

(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2008-24998

(P2008-24998A)

(43) 公開日 平成20年2月7日(2008.2.7)

(51) Int.Cl.			F I	テーマコード (参考)		
<b>C23C</b>	<b>14/24</b>	<b>(2006.01)</b>	C23C 14/24	A	3K107	
<b>H05B</b>	<b>33/10</b>	<b>(2006.01)</b>	H05B 33/10		4K029	
<b>H01L</b>	<b>51/50</b>	<b>(2006.01)</b>	H05B 33/14	A		

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2006-200190 (P2006-200190)  
 (22) 出願日 平成18年7月24日 (2006.7.24)

(71) 出願人 000001007  
 キヤノン株式会社  
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号  
 (74) 代理人 100095991  
 弁理士 阪本 善朗  
 (72) 発明者 真下 精二  
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
 (72) 発明者 吉川 俊明  
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
 (72) 発明者 福田 直人  
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
 Fターム(参考) 3K107 AA01 CC45 GG32 GG34  
 最終頁に続く

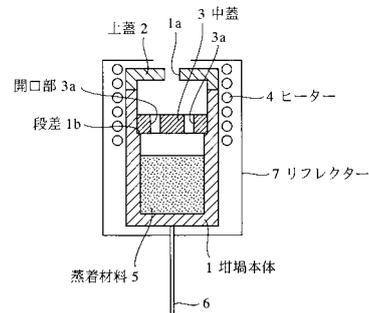
(54) 【発明の名称】 真空蒸着源および真空蒸着装置

(57) 【要約】

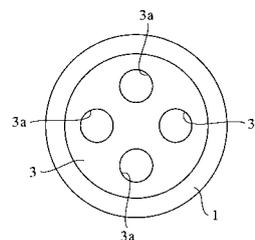
【課題】 坩堝開口の目詰まり発生を防ぎ、長時間安定した成膜を実現できる真空蒸着源を提供する。

【解決手段】 坩堝本体 1 の内部に熱伝導性の良い中蓋 3 を配置し、中蓋 3 の開口部 3 a の位置が、上蓋 2 に形成した坩堝開口 1 a と上下方向で異なるように構成することで、坩堝内で蒸発した蒸着材料 5 の再析出に伴う材料成長を熱的に抑制する。すなわち、中蓋 3 を介してヒーター 4 からの熱を蒸着材料 5 の中央部へ伝達し、蒸着材料 5 の局所的な降温を防ぐ。中蓋 3 と坩堝底壁との間に熱伝導性の良い支柱や仕切りを付加すると、より一層目詰まり防止に効果的である。

【選択図】 図 1



(a)



(b)

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

真空蒸着するための蒸着材料を収容し、加熱・蒸発させる坩堝本体と、前記坩堝本体内で発生する蒸気を放出するための坩堝開口を有する上蓋と、前記上蓋の下に位置するように前記坩堝本体内に配設された中蓋と、を有し、前記中蓋が、前記坩堝本体より熱伝導率の高い材料で作られていることを特徴とする真空蒸着源。

## 【請求項 2】

前記中蓋の材質がアルミニウムまたは銅であることを特徴とする請求項 1 記載の真空蒸着源。

## 【請求項 3】

前記坩堝本体内に、前記坩堝本体と密着する伝熱部材を設けたことを特徴とする請求項 1 または 2 記載の真空蒸着源。

## 【請求項 4】

前記中蓋が、前記坩堝開口からずれた位置に少なくとも 1 個の開口部を有することを特徴とする請求項 1 ないし 3 いずれか 1 項記載の真空蒸着源。

## 【請求項 5】

前記中蓋の前記開口部が、前記中蓋の外周部に配置されていることを特徴とする請求項 4 記載の真空蒸着源。

## 【請求項 6】

前記坩堝本体の上部を下部よりも高温に加熱する加熱手段が配設されていることを特徴とする請求項 1 ないし 5 いずれか 1 項記載の真空蒸着源。

## 【請求項 7】

請求項 1 ないし 6 いずれか 1 項記載の真空蒸着源を備え、前記真空蒸着源から発生する蒸気を基板に被着させて成膜することを特徴とする真空蒸着装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、真空蒸着装置において、基板に被着させるための蒸気を発生する真空蒸着源および真空蒸着装置に関するものである。

## 【背景技術】

## 【0002】

一般的な有機発光素子（有機 EL 素子）は、基板・陽極・正孔輸送層・発光層・電子輸送層・電子注入層・陰極といった積層構造で形成されている。有機発光素子の製造方法には大きく分けて 2 通りがある。一方は、低分子型有機 EL 材料をマスク蒸着により成膜する方法であり、もう一方は基板上に予めリブを形成した後、該リブに囲まれた凹部にインクジェット法等により高分子型有機 EL 材料を供給する方法である。

## 【0003】

このうち、インクジェット法等により高分子型有機 EL 材料を供給する手法は、使用する高分子型有機 EL 材料の開発が未だ途上であり、現段階では商品化は難しい。一方、蒸着法を用いる手法については、特許文献 1、特許文献 2、特許文献 3 に開示されたように、パッシブマトリクス方式のモノカラーおよびエリアカラーパネルにおいて既に実用化されている。

## 【0004】

図 6 は、一従来例による有機 EL 膜の真空蒸着に用いる真空蒸着源を示す。蒸着材料を加熱・蒸発させる坩堝は、坩堝本体 101 と上蓋 102 から構成されており、上蓋 102 には、図示しない基板に向かって蒸気を放出する坩堝開口 101a が設けられている。この坩堝に蒸着材料 105 を仕込み、ヒーター 104 で坩堝を加熱し、熱電対 106 によって温度制御することで蒸着材料 105 を蒸気とし、上方にある基板に有機 EL 膜を成膜する。大量生産を行う場合には、長時間安定した蒸着を行う必要がある。

【特許文献 1】特開平 10 - 265945 号公報

10

20

30

40

50

【特許文献2】特開2005-97730号公報

【特許文献3】特開2004-327272号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかし、図6に示すような従来の真空蒸着源を用いて長時間の連続成膜を行った場合、坩堝開口を有する上蓋を直接加熱することが難しく、従って温度が低いため、坩堝開口に材料が析出し、目詰まりが発生しやすい。これを解決するために特許文献1および特許文献2においてはキャップに衝撃を与えて目詰まりした蒸着材料を振るい落とししたり、加熱手段に対して坩堝を移動させるなどの提案がなされている。これらは坩堝開口部に析出する材料による目詰まりを解消するためには有効である。しかし、図7に示すように蒸着材料の成長に伴う目詰まり発生メカニズムは、坩堝開口を有する上蓋における材料の析出による目詰まり発生メカニズムとは異なる。特に蒸着材料が有機材料であって蒸着温度と結晶化温度が近い場合には、図7に示すメカニズムで坩堝開口の目詰まりが発生しやすい。

10

【0006】

図7について詳しく説明すると、まず、同図の(a)に示す状態で、坩堝壁面付近の蒸着材料105は直接坩堝本体101からの熱伝導により加熱され、蒸発温度に達する。この工程で、坩堝中央部の材料はその材料自体の熱伝導により昇温するが、蒸着材料105の熱伝導は坩堝本体101に比べて悪いため、坩堝中央部の材料は蒸発温度には達しない。坩堝内部でこのような温度分布が生じた場合、壁面付近の材料は蒸発温度に達して蒸気となり、坩堝内部の内圧が上がり、坩堝開口101aから蒸気が放出される。しかし、坩堝内部には温度分布があり、特に坩堝中央部の材料は最も温度が低くなっているため、壁面付近から蒸気となった材料は、坩堝中央部の材料と接触し、再結晶化し析出する。その結果、蒸着時間が経つにつれ、析出した材料により坩堝中央部の材料が盛り上がっていく(図7の(b)参照)。

20

【0007】

このように蒸着材料105が盛り上がっていくことで、さらに坩堝壁面からの距離が離れ、この部分の温度が上がりにくくなり、材料析出が増えていく(図7の(c)参照)。このようにして、坩堝中央部の突起が徐々に成長し、最終的には上蓋102まで達して、坩堝開口101aを塞ぎ、目詰まりが発生してしまう(図7の(d)参照)。この現象は特に蒸着温度と結晶化温度が近い材料を蒸着する時に顕著である。

30

【0008】

このようなメカニズムで発生する坩堝開口の目詰まりは、上記特許文献に開示された技術によって解決することが困難である。

【0009】

また、特許文献3には、坩堝内に中蓋を配置する蒸着源の記載はあるが、中蓋の材質等については記載されていない。蒸着温度と結晶化温度が近い材料を蒸着する場合は、中蓋の材質として適切なものを選択しないと中蓋から材料析出が始まり、坩堝開口の目詰まりが発生してしまう。

40

本発明は上記従来の技術の有する未解決の課題に鑑みてなされたものであり、坩堝開口の目詰まりを簡単な構成で効果的に防ぐことができる真空蒸着源および真空蒸着装置を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明の真空蒸着源は、真空蒸着するための蒸着材料を収容し、加熱・蒸発させる坩堝本体と、前記坩堝本体内で発生する蒸気を放出するための坩堝開口を有する上蓋と、前記上蓋の下に位置するように前記坩堝本体内に配設された中蓋と、を有し、前記中蓋が、前記坩堝本体より熱伝導率の高い材料で作られていることを特徴とする。

【発明の効果】

50

## 【0011】

坩堝の中蓋を熱伝導性の良い材料で構成することにより、長時間の連続蒸着を行った際に坩堝内部で蒸気が再析出することによる材料成長を抑制する。これによって、坩堝開口の目詰まりを防ぎ、長時間安定した蒸着が可能となる。

## 【0012】

このような真空蒸着源を搭載する真空蒸着装置を用いることで、安定した素子特性を有する有機EL素子を長時間連続して生産することができる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0013】

本発明を実施するための最良の形態を図面に基づいて説明する。

10

## 【0014】

図1は一実施の形態による真空蒸着源を構成する坩堝を示すもので、坩堝本体1および上蓋2と、中蓋3とを有する。坩堝本体1は、図示しない構造体により支持されていて、加熱手段であるヒーター4により輻射加熱され、蒸着材料5を蒸発させる。ヒーター4の出力を制御するために、熱電対6により坩堝の底部温度を測定する。ヒーター4のさらに外周部にはリフレクター7が設置され、ヒーター4からの輻射熱が坩堝内に集中するように構成されている。

## 【0015】

ヒーター4にパワーを入れ、坩堝を加熱する。蒸着材料5は、坩堝壁面からの熱伝導および輻射熱により加熱されて温度が上昇し、やがて、蒸発温度に達して、蒸気となる。この蒸気により、坩堝内の圧力が上がり、蒸気は坩堝開口1aから放出されて、図示しない基板に成膜される。

20

## 【0016】

坩堝中央部の材料は主に材料自体の熱伝導により温度が上昇するため、坩堝壁面付近の材料よりも温度は低くなっている。蒸発した材料は、坩堝中央部の温度が低い部位に接触すると再析出し、徐々に坩堝中央部の材料が成長する。

## 【0017】

しかし、坩堝内には熱伝導性の良い材料で構成された中蓋3があり、この中蓋3は坩堝壁面からの熱伝導および熱輻射により加熱されている。ここで、坩堝本体1との熱伝搬をよくするため、中蓋3は坩堝壁面となるべく密着していることが望ましい。中蓋3は熱伝導性の良い材料で構成されているため、坩堝壁面からの熱が効率よく伝わり、中蓋中央部においても坩堝壁面に近い温度まで温度が上昇している。また、この中蓋3により、坩堝内の熱が坩堝開口1aから放出されるのを抑制し、保温効果も得られる。ここで、中蓋3の材質としては、アルミニウム、銅などの熱伝導性が良好な金属が挙げられる。また、有機材料との反応を防ぐため、これらにニッケルなどのメッキを施してもよい。但し、中蓋3の材質はこれらに限定されるものではない。

30

## 【0018】

中蓋3の外周部には複数個の開口部3aが配置されている。ここで、中蓋3の開口部3aのコンダクタンスが上蓋2に配設された坩堝開口1aのコンダクタンスよりも大きくなるように構成することが望ましい。坩堝中央部の再析出した材料の成長は、中蓋3の近くまで成長しても、蒸着材料5の蒸発温度まで十分に加熱された中蓋3が存在するため、成長が止まる。

40

## 【0019】

坩堝開口1aへの材料成長をより一層効果的に抑えるためには、中蓋3の開口部3aが上蓋2に形成された坩堝開口1aと垂直方向(上下)で異なる位置にあることが望ましい。

## 【0020】

また、このような中蓋3を配置することで、坩堝開口1aの下を中蓋3によって塞ぎ、中蓋3からの熱輻射により上蓋1の温度を高温に維持しやすくなる。

## 【0021】

50

中蓋 3 の材質が熱伝導の悪い材料の場合は、中蓋中央部の温度が十分に上がっていないため、坩堝中央部の材料析出は続き、中蓋 3 まで達し、場合によっては中蓋 3 の開口部 3 a を塞ぐ可能性がある。また、中蓋 3 の開口部 3 a を塞がないとしても、中蓋上面の中央付近の温度が低いために、材料の再析出がここから発生・成長して、最終的に上蓋 3 の開口部 3 a を塞ぐ可能性も十分にある。

【 0 0 2 2 】

ここで、理想的には中蓋 3 の温度が材料の結晶化温度よりも常に高いことが望まれる。このような状態を維持するために、坩堝上部の温度が下部の温度よりも高くなるように、ヒーター 4 を坩堝上部のみに配設することが望ましい。

【 0 0 2 3 】

例えば、図 2 に示すようにヒーター 4 が坩堝全体を覆うように配置した場合に比べて、図 1 の構成では、坩堝開口 1 a および中蓋 3 を蒸着材料 5 が存在する坩堝下部より効率良く加熱し、高温に保持することができる。

【 0 0 2 4 】

あるいは、図 3 に示すように、坩堝上部でのヒーター 4 の密度が坩堝下部よりも高くなるように配置にしても良い。なお、ヒーター 4 の配置に関しては、これらに限定されるものではない。

【 0 0 2 5 】

このような構成を取ることで、坩堝上部の温度は坩堝下部の温度よりも高くなる。つまり、中蓋 3 が存在する高さの坩堝壁面の温度を、蒸着材料 5 が存在する位置の坩堝壁面の温度よりも高く維持することが可能となる。中蓋 3 は熱伝導性が良いため、坩堝壁面に近い温度まで加熱され、蒸着材料 5 の温度よりも高温に維持することで、蒸着材料 5 の再析出による成長を中蓋 3 で止めることができる。さらに、中蓋 3 の材質が坩堝本体 1 の材質よりも熱伝導率が高い場合は、坩堝の上部と下部の温度差よりも坩堝上部と中蓋 3 の温度差がより小さくなるため、中蓋温度を蒸着材料 5 が存在する坩堝下部の温度よりもより高温で維持できるようになる。その結果、坩堝開口 1 a の目詰まりを効果的に抑えられる。

【 0 0 2 6 】

但し、坩堝上部と下部の温度差が大きすぎると、坩堝上部の温度が材料分解温度まで達し、成膜した膜が分解する可能性があるので、注意が必要である。

【実施例 1】

【 0 0 2 7 】

本実施例は図 1 の構成を用いる。坩堝本体 1 および上蓋 2 の材質はチタン、中蓋 3 の材質はアルミニウムである。上蓋 2 は中央に 5 mm の坩堝開口 1 a があり、中蓋 3 は外周に 3 mm の開口部 3 a が 4 箇所設けられている。坩堝本体 1 の内面には段差 1 b が形成されており、中蓋 3 はこの段差 1 b に載置され、坩堝本体 1 と密着する形で配置されている。ヒーター 4 は坩堝本体 1 の中央部から上部にかけて設けられ、中蓋 3 および坩堝上部をより高温に維持できるようになっている。蒸着材料 5 は蒸着温度と結晶化温度が比較的近いジメチルジフェニルフェントロリンである。坩堝開口 1 a から 250 mm 離れた部分での蒸着レートが 0.3 nm/s になるように坩堝温度を制御し、このレートを維持して連続成膜を行った。

【 0 0 2 8 】

連続して 12 時間までの成膜を行ったが、成膜中は蒸着レートも安定し、坩堝開口 1 a の目詰まりも全く発生しなかった。

【 0 0 2 9 】

< 比較例 1 >

坩堝の中蓋を取り除き、その他は実施例 1 と同様の構成を用いて、ジメチルジフェニルフェントロリンの連続成膜を行った。成膜を開始して 1 時間ほどで、坩堝中央部分での材料成長が確認され、レートも不安定になった。そして、さらに 30 分後に材料成長が坩堝開口まで達し、その 5 分後には完全に目詰まりを起こし、膜厚センサーで蒸着レートを確認することはできなくなった。

10

20

30

40

50

## 【0030】

このように、中蓋の存在しない真空蒸着源を用いて、蒸着温度と結晶化温度が近い材料を蒸着した場合、坩堝開口の目詰まりが発生してしまい、長時間の連続成膜が不可能になってしまう。

## 【実施例2】

## 【0031】

図4は実施例2による坩堝構成を示す。この坩堝は、坩堝本体1と、上蓋2と、中蓋3と、坩堝本体1の底壁に立設された支柱(伝達部材)8で構成されており、中蓋3は支柱8により高さ方向の位置が決められている。この支柱8に密着して中蓋3が支えられているため、坩堝本体1の段差を省略してもよい。また、坩堝中央部に支柱8を設けることで、坩堝壁面から最も遠い坩堝中央部に材料がなくなる。さらにこの支柱8に蒸着材料5よりも熱伝導性の良い材料を用いることで、中蓋3あるいは坩堝底面経由の熱伝導を促進すれば、坩堝壁面から離れている材料をより効率的に加熱して、再析出を抑制できるようになる。

10

## 【0032】

ここで、支柱8は中蓋3と同じ熱伝導率の良い材料で形成されていることが望ましい。また、支柱8は中蓋3と一体となっても良い。

## 【0033】

この坩堝を用いて、実施例1と同様にジメチルジフェニルフェナントロリンを蒸着材料5として、坩堝開口1aから250mm離れた部分での蒸着レートが0.3nm/sになるように坩堝温度を制御し、このレートを維持して連続成膜を行った。

20

## 【0034】

12時間の連続成膜を行ったが、材料の再析出もほとんど確認されず、安定した成膜を行うことができた。

## 【実施例3】

## 【0035】

本実施例は、図5に示す坩堝構成を用いる。この坩堝は、坩堝本体1と上蓋2と、中蓋3と、坩堝本体1の底壁に立設された仕切り9とを有し、仕切り9により坩堝内部は数カ所に区分けされている。仕切り9は熱伝導性の良い材質で構成されていることが望ましい。また、仕切り9の厚みも、熱伝導を良くするために、ある程度の厚さ、できれば1mm以上であることが望ましい。

30

## 【0036】

この仕切り9の上に中蓋3を配置する。中蓋3の開口部3aは、仕切り9により区分けされた部分に少なくとも一つは存在するように配置することが望ましい。また、仕切り9と中蓋3は一体で構成されていても良い。

## 【0037】

この坩堝を用いて、実施例1と同様にジメチルジフェニルフェナントロリンを蒸着材料5として、坩堝開口1aから250mm離れた部分での蒸着レートが0.3nm/sになるように坩堝温度を制御し、このレートを維持して連続成膜を行った。12時間の連続成膜でも、坩堝開口1aに目詰まりが発生しなかった。

40

## 【0038】

仕切り9により材料を坩堝内で分割するため、蒸着材料5が坩堝壁面および仕切りにより加熱されやすくなる。その結果、中蓋3との相乗効果により材料の再析出が起きづらく、坩堝開口1aの目詰まり発生のない安定した蒸着が可能となった。

## 【0039】

上記実施例1ないし3によれば、坩堝開口の目詰まりの発生しやすい蒸着温度と結晶化温度の近い蒸着材料を用いた蒸着を長時間行っても、目詰まりの発生を抑えることが可能となった。また、このような真空蒸着源を用いることで、長時間連続した成膜安定性を実現できるようになった。

## 【図面の簡単な説明】

50

【0040】

【図1】実施例1を示すもので、(a)はその模式断面図、(b)は中蓋の構成を示す平面図である。

【図2】実施例1の第1の変形例を示す模式断面図である。

【図3】実施例1の第2の変形例を示す模式断面図である。

【図4】実施例2を示すもので、(a)はその模式断面図、(b)は中蓋の構成を示す平面図である。

【図5】実施例3を示すもので、(a)はその模式断面図、(b)は中蓋の構成を示す平面図、(c)は仕切りの断面形状を示す模式断面図である。

【図6】一従来例を示す模式断面図である。

10

【図7】図6の装置において坩堝開口の目詰まり発生のメカニズムを説明する図である。

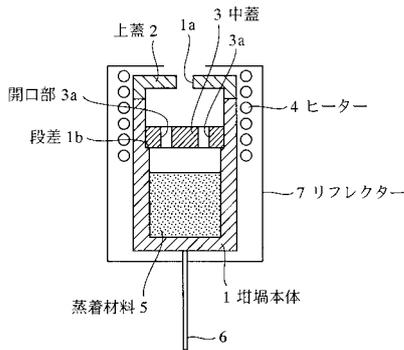
【符号の説明】

【0041】

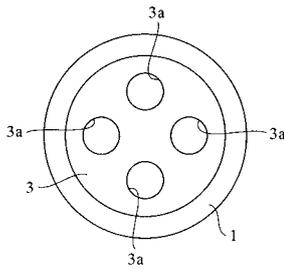
- 1 坩堝本体
- 1 a 坩堝開口
- 2 上蓋
- 3 中蓋
- 3 a 開口部
- 4 ヒーター
- 5 蒸着材料
- 6 熱電対
- 7 リフレクター
- 8 支柱
- 9 仕切り

20

【図1】

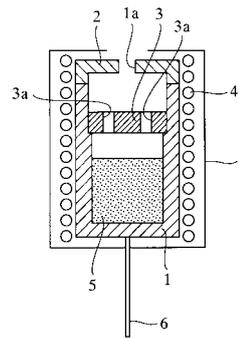


(a)

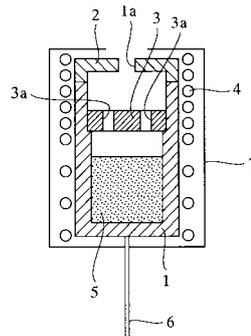


(b)

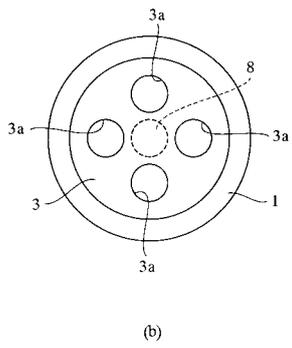
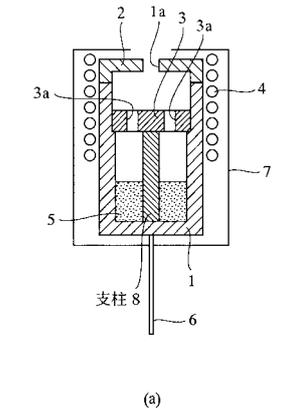
【図2】



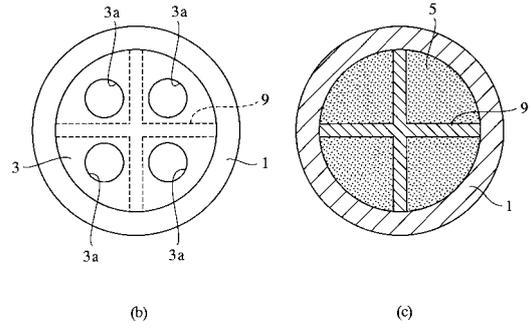
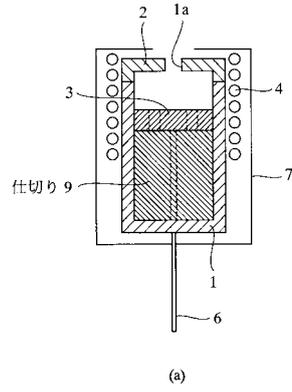
【図3】



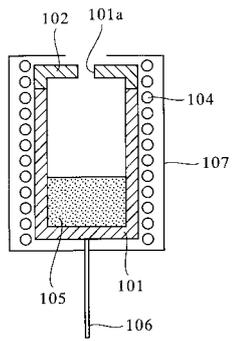
【 図 4 】



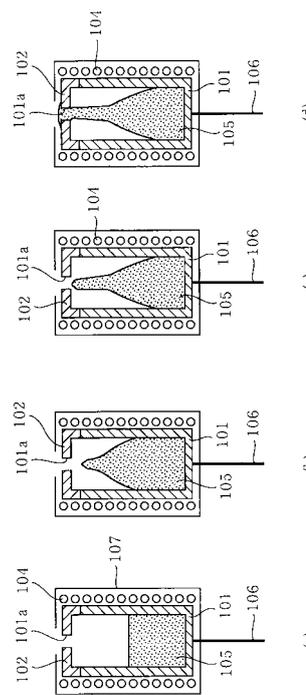
【 図 5 】



【 図 6 】



【 図 7 】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K029 BA62 CA01 DB06 DB12 DB13 DB18