

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5237088号
(P5237088)

(45) 発行日 平成25年7月17日(2013.7.17)

(24) 登録日 平成25年4月5日(2013.4.5)

(51) Int.Cl.

F 1

C23C 14/24 (2006.01)
H05B 33/10 (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)

C23C 14/24
H05B 33/10
H05B 33/14

D
A

請求項の数 5 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2008-510033 (P2008-510033)
 (86) (22) 出願日 平成18年4月25日 (2006.4.25)
 (65) 公表番号 特表2008-540829 (P2008-540829A)
 (43) 公表日 平成20年11月20日 (2008.11.20)
 (86) 國際出願番号 PCT/US2006/015351
 (87) 國際公開番号 WO2006/118837
 (87) 國際公開日 平成18年11月9日 (2006.11.9)
 審査請求日 平成21年2月26日 (2009.2.26)
 (31) 優先権主張番号 11/121,242
 (32) 優先日 平成17年5月3日 (2005.5.3)
 (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, デラウェア 19801
 , ウィルミントン, オレンジ ストリート
 1209
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敏
 (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】粉末材料または粒状材料の制御可能な供給

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

粉末材料または粒状材料を加熱された面から 50 ~ 100 μm 離れたところで計量供給してその材料を真空環境中で気化させる方法であって、

(a) 粉末材料または粒状材料を受け取る回転スクリューを用意し、その回転スクリューを回転させてその粉末材料または粒状材料を供給路に沿って供給位置に移動させる操作と；

(b) 上記供給位置の部材に少なくとも 1 つの開口部を設け、上記回転スクリューがその供給位置において回転することによって発生する圧力を利用し、上記粉末材料または粒状材料を制御可能な状態でその開口部を通過させて上記加熱された面へと送る操作と；

(c) 上記回転スクリューを用いて上記粉末材料または粒状材料を上記供給位置の近くで上記部材によって攪拌または流動化することにより、その粉末材料または粒状材料を上記部材の上記開口部を容易に通過させて上記加熱された面へと送り、その面においてその粉末材料または粒状材料を気化させる操作を含む方法。

【請求項 2】

上記粉末材料または粒状材料を攪拌または流動化する上記操作を、上記供給位置において開口部を設けた 1 つ以上の面を移動することによって実現する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

粉末材料または粒状材料を加熱された面から 50 ~ 100 μm 離れたところで計量供給

10

20

してその材料を真空環境中で気化させる装置であって、

(a) 粉末材料または粒状材料を受け取る回転スクリューを備えていて、その回転スクリューが回転するにつれてその粉末材料または粒状材料が供給路に沿って供給位置に移動し；

(b) 上記供給位置に開口部を規定する構造を備えていて、上記回転スクリューがその供給位置において回転することによって発生する圧力をを利用して、上記粉末材料または粒状材料が制御可能な状態でその開口部を通過して上記加熱された面へと送られ；

(c) 上記回転スクリューを用いて上記粉末材料または粒状材料を上記供給位置の近くで上記部材によって攪拌または流動化する手段を備えていて、その粉末材料または粒状材料が上記部材の上記開口部を容易に通過する構成の装置。

10

【請求項4】

上記供給位置と上記部材の上記開口部とが断熱層でコーティングされている、請求項1に記載の方法。

【請求項5】

上記供給位置の熱伝導率を高くし、かつ、ヒートシンクへの熱伝導路を設ける、請求項1に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、材料を気化させることによるデバイスの製造に関するものであり、より詳細には、加熱された面に材料を制御可能に供給することに関する。

20

【背景技術】

【0002】

有機発光ダイオード(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、視野角が広く、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Bar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。

30

【0004】

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。

40

【0005】

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)をホスト材料と混合することが実際上できなくなる。ただし

50

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、ホスト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、ホスト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。

【0006】

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。実際には、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。10

【0007】

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。20

【0008】

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。30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

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】

【0010】

この目的は、粉末材料または粒状材料を加熱された面の上またはその面の近くに計量供給してその材料を気化させる方法であって、

(a) 粉末材料または粒状材料を受け取る回転スクリューを用意し、その回転スクリューを回転させてその粉末材料または粒状材料を供給路に沿って供給位置に移動させる操作と；40

(b) 供給位置に少なくとも1つの開口部を設け、回転スクリューがその供給位置において回転することによって発生する圧力を利用し、粉末材料または粒状材料を制御可能な状態でその開口部を通過させて加熱された面へと送る操作と；

(c) 回転スクリューを用いて粉末材料または粒状材料を供給位置の近くで攪拌または流動化することにより、その粉末材料または粒状材料を開口部を容易に通過させて加熱された面へと送り、その面においてその粉末材料または粒状材料を気化させる操作を含む方法によって達成される。

【発明の効果】

【0011】

本発明の1つの利点は、粉末材料または粒状材料の供給を制御できるため、粉末の消費が減ることである。供給の均一性が顕著に改善される。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

ここで図1を参照すると、粉末材料または粒状材料10（例えば有機材料）を加熱された面40に計量供給するための装置5が示してある。この装置5は容器15を備えていて、その中に材料10が収容されている。材料10は1種類以上の成分を含むことができ、粉末化すること、または粒状にすることができる。回転スクリュー20がスクリュー・ケース22の中に配置されていて、このスクリュー・ケース22は、容器15に対し、この容器15から材料を受け取る関係となるように配置されている。スクリュー・ケース22は、容器15から材料10を受け取るための複数の開口部24を有する。回転スクリュー20は、材料を供給路25に沿って供給位置30に移動させる。回転スクリュー20が回転すると、供給位置30において材料に圧力が加わる。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から材料10が押し出される。部材36を回転スクリュー20に取り付けることで、部材36が回転スクリュー20とともに回転して材料10が加熱された面40と接触し、その面において材料10が瞬間に蒸発するようになる。部材36が回転すると開口部35の近傍で材料10が攪拌されたり流動化したりし、スクリュー・ケース22またはヒート・シンク42の内部で材料10が凝集した固体になりにくくなる。材料10が凝集すると、材料の流動性が制限される可能性がある。供給位置30が加熱された面40の近くにあるため、その供給位置を熱輻射によって加熱するとともに、スクリュー・ケース22を供給位置30からの熱伝導によって加熱することができる。供給位置30と、部材36の開口部35とを断熱層（例えば金属酸化物層）またはガラスやマイカの薄層でコーティングすると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42への熱伝導路を設けることができる。ヒート・シンク42は、流体への熱輻射または熱対流に依存する受動装置にすること、または能動冷却装置（例えばペルティエ効果冷却装置）にすることができる。供給位置30を断熱すると、気化した材料が供給位置30（特に開口部35の周囲）で凝縮するのを減らすことができる。ヒート・シンク42への熱伝導路を設けると、材料10が受けける熱が少なくなるため、スクリュー・ケース22の中にある材料の寿命が長くなる。

【0013】

装置5はクローズド-ループ制御モードで動作させることができ、その場合には、材料10が加熱された面40で蒸発するときの気化速度をセンサー50を用いて測定する。センサー50は、基板上の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の気柱の中を通過させ、気化した材料の局所的な濃度を直接測定することができる。あるいは結晶を用いた速度モニタを利用すると、気化した材料がその結晶の表面に堆積する速度を測定することにより、気化速度が間接的に測定される。これら2つの方法は、気化速度を検出するためのよく知られた数多くのうちのほんの2つの例である。

【0014】

ここで図2を参照する。装置5は、ブロック・ダイヤグラムで示したクローズド-ループ制御で動作させることができる。クローズド-ループ制御システムでは、センサー50が制御装置55にデータを供給し、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、センサー50の入力を読み取るプログラム可能なディジタル論理装置（例えばマイクロ制御装置）である。入力は、アナログ信号を入力してもよいし、ディジタル信号を直接入力してもよい。制御装置55は、回転スクリュー20に指示する新たな速度と加熱された面40に指示する新たな温度を決定するため、センサー入力を利用するとともに、モータ45の回転速度および加熱された面40の温度に関する内部または外部の情報を利用するアルゴリズムによって動作する。既知の多くのクラスのアルゴリズムが存在している。例えば比例積分微分制御、比例制御、微分制御などがあり、装置5の制御に適するように変えることができる。制御法としては、フィードバックとフィードフォワードを利用できる。あるいは制

10

20

30

40

50

御回路をアナログ制御装置として実現することもできる。このアナログ制御装置は、同じクラスの多数のアルゴリズムをディジタル装置として実現できる。

【0015】

図3Aと図3Bは、別の一実施態様の詳細な斜視断面図である。この実施態様の図示していない部分は図1と同じである。この実施態様は、回転スクリュー20の端部で材料10がいかにして流動化または攪拌されるかが異なっている。ぜんまいバネ60が回転スクリュー20に取り付けられていて回転スクリュー20とともに回転し、材料10が、開口部35を有する部材36の近傍で攪拌または流動化される。部材36はスクリュー・ケース22にしっかりと固定してもよいし、回転スクリュー20とともに回転するようにしてもよい。材料10が攪拌または流動化される領域が部材36のすぐ近くにあるようにすることで、材料10がスクリュー・ケース22の内部で凝集した固体になることが少なくなる。10

【0016】

図4は、本発明のさらに別の一実施態様の詳細図である。この実施態様では、回転スクリュー20の端部が、回転スクリュー20とともに回転するスプレッダ65になっている。スプレッダ65は円錐台形の部材であり、材料10を回転スクリュー20のシャフトから開口部35へと追いやる。1つだけある開口部35は円環の形態であり、円環の内部にあるスプレッダ65とヒート・シンク42の間に形成されている。ヒート・シンク42は、スクリュー・ケース22にしっかりと取り付けられている。ヒート・シンク42の内側でスプレッダ65が回転すると材料が剪断されて材料10が攪拌されるため、材料10がスクリュー・ケース22またはヒート・シンク42の内側で凝集した固体になることが少なくなる。20

【0017】

図5は、別の一実施態様の詳細図である。この実施態様では、開口部が細かいスクリーン75として与えられている。振動アクチュエータ70がスクリーン75に振動エネルギーを与えるため、材料10が供給位置30において攪拌または流動化される。振動の方向は、回転スクリュー20の軸と同じ方向にすること、または回転スクリュー20の軸に垂直にすること、または軸と同じ方向と垂直な方向の両方によることができる。流動化された材料10は、回転スクリュー20が回転することによってスクリーン75を通過する。スクリーン75を通過した材料10は、スクリーン75からわずかな距離離れた加熱された面40にぶつかる。この距離は、一般に50~100 μmだが、供給する材料10の粒径や、スクリーン75の開口部のサイズや、他の因子などに応じてより大きくすること、またはより小さくすることができます。30

【0018】

有機材料を高温にしている時間を短くする必要性から本発明が生まれ、有機材料の気化という文脈で本発明を説明したが、当業者であれば、本発明は、あらゆる粉末材料または粒状材料の気化に適していることが理解できよう。

【0019】

本発明を特にいくつかの好ましい実施態様を参照して説明してきたが、本発明の精神と範囲を逸脱することなく、変形や変更を実現できることが理解されよう。

【図面の簡単な説明】

【0020】

【図1】本発明の一実施態様の断面図である。

40

【図2】本発明のクローズド-ループ制御のブロック・ダイヤグラムである。

【図3A】本発明の別の一実施態様の詳細な斜視断面図である。

【図3B】本発明の別の一実施態様の詳細な斜視断面図である。

【図4】本発明の別の一実施態様の詳細な斜視断面図である。

【図5】本発明のさらに別の一実施態様の詳細な斜視断面図である。

【符号の説明】

【0021】

5 装置

10 有機材料

15 容器

50

20	回転スクリュー	
22	スクリュー・ケース	
24	スクリュー・ケースの開口部	
30	供給位置	
35	開口部	
36	部材	
40	加熱された面	
42	ヒート・シンク	
45	モータ	
50	センサー	10
55	制御装置	
60	ぜんまいバネ	
65	スプレッダ	
70	振動アクチュエータ	
75	スクリーン	

【図1】

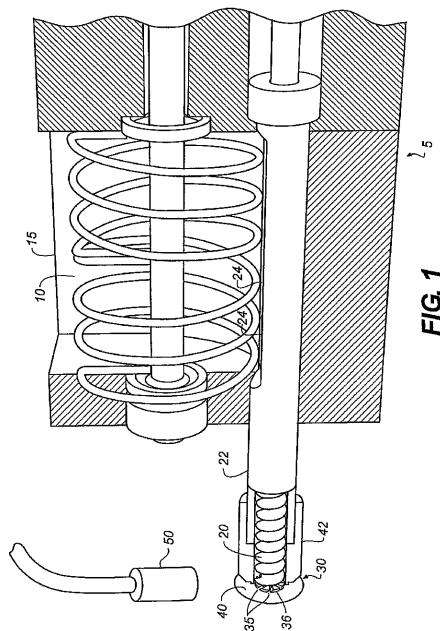


FIG. 1

【図2】

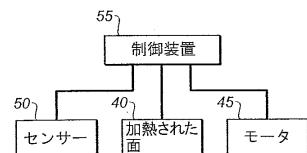


FIG. 2

【図3A】

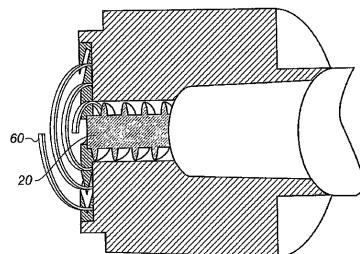


FIG. 3A

【図3B】

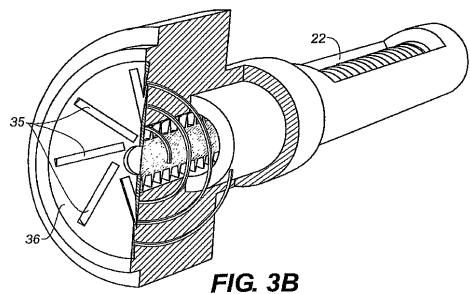


FIG. 3B

【図5】

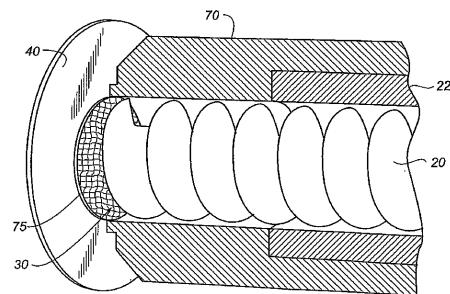


FIG. 5

【図4】

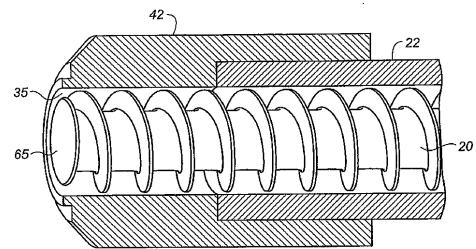


FIG. 4

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 14468,ヒルトン,ブラック ターン テランス 10

(72)発明者 レッデン,ネイル ピーター
アメリカ合衆国,ニューヨーク 14555,ソドウス ポイント,メイデン レーン 7429

(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 14423,カレンドニア,クーニー ロード 702

(72)発明者 パローン,トマス ウィリアム
アメリカ合衆国,ニューヨーク 14626,ロチェスター,ストーン フェンス ロード 31
8

審査官 西山 義之

(56)参考文献 特開平06-158279(JP,A)
実公平06-045213(JP,Y2)
特開昭50-109182(JP,A)
特開2000-248358(JP,A)
米国特許第6470737(US,B1)
特開2003-293121(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C23C 14/00~14/58
H05B 33/10
H05B 33/14