

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A) (11)特許出願公開番号

特開2002-25770

(P2002-25770A)

(43)公開日 平成14年1月25日(2002.1.25)

(51) Int.CI ⁷	識別記号	F I	テ-マコード (参考)
H 0 5 B 33/10		H 0 5 B 33/10	3 K 0 0 7
C 0 9 K 11/06	610	C 0 9 K 11/06	4 K 0 2 9
	620		620
C 2 3 C 14/12		C 2 3 C 14/12	
14/24		14/24	E

審査請求 未請求 請求項の数 30 L (全 10数) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2001-148847(P2001-148847)

(71)出願人 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 14650, ロチェ
スター, ステイト ストリート 343

(22)出願日 平成13年5月18日(2001.5.18)

(72)発明者 ジャンミン シー
アメリカ合衆国, ニューヨーク 14580, ウエ
ブスター, グラウス ポイント 34

(31)優先権主張番号 09/574532

(74)代理人 100077517

(32)優先日 平成12年5月19日(2000.5.19)

弁理士 石田 敬 (外4名)

(33)優先権主張国 米国(US)

F ターム (参考) 3K007 AB04 AB18 CA01 CB01 DA00
DB03 EB00 FA01 FA03
4K029 AA08 AA09 AA24 BA62 BB02
BC07 BD00 CA01 DB06 DB11

(54)【発明の名称】 有機発光材料の蒸着方法

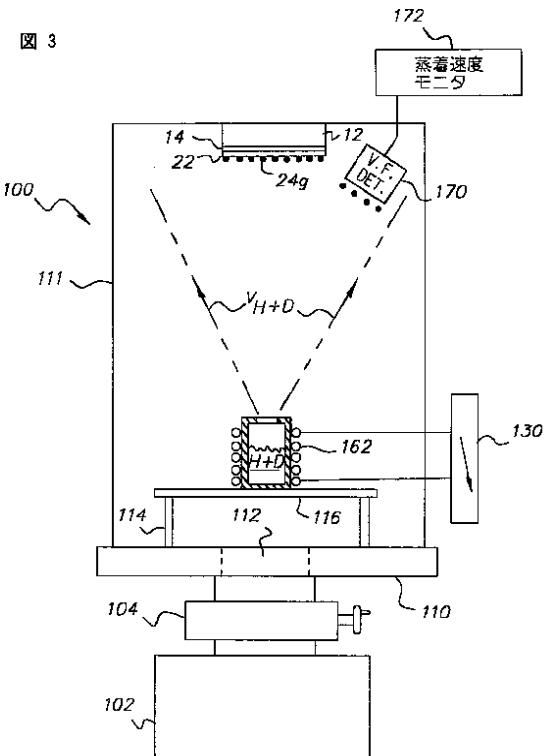
(57)【要約】

【課題】 単一蒸着源による有機発光材料の蒸着方法を提供すること。

【解決手段】 有機発光デバイスにおける層を形成するために、予めドープしておいた有機発光材料を蒸着する方法であって、(a)少なくとも一種の有機発光ホスト材料と少なくとも一種の発光性有機ドーパント材料とを含む蒸着可能な均質固体混合物を提供し、そして(b)前記均質固体混合物を蒸着して有機発光デバイスにおける層を形成する工程を含み、さらに(c)前記有機発光ホスト材料が、1又は2以上のホスト成分であって各々所定の蒸発温度Tを示すものと、1又は2以上の有機発光ドーパント材料であって各々($T - 40$) ~ ($T + 40$)

の範囲内の蒸発温度を示すものとを含むことを特徴とする方法。

図 3



【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機発光デバイスにおける層を形成するために、予めドープしておいた有機発光材料を蒸着する方法であって、

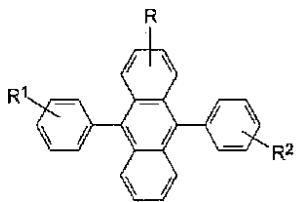
(a)少なくとも一種の有機発光ホスト材料と少なくとも一種の発光性有機ドーパント材料とを含む蒸着可能な均質固体混合物を提供し、そして

(b)前記均質固体混合物を蒸着して有機発光デバイスにおける層を形成する工程を含み、さらに

(c)前記有機発光ホスト材料が、1又は2以上のホスト成分であって各々所定の蒸発温度Tを示すものと、1又は2以上の有機発光ドーパント材料であって各々(T-40)~(T+40)の範囲内の蒸発温度を示すものとを含むことを特徴とする方法。

【請求項2】 前記有機発光ホスト材料の少なくとも一種が下記構造式を満たすものである、請求項1に記載の方法。

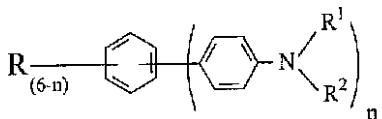
【化1】



(上式中、置換基R、R¹及びR²は、各々独立して、水素、炭素原子数1~24のアルキル基、炭素原子数1~24のアルコキシル基、炭素原子数5~20のアリールもしくは置換アリール基、炭素原子数5~24のヘテロアリールもしくは置換ヘテロアリール基、4~12個の炭素原子を含む縮合アリール基、フッ素、塩素、臭素、又はシアノ基を表わす。)

【請求項3】 前記有機発光ホスト材料の少なくとも一種が下記構造式を満たすものである、請求項1に記載の方法。

【化2】



(上式中、nは1、2、3、4、5又は6であり、R¹及びR²は、各々独立して、炭素原子数5~20のアリールもしくは置換アリール基、炭素原子数5~24のヘテロアリールもしくは置換ヘテロアリール基、又は4~12個の炭素原子を含む縮合アリール基を表わし、そしてRは、水素及び炭素原子数1~24のアルキル基からなる群より選ばれる。)

【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の製造方法に、より詳細には、予めドープしてお

いた有機材料を使用する有機発光デバイスの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】有機発光デバイスは、有機エレクトロリミネセント(EL)素子とか有機内部接合型発光素子とも呼ばれ、有機発光構造体(有機EL媒体とも呼ばれる)によって分離され間隔を置いて並べられた電極を含み、これらの電極間に印加される電位差に応じて有機発光構造体が電磁輻射線、典型的には光、を発するものである。有機発光構造体は、効率的な発光を可能ならしめることのみならず、連続形態で製作できること(すなわち、ピンホールや粒状欠陥を含まないこと)や、製作を促進し且つ動作を持続させるに十分な安定性を示すことも必要である。

【0003】当初、有機EL素子は、Mehlらの米国特許第3,530,325号及びWilliamsの米国特許第3,621,321号に記載されているように、有機材料の単結晶を使用して製造されていた。単結晶型の有機EL素子は、比較的製造が困難であり、さらには薄膜構造にすることも容易ではなかった。

【0004】最近では、薄膜蒸着技法により好適な有機EL素子が構築されている。デバイス支持体としてアノードを使用することにより、有機EL媒体を薄膜の組合せとして蒸着した後、同様に薄膜蒸着法で形成されるカソードを蒸着している。このように、アノード構造体から始めて、薄膜蒸着技法により有機EL素子の活性構造の全体を形成することができる。本明細書でいう「薄膜」とは、厚さが5μm未満の層を意味するが、層厚は約2μm未満であることが典型的である。

【0005】有機EL媒体を形成する薄膜の組合せには、少なくとも、アノードに接する有機正孔輸送層と、当該正孔輸送層の上に配置されカソードに接する有機電子輸送層とが含まれる。アノードとカソードの間にカソードの電位がアノードよりも負になるように電場を印加すると、有機層間の界面又はその付近の内部接合部から光が発せられる。当該光は、有機電子輸送層及び有機正孔輸送層の形成用に選ばれた材料の分子特性によって支配される分光波長分布を有する。

【0006】発光の色又は色相、すなわち分光分布は、電子輸送層にその薄膜蒸着中に「ドーパント」を導入し、電子輸送層と正孔輸送層との界面又はその付近にドープされた発光帯域が形成されることにより、変更することが可能である。当該ドーパントは、ドープされていない層構造体の界面接合部で発せられるであろう光によって励起された際に光を誘導放出する発光性材料であり、その放出光は当該発光性材料に特有のものである。同様に、有機EL媒体を3層以上の有機薄膜で構築する場合には、有機正孔輸送層と有機電子輸送層との間に配置されたドープ層として、有機発光薄膜を形成することができる。

【0007】ドープされた発光層又はある層のドープされた発光帯域からの発光効率は、有機ホスト材料の選択、有機ドーパント材料の選択、ホスト材料の層におけるドーパント濃度、及びドーパントがホスト材料の層内に「分子レベルで分散」され得る均一性の程度、によって実質的に影響され得る。これらの因子を適切に考慮することにより、発光性ドーパントが約0.01モル%～数モル%、典型的には0.01モル%～1モル%、の範囲内の濃度で有機発光層の全体に均一に分散されている効率的な有機発光デバイスを構築することができる。

【0008】従来技術の有機発光デバイスのドープされた発光層は、別個独立に制御された二つの蒸着源、すなわちホスト材料提供用蒸着源とドーパント材料提供用蒸着源とから共蒸着することにより形成されている。ドープされた有機発光層を形成するのに有用な蒸着プロセスでは、形成されるホスト層における発光性ドーパントの濃度は、ドーパント蒸着源からのドーパントの蒸着速度を制御すること及びホスト蒸着源からのホスト材料の蒸着速度を制御することによって制御していた。このように別個独立に制御された共蒸着法は、研究及びデバイス開発環境において発光効率の許容できるドープされた有機発光デバイスを製造するのに有効であった。しかしながら、上述の共蒸着法には少なくとも二つの欠点がある。

(1) 蒸着速度(ホスト材料及びドーパント材料の双方)を精密に制御することが困難であり、特にホスト材料のドープされた層に内蔵すべきドーパントの濃度が0.01～0.1モル%という比較的低い濃度レベルである場合にはそうであった。

(2) 共蒸着法は、デバイスの従前に形成された有機層の上に層を形成し始めるのに先立ち共蒸着源のそれぞれを活性化して所望の蒸気束になるまで調整しなければならないことから、材料利用の点で比較的無駄が多い。通常、機械式シャッターを使用して、ホスト材料の蒸気束とドーパント材料の蒸気束の調整に要する時間の間、デバイスを保護している。このような材料の浪費は、デバイスのコストを増加させるのみならず、蒸着システムのメンテナンスを一層困難化することにもなる。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、予めドープしておいた有機層の製造方法であって、上述の従来技術の欠点を極力なくしたものを見出すことにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本目的は、有機発光デバイスにおける層を形成するために、予めドープしておいた有機発光材料を蒸着する方法であって、(a)少なくとも一種の有機発光ホスト材料と少なくとも一種の発光性有機ドーパント材料とを含む蒸着可能な均質固体混合物を提供し、そして(b)当該均質固体混合物を蒸着して有

機発光デバイスにおける層を形成する工程を含む方法において達成される。

【0011】

【発明の実施の形態】図1に、透光性基板12の上に透光性正孔注入アノード14が形成されている有機発光デバイス10の一例を示す。基板12はガラス又は石英であることができ、アノード14は、基板12の上に形成されたインジウム錫酸化物(ITO)の薄層であることが好ましい。有機EL媒体構造体20は、アノード14

10の上に形成された有機正孔輸送層22と、有機発光層24と、有機電子輸送層26とを含む。電子輸送層26の上には電子注入カソード16が形成されている。

【0012】発光層24は、少なくとも一種の有機発光ホスト材料24Hと、当該ホスト材料24Hの内部に特定濃度で微細分散されている少なくとも一種の発光性ドーパント材料24Dとを含む。発光層24のホスト材料24Hは、電子輸送層26と同様に、その中を通して電子を輸送することができる。正孔輸送層22と発光層24との間の界面又はその付近に、界面発光接合部23が形成される。

【0013】有機発光デバイス10は、電子注入カソード16と正孔注入アノード14との間に、カソード16の電位がアノード14よりも負になるように電位差を印加することにより、動作される。この場合、電子(負電荷担体)がカソード16から電子輸送層26へ注入される。同時に、正孔(正電荷担体)がアノード14から有機正孔輸送層22に注入される。これらの電子と正孔は内部接合部23において、又はその付近で、再結合する。この電子-正孔再結合の結果、接合部23の近隣領域から発光する。電位差は、導線36でカソード16に接続され且つ導線34でアノード14に接続されている駆動電源30によって提供される。駆動電源30は、DC電源、パルス化電源又はAC電源であることができる。図1に示した駆動電源条件下では、発光40は、接合部23又はその付近で起こり、そして正孔輸送層22、透光性アノード14及び透光性基板12を通して観察者に向けて透過するものとして図示されている。

【0014】発光40の色又は色相は、発光層24のホスト材料24Hに少なくとも一種の発光性有機ドーパント材料24Dを内蔵することにより、選定することができる。少なくとも一種の発光ホスト材料24Hが、ドーパント材料24Dが存在しない場合に、ある分光領域、例えば、可視スペクトルの青領域、の発光が得られるよう、選定される。発光性ドーパント材料24Dが存在する場合には、ホスト材料24H由来の発光に対応するエネルギーがドーパント材料24Dに伝達され、そこで当該発光性ドーパント材料24Dに特有の分光領域内、一般には、低下したエネルギーに対応する分光領域内の光、例えば、緑色分光領域内の光、黄色分光領域内の光又は赤色分光領域内の光、を放出する。

【0015】EL媒体構造体20の層22、24及び26を形成する有機材料は、譲受人共通の米国特許第4,356,429号、同第4,539,507号、同第4,720,432号、同第4,885,211号、同第4,769,292号、同第5,047,687号、同第5,059,862号及び同第5,061,569号(これらの開示事項を本明細書の一部とする)に記載されているもののような従来の有機発光デバイスの材料、層構成及び好適な層厚の中から選ぶことができる。本発明の実施において特に好ましい有機発光ホスト材料は、譲受人共通の米国特許第5,935,721号及び同第5,972,247号(これらの開示事項を本明細書の一部とする)に記載されている。

【0016】有機層22、24及び26、並びに電子注入カソード16は、周知の蒸着技法によって形成することができる。ここで、少なくとも一種の発光ホスト材料24Hと少なくとも一種の発光性ドーパント材料24Dとを含む発光層24を特に参照しながら、このようなドープされた発光層の蒸着を、従来技術の蒸着法として説明する。

【0017】図2に示した蒸着装置100はベース板110とチャンバ111を有する。当該チャンバは、チャンバ内部に配置された要素をチャンバ外部に配置された要素又は部品に連結するためのフィードスル(図示なし)を有する。真空ポンプ102を使用し、ベース板110に設けたポンプロ112とバルブ104を介してチャンバ111の内部を、例えば、ベース圧として約 1.33×10^{-4} Pa(10^{-6} Torr)になるまで排気する。プラットフォーム116はスペーサ114によってベース板110から間を置いて配置されている。ホスト材料Hを含むホスト材料蒸着源140はプラットフォーム116の上に配置され、そしてドーパント材料Dを含むドーパント材料蒸着源150は同じプラットフォーム116の上に配置される。ホスト材料蒸着源140は、加熱要素142が外部に配置されている容器として図示されている。加熱要素142は、これを加熱するために設けられる調節可能な電源120に接続されている。したがって、蒸着源140内部のホスト材料を、ホスト材料Hが(通常昇華として知られている過程により)蒸発して破線 V_H で示した蒸気流を提供する温度になるまで加熱する。ホスト蒸気流 V_H は、蒸気束検出器180で検出され、また蒸着速度モニタ182に表示される。

【0018】ドーパント材料蒸着源150は、その外側が、加熱要素152に包囲されている。加熱要素152は、これを加熱するために調節される電源130に接続されている。したがって、ドーパント材料Dを、ドーパント材料が(通常昇華として知られている過程により)蒸発して点線 V_D で示した蒸気流を提供する温度になるまで加熱する。ドーパント蒸気流 V_D は、蒸気束検出器170で検出され、また蒸着速度モニタ172に表示さ

れる。

【0019】蒸気流 V_H と V_D は、チャンバ111内の中央領域でオーバーラップし、そして基板12を、このオーバーラップ領域内のチャンバ111の上面に配置する。基板12は、図1を参照して説明したように、アノード14と、先に形成された正孔輸送層22とを有している。正孔輸送層22の上に形成される成長中の発光層24gを図示する。

【0020】この別個独立に制御される二つの蒸着源による共蒸着法では、成長中の発光層24gのホスト材料Hにおける特定のドーパントD濃度に蒸気流 V_D が対応するように、電源120及び130の各々を調整しなければならないことが認識される。このような制御を信頼性よく達成することは、特に所望のドーパント濃度が0.1モル%~0.5モル%といった比較的低い場合に、困難であった。

【0021】蒸着源140及び150は例示にすぎず、蒸着法による層形成分野の当業者であれば、当該蒸着源の多種多様な形状について周知である。同様に周知であることとして、安定した蒸気流 V_H と V_D を確立するのに要する期間中基板を覆うシャッター(図示なし)を設け、当該シャッターを開けることによりドープされた発光層の蒸着を行うことが挙げられる。

【0022】図3に、図2を参照して説明した装置と実質的に同等な蒸着装置100を図示する。したがって、同等な部分には同一の符号を付けており、図3の装置100の当該同等部分については重複説明を行わない。ここで、蒸着装置100は、予めドープしておいた材料の均質混合物(H+Dで表示)を含有する単一の蒸着源160しか含まない。蒸着源160は加熱要素162に取り囲まれてあり、当該加熱要素はこれを加熱するための調整可能な電源130に接続されている。したがって、予めドープしておいた材料H+Dは、これが蒸発して破線及び点線で示した蒸気流 V_{H+D} を提供する温度になるまで加熱される。蒸気流 V_{H+D} は、蒸気束検出器170で検出され、また蒸着速度モニタ172に表示される。

【0023】均質混合物H+Dは、1又は2以上のホスト材料Hと1又は2以上の発光性ドーパント材料Dとを含有することができ、そして各々は、特定の色又は色相40を有する発光を可能にする、すなわち特定の分光領域における発光を可能にする、発光層を提供するように選ばれる。ドープされた発光層を单一蒸着源による蒸着法で形成すると、先に図2を参照して説明した別個独立に制御される二つの蒸着源による共蒸着法にまつわる蒸発制御の問題がなくなる。

【0024】混合物の2以上の成分を分留する分野では周知であるように、混合物の各成分の蒸気圧が同等又はそれに近い場合には、当該複数の成分が昇華(蒸発)により分離することは事実上あり得ない。1又は2以上の有機発光ホスト材料と1又は2以上の有機発光性ドーパ

ント材料との均質混合物を使用する本発明は、上述の知見に基づくものである。したがって、1又は2以上の有機発光ホスト材料と1又は2以上の有機発光性ドーパント材料は、蒸発温度が相対的に密接に調和することを基準に均質混合物が形成されるように選ばれる。

【0025】少なくとも一種の有機発光ホスト材料と少なくとも一種の発光性有機ドーパント材料との均質混合物を、単一の蒸発源から蒸着させることにより、有機発光層を再現性よく形成し得ることが見出された。1又は2以上のホスト成分であって各々所定の蒸発温度Tを示すものと、1又は2以上の発光性有機ドーパント材料であって各々($T - 40$) ~ ($T + 40$) の範囲内の蒸発温度を示すものとが存在してもよい。混合物の各成分の蒸発温度が、当該純物質の蒸発温度に、ホスト材料中のドーパントのモル%を乗じた値に等しいことが理想的である。

【0026】発光ホスト材料と発光性ドーパント材料との均質混合物は、各固体材料を計量して混合し、その混合物を、化学的に不活性な環境、例えば、不活性ガスを提供し得る容器の中に入れることによって調製することができる。次いで、当該混合物を当該容器内で溶融することにより均質混合物にする。周囲温度にまで冷却した後、ホスト材料とドーパントとの均質混合物を容器から取り出し、当該均質混合物の一部を蒸発源160に入れ、そこから昇華又は蒸発させることにより有機正孔輸送層22の上に成長する発光層24gを形成する。ホスト材料におけるドーパント材料の好適な濃度は0.05 ~ 5.0モル%の範囲内である。

【0027】別法として、少なくとも一種の有機発光ホスト材料と少なくとも一種の発光性有機ドーパント材料との均質混合物を、各材料を計量して共通溶剤又は溶剤混合物に溶解させ、その溶液を、当該溶剤又は溶剤混合物の除去を制御し得る容器の中に入れることによって調製することもできる。その後、均質混合物の一部を容器から取り出し、蒸発源160に入れ、そこから昇華又は蒸発させる。

【0028】これまでの説明は、有機発光デバイスのドープされた発光層を形成するために予めドープしておいた有機発光材料を使用することに向けられているが、本発明は、予めドープされた有機発光材料を提供しこれを使用することに限定されるものではない。本発明には、有機発光デバイスにおけるドープされた有機正孔輸送層及びドープされた有機電子輸送層をそれぞれ形成する際に、予めドープされた有機正孔輸送材料及び予めドープされた有機電子輸送材料を提供しこれらを使用することが含まれる。

【0029】有機正孔輸送材料及び/又は有機電子輸送材料を予めドープしておくことの主目的は、これらから形成されるドープされた有機層の物理特性を改良することにある。例えば、それぞれ予めドープしておいた材料

から単一蒸着源による蒸着法で形成されるドープされた有機正孔輸送層及び/又はドープされた有機電子輸送層は、有機発光デバイスにおいて下記の有利な特徴の1又は2以上を示すことができる。

- 1) ピンホール欠陥の数が低下する。
- 2) 電荷輸送特性が向上する。
- 3) デバイス動作時の温度許容度が向上する。
- 4) デバイス動作時及び保存中の安定性が向上する。
- 5) 当該層のアモルファス特性が向上する。

【0030】予めドープされた有機正孔輸送材料は、特定量の少なくとも一種の有機正孔輸送ホスト材料と特定量の少なくとも一種の有機正孔輸送ドーパント材料との均質固体混合物を形成することによって得られる。量の選定は、ホスト材料中のドーパント材料濃度が1.0 ~ 5.0モル%の好適な範囲内にある均質混合物が得られるように行う。正孔輸送ホスト材料は、1又は2以上のホスト成分であって各々所定の蒸発温度Tを示すものと、1又は2以上の有機ドーパント材料であって各々($T - 40$) ~ ($T + 40$) の範囲内の蒸発温度を示すものとを含む。次いで、予めドープしておいた有機正孔輸送材料の均質固体混合物を蒸着源160(図3)において使用し、そこから昇華又は蒸発させて、ドープされた有機正孔輸送層をアノード上に形成する。

【0031】同様に、予めドープされた有機電子輸送材料を、特定量の少なくとも一種の有機電子輸送ホスト材料と特定量の少なくとも一種の有機電子輸送ドーパント材料との均質固体混合物を形成することによって得ることができる。量の選定は、ホスト材料中のドーパント材料濃度が1.0 ~ 5.0モル%の好適な範囲内にある均質混合物が得られるように行う。さらに電子輸送ホスト材料と電子輸送ドーパント材料は、ドーパント材料の蒸気圧がホスト材料の蒸気圧の0.75 ~ 1.25倍の範囲内に収まるように選定される。次いで、予めドープしておいた有機電子輸送材料の均質固体混合物を蒸着源160(図3)において使用し、そこから昇華又は蒸発させて、ドープされた有機電子輸送層をドープされた有機発光層の上に形成し、また別法として、ドープされた有機正孔輸送層の上に形成することで、3層型又は2層型の有機EL媒体構造体を提供する。

【0032】

【実施例】本発明の理解を深めるため下記の実施例を提供する。簡略化するため、材料とそれから形成される層を以下のように略称する。

A1q : 8-ヒドロキシキノリン、アルミニウム塩(アルミニウムトリスオキシンとしても知られている)；電子輸送層形成用

I TO : インジウム錫酸化物；透光性アノード形成用

Mg Ag : 体積比10:1のマグネシウム：銀；カソード形成用

NPB : 4,4'-ビス[1-ナフチル] - N - フェニ

ルアミノ] - ピフェニル；正孔輸送層形成用

発光ホスト材料：

ADN：9, 10-ジ(2-ナフチル)アントラセン

TBADN：2-t-ブチル-9, 10-ジ(2-ナフチル)アントラセン

ドーパント材料：

ルブレン(Rubrene)：市販の発光性材料

TBP：2, 5, 8, 11-テトラ-t-ブチルペリレン

【0033】例1：予めドープされた発光材料BEM-1の調製

49.5モル%のADNと49.5モル%のTBADNと1モル%のTBPとを固体材料として混合し、その混合物を化学的に不活性な環境を有する容器の中で溶融させることにより、青色発光性の予めドープされた材料BEM-1を調製した。周囲温度にまで冷却した後、予めドープされた均質な発光材料を容器から取り出した。その予めドープされた材料の一部を使用して、ドープされた発光層の蒸着を行った。

【0034】例2：予めドープされた発光材料BEM-2の調製

99モル%のTBADNと1モル%のTBPとを固体材料として混合することにより、青色発光性の予めドープされた材料BEM-2を調製した。この混合物を例1に記載したように処理し、そしてその予めドープされた材料の一部を使用して、ドープされた発光層の蒸着を行った。

【0035】例3：予めドープされた発光材料BEM-3の調製

95モル%のTBADNと5モル%のTBPとを固体材料として混合することにより、青色発光性の予めドープされた材料BEM-3を調製した。この混合物を例2に記載したように処理し、そしてその予めドープされた材料の一部を使用して、ドープされた発光層の蒸着を行った。

【0036】例4：予めドープされた発光材料YEM-1の調製

95モル%のTBADNと5モル%のルブレンとを固体材料として混合することにより、黄色発光性の予めドープされた材料YEM-1を調製した。この混合物を例3に記載したように処理し、そしてその予めドープされた材料の一部を使用して、ドープされた発光層の蒸着を行った。

【0037】予めドープされた発光材料からの有機発光デバイス(LED)の製作

下記例の各々において、透光性ITO被覆ガラス板は、市販の洗剤中で超音波処理し、脱イオン水でリソルブし、トルエン蒸気中で脱脂処理し、そして強酸化剤で処理したものとした。

例5：有機発光デバイスLED-1Aの製作

a) ITO上に厚さ150nmのNPB正孔輸送層を熱蒸着法で蒸着した。

b) NPB層の上に、予めドープされた材料BEM-1を蒸着源(図3参照)から熱蒸着させることにより、厚さ20nmの発光層を蒸着した。

c) 発光層上に厚さ37.5nmのAlq電子輸送層を熱蒸着法で蒸着した。

d) Alq層上に、二つの蒸着源(MgとAg)から熱共蒸着させることにより、厚さ200nmのMgAg合金層を蒸着した。上述のOLED構造体を、表2中、ITO/NPB(150)/BEM-1(t)/Alq(37.5)/MgAg(200)のように略記する。

【0038】例6：有機発光デバイスLED-1Bの製作

本デバイスは、NPB層の上に蒸着する発光層の厚さを25nmにしたことを除き、デバイスLED-1Aと同一の処理工程で製作した。

例7：有機発光デバイスLED-1の製作

本デバイスは、NPB層の上に蒸着する発光層の厚さを30nmにしたことを除き、デバイスLED-1Aと同一の処理工程で製作した。

【0039】例8：有機発光デバイスLED-2A、2B、2C及び2Dの製作

下記の公称上同一の処理工程により4個のOLEDを逐次製作した。

a) ITO上に厚さ150nmのNPB正孔輸送層を熱蒸着法で蒸着した。

b) NPB層の上に、予めドープされた材料BEM-2を蒸着源(図3参照)から熱蒸着させることにより、厚さ20nmの発光層を蒸着した。

c) 発光層上に厚さ37.5nmのAlq電子輸送層を熱蒸着法で蒸着した。

d) Alq層上に、二つの蒸着源(MgとAg)から熱共蒸着させることにより、厚さ200nmのMgAg合金層を蒸着した。

上述のOLED構造体を、表3中、ITO/NPB(150)/BEM-2(20)/Alq(37.5)/MgAg(200)のように略記する。

【0040】例9：有機発光デバイスLED-3A、3B、3C、3D、3E及び3Fの製作

下記の公称上同一の処理工程により6個のOLEDを逐次製作した。

a) ITO上に厚さ150nmのNPB正孔輸送層を熱蒸着法で蒸着した。

b) NPB層の上に、予めドープされた材料YEM-1を蒸着源(図3参照)から熱蒸着させることにより、厚さ20nmの発光層を蒸着した。

c) 発光層上に厚さ37.5nmのAlq電子輸送層を熱蒸着法で蒸着した。

d) Alq層上に、二つの蒸着源(MgとAg)から熱

共蒸着させることにより、厚さ200nmのMgAgカソードを蒸着した。

上述のOLED構造体を、表4中、ITO/NPB(150)/YEM-1(20)/Alq(37.5)/MgAg(200)のように略記する。

【0041】製作した各OLEDについて、カソードの電位がアノードよりも負になるように駆動電圧を各デバイスに印加した。駆動電圧は、電流密度が20mA/cm²になるように調整した。発光の強度を測定し、カン

*デラ/m²(cd/m²)で表示した。発光強度と電流密度から発光効率を算出し、カンデラ/アンペア(cd/A)で表示した。発光の色座標を測定し、CIE x及びCIE yで表示した。発光のピーク波長を測定し、ナノメートル(nm)単位の発光ピーク(EP)で表示した。上記OLEDのテスト結果を表1、表2及び表3に示す。

【0042】

【表1】

表1. ITO/NPB(150)/BEM-1(20~30)/Alq(37.5)MgAg(200)

デバイス	BEM-1 厚さ (nm)	MA/cm ²	V	cd/m ²	cd/A	CIE x	CIE y	EP (nm)
OLED-1A	20	20	7.3	585	2.92	0.145	0.214	464
OLED-1B	25	20	7.5	576	2.88	0.145	0.228	464
OLED-1C	30	20	7.5	571	2.86	0.147	0.244	464

【0043】表1に記載のデバイスのテスト結果は、BEM-1層を厚くすると、発光強度が若干低下し、しかもCIE y値が高くなることを示している。

*【0044】

【表2】

表2. ITO/NPB(150)/BEM-2(20)/Alq(37.5)/MgAg(200)

デバイス	BEM-1 厚さ (nm)	MA/cm ²	V	cd/m ²	cd/A	CIE x	CIE y	EP (nm)
OLED-2A	20	20	7.6	571	2.86	0.146	0.226	464
OLED-2B	20	20	7.6	554	2.77	0.146	0.219	464
OLED-2C	20	20	7.5	5.7	2.88	0.146	0.213	464
OLED-2D	20	20	7.7	564	2.86	0.147	0.221	464

【0045】

40 【表3】

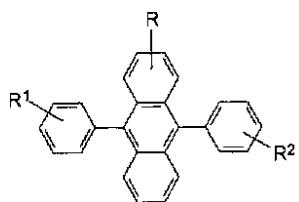
14
表3. ITO/NPB(150)/YEM-1(20)/Alq(37.5)/MgAg(200)

デバイス	BEM-1 厚さ (nm)	MA/cm ²	V	cd/m ²	cd/A	CIE x	CIE y	EP (nm)
OLED-3A	20	20	7.6	1017	5.08	0.476	0.509	564
OLED-3B	20	20	7.4	956	4.78	0.472	0.512	564
OLED-3C	20	20	7.5	927	4.63	0.472	0.512	564
OLED-3D	20	20	7.4	896	4.48	0.477	0.508	564
OLED-3E	20	20	7.5	860	4.30	0.477	0.508	564
OLED-3F	20	20	7.5	917	4.59	0.476	0.509	564

【0046】表2及び表3の結果は、逐次製作したデバイスの各組の中で実質的に再現性があることを示している。本発明による方法は、有機発光ホスト材料の少なくとも一種が下記構造式を満たすものであることが好ましい。

【0047】

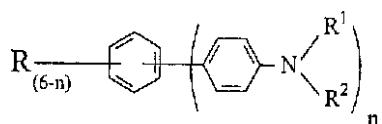
【化3】



【0048】上式中、置換基R、R¹及びR²は、各々独立して、水素、炭素原子数1～24のアルキル基、炭素原子数1～24のアルコキシル基、炭素原子数5～20のアリールもしくは置換アリール基、炭素原子数5～24のヘテロアリールもしくは置換ヘテロアリール基、4～12個の炭素原子を含む縮合アリール基、フッ素、塩素、臭素、又はシアノ基を表わす。本発明による方法はまた、有機発光ホスト材料の少なくとも一種が下記構造式を満たすものであることが好ましい。

【0049】

【化4】



【0050】上式中、nは1、2、3、4、5又は6であり、R¹及びR²は、各々独立して、炭素原子数5～230

0のアリールもしくは置換アリール基、炭素原子数5～24のヘテロアリールもしくは置換ヘテロアリール基、又は4～12個の炭素原子を含む縮合アリール基を表わし、そしてRは、水素及び炭素原子数1～24のアルキル基からなる群より選ばれる。

【0051】

【発明の効果】本発明は、単一の蒸着源を使用する点で有利である。単一蒸着源を使用することにより、有機発光デバイスにおいて、デバイス間のばらつきがない予め

10 ドープされた有機層を形成することができる。その上、単一蒸着源を使用することにより、単一蒸着源に由来する予めドープされた有機材料は、特定のドーパント濃度を有する有機発光層を形成するための有効な方法を提供する。

【図面の簡単な説明】

【図1】アノードと基板を通して光が放出される有機発光デバイスであってドープされた発光層を有するものの横断面図である。

【図2】別個独立に制御される二つの蒸着源を使用してドープされた発光層を形成する従来技術の構成における真空蒸着装置の概略図である。

【図3】単一の蒸着源を使用して、予めドープしておいた有機発光材料からドープされた発光層を形成する構成における真空蒸着装置の概略図である。

【符号の説明】

1 0 …有機発光デバイス

1 2 …透光性基板

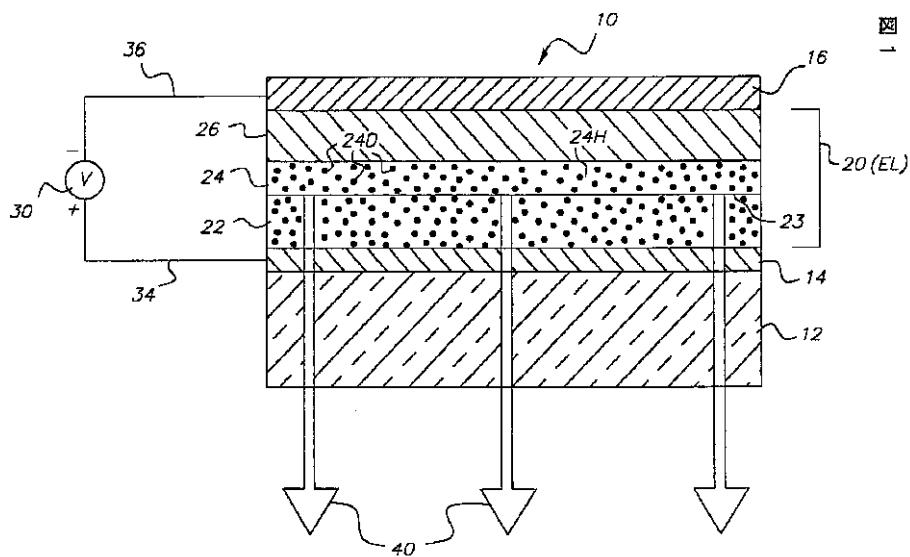
1 4 …透光性正孔注入アノード

2 0 …有機EL媒体構造体

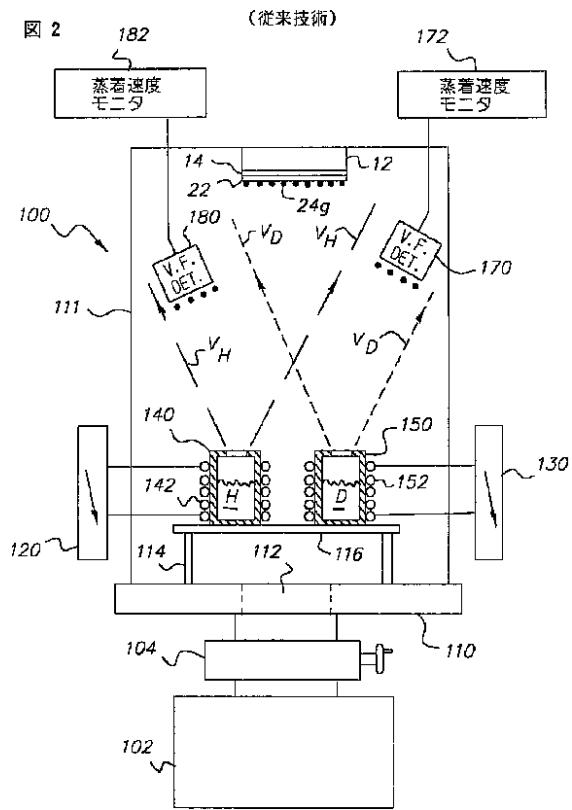
2 2 …有機正孔輸送層

23...発光接合部	112...ポンプ口
24...有機発光層	114...スペーサ
26...有機電子輸送層	116...プラットフォーム
30...駆動電源	120、130...電源
34、36...導線	140...ホスト材料蒸着源
40...発光	142、152...加熱要素
100...蒸着装置	150...ドーバント材料蒸着源
102...真空ポンプ	160...単一蒸着源
104...バルブ	170、180...蒸気束検出器
110...ベース板	10 172、182...蒸着速度モニタ
111...チャンバー	

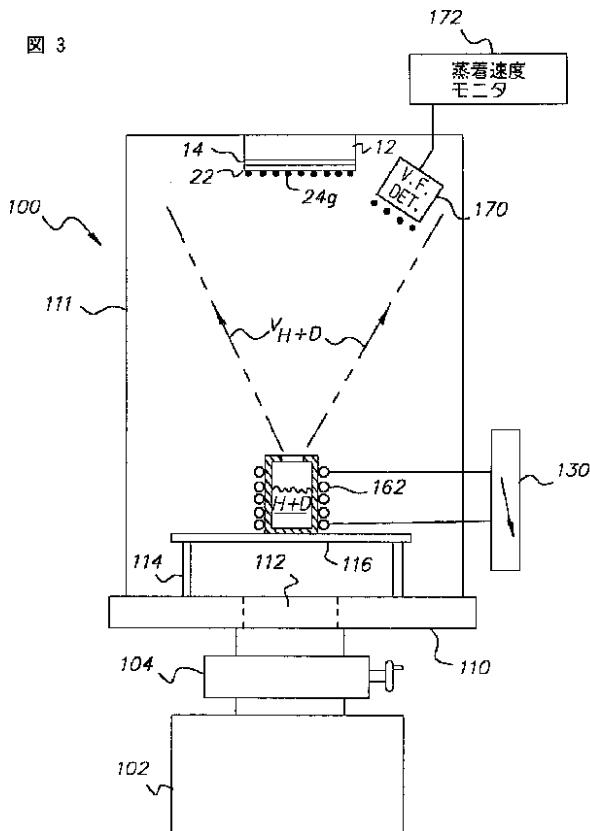
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51) Int.Cl. ⁷

H 0 5 B 33/14

識別記号

F I

H 0 5 B 33/14

テ-マコ-ト[†] (参考)

B

专利名称(译)	有机发光材料的气相沉积方法		
公开(公告)号	JP2002025770A	公开(公告)日	2002-01-25
申请号	JP2001148847	申请日	2001-05-18
[标]申请(专利权)人(译)	伊斯曼柯达公司		
申请(专利权)人(译)	伊士曼柯达公司		
[标]发明人	ジャンミンシー		
发明人	ジャンミン シー		
IPC分类号	H05B33/10 C09K11/06 C23C14/12 C23C14/24 H01L51/00 H01L51/30 H01L51/40 H01L51/50 H05B33/14		
CPC分类号	H01L51/0008 H01L51/002 H01L51/0052 H01L51/0054 H01L51/0055 H01L51/0058 H01L51/006 H01L51/0081 H01L51/5012 H01L2251/308		
FI分类号	H05B33/10 C09K11/06.610 C09K11/06.620 C23C14/12 C23C14/24.E H05B33/14.B		
F-TERM分类号	3K007/AB04 3K007/AB18 3K007/CA01 3K007/CB01 3K007/DA00 3K007/DB03 3K007/EB00 3K007/FA01 3K007/FA03 4K029/AA08 4K029/AA09 4K029/AA24 4K029/BA62 4K029/BB02 4K029/BC07 4K029/BD00 4K029/CA01 4K029/DB06 4K029/DB11 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC33 3K107/CC45 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/FF05 3K107/GG04		
优先权	09/574532 2000-05-19 US		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：提供一种通过单个气相沉积源进行有机发光材料的气相沉积的方法。一种沉积预掺杂的有机发光材料以在有机发光器件中形成层的方法，该方法包括：(a) 至少一种有机发光主体材料和至少一种发光有机掺杂剂。(b) 在有机发光器件中蒸发均匀的固体混合物以形成一层，(c) 有机发光主体材料包括：或者，两种或多种主体组分各自显示出预定的蒸发温度T，并且一种或多种有机发光掺杂剂材料各自具有在(T-40) °C至(T+40) °C范围内的温度。指示蒸发温度。

