

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5522170号
(P5522170)

(45) 発行日 平成26年6月18日(2014.6.18)

(24) 登録日 平成26年4月18日(2014.4.18)

| (51) Int. Cl. | F I |
|-----------------------------|--------------|
| B05D 1/26 (2006.01) | B05D 1/26 Z |
| B05D 3/00 (2006.01) | B05D 3/00 D |
| H05B 33/10 (2006.01) | H05B 33/10 |
| H01L 51/50 (2006.01) | H05B 33/14 A |

請求項の数 7 (全 32 頁)

| | | | |
|---------------|------------------------------|-----------|---------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2011-519788 (P2011-519788) | (73) 特許権者 | 000001270 |
| (86) (22) 出願日 | 平成22年6月15日 (2010.6.15) | | コニカミノルタ株式会社 |
| (86) 国際出願番号 | PCT/JP2010/060097 | | 東京都千代田区丸の内二丁目7番2号 |
| (87) 国際公開番号 | W02010/147108 | (74) 代理人 | 100064414 |
| (87) 国際公開日 | 平成22年12月23日 (2010.12.23) | | 弁理士 磯野 道造 |
| 審査請求日 | 平成24年11月20日 (2012.11.20) | (74) 代理人 | 100178032 |
| (31) 優先権主張番号 | 特願2009-145201 (P2009-145201) | | 弁理士 奈良 泰男 |
| (32) 優先日 | 平成21年6月18日 (2009.6.18) | (74) 代理人 | 100176968 |
| (33) 優先権主張国 | 日本国(JP) | | 弁理士 伊藤 直樹 |
| | | (72) 発明者 | 川邊 茂寿 |
| | | | 日本国東京都日野市さくら町1番地コニカ |
| | | | ミノルタテクノロジーセンター株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 高橋 伸明 |
| | | | 日本国東京都日野市さくら町1番地コニカ |
| | | | ミノルタテクノロジーセンター株式会社内 |
| | | | 最終頁に続く |

(54) 【発明の名称】 塗布方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

基材の上に、スリット型ダイコーターを使用し、前記スリット型ダイコーターのリップ先端部を前記基材に近接させ、前記基材と前記スリット型ダイコーターのリップ先端部との間にビードを形成させて、前記スリット型ダイコーターと前記基材とを相対的に移動させながら前記リップ先端部のスリット出口から流出される塗布液を少なくとも2条のストライプ状に塗布する塗布方法であって、

前記リップ先端部の塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有し、

前記ビードの、前記スリット出口の前記塗布液の圧力が負圧或いはゼロの状態とし、ストライプ状に塗布することを特徴とする塗布方法。

【請求項2】

前記塗布液により前記基材の上に形成される塗膜のウェット膜厚が0.1 μmから5.0 μmであることを特徴とする請求項1に記載の塗布方法。

【請求項3】

前記塗布液の粘度が4.0 mPa・s以下であることを特徴とする請求項1又は2に記載の塗布方法。

【請求項4】

前記塗布液を前記基材の上に塗布する時のリップ先端部と該基材との間隔がウェット膜厚の30倍から300倍であることを特徴とする請求項1から3の何れか1項に記載の塗布方法。

10

20

【請求項 5】

前記リップ先端部はフロントリップとバックリップとから構成され、前記溝は該フロントリップと前記バックリップとの略同じ位置に設けられており、該溝の塗布幅手の幅が、0.5 mm 以上であることを特徴とする請求項 1 から 4 の何れか 1 項に記載の塗布方法。

【請求項 6】

前記溝の深さが、1.0 mm から 10 mm であることを特徴とする請求項 1 から 5 の何れか 1 項に記載の塗布方法。

【請求項 7】

前記塗布液を前記基材の上に塗布する時の塗布速度は 0.1 m / 分から 10.0 m / 分であることを特徴とする請求項 1 から 6 の何れか 1 項に記載の塗布方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、連続走行する基材にスリット型ダイコーターを使用し、低粘度塗布液を薄膜にストライプ状で塗布する塗布方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来より連続走行する基材に塗布液を塗布する方法として次の二通りの塗布方法が知られている。一つは、予め必要な塗布液膜形成量よりも余剰な塗布液を基材上に吐出させ、その後なんらかの掻き取り手段で余剰分を取り除く後計量型塗布方式である。後計量型塗布方式としては、ブレード塗布法、エアナイフ塗布法、ワイヤーバー塗布法、グラビア塗布法、リバーズ塗布法、リバーズロール塗布法が知られている。

20

【0003】

他の一つは、必要な塗布液膜を形成する量だけ塗布液を吐出させて基材上に塗布液を塗布する前計量型塗布方式である。前計量型塗布方式としては、スリット型ダイコーターを用いたエクストルージョン塗布法、スライドコーターを用いたスライド塗布法、カーテン塗布法、インクジェットヘッドを用いた塗布法が知られている。前計量型塗布装置の中でもスリット型ダイコーターは、他の方式の塗布装置と比較して、塗布精度の高さ、高品位性、高速、薄膜、多層塗布適性等の対応が可能であることから、例えば、光学用フィルム、インクジェット記録用紙、熱現像記録材料、有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機 EL 素子とも言う）等の製造に使用されている。

30

【0004】

有機 EL 素子はディスプレイ及び照明分野等において使用されており、一般には蒸着方式による製膜で製造されているが、生産性の向上や製造コスト低減のため、近年ではロールトゥロール方式と言われる塗布方式での製造が検討されている。

【0005】

又、近年では有機 EL 素子の高機能化や薄層化、塗布膜の膜厚の均一化及びさらなる高生産性の要望が高くなっている。

【0006】

例えば、有機 EL 素子を構成している有機化合物層（例えば、正孔輸送層、発光層等）を塗布方式により形成する場合、使用する塗布液の粘度は、4.0 mPa・s 以下の低粘度となっている。又、有機化合物層の正孔輸送層の膜厚は 5 nm から 500 nm、発光層を形成している 1 層の厚さは 2 nm から 100 nm と薄膜であるため有機化合物層の膜厚の均一性が有機 EL 素子の性能に影響を及ぼすため膜厚の均一化の要望が高くなっている。

40

【0007】

スリット型ダイコーターを使用した従来のエクストルージョン塗布法により、数 mPa・s の粘度の塗布液を、塗布速度を数十 m / 分から数百 m / 分で塗布する薄膜塗布では、スリット型ダイコーターの上流側を減圧し、コーターギャップをウェット膜厚の 3 倍から 10 倍程度の 100 μm 程度以上とし、コーターギャップ精度を数%（スリット型ダイコ

50

ーターの真直度、バックアップロールの円筒度、回転精度等の機械精度の限界からの精度)とすることで、塗布膜厚分布を数%に抑えていた。尚、コーターギャップとはスリット型ダイコーターのリップ先端部と基材との間隔を言う。

【0008】

すなわち、従来のエクストルージョン塗布法では、ビードを加圧状態に保つことが安定塗布の条件であり、コーターギャップが小さいと塗布膜厚分布不良が発生するためコーターギャップは大きい方が望ましいが、ウェット膜厚の2倍以上に広げると、ビードは支持体の搬送に伴う同伴エアにより完全な負圧となり、ビードが保つことが出来なくなり安定塗布が出来なくなる。

【0009】

ビードの負圧状態を防止するため、スリット型ダイコーターの上流側を減圧することで同伴エアをカットする方法がとられるが、コーターギャップは、減圧がない時のウェット膜厚の1.5倍から2倍に対して、減圧をした時は、ウェット膜厚の10倍程度が限度である。

【0010】

従って、エクストルージョン塗布法でウェット膜厚10 μ m以下で塗布する場合、減圧してもコーターギャップを100 μ mよりも狭くする必要があり、コーターギャップが小さいために膜厚分布不良が発生してしまう。

【0011】

スリット型ダイコーターを用いた、エクストルージョン塗布法で低粘度塗布液を塗布し、薄膜を安定に形成する方法がこれまでに検討されてきた。例えば、特開2007-98224号公報には、バックアップローラーに支持されて連続走行するウェブ(本発明に使用する帯状基材に該当する)上に、スロットダイ(本発明に使用するスリット型ダイコーターに該当する)を使用して低粘度塗布液を薄膜塗布する際、スロットダイのダイ幅方向端部の塗布液の濡れ広がり、濡れ縮み、及び乱れを防止するため、バックアップローラーに対するスロットダイ先端のダイ幅方向中央部とダイ幅方向両端部とのクリアランス差が1 μ mから10 μ mになる様に、スロットダイ先端を凹形状にしたスロットダイを使用する方法が記載されている。

【0012】

特開2006-305548号公報には、粘度が1mPa \cdot sから10mPa \cdot sの塗布液を基板(本発明に使用する帯状基材に該当する)に塗布する塗布装置として、塗出スリットの幅が60 μ mから120 μ m、マニホールドの径が、12mmから18mmのエクストルージョンコーター(本発明に使用するスリット型ダイコーターに該当する)が記載されている。

【0013】

しかしながら、上記特許に記載のスリット型ダイコーターを使用しエクストルージョン塗布法で低粘度の塗布液を塗布した場合、塗布時の塗布液の濡れ広がりの規制が不十分であり、ウェット膜厚が5 μ m以下の場合、塗布幅と膜厚の制御が十分でなくなり、膜厚が不均一となることが判った。

【0014】

又、ロールトゥーロール方式により更に生産性を上げるため、基材の幅を広くし、基材の上に形成された複数列の電極に合わせ有機化合物層(例えば、正孔輸送層、発光層等)をスリット型ダイコーターを使用した塗布方式によりストライプ状に多条の塗膜を形成し、有機EL素子とした後に各条毎に切断して有機ELパネルを製造する方法も検討されている。ストライプ状に多条の塗膜を形成する方法として、例えば、特開2001-6663号公報には、コーターのスリットに、スリットを多条に分割するガイドを設けたエクストルージョン型コーターが知られているが低粘度の塗布液を使用した場合は塗布液の塗れ広がりを制御が十分でなくなり、ストライプ状に多条の塗膜を形成することが困難となることが判った。

【0015】

10

20

30

40

50

低粘度の塗布液を使用し、基材上に多条の塗膜を安定に形成する方法が更に検討されてきた。例えば、ダイヘッドの先端のランド部に所望ピッチで多数の溝を形成したスリット型ダイコーターを使用し、スリット型ダイコーターから塗布液を膜状に吐出して基材上に塗布する際に、スリット型ダイコーターと基材との間の塗布ギャップ（コーターギャップに該当する）を大きくすることで、膜状に吐出された塗布液が溝をきっかけとして割れる様にし、この状態で塗布することで基材上に、切れ目を有するストライプ状の塗膜を形成する方法が知られている（特許文献1参照。）。

【0016】

特許文献1に記載の塗布方法は、次の問題点を有していることが判った。

1. スリット型ダイコーターに加圧された状態で塗布液がスリット型ダイコーターに供給され、スリット出口から吐出されるため塗布液流量が多く、ウェット膜厚が25 μm以上の塗布は可能であるが、粘度が3.0 mPa・s以下、ウェット膜厚が0.1 μmから5.0 μmの様に低粘度・薄膜塗布ではストライプ塗膜の幅、膜厚が不安定となる。

2. 基材の搬送に伴う振動、スリット型ダイコーターの真直度、又、基材の支持部材にバックアップロールを用いた場合、バックアップロールの円筒度、バックアップロールの回転に共なる振動の影響をコーターギャップが受け易く、コーターギャップの変化等の影響で、塗布部と非塗布部の幅が変化し易いため、塗布幅の寸法バラツキが大きくストライプ状の塗布が不安定となり易い。

3. スリット型ダイコーターに加圧された状態で塗布液が供給され、スリット出口から吐出されるため、低粘度の塗布液の場合、溝に塗布液が入り込み、塗布液を分割することが困難となりストライプ状の塗膜を形成することが出来なくなる。また、仮にスリット型ダイコーターと基材との間のコーターギャップを大きくすることで、溝の部分から液切れが始まり、ストライプ状の塗膜が形成されたとしても、液切れが更に広がったりして塗布部と非塗布部の幅のコントロールが困難で安定塗布が出来ない。

4. コーターギャップの大きさにより、塗布部と非塗布部が形成されるため、小ピッチ（塗布部の幅+非塗布部の幅）にしか対応出来ず、塗布部と非塗布部の設定の自由度が小さい。

【0017】

この様な状況から、スリット型ダイコーターを用いたエクストルージョン塗布法を用いて、低粘度塗布液を基材上に、基材の搬送方向に対して非塗布部と塗布部とを交互にストライプ状に塗布し、更にそのストライプ状に塗布された塗膜の各条の膜厚及び幅を安定に塗布する塗布方法を開発することが望まれている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0018】

【特許文献1】特開2007-313417号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0019】

本発明は、上記状況に鑑みなされたものであり、その目的は、スリット型ダイコーターを用いたエクストルージョン塗布法を用いて、低粘度塗布液を基材上に、基材の搬送方向に対して非塗布部と塗布部とを交互にストライプ状に塗布し、更にそのストライプ状に塗布された塗膜の各条の膜厚及び幅を安定に塗布する塗布方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0020】

本発明の上記目的は、下記の構成により達成された。

【0021】

1. 基材の上に、スリット型ダイコーターを使用し、前記スリット型ダイコーターのリップ先端部を前記基材に近接させ、前記基材と前記スリット型ダイコーターのリップ先端部との間にビードを形成させて、前記スリット型ダイコーターと前記基材とを相対的に移

動させながら前記リップ先端部のスリット出口から流出される塗布液を少なくとも2条のストライプ状に塗布する塗布方法であって、

前記リップ先端部の塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有し、

前記ビードの、前記スリット出口の前記塗布液の圧力が負圧或いはゼロの状態とし、ストライプ状に塗布することを特徴とする塗布方法。

【0022】

2. 前記塗布液により前記基材の上に形成される塗膜のウェット膜厚が $0.1\mu\text{m}$ から $5.0\mu\text{m}$ であることを特徴とする前記1に記載の塗布方法。

【0023】

3. 前記塗布液の粘度が $4.0\text{mPa}\cdot\text{s}$ 以下であることを特徴とする前記1又は2に記載の塗布方法。

10

【0024】

4. 前記塗布液を前記基材の上に塗布する時のリップ先端部と該基材との間隔がウェット膜厚の30倍から300倍であることを特徴とする前記1から3の何れか1項に記載の塗布方法。

【0025】

5. 前記リップ先端部はフロントリップとバックリップとから構成され、前記溝は該フロントリップと前記バックリップとの略同じ位置に設けられており、該溝の塗布幅手の幅が、 0.5mm 以上であることを特徴とする前記1から4の何れか1項に記載の塗布方法。

20

【0026】

6. 前記溝の深さが、 1.0mm から 10mm であることを特徴とする前記1から5の何れか1項に記載の塗布方法。

【0027】

7. 前記塗布液を前記基材の上に塗布する時の塗布速度は $0.1\text{m}/\text{分}$ から $10.0\text{m}/\text{分}$ であることを特徴とする前記1から6の何れか1項に記載の塗布方法。

【発明の効果】

【0029】

スリット型ダイコーターを用いたエクストルージョン塗布法を用いて、低粘度塗布液を基材上に、基材の搬送方向に対して非塗布部と塗布部とを交互にストライプ状に塗布し、更にそのストライプ状に塗布された塗膜の各条の膜厚及び幅を安定に塗布する塗布方法を提供することが出来た。

30

【図面の簡単な説明】

【0030】

【図1】スリット型ダイコーターを使用し、塗布を行っている状態の概略図である。

【図2】図1に示されるスリット型ダイコーターの概略図である。

【図3】図2に示すスリット型ダイコーターの拡大概略図である。

【図4】溝の形状を示す図2のZで示される部分の拡大概略平面図である。

【発明を実施するための形態】

【0031】

本発明は、リップ先端部の塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有するスリット型ダイコーターを用い、基材とスリット型ダイコーターのリップ先端部との間に形成されるビードの、スリット出口の塗布液の圧力が負圧或いはゼロの状態とし、ストライプ状に塗布する塗布方法に関するものである。

40

【0032】

リップ先端部の塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有するスリット型ダイコーターを用い、低粘度の塗布液を基材上にストライプ状に塗布する方法は特許文献1に開示されているが、塗布時の各条の塗布液の濡れ広がりの規制と、ウェット膜厚が $5\mu\text{m}$ 以下の場合の塗布幅と膜厚の制御に付いては開示されていなかった。

【0033】

50

又、スリット型ダイコーターを使用し、基材上にストライプ状に塗布する場合次の2通りの方法が知られている。

1) 未塗布部と塗布部とを形成するためスリット出口を複数に仕切る仕切り部材をスリット内に入れたスリット型ダイコーターを使用する方法。

2) リップ先端部に、塗布する条に合わせ溝を形成したスリット型ダイコーターを使用する方法。

【0034】

仕切り部材を使用する1)に記載の方法では、加圧された状態で塗布液がスリット型ダイコーターに供給され、スリット出口から吐出される。このため、 $4.0 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下の低粘度の塗布液では、複数に仕切られた各出口の両端から吐出された塗布液はスリットの塗布幅手方向に濡れ広がってしまい、非塗布部と塗布部とが基材の搬送方向に対して交互となったストライプ状に塗布することが困難となる。

10

【0035】

リップ先端部に、塗布する条に合わせ溝を形成する2)に記載の方法では、加圧された状態で塗布液がスリット型ダイコーターに供給され、スリット出口から吐出される。このためリップ先端部に形成された溝の内部にも塗布液が供給され、溝が塗布液で埋まってしまい、溝以外のスリットから吐出する液と共にビードを形成し塗布されるため、ストライプ状の塗布が困難となる。

【0036】

本発明者は、リップ先端部に塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有するスリット型ダイコーターを使用し、低粘度の塗布液を薄膜で基材上に、未塗布部と塗布部とを基材の搬送方向に交互にストライプ状に塗布する方法を検討し以下のことが判明した。

20

1) リップ先端部から流出した塗布液は基材との間でビードを形成し、基材に引っ張られることでスリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態に塗布される。

2) 塗布液により帯状基材上に形成される塗膜のウェット膜厚を $0.1 \mu\text{m}$ から $5.0 \mu\text{m}$ とすることで、スリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態に塗布し易くなる。

3) 液粘度が $4.0 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下の塗布液では、スリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態でのリップ先端部への塗布液供給がより安定になる。

4) 基材の搬送により発生する同伴空気によるビードへの影響をなくすためには、同伴空気が発生しない塗布速度 10 m/分 以下とすることでビードの安定化がより得られ易くなる。

30

5) 加圧しないで塗布液を供給するため、リップ先端部に設けた溝の内部が塗布液で満たされることがなく、又、一度塗布液が基材に接触してビードが形成されると、リップ先端部から流出される塗布液は毛細管現象により搬送される基材に連続的に持っていかれ全て塗布される様になり、溝内部へは流出しなくなる。このため、溝の箇所が未塗布部分となり、基材の搬送方向に対して未塗布部分と塗布部分とから構成されるストライプ状の塗布が可能となる。

6) ビードのスリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態に形成出来るため、リップ先端部と基材との間隔(以下、コーターギャップとも言う)は塗布液がリップと基材との間を架橋出来る間隙であればよく、塗布膜厚には影響されない。このため、コーターギャップはウェット膜厚が $5.0 \mu\text{m}$ 以下でもウェット膜厚に対して30倍以上という、ウェット膜厚に対して非常に広いコーターギャップで塗布が可能であることが判った。そしてその結果、塗布幅手方向の膜厚分布は一般的に、機械精度/コーターギャップで近似されるため、コーターギャップが広げられることで機械精度に影響されない良好な膜厚分布が得られることが判明した。

40

【0037】

本発明では、リップ先端部に塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有するスリット型ダイコーターで、基材上に低粘度の塗布液を薄膜で未塗布部と塗布部とが基材の搬送方向に対して交互にストライプ状に、ビードのスリット出口の圧力を負圧或いはゼロの状態にて塗布する時、次に示す構成で塗布することが好ましい。

50

1. ウェット膜厚を $0.1 \mu\text{m}$ から $5.0 \mu\text{m}$ とする。
2. 塗布液粘度を $4.0 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下とする。
3. スリット型ダイコーターで、コーターギャップをウェット膜厚に対して 30 倍から 300 倍に設定する。
4. 塗布速度を同伴エアが発生しない速度にする。

【0038】

そして、この様な構成にすることで、従来のリップ部先端に溝を有するスリット型ダイコーターを使用し、低粘度の塗布液を使用しストライプ状に塗布する時に発生する問題点を解決し、機械精度に影響されない安定したストライプ条の薄膜塗布が可能な塗布方法を提供することを可能にしたのである。

10

【0039】

以下、本発明を実施するための形態を図1から図4を参照しながら説明する。本発明はこれらに限定されるものではない。

【0040】

図1はスリット型ダイコーターを使用し、塗布を行っている状態の概略図である。図1(a)は前計量型塗布方式であるスリット型ダイコーターを使用し、塗布を行っている状態の概略断面図である。図1(b)は図1(a)のSで示される部分の概略平面図である。尚、本図では基材として帯状基材を使用した場合を示している。

【0041】

図1(a)に付き説明する。図中、1はスリット型ダイコーターを示す。スリット型ダイコーター1はブロック101aと、ブロック101bと、側板101c(図2参照)と、側板101d(図2参照)とを有し、ボルト等で締結することで組み立てられている。

20

【0042】

リップ103は、バックリップ103aとフロントリップ103bとを有している。リップ103には、切欠き部102aと、溝102bと、溝102cと、切欠き部102d(図2参照)とを有している。切欠き部102aと、溝102bと、溝102cと、切欠き部102d(図2参照)との部分は塗布液が流出しないため非塗布部となる。

【0043】

104はブロック101aと、ブロック101bとの間隙で出来たスリットを示し、105はマニホールドと呼ばれる塗布液を一旦溜めるための部分であり、ここには塗布液供給管106から塗布液が送り込まれる。

30

【0044】

塗布液の粘度は、膜の機能性、膜厚等を考慮し、 $4.0 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下が好ましく、より好ましくは $3.0 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ 以下である。

【0045】

塗布液の粘度は、東機産業株式会社製の、E型粘度計 V I S C O N I C E D型及びコントローラーE-200型を使用し、温度25で測定した値を示す。

【0046】

マニホールド105で塗布幅方向に溜められた塗布液はスリット104を通過してスリット104の先端のスリット出口104aからリップ103とバックアップロール2に巻回し支持された帯状基材3との間に供給され塗布される。供給された塗布液はビードQを形成しバックアップロール2に巻回し支持された帯状基材3の上に塗布され塗膜4が形成される。

40

【0047】

スリット出口104aは、スリット出口104a1(図2参照)とスリット出口104a2(図2参照)と、スリット出口104a3(図2参照)とを有している。

【0048】

塗布する時、スリット出口104aから供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力は負圧或いはゼロである。スリット出口の圧力が加圧の場合は、溝のスリットから塗布液が吐出し、溝が塗布液で満たされ溝で塗布を分割することが出来なくなりストライプ状

50

の塗布が出来なくなるため好ましくない。

【0049】

本発明で、ゼロの状態とは、大気圧との差がゼロであることを言う。但し、本発明では誤差としては ± 0.001 MPaの範囲を含める。

【0050】

負圧の状態とは、コーター周囲の気圧よりも低い状態を言い、負圧が強くなりすぎるとビード維持が難しくなるため、 -0.01 MPa以上が好ましい。スリット出口104aから供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力は次の方法により求めることが出来る。

【0051】

マニホールド105内の圧力を測定し、Pとする。マニホールド内圧力Pは、(株)キーンエンス製の圧力センサーAP-V80を用いて測定することが出来る。

【0052】

塗布液を塗布時の流量にて送液し、塗布せずにスリットから供給された状態でのマニホールド内圧力Pを P_0 とし、塗布中のマニホールド内圧力Pを P_1 とすると、スリット出口104aから供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力Pは次式で求めることが出来る。

【0053】

$$P = P_1 - P_0$$

スリット出口の圧力Pの調整は、使用する塗布液の粘度と、塗布速度と、ウェット膜厚とを変えることで可能である。

【0054】

Aはリップ103(バックリップ103aとフロントリップ103b)とバックアップロール2に巻回し支持された帯状基材3との間隔であるコーターギャップを示す。ビードQは、コーターギャップAに形成されている。

【0055】

Xはスリット出口104aから供給された塗布液が帯状基材3に塗布される塗布位置を示す。塗布位置Xを境にして、塗布前の帯状基材3側を上流側、塗膜4が形成された帯状基材3側を下流側と言う。

【0056】

本図に示す様にスリット型ダイコーター1を使用した塗布方法は、減圧室を配設することなく行う方法である。

【0057】

本図に示す様にスリット型ダイコーター1を使用した塗布は、塗布の開始に合わせ、必要とする塗布液をスリット出口から供給された状態で、待機位置から塗布位置に移動手段(不図示)により移動し、スリット型ダイコーター1の先端のリップ103(バックリップ103aとフロントリップ103b)を帯状基材に近接させそのリップ先端部と帯状基材との間隙(コーターギャップA)にビードQを形成させ、塗布液を帯状基材に転移(液付き)させる塗布方式である。

【0058】

コーターギャップAは、膜厚分布の安定性、塗布幅の安定性、スリット型ダイコーターの振動、帯状基材の搬送に伴う振動等を考慮し、ウェット膜厚に対して30倍から300倍であることが好ましい。

【0059】

塗布速度は、同伴エアの影響、搬送安定性等を考慮し、 0.1 m/分から 10.0 m/分が好ましい。ここで言う塗布速度とは、スリット型ダイコーターと基材との相対速度であり、スリット型ダイコーターを固定して基材が可動の場合、基材を固定してスリット型ダイコーターが可動の場合、基材をコーターの両方が可動の場合を含む。

【0060】

本図では、スリット型ダイコーターを固定して基材である帯状基材が可動の場合につい

10

20

30

40

50

て述べているが、本発明は、基材を固定してスリット型ダイコーターが可動の場合、基材と、スリット型ダイコーターとの両方が可動の場合を含む。

【0061】

図1(b)に付き説明する。

【0062】

図中、4aから4cはスリット型ダイコーター1のスリット出口104a1から104a3(図2参照)から流出した塗布液で形成された塗膜を示す。塗膜4aから4cのウェット膜厚は、塗布性、コスト等を考慮し0.1μmから5.0μmであることが好ましい。

【0063】

ウェット膜厚とは、下式で算出される理論膜厚を言う。

【0064】

ウェット膜厚 = 塗布液供給量 / (塗布幅 × 塗布速度)

乾燥後の塗膜の膜厚は、膜の機能性を考慮し、0.01μmから0.5μm以下が好ましい。

【0065】

5aから5dはスリット型ダイコーター1のリップ部の切欠き部102aから102d(図2参照)により形成された非塗布部を示す。

【0066】

本図に示す様に、スリット型ダイコーター1を使用し、塗布液を帯状基材3の上に塗布すると、帯状基材3の搬送方向(図中の矢印方向)に非塗布部5aから5dと塗膜4aから4cが交互にストライプ状に形成されている。

【0067】

本発明で塗布幅手の塗布領域とは、非塗布部5a、5dを除いた塗膜4aから4cを言う。

【0068】

本発明は本図に示す様に、低粘度の塗布液を薄膜でストライプ状に塗布する塗布方法に関する。

【0069】

図2は図1に示されるスリット型ダイコーターの概略図である。図2(a)は図1に示されるスリット型ダイコーターの概略斜視図である。図2(b)は図2(a)のYで示される部分の拡大概略斜視図である。

【0070】

図中、1はスリット型ダイコーターを示す。102a、102dはリップ103の先端部の塗布幅手端部に設けた切欠き部を示す。102b、102cはリップ103の先端部の塗布幅内に設けられた溝を示す。

【0071】

切欠き部102aはバックリップ103aとフロントリップ103bとの同じ塗布幅手位置に付けられており、ブロック101aと、ブロック101bとの間隙にはスリット104が形成された状態となっている。切欠き部102dも同じ構造となっている。

【0072】

溝102bはバックリップ103aとフロントリップ103bとの同じ塗布幅手位置に付けられており、内部のブロック101aと、ブロック101bとの間隙にはスリット104が形成された状態となっている。溝102cも同じ構造となっている。

【0073】

104a1は切欠き部102aと、溝102bとに挟まれたスリット104(図1参照)の先端のスリット出口を示す。スリット出口104a1から流出した塗布液は塗膜4a(図1参照)を形成する。

【0074】

104a2は溝102bと、溝102cとに挟まれたスリット104(図1参照)の先

10

20

30

40

50

端のスリット出口を示す。スリット出口104a2から流出した塗布液は塗膜4b(図1参照)を形成する。

【0075】

104a3は溝102cと、切欠き部102dとに挟まれたスリット104(図1参照)の先端のスリット出口を示す。スリット出口104a3から流出した塗布液は塗膜4c(図1参照)を形成する。

【0076】

本図に示すスリット型ダイコーター1は、リップ103の先端部の塗布幅手に設けられた切欠き部102aと、溝102bと、溝102cと、切欠き部102dとで塗膜4(図1参照)を3分割する様になっている。他の符号は図1と同義である。

10

【0077】

尚、リップの先端部に設ける溝の数は、基材の幅、非塗布部の幅、塗布部の幅、塗布部の数等により適宜選択することが可能となっている。又、スリット出口の数も溝の数により増減することが可能であり必要に応じて適宜設定することが可能である。

【0078】

スリット型ダイコーター1で粘度が4.0mPa・s以下の塗布液が加圧された状態で塗布されると塗布液は各スリット出口104a1から104a3だけでなく及び切欠き部102aと、溝102bと、溝102cと、切欠き部102dとのスリット104からも流出する状態となり、切欠き部102aと、溝102bと、溝102cと、切欠き部102dとで分割したストライプ状の塗布が困難となる。

20

【0079】

スリット型ダイコーター1で、粘度が4.0mPa・s以下の塗布液が加圧されない状態で塗布されると塗布液は各スリット出口104a1、104a2、104a3から流出し、帯状基材とビードを形成し塗布される。

【0080】

図3は図2に示すスリット型ダイコーターの拡大概略図である。図3(a)は図2に示すスリット型ダイコーターの拡大概略側面図である。図3(b)は図2に示すスリット型ダイコーターの拡大概略正面図である。

【0081】

図中、Jaは切欠き部102aのバックリップ103aからの深さを示す。深さJaは、塗布液切れ、塗布液のリップと支持体との架橋性、スリット型ダイコーターの幅方向の塗布液漏れ等を考慮し、1.0mmから10.0mmであることが好ましい。更には、1.5mmから5.0mmが好ましい。尚、溝102b、溝102c、切欠き部102dのバックリップ103aからの深さの好ましい範囲も深さJaと同じである。

30

【0082】

Jbは切欠き部102aのフロントリップ103bからの深さを示す。深さJbは、塗布液切れ、塗布液のリップと支持体との架橋性、スリット型ダイコーターの幅方向の塗布液漏れ等を考慮し、1.0mmから10.0mmであることが好ましい。更には、1.5mmから5.0mmが好ましい。尚、溝102b、溝102c、切欠き部102dのフロントリップ103bからの深さの好ましい範囲も深さJbと同じであることが好ましい。

40

【0083】

Kはスリット型ダイコーター1の幅を示す。幅Kは塗布幅に関係なく適宜変更することが可能である。

【0084】

L1はリップ103の塗布幅手の切欠き部102aの幅を示す。幅L1はスリット型ダイコーター1の幅と、塗布幅との関係から適宜設定することが可能である。

【0085】

L2は溝102bのリップ103の塗布幅手の幅を示す。幅L2は、塗布液の分離性を考慮し、最小の幅は0.5mmであり、上限はストライプの幅で適宜設定することが可能であるが、15mm以下が好ましい。

50

【 0 0 8 6 】

L 3は溝102cのリップ103の塗布幅手の幅を示す。幅L3は、塗布液の分離性を考慮し、最小の幅は0.5mmであり、上限はストライプの幅で適宜設定することが可能であるが、1.5mm以下が好ましい。幅L2の幅と、幅L3の幅とは同じであっても異なっても構わない。

【 0 0 8 7 】

L4はリップ103の塗布幅手の切欠き部102dの幅を示す。幅L4はスリット型ダイコーター1の幅と、塗布幅との関係から適宜設定することが可能である。尚、幅L1と幅L4とは、同じであっても異なっても構わない。幅L1と幅L4は短い方が好ましく、なくてもよい。

10

【 0 0 8 8 】

N1はスリット104の先端のスリット出口104a1の塗布幅手の幅を示す。N2はスリット104の先端のスリット出口104a2の塗布幅手の幅を示す。

【 0 0 8 9 】

N3はスリット104の先端のスリット出口104a3の塗布幅手の幅を示す。

【 0 0 9 0 】

幅N1からN3は塗布幅に合わせ適宜変更することが可能であり、それぞれが異なっても構わない。

【 0 0 9 1 】

Oはスリット104のスリット間隙を示す。スリット間隙Oは、塗布液供給量、塗布液物性等を考慮し、5μmから50μmが好ましい。他の符号は図1と同義である。

20

【 0 0 9 2 】

切欠き部102aと、溝102bと、溝102cと、切欠き部102dとの配設する位置は、フロントリップ103bとバックリップ103aとで略同じ位置となっている。

【 0 0 9 3 】

図4は溝の形状を示す図2(b)のZで示される部分の拡大概略平面図である。尚、本図は図2に示されるスリット型ダイコーター1を構成しているブロック101a側からの拡大概略平面図である。図中の符号は図2と同義である。

【 0 0 9 4 】

図中、Cは溝102bのリップ103と平行な面を示し、Bは溝102bのリップ103と面Cとを結ぶ第1法(ノリ)面を示し、Dは溝102bのリップ103と面Cとを結ぶ第2法(ノリ)面を示す。は第1法(ノリ)面Bと、面Cとの交わる角度を示す。溝の形状は特に限定はなく、代表的な形状を(a)から(e)に示す。

30

(a)は面Cと、第2法(ノリ)面Dとの交わる角度が90°の場合を示している。尚、第1法(ノリ)面Bと、面Cとの交わる角度も面Cと、第2法(ノリ)面Dとの交わる角度と同じであることが好ましい。

(b)は面Cと、第2法(ノリ)面Dとの交わる角度が鈍角の場合を示している。尚、第1法(ノリ)面Bと、面Cとの交わる角度も面Cと、第2法(ノリ)面Dとの交わる角度と同じであることが好ましい。

(c)は面Cと、第2法(ノリ)面Dとの交わる角度が鋭角の場合を示している。尚、第1法(ノリ)面Bと、面Cとの交わる角度も面Cと、第2法(ノリ)面Dとの交わる角度と同じであることが好ましい。

40

(d)は、第2法(ノリ)面Dが凸曲面の場合を示している。尚、第1法(ノリ)面Bも第2法(ノリ)面Dと同じ凸曲面であることが好ましい。

(e)は、第2法(ノリ)面Dが凹曲面の場合を示している。尚、第1法(ノリ)面Bも第2法(ノリ)面Dと同じ凹曲面であることが好ましい。

【 0 0 9 5 】

又、リップ103の塗布幅手の両端部に設けられた切欠き部102a(102d)(図2参照)は、リップ103と平行な面と、リップ103と平行な面とを結ぶ法(ノリ)面を有している。切欠き部102a(102d)(図2参照)の法(ノリ)面も、溝102

50

bの塗布幅手の第2法(ノリ)面Dと同じ形状をしていることが好ましい。

【0096】

尚、面Cと第2法(ノリ)面Dとの交わる箇所はR面取り加工をしても構わない。又、第2法(ノリ)面Dとリップ103との交わる点はシャープエッジであることが好ましい。

【0097】

又、リップ103の塗布幅手の両端部に設けられた切欠き部102a(102d)(図2参照)の法(ノリ)面とリップ103との交わる点もシャープエッジであることが好ましい。

【0098】

図1から図4に示すリップ部の塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有するスリット型ダイコーターを使用し、リップ先端部の塗布液の圧力が負圧或いはゼロの状態です塗布することで、膜厚が安定したウェット膜厚0.1μmから5.0μmの薄膜塗布がストライプ状で塗布することが可能となり、市場の要求に合わせて対応することが可能となった。

【0099】

図1から図4に示すスリット型ダイコーターを使用した本発明の塗布方法は、ハードコート層、反射防止層等を有する反射防止フィルム、光学フィルム、有機EL素子を構成している各層の中で塗布方式で形成可能な機能層(例えば、正孔輸送層、発光層等)、液晶ディスプレイに用いられるカラーフィルター、光学フィルター、各種コーティングフィルムの製造に適用することが可能である。

【0100】

尚、本発明の塗布方法で反射防止フィルム、光学フィルムを製造する際に使用する材料は、特開2008-296421号公報、同2008-242003号公報、同2008-224718号公報、同2008-200600号公報、同2007-098833号公報、同2006-293201号公報、同2006-285217号公報等に記載されている公知の材料を使用することが可能である。

【0101】

又、本発明の塗布方法で有機EL素子を製造する際に使用する材料は、国際公開第06/100868号パンフレット、特開2006-294536号公報、特開2007-73332公報等に記載されている公知の材料を使用することが可能である。

【実施例】

【0102】

以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。尚、下記文中「部」とは「質量部」を表す。

【0103】

実施例1

(帯状基材の準備)

基材として厚さ100μm、幅330mm、長さ500mのポリエチレンテレフタレートフィルム(帝人・デュポン社製フィルム、以下、PETと略記する)の帯状基材を準備した。

【0104】

(塗布液の準備)

アセトン100質量部に市販の染料、C.I.アシッドレッド249を1.5質量部を溶解した塗布液調製し、粘度は、ポリビニルブチレート(PVB)の添加量調整し表1に示す様に準備した。塗布液の粘度は東機産業株式会社製の、E型粘度計VISCONIC ED型及び同社製コントローラーE-200型を使用し、温度25で測定した値を示す。

【0105】

(スリット型ダイコーターの準備)

10

20

30

40

50

図3に示す各部の寸法を有する図2に示す切欠き部と、溝とを有するスリット型ダイコーターを準備した。

【0106】

| | |
|----------------------------|--------|
| スリット型ダイコーターの幅 K | 330 mm |
| 切欠き部及び溝のフロントリップからの深さ J b | 2 mm |
| 切欠き部及び溝のバックリップからの深さ J a | 2 mm |
| 切欠き部 102 a のリップの塗布幅手の幅 L 1 | 15 mm |
| 溝 102 b のリップの塗布幅手の幅 L 2 | 3 mm |
| 溝 102 c のリップの塗布幅手の幅 L 3 | 3 mm |
| 切欠き部 102 d のリップの塗布幅手の幅 L 4 | 15 mm |
| スリット出口 104 a 1 の塗布幅手の幅 N 1 | 98 mm |
| スリット出口 104 a 1 の塗布幅手の幅 N 2 | 98 mm |
| スリット出口 104 a 1 の塗布幅手の幅 N 3 | 98 mm |
| スリット間隙 O | 20 μm |
| 塗布幅 | 300 mm |

切欠き部及び溝の形状は図4(a)に示される形状とした。

【0107】

(塗布)

準備したスリット型ダイコーターを使用し、減圧室は配設せずに準備した塗布液を、図1に示す様に塗膜が3条のストライプ状に表1に示す様にウェット膜厚及び塗布液粘度を変え、塗布液のビードのスリット出口の圧力を調整し、以下に示す条件で準備した帯状基材上に塗布した後、乾燥し試料No. 101から128とした。

【0108】

尚、試料No. 101から128を作製するに際し、スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力は、明細書本文中に記載の方法で測定した値を示す。ウェット膜厚は塗布液供給流量を変化することで調整した。

【0109】

ウェット膜厚とは、下式で算出される理論膜厚を言う。

【0110】

ウェット膜厚 = 塗布液供給流量 / (塗布幅 × 塗布速度)

乾燥後の膜厚は、各条に付き幅手3箇所、長さ方向に5箇所を測定し、その平均値とした。

【0111】

(塗布条件)

塗布条件としては、塗布幅300 mm、塗布長50 m、塗布液の塗布時の温度は25、塗布速度は5 m / 分とした。尚、塗布速度は、三菱電機(株)製 レーザドップラ速度計LV203で測定した。

【0112】

10

20

30

【表 1】

| 試料 No. | ウェット膜厚 (μm) | コーターギャップ (μm) | ウェット膜厚に対するコーターギャップの間隔 (倍) | ビードのスリット出口の圧力 (MPa) | 塗布液粘度 ($\text{mPa}\cdot\text{s}$) |
|--------|--------------------------|----------------------------|---------------------------|---------------------|-------------------------------------|
| 101 | 0.08 | 24 | 300 | +0.002 | 20 |
| 102 | 0.08 | 24 | 300 | ± 0.0 | 10 |
| 103 | 0.08 | 24 | 310 | -0.01 | 1 |
| 104 | 0.08 | 24 | 300 | -0.015 | 0.4 |
| 105 | 0.1 | 30 | 300 | +0.002 | 20 |
| 106 | 0.1 | 30 | 300 | ± 0.0 | 10 |
| 107 | 0.1 | 30 | 300 | -0.01 | 1 |
| 108 | 0.1 | 30 | 300 | -0.015 | 0.4 |
| 109 | 0.5 | 150 | 300 | +0.002 | 20 |
| 110 | 0.5 | 150 | 300 | ± 0.0 | 10 |
| 111 | 0.5 | 150 | 300 | -0.01 | 1 |
| 112 | 0.5 | 150 | 300 | -0.015 | 0.4 |
| 113 | 1.0 | 300 | 300 | +0.002 | 20 |
| 114 | 1.0 | 300 | 300 | ± 0.0 | 10 |
| 115 | 1.0 | 300 | 300 | -0.01 | 1 |
| 116 | 1.0 | 300 | 300 | -0.015 | 0.4 |
| 117 | 3.0 | 300 | 100 | +0.002 | 15 |
| 118 | 3.0 | 300 | 100 | ± 0.0 | 5 |
| 119 | 3.0 | 300 | 100 | -0.01 | 1 |
| 120 | 3.0 | 300 | 100 | -0.015 | 0.4 |
| 121 | 5.0 | 300 | 60 | +0.002 | 12 |
| 122 | 5.0 | 300 | 60 | ± 0.0 | 5 |
| 123 | 5.0 | 300 | 60 | -0.01 | 1 |
| 124 | 5.0 | 300 | 60 | -0.015 | 0.4 |
| 125 | 6.0 | 300 | 50 | +0.002 | 12 |
| 126 | 6.0 | 300 | 50 | ± 0.0 | 5 |
| 127 | 6.0 | 300 | 50 | -0.01 | 1 |
| 128 | 6.0 | 300 | 50 | -0.015 | 0.4 |

10

20

30

【0113】

評価

作製した各試料 No. 101 から 128 に付き、始め 5 m と、終わり 5 m との箇所から試料を抜き取り、各条の膜厚の安定性、塗布幅の安定性を以下に示す測定方法により測定し、以下に示す評価ランクに従って評価した結果を表 2 に示す。

【0114】

膜厚の安定性の測定方法

濃度と膜厚との関係が直線関係にあることから、コニカミノルタ製コニカデンシトメーター PDM-7 を使用し、幅手方向に 10 mm 間隔で濃度を測定し、試料に付き 31 点の濃度のバラツキを膜厚安定性として、次の式より計算で求めた。

【0115】

$$\text{膜厚の安定性 (バラツキ)} = ((\text{最高濃度} - \text{最小濃度}) / \text{平均濃度}) \times 100$$

評価ランク

- : バラツキが 1.0 未満
- : バラツキが 1.0 以上、3.0 未満
- : バラツキが 3.0 以上、5.0 未満

40

50

×：バラツキが5.0以上

塗膜の幅安定性の測定方法

(株)ミットヨ製測定顕微鏡MF-A4020を使用し、長さ方向に1m間隔で幅を測定し、試料につき10点の幅のバラツキを幅安定性として、次の式より計算で求めた。

【0116】

塗布幅の安定性(バラツキ) = ((最高幅 - 最小幅) / 平均幅) × 100

評価ランク

：バラツキが1.0未満

：バラツキが1.0以上、3.0未満

：バラツキが3.0以上、5.0未満

×：バラツキが5.0以上

【0117】

【表2】

| 試料 No. | 膜厚の安定性 | | | 塗布幅の安定性 | | | 備 考 |
|-----------|--------|-----|-----|---------|-----|-----|-----|
| | 第1条 | 第2条 | 第3条 | 第1条 | 第2条 | 第3条 | |
| 101 | × | × | × | × | × | × | 比 較 |
| 102 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 103 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 104 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 105 | × | × | × | × | × | × | 比 較 |
| 106 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 107 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 108 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 109 | × | × | × | × | × | × | 比 較 |
| 110 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 111 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 112 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 113 | × | × | × | × | × | × | 比 較 |
| 114 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 115 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 116 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 117 | × | × | × | × | × | × | 比 較 |
| 118 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 119 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 120 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 121 | × | × | × | × | × | × | 比 較 |
| 122 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 123 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 124 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 125 | × | × | × | × | × | × | 比 較 |
| 126 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 127 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 128 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |

10

20

30

40

【0118】

リップ先端部の塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有したスリット型ダイコ

50

ーターNo. 1を使用し、塗布する時、塗布液のビードのスリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態とし、塗布速度は5 m / 分で3条のストライプ状に塗布する塗布方法で作製した試料No. 102から104、106から108、110から112、114から116、118から120、122から124、126から128は膜厚の安定性、塗布幅の安定性何れも良好で、帯基材上に形成される塗膜のウェット膜厚が0.1 μmから5.0 μmで塗布し作製した試料No. 106から108、110から112、114から116、118から120、122から124は膜厚の安定性、塗布幅の安定性が特に優れていることを確認した。リップ先端部の塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有したスリット型ダイコーターを使用し、塗布する時、塗布液のビードのスリット出口の圧力を本発明の範囲から外した圧力の状態とし作製した試料No. 101、105、109、113、117、121、125は膜厚の安定性、塗布幅の安定性何れも本発明に比べ劣っていることを確認した。

10

【0119】

又、同じコーターを用いて、特許文献1の方法に相当する、ビードのスリット出口の圧力+0.03 MPa、ウェット膜厚を5 μmで塗布した場合は、コーターギャップを大きくするとストライプ状の塗布の膜厚及びストライプ状の塗布幅が安定せず、コーターギャップを小さくするとストライプ状の塗布が出来なかった。

【0120】

又、塗膜の分割をスリットにシムを挿入したスリット型ダイコーターを使用した場合はストライプ状の塗布が出来なかった。以上の結果より本発明の有効性が確認された。

20

【0121】

実施例2

(帯基材の準備)

基材として厚さ100 μm、幅330 mm、長さ500 mのポリエチレンテレフタレートフィルム(帝人・デュポン社製フィルム、以下、PETと略記する)の帯基材を準備した。

【0122】

(塗布液の準備)

アセトン100質量部に市販の染料C.I.アシッドレッド249を1.5質量部溶解した塗布液を調製し、ポリビニルブチレート(PVB)の添加量調整し表3に示すように粘度が異なる塗布液を準備しNo. aからeとした。塗布液の粘度は実施例1に記載の方法と同じ方法で測定した値を示す。

30

【0123】

【表3】

| 塗布液No. | 粘度(mPa·s) |
|--------|-----------|
| a | 0.3 |
| b | 1.0 |
| c | 3.0 |
| d | 4.0 |
| e | 5.0 |

40

【0124】

(スリット型ダイコーターの準備)

実施例1で準備したスリット型ダイコーターと同じスリット型ダイコーターを準備した。

【0125】

(塗布)

準備したスリット型ダイコーターを使用し、減圧室は配設せずに準備した塗布液No. aからeを、以下に示す条件でウェット膜厚を2.0 μmとし、図1に示す様に塗膜が3

50

糸のストライプ状に準備した帯状基材上に塗布した後、乾燥し表4に示す様に試料No. 201から205とした。ウェット膜厚は実施例1と同じ方法で測定した値を示す。

【0126】

(塗布条件)

塗布条件としては、塗布幅300mm、塗布長50m、塗布液の塗布時の温度は25、コーターギャップは、ウェット膜厚の100倍の200 μ mとした。塗布速度は5m/分とした。尚、塗布速度は、実施例1の塗布速度の測定と同じ方法で測定した値を示す。スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力は-0.003MPaであった。圧力の測定は実施例1と同じ方法で行った値を示す。

【0127】

評価

作製した各試料No. 201から205に付き、始め5mと、終わり5mとの箇所から試料を抜き取り、膜厚の安定性、塗布幅の安定性を実施例1と同じ測定方法により測定し、実施例1と同じ計算方法に従って評価した結果を表4に示す。

【0128】

【表4】

| 試料 No. | 塗布液 No. | 膜厚の安定性 | | | 塗布幅の安定性 | | | 備 考 |
|-----------|------------|--------|-----|-----|---------|-----|-----|-----|
| | | 第1条 | 第2条 | 第3条 | 第1条 | 第2条 | 第3条 | |
| 201 | a | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 202 | b | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 203 | c | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 204 | d | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 205 | e | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |

【0129】

リップ先端部の塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有したスリット型ダイコーターを使用し、リップ先端部から押し出される塗布液で帯状基材上に形成される塗膜のウェット膜厚を0.1 μ mから5 μ m、コーターギャップをウェット膜厚の30倍から300倍、塗布速度10m/分以下で、スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態に塗布する時、塗布液の粘度が4.0mPa \cdot s以下の場合に、特に膜厚の安定性、塗布幅の安定性が良好であることを確認した。本発明の有効性が確認された。

【0130】

実施例3

(帯状基材の準備)

基材として実施例1で準備した帯状基材と同じ帯状基材を準備した。

【0131】

(塗布液の準備)

実施例2で調製した塗布液No. bと同じ塗布液を準備した。

【0132】

(スリット型ダイコーターの準備)

実施例1で準備したスリット型ダイコーターの切欠き部のリップの塗布幅手の幅L1と、溝の塗布幅手の幅L2と、溝の塗布幅手の幅L3と切欠き部の塗布幅手の幅L4、スリット出口の塗布幅手の幅N1からN3を表5に示す様に変えた他は実施例1で準備したスリット型ダイコーターと同じ構成のスリット型ダイコーターを準備し、No. 3-1から3-6とした。

【0133】

10

20

30

40

【表 5】

| スリット型 ダイコーター No. | 溝のリップの 塗布幅手の幅 (mm) | 切欠き部のリップの 塗布幅手の幅(mm) | スリット出口の 塗布幅手の幅(mm) | | |
|------------------------|--------------------------|-------------------------|-----------------------|-------|-------|
| | L2、L3 | L1、L4 | N1 | N2 | N3 |
| 3-1 | 0.4 | 15.0 | 89.73 | 89.73 | 89.73 |
| 3-2 | 0.5 | 15.0 | 89.67 | 89.67 | 89.67 |
| 3-3 | 1.0 | 15.0 | 89.33 | 89.33 | 89.33 |
| 3-4 | 3.0 | 15.0 | 88.0 | 88.0 | 88.0 |
| 3-5 | 15.0 | 15.0 | 80.0 | 80.0 | 80.0 |
| 3-6 | 16.0 | 15.0 | 79.33 | 79.33 | 79.33 |

10

【0134】

(塗布)

準備したスリット型ダイコーターNo. 3-1から3-6を使用し、減圧室は配設せずに準備した塗布液を、以下に示す条件でウェット膜厚を $2.0\mu\text{m}$ とし、図1に示す様に塗膜が3条のストライプ状に準備した帯状基材上に塗布した後、乾燥し表6に示す様に試料No. 301から306とした。ウェット膜厚は実施例1と同じ方法で測定した値を示す。

20

【0135】

(塗布条件)

塗布条件としては、塗布幅 300mm 、塗布長 50m 、塗布液の塗布時の温度は 25 、コーターギャップはウェット膜厚の 100 倍の $200\mu\text{m}$ とした。塗布速度は $5\text{m}/\text{分}$ とした。尚、塗布速度は、実施例1の塗布速度の測定と同じ方法で測定した値を示す。スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力は -0.003MPa であった。圧力の測定は実施例1と同じ方法で行った値を示す。

【0136】

評価

作製した各試料No. 301から306に付き、始め 5m と、終わり 5m との箇所から試料を抜き取り、各条の膜厚の安定性、各条の塗布幅の安定性を実施例1と同じ測定方法により測定し、実施例1と同じ評価ランクに従って評価した結果を表6に示す。

30

【0137】

【表 6】

| 試料 No. | スリット型 ダイコーター No. | 膜厚の安定性 | | | 塗布幅の安定性 | | | 備 考 |
|-----------|------------------------|--------|-----|-----|---------|-----|-----|-----|
| | | 第1条 | 第2条 | 第3条 | 第1条 | 第2条 | 第3条 | |
| 301 | 3-1 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 302 | 3-2 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 303 | 3-3 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 304 | 3-4 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 305 | 3-5 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 306 | 3-6 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |

40

【0138】

スリット型ダイコーターのリップの塗布幅手の塗布領域内に設けられた切欠き部及び溝の深さを 2mm で、切欠き部の塗布幅手の幅を 15.0mm としたスリット型ダイコーターを使用し、リップ先端部から押し出される塗布液で帯状基材上に形成される塗膜のウェット膜厚を $0.1\mu\text{m}$ から $5.0\mu\text{m}$ 、塗布液の粘度を $4.0\text{mPa}\cdot\text{s}$ 以下、コーター

50

ギャップをウェット膜厚の30倍から300倍、塗布速度10m/分以下で、スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態に塗布する時、溝のリップの塗布幅手の幅が0.5mmから15.0mmの場合に特に膜厚の安定性、塗布幅の安定性が良好であることを確認した。本発明の有効性が確認された。

【0139】

実施例4

(帯基材の準備)

基材として実施例1で準備した帯基材と同じ帯基材を準備した。

【0140】

(塗布液の準備)

実施例2で調製した塗布液No. bと同じ塗布液を準備した。

【0141】

(スリット型ダイコーターの準備)

実施例1で準備したスリット型ダイコーターの切欠き部及び溝の深さを表7に示す様に変えた他は実施例1で準備したスリット型ダイコーターNo. 1と同じ構成のスリット型ダイコーターを準備し、No. 4-1から4-6とした。

【0142】

【表7】

| スリット型ダイコーターNo. | 切欠き部及び溝の深さ(mm) |
|----------------|----------------|
| 4-1 | 0.8 |
| 4-2 | 1.0 |
| 4-3 | 2.0 |
| 4-4 | 5.0 |
| 4-5 | 10.0 |
| 4-6 | 11.0 |

【0143】

(塗布)

準備したスリット型ダイコーターNo. 4-1から4-6を使用し、減圧室は配設せずに準備した塗布液を、以下に示す条件でウェット膜厚を2.0 μ mとし、図1に示す様に塗膜が3条のストライプ状に準備した帯基材上に塗布した後、乾燥し表8に示す様に試料No. 401から406とした。ウェット膜厚は実施例1と同じ方法で測定した値を示す。

【0144】

(塗布条件)

塗布条件としては、塗布幅300mm、塗布長50m、塗布液の塗布時の温度は25、コーターギャップはウェット膜厚の100倍の200 μ mとした。塗布速度は5m/分とした。尚、塗布速度は、実施例1の塗布速度の測定と同じ方法で測定した値を示す。スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力は-0.003MPaとした。圧力の測定は実施例1と同じ方法で行った値を示す。

【0145】

評価

作製した各試料No. 401から406に付き、始め5mと、終わり5mとの箇所から試料を抜き取り、各条の膜厚の安定性、各条の塗布幅の安定性を実施例1と同じ測定方法により測定し、実施例1と同じ評価ランクに従って評価した結果を表8に示す。

【0146】

【表 8】

| 試料 No. | スリット型 ダイコーター No. | 膜厚の安定性 | | | 塗布幅の安定性 | | | 備 考 |
|-----------|------------------------|--------|-----|-----|---------|-----|-----|-----|
| | | 第1条 | 第2条 | 第3条 | 第1条 | 第2条 | 第3条 | |
| 401 | 4-1 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 402 | 4-2 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 403 | 4-3 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 404 | 4-4 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 405 | 4-5 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 406 | 4-6 | ○ | ○ | ○ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |

10

【0147】

スリット型ダイコーターのリップの塗布幅手の塗布領域内に設けられた切欠き部及び溝のリップの塗布幅手の幅3mmを有するスリット型ダイコーターを使用し、リップ先端部から押し出される塗布液で帯状基材上に形成される塗膜のウェット膜厚を0.1μmから5μm、塗布液の粘度が4.0mPa・s以下、コーターギャップをウェット膜厚の30倍から300倍、塗布速度10m/分以下で、スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態に塗布する時、切欠き部及び溝の深さを1.0mmから10.0mmの場合に特に膜厚の安定性、塗布幅の安定性が良好であることを確認した。本発明の有効性が確認された。

20

【0148】

実施例5

(帯状基材の準備)

基材として実施例1で準備した帯状基材と同じ帯状基材を準備した。

【0149】

(塗布液の準備)

実施例2で調製した塗布液No. bと同じ塗布液を準備した。

【0150】

(スリット型ダイコーターの準備)

実施例1で準備したスリット型ダイコーターと同じ構成のスリット型ダイコーターを準備した。

30

【0151】

(塗布)

準備したスリット型ダイコーターを使用し、減圧室は配設せずに準備した塗布液をコーターギャップ及びウェット膜厚を表9に示す様に変え、図1に示す様に塗膜が3条のストライプ状に準備した帯状基材上に塗布した後、乾燥し試料No. 501から520とした。ウェット膜厚は実施例1と同じ方法で測定した値を示す。

【0152】

(塗布条件)

塗布条件としては、塗布幅300mm、塗布長50m、塗布液の塗布時の温度は25、塗布速度は5m/分とした。尚、塗布速度は、実施例1の塗布速度の測定と同じ方法で測定した値を示す。スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力は-0.003MPaであった。圧力の測定は実施例1と同じ方法で行った値を示す。

40

【0153】

【表 9】

| 試料 No. | ウェット膜厚 (μm) | ウェット膜厚に対する コーターギャップの割合(倍) | コーターギャップ (μm) |
|-----------|-----------------------------|------------------------------|-------------------------------|
| 501 | 0.07 | 21 | 1.5 |
| 502 | 0.07 | 43 | 3.0 |
| 503 | 0.07 | 285 | 20.0 |
| 504 | 0.07 | 357 | 25.0 |
| 505 | 0.10 | 20 | 2.0 |
| 506 | 0.10 | 30 | 3.0 |
| 507 | 0.10 | 300 | 30.0 |
| 508 | 0.10 | 400 | 35.0 |
| 509 | 3.0 | 20 | 60.0 |
| 510 | 3.0 | 30 | 90.0 |
| 511 | 3.0 | 300 | 900.0 |
| 512 | 3.0 | 333 | 1000.0 |
| 513 | 5.0 | 20 | 100.0 |
| 514 | 5.0 | 30 | 150.0 |
| 515 | 5.0 | 300 | 1500.0 |
| 516 | 5.0 | 320 | 1600.0 |
| 517 | 6.0 | 20 | 120.0 |
| 518 | 6.0 | 30 | 180.0 |
| 519 | 6.0 | 300 | 1800.0 |
| 520 | 6.0 | 317 | 1900.0 |

10

20

【0154】

評価

作製した各試料No. 501から520に付き、始め5mと、終わり5mとの箇所から試料を抜き取り、各条の膜厚の安定性、各条の塗布幅の安定性を実施例1と同じ測定方法により測定し、実施例1と同じ評価ランクに従って評価した結果を表10に示す。

【0155】

30

【表 10】

| 試料 No. | 膜厚の安定性 | | | 塗布幅の安定性 | | | 備 考 |
|-----------|--------|-----|-----|---------|-----|-----|-----|
| | 第1条 | 第2条 | 第3条 | 第1条 | 第2条 | 第3条 | |
| 501 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 502 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 503 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 504 | ○ | ○ | ○ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 505 | △ | △ | △ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 506 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 507 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 508 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 509 | △ | △ | △ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 510 | ○ | ○ | ○ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 511 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 512 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 513 | △ | △ | △ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 514 | ○ | ○ | ○ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 515 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 516 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 517 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 518 | ○ | ○ | ○ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 519 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 520 | ◎ | ◎ | ◎ | △ | △ | △ | 本発明 |

10

20

【0156】

スリット型ダイコーターのリップの塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有したスリット型ダイコーターを使用し、塗布液の粘度を4.0 mPa・s以下、塗布速度10 m/分以下で、スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態に塗布する時、ウェット膜厚を0.1 μmから5 μm、コーターギャップをウェット膜厚の30倍から300倍の場合に特に膜厚の安定性、塗布幅の安定性が良好であることを確認した。本発明の有効性が確認された。

30

【0157】

実施例6

(帯状基材の準備)

基材として実施例1で準備した帯状基材と同じ帯状基材を準備した。

【0158】

(塗布液の準備)

実施例2で調製した塗布液No. bと同じ塗布液を準備した。

【0159】

(スリット型ダイコーターの準備)

実施例1で準備したスリット型ダイコーターと同じ構成のスリット型ダイコーターを準備した。

40

【0160】

(塗布)

準備したスリット型ダイコーターを使用し、減圧室は配設せずに準備した塗布液を準備した帯状基材の上に塗布する時、塗布速度を表11に示す様に変え、以下に示す条件でウェット膜厚を2.0 μmとし、図1に示す様に塗膜が3条のストライプ状に塗布した後、乾燥し試料No. 601から607とした。ウェット膜厚は実施例1と同じ方法で測定した値を示す。塗布速度は、実施例1の塗布速度の測定と同じ方法で測定した値を示す。

【0161】

50

(塗布条件)

塗布条件としては、塗布幅300mm、塗布長50m、塗布液の塗布時の温度は25、コーターギャップはウェット膜厚の100倍の200 μ mとした。尚、塗布速度は、実施例1の塗布速度の測定と同じ方法で測定した値を示す。スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力は-0.003MPaであった。圧力の測定は実施例1と同じ方法で行った値を示す。

【0162】

評価

作製した各試料No.601から607に付き、始め5mと、終わり5mとの箇所から試料を抜き取り、膜厚安定性、塗布幅安定性を実施例1と同じ測定方法により測定し、実施例1と同じ計算方法に従って評価した結果を表11に示す。

【0163】

【表11】

| 試料 No. | 塗布速度 (m/分) | 膜厚の安定性 | | | 塗布幅の安定性 | | | 備 考 |
|-----------|---------------|--------|-----|-----|---------|-----|-----|-----|
| | | 第1条 | 第2条 | 第3条 | 第1条 | 第2条 | 第3条 | |
| 601 | 0.08 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |
| 602 | 0.1 | ◎ | ◎ | ◎ | ○ | ○ | ○ | 本発明 |
| 603 | 0.5 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 604 | 1.0 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 605 | 5.0 | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 606 | 10.0 | ○ | ○ | ○ | ◎ | ◎ | ◎ | 本発明 |
| 607 | 11.0 | △ | △ | △ | △ | △ | △ | 本発明 |

【0164】

スリット型ダイコーターのリップの塗布幅手の塗布領域内に少なくとも1つの溝を有したスリット型ダイコーターを使用し、ウェット膜厚を0.1 μ mから5.0 μ m、塗布液の粘度を4.0mPa \cdot s以下、コーターギャップをウェット膜厚の30倍から300倍、スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力が負圧或いはゼロの状態に塗布する時、塗布速度が0.1m/分から10.0m/分の場合に特に膜厚の安定性、塗布幅の安定性が良好であることを確認した。本発明の有効性が確認された。

【0165】

実施例7

帯状の有機ELパネル構造体(可撓性基材/第1電極(陽極)/正孔輸送層/発光層/電子輸送層/第2電極(陰極)/接着剤/封止部材)を以下に示す方法で作製した後、断裁し有機EL素子を作製し試料No.801とした。尚、正孔輸送層、発光層、電子輸送層は図1に示すスリット型ダイコーターで塗布し形成し、第2電極(陰極)は蒸着方式で成膜し形成した。

【0166】

(スリット型ダイコーターの準備)

実施例1で準備したスリット型ダイコーターと同じスリット型ダイコーターを準備した。

【0167】

帯状基材の準備

基材として厚さ100 μ m、幅330mm、長さ500mのポリエチレンテレフタレートフィルム(帝人・デュポン社製フィルム、以下、PETと略記する)の帯状基材を準備した。尚、準備した帯状基材には、予め第1電極及び第2電極用取り出し電極を形成する位置を示すためにアライメントマークを第1電極が形成される面及び反対の面の同じ位置に設けた。

【0168】

(第1電極及び第2電極用取り出し電極の形成)

準備したPETに付けられたアライメントマークを検出し、アライメントマークの位置に従って、PETの上に 5×10^{-1} Paの真空環境条件で厚さ120 nmのITO(インジウムチンオキサイド)をスパッタリング法により、マスクパターン成膜を行い、取り出し電極を有する12 mm × 5 mmの大きさの第1電極及び10 mm × 3 mmの大きさの第2電極用取り出し電極を一定間隔で3列に形成し、一旦巻き取り保管した。

【0169】

(正孔輸送層形成用塗布液の準備)

ポリエチレンジオキシチオフェン・ポリスチレンスルホネート(PEDOT/PSS、Bayer社製 Bytron PAI 4083)を純水で65%、メタノール5%で希釈した溶液を正孔輸送層形成用塗布液として準備した。正孔輸送層形成用塗布液の粘度は0.7 mPa・sであった。粘度はブルックフィールド社製 デジタル粘度計 LVDV-Iを使用し、20 で測定した値を示す。

10

【0170】

(正孔輸送層の形成)

準備したスリット型ダイコーターを使用し、準備された第1電極及び第2電極用取り出し電極までが長さ方向に3列連続に形成されたロール状のPETを帯電除去処理した後、バックアップロールに保持されたPETの長さ方向に形成された3列の第1電極及び第2電極用取り出し電極の上に(但し、両端の10 mmは除く)、準備した正孔輸送層形成用塗布液を以下に示す条件で塗布した後、乾燥・加熱処理を行い、3条の正孔輸送層を形成した。

20

【0171】

(帯電除去処理)

帯電除去処理は第1電極形成側に非接触式帯電防止装置を、裏面側に接触式帯電防止装置を使用した。非接触式帯電防止装置はヒューグルエレクトロニクス(株)製フレキシブルAC式イオン化リングパーMODEL 4100Vを使用し行った。接触式帯電防止装置は都ローラー工業(株)製導電性ガイドロールME-102を使用し行った。

【0172】

(正孔輸送層形成用塗布液の塗布条件)

塗布条件としては、正孔輸送層形成用塗布液を、スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力を-0.001 MPa、塗布速度5 m/分、ウェット膜厚は2.0 μm、コーターギャップをウェット膜厚の100倍の200 μm、正孔輸送層形成用塗布液の塗布時の温度は25、露点温度-20以下のN₂ガス環境の大気圧下で、且つ清浄度クラス5以下(JIS B 9920)で行った。ウェット膜厚は、流量(供給量)/(塗布幅×塗布速度)により算出した理論値を示す。

30

【0173】

尚、塗布速度は、三菱電機(株)製 レーザドップラ速度計LV203で測定した。

【0174】

乾燥及び加熱処理条件

正孔輸送層形成用塗膜の乾燥及び加熱処理条件としては、正孔輸送層形成用塗布液を塗布した後、乾燥装置を使用し、乾燥条件は、乾燥装置のスリットノズル形式の流出口から成膜面に向け高さ100 mm、流出風速1 m/s、幅手の風速分布5%、温度120で溶媒を除去した後、引き続き、加熱処理装置により温度150で裏面伝熱方式の熱処理を行い、3条の正孔輸送層を形成した。

40

【0175】

(発光層形成用塗布液の調製)

| | |
|--------------------------------|----------|
| ジカルバゾール誘導体(CBP) | 1.00質量% |
| イリジウム錯体(Ir(ppy) ₃) | 0.05質量% |
| トルエン | 98.95質量% |

発光層形成用塗布液の粘度は0.79 mPa・sであった。

50

【0176】

粘度はブルックフィールド社 デジタル粘度計 LVDV-I を使用し、20 で測定した値を示す。

【0177】

(発光層の形成)

準備された3条の正孔輸送層までが形成されたロール状のPETを帯電除去処理した後、3条の正孔輸送層の上(但し、PETの両端の10mmは除く)に、準備したスリット型ダイコーターを使用し、減圧室は配設せずに準備した発光層形成用塗布液を以下に示す条件で塗布した。塗布後、乾燥部で以下に示す条件により乾燥・加熱処理を行い、3条の正孔輸送層の上に3条の発光層を形成した後、一旦巻き取り保管した。

10

【0178】

(帯電除去処理)

帯電除去処理は発光層側を非接触式帯電防止装置を、裏面側を接触式帯電防止装置を使用した。非接触式帯電防止装置及び接触式帯電防止装置は正孔輸送層を形成する時と同じものを使用した。

【0179】

(発光層形成用塗布液の塗布条件)

塗布条件としては、発光層形成用塗布液をスリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力を-0.001MPa、塗布速度5m/分、ウェット膜厚は2.0 μ m、コーターギャップをウェット膜厚の100倍の200 μ m、発光層形成用塗布液の塗布時の温度は25、露点温度-20以下のN₂ガス環境の大気圧下で、且つ、清浄度クラス5以下(JIS B 9920)で行った。尚、塗布速度は、正孔輸送層の塗布速度と同じ測定方法で行った。

20

【0180】

乾燥及び加熱処理条件

発光層形成用塗膜の乾燥及び加熱処理条件としては、発光層形成用塗布液を塗布した後、乾燥装置を使用し、乾燥条件は、乾燥装置のスリットノズル形式の流出口から成膜面に向け高さ100mm、流出風速1m/s、幅手の風速分布5%、温度120で溶媒を除去した後、引き続き、加熱処理装置により温度150で裏面伝熱方式の熱処理を行い、発光層を形成した。

30

【0181】

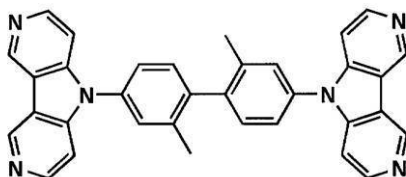
(電子輸送層形成用塗布液の準備)

電子輸送層形成用塗布液として、0.5質量%の電子輸送材料1を含有する1-ブタノール溶液を準備した。

【0182】

【化1】

電子輸送材料1



40

【0183】

(電子輸送層の形成)

準備された3条の発光層までが形成されたロール状のPETを帯電除去処理した後、3条の発光層の上(但し、PETの両端の10mmは除く)に、準備したスリット型ダイコ

50

ーターを使用し、減圧室は配設せずに準備した電子輸送層形成用塗布液を以下に示す条件で塗布した。塗布後、乾燥部で以下に示す条件により乾燥・加熱処理を行い3条の電子輸送層までを形成したPETを作製し、電子輸送層を形成した後、一旦巻き取り保管した。

【0184】

(帯電除去処理)

帯電除去処理は電子輸送層側を非接触式帯電防止装置を、裏面側を接触式帯電防止装置を使用した。非接触式帯電防止装置及び接触式帯電防止装置は正孔輸送層を形成する時と同じものを使用した。

【0185】

(電子輸送層形成用塗布液の塗布条件)

塗布条件としては、電子輸送層形成用塗布液を、スリット出口から供給された塗布液のビードのスリット出口の圧力を -0.001MPa 、塗布速度 5m/min 、ウェット膜厚は $2.0\mu\text{m}$ 、コーターギャップをウェット膜厚の100倍の $200\mu\text{m}$ 、電子輸送層形成用塗布液の塗布時の温度は 25°C 、露点温度 -20°C 以下の N_2 ガス環境の大気圧下で、且つ、清浄度クラス5以下(JIS B 9920)で行った。尚、塗布速度は、正孔輸送層の塗布速度と同じ測定方法で行った。

【0186】

乾燥及び加熱処理条件

電子輸送層形成用塗膜の乾燥及び加熱処理条件としては、電子輸送層形成用塗布液を塗布した後、乾燥装置を使用し、乾燥条件は、乾燥装置のスリットノズル形式の流出口から成膜面に向け高さ 100mm 、流出風速 1m/s 、幅手の風速分布5%、温度 120°C で溶媒を除去した後、引き続き、加熱処理装置により温度 150°C で裏面伝熱方式の熱処理を行い、電子輸送層を形成した。

【0187】

(第2電極の形成)

引き続き、電子輸送層までが形成されたPETに付けられたアライメントマークを検出し、アライメントマークの位置に従って形成された電子輸送層の上に第1電極の大きさ及び第2電極用取り出し電極に接触出来る大きさに合わせ $5 \times 10^{-4}\text{Pa}$ の真空下にて第2電極形成材料としてアルミニウムを使用し、第1電極の上及び第2電極用取り出し電極に接続する様に蒸着法にてマスクパターン成膜し、厚さ 100nm の第2電極を積層した。

【0188】

(接着剤の塗設)

第2電極までが形成されたPETに付けられたアライメントマークを検出し、アライメントマークの位置に従って第1電極及び第2電極用取り出し電極の端部を除いて発光領域及び発光領域の周辺に紫外線硬化型の液状接着剤(エポキシ樹脂系)を使用し、厚さ $30\mu\text{m}$ で塗設した。

【0189】

(封止部材の貼合)

この後、以下に示す帯状シート封止部材を接着剤塗設面にロールラミネータ法により積重し、大気圧環境化にて押圧 0.1MPa でロール圧着した後、波長 365nm の高圧水銀ランプを、照射強度 20mW/cm^2 、距離 15mm で1分間照射し固着させ貼合し、複数の有機ELパネルが連続的に繋がった状態とした。

【0190】

(封止部材の準備)

封止部材として、PETフィルム(帝人・デュボン社製)を使用し、無機膜(SiN)をバリア層に使用した2層構成の帯状シート封止部材を準備した。PETの厚さ $100\mu\text{m}$ 、バリア層の厚さ 200nm とした。尚、PETフィルムのバリア層の成膜はスパッタリング法により実施した。JIS K-7129B法(1992年)に準拠した方法で主としてMOCN法により測定した水蒸気透過度は $0.01\text{g/m}^2 \cdot \text{day}$ であった。

10

20

30

40

50

J I S K 7 1 2 6 B 法 (1 9 8 7 年) に準拠した方法で主として M O C O N 法により測定した酸素透過度は $0.1 \text{ ml} / \text{m}^2 \cdot \text{day} \cdot \text{MPa}$ であった。

【 0 1 9 1 】

(断裁)

準備した複数の有機 E L パネルが連続的に繋がった状態のものを個別の有機 E L 素子の大きさに P E T に付けられたアライメントマークを検出し、アライメントマークの位置に従って断裁し個別の有機 E L パネルを作製した。

【 0 1 9 2 】

評価

作製した有機 E L 素子に付き、始め 5 m と、終わり 5 m との箇所から作製した試料を抜き取り、リーク電流特性、発光ムラ (輝度ムラ) を以下に示す試験方法により試験し、以下に示す評価ランクに従って評価した結果、リーク電流特性、発光ムラ (輝度ムラ) は何れもであった。本発明の有効性が確認された。

10

【 0 1 9 3 】

リーク電流特性の試験方法

定電圧電源を用いて、逆方向の電圧 (逆バイアス) を 5 V、5 秒間印加し、その時有機 E L 素子に流れる電流を測定した。サンプル 10 枚の発光領域について測定を行い、最大電流値をリーク電流とした。

【 0 1 9 4 】

リーク電流特性の評価ランク

- : 最大電流値が 1×10^{-6} A 未満
- : 最大電流値が 1×10^{-6} A 以上、 1×10^{-5} A 未満
- : 最大電流値が 1×10^{-5} A 以上、 1×10^{-3} A 未満
- x : 最大電流値が 1×10^{-3} A 以上

発光ムラ (輝度ムラ) の測定方法

定電圧電源を用いて、有機 E L パネルに直流 5 V を印加し、サンプル中央部の発光部 6 箇所の輝度差を目視で観察した。

20

【 0 1 9 5 】

発光ムラ (輝度ムラ) の評価ランク

- : 輝度の差が全くない
- : 6 箇所中、1 箇所の輝度が異なる
- : 6 箇所中、2 箇所以上 4 箇所未満の輝度が異なる
- x : 6 セル中、4 箇所以上の輝度が異なる

30

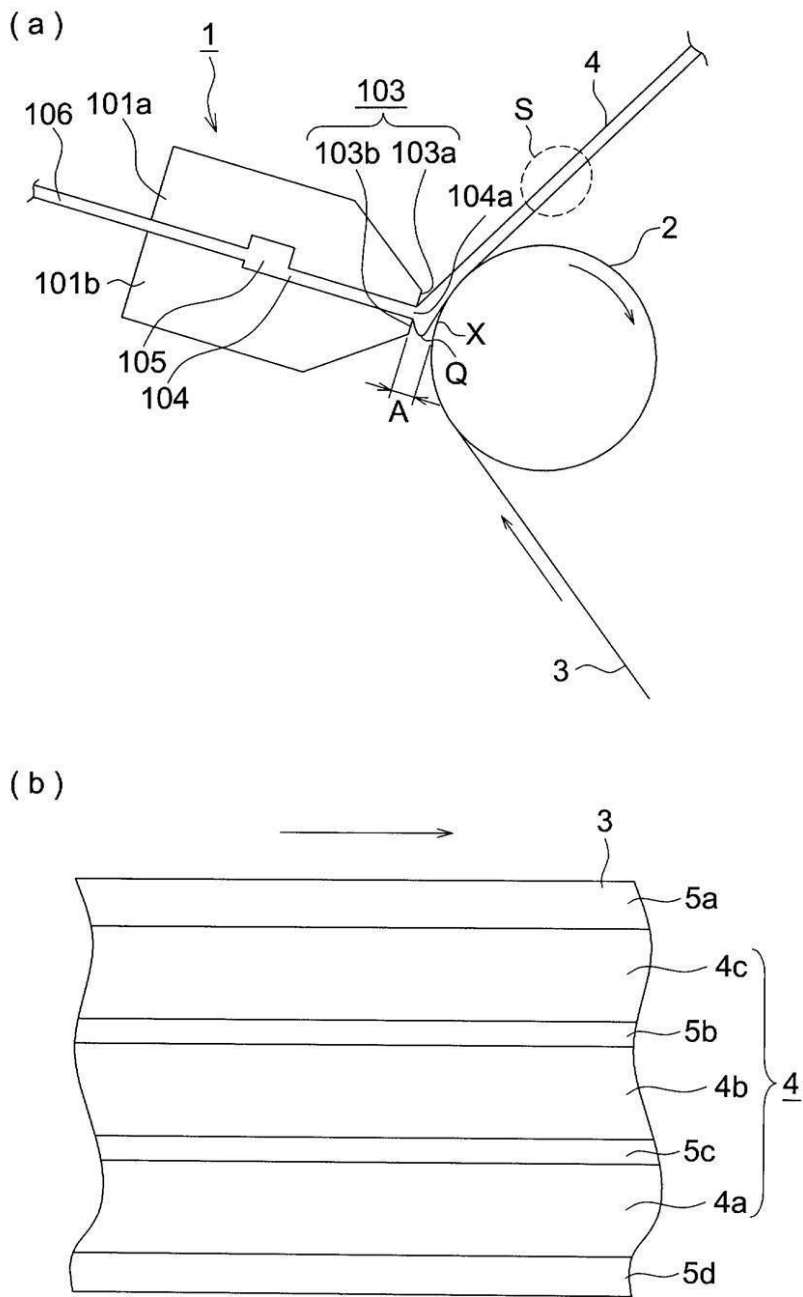
【 符号の説明 】

【 0 1 9 6 】

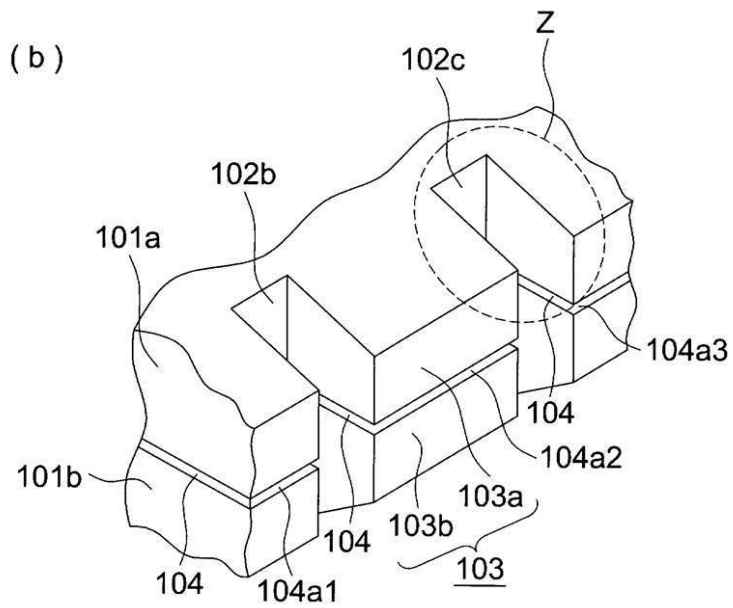
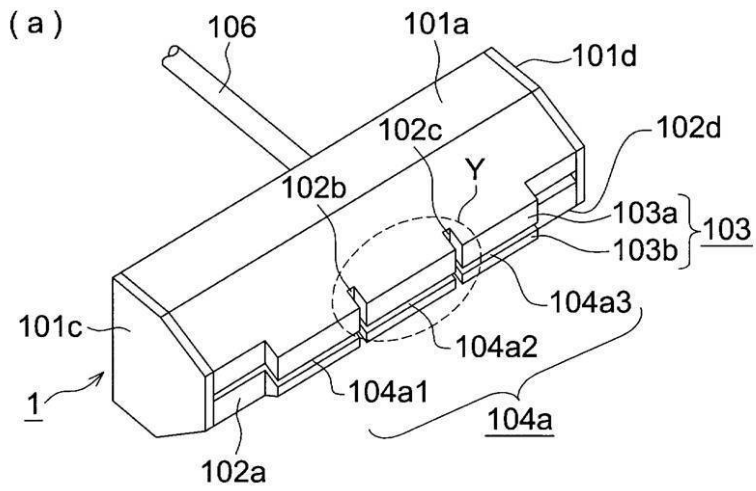
- 1 スリット型ダイコーター
- 1 0 2 a、1 0 2 d 切欠き部
- 1 0 2 b、1 0 2 c 溝
- 1 0 3 リップ
- 1 0 4 スリット
- 1 0 4 a、1 0 4 a 1 から 1 0 4 a 2 スリット出口
- A コーターギャップ
- J a、J b 深さ
- K、L 1 から L 4、N 1 から N 3 幅
- O スリット間隙
- X 塗布位置
- Q ビード

40

【図1】

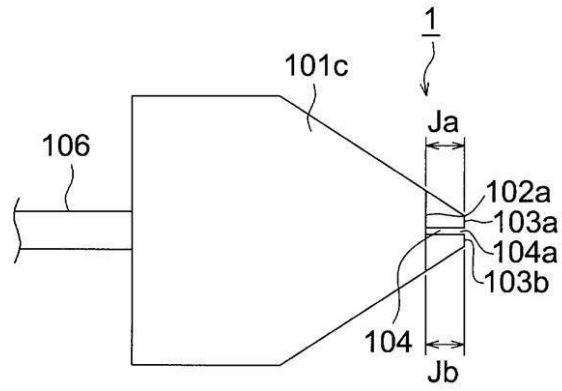


【図2】

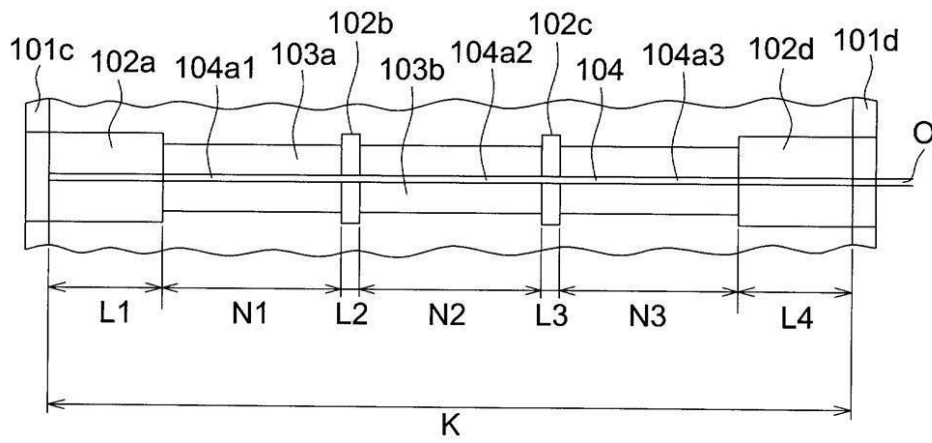


【図3】

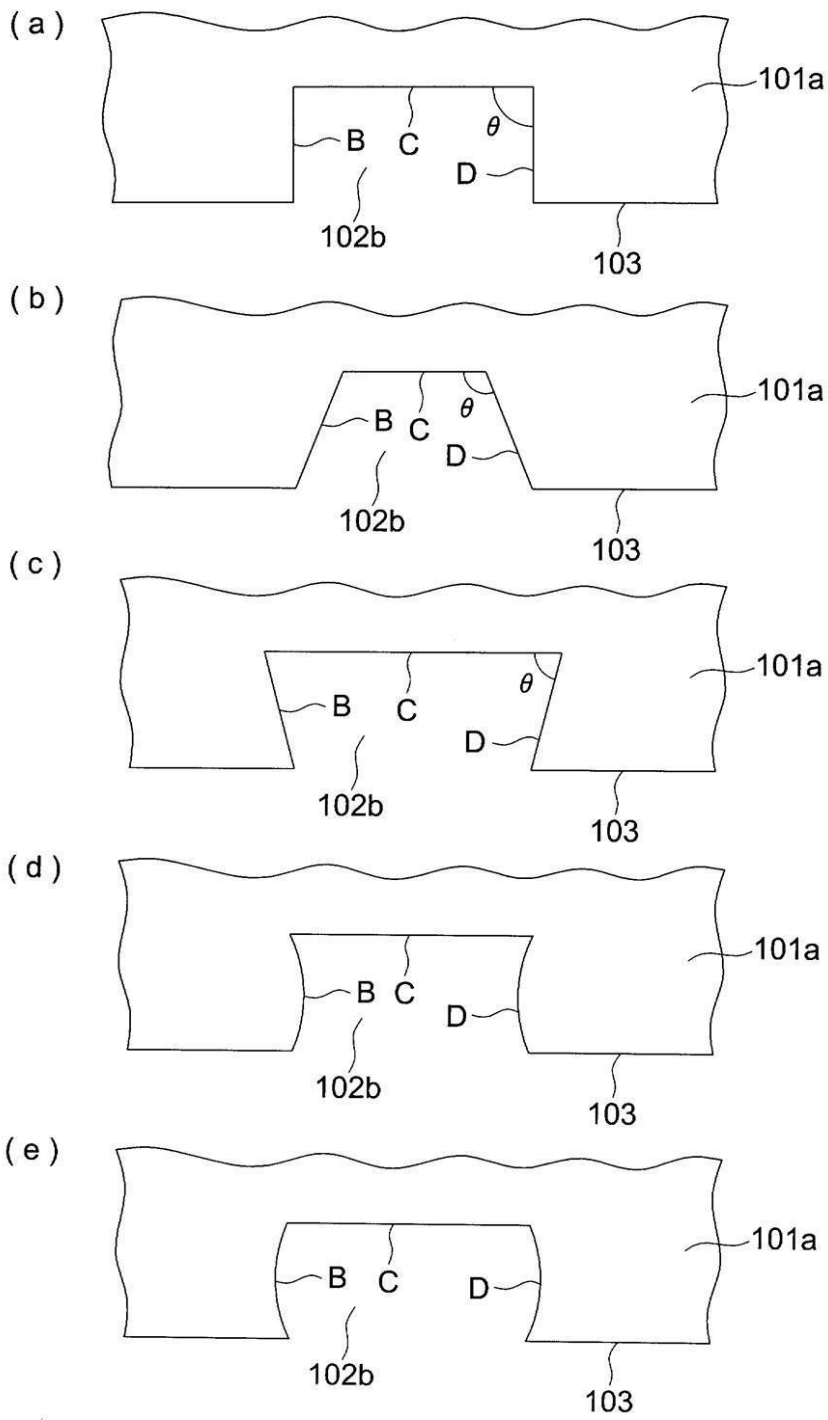
(a)



(b)



【 図 4 】



フロントページの続き

審査官 横島 隆裕

(56)参考文献 特開2009-122410(JP,A)
特開2009-134067(JP,A)
特開2008-246280(JP,A)
特開平09-248508(JP,A)
特開2000-233151(JP,A)
特開2007-268324(JP,A)
特開2009-106867(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B05D 1/00 - 7/26
H05B 33/10
H01L 51/50