山 知広

(72)発明者 ロング, マイケル

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

(72)発明者 パロン, トーマス ウィリアム

アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 6 2 6 , ロチェスター, ストーン フェンス ロード 3 1
8

(72)発明者 コッペ, ブルース エドワード

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

審査官 後藤 慎平

(56)参考文献 特開平 0 6 - 1 5 8 2 7 9 (J P , A)

特表平 0 8 - 5 0 2 4 1 9 (J P , A)

米国特許第 0 5 9 4 5 1 6 3 (U S , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

H 0 5 B 3 3 / 0 0 - 3 3 / 2 8

H 0 1 L 5 1 / 5 0 - 5 1 / 5 6