

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.  
H01L 51/30 (2006.01)



## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200480028880.8

[43] 公开日 2006年11月15日

[11] 公开号 CN 1864281A

[22] 申请日 2004.9.24

[21] 申请号 200480028880.8

[30] 优先权

[32] 2003.10.1 [33] JP [31] 343703/2003

[86] 国际申请 PCT/JP2004/014458 2004.9.24

[87] 国际公布 WO2005/034261 英 2005.4.14

[85] 进入国家阶段日期 2006.4.3

[71] 申请人 精工爱普生株式会社

地址 日本东京

[72] 发明人 筱原誉 筱原祐治 寺尾幸一

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公司  
代理人 王 玮

权利要求书 2 页 说明书 20 页 附图 3 页

[54] 发明名称

保存有机聚合材料的方法和有机场致发光器件

[57] 摘要

一种保存有机聚合材料的方法，其中将显示强酸性的有机聚合材料通过将其溶解或分散于主要由水组成的液体中来保存，该方法的特征在于，将有机聚合材料通过将其溶解或分散于液体中来保存，以便其浓度为 2 重量%，并且测量由此得到液体的 pH (于 25℃)，然后调节以便高于测量的 pH (25℃)。此外，优选该液体在 pH 调节前的 pH (25℃) 为 2.2 或更低，并且该液体在 pH 调节后的 pH (25℃) 为 2.5 至 7.5。据此，即使长期保存有机聚合材料，也可以防止或减少其分子结构随着时间的流逝的变化。

1. 一种保存有机聚合材料的方法，其中将显示强酸性的有机聚合材料  
5 通过将其溶解或分散于主要由水组成的液体中来保存，该方法的特征在  
于，将有机聚合材料通过将其溶解或分散于液体中来保存，以便其浓度为  
2 重量%，并且测量由此得到液体的 pH(于 25°C)，然后调节，以便高于测  
量的 pH(于 25°C)。
2. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中该液体在 pH 调  
10 节前的 pH(于 25°C)为 2.2 或更低。
3. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中该液体在 pH 调  
节后的 pH(于 25°C)为 2.5 至 7.5。
4. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中通过向液体中加  
入 pH 调节剂来调节该液体的 pH(25°C)。
- 15 5. 根据权利要求 4 的保存有机聚合材料的方法，其中 pH 调节剂基本  
上不含有金属元素。
6. 根据权利要求 4 的保存有机聚合材料的方法，其中 pH 调节剂主要  
含有作为其主要组分的  $\text{NH}_4\text{Cl}$ 。
7. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中通过用主要包含  
20 水的稀释剂稀释该液体来调节该液体的 pH(25°C)。
8. 根据权利要求 7 的保存有机聚合材料的方法，其中稀释剂主要包含  
纯水、蒸馏水和 RO 水中的至少一种。
9. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中通过使用氢离子  
去除装置从该液体中去除氢离子来调节该液体的 pH(25°C)。
- 25 10. 根据权利要求 9 的保存有机聚合材料的方法，其中通过将氢离子  
转变为氢气来进行由氢离子去除装置对氢离子的去除。
11. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中有机聚合材料  
在保存期间的温度为 15 至 40°C。
12. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中有机聚合材料  
30 通过将其与外面空气隔断来保存。

13. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中有机聚合材料通过将其与光隔断来保存。

14. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中有机聚合材料包含砵基、羧基和酚式羟基中的至少一种。

5 15. 根据权利要求 1 的保存有机聚合材料的方法，其中有机聚合材料是一种具有传输空穴功能的空穴传输材料。

16. 根据权利要求 15 的保存有机聚合材料的方法，其中空穴传输材料是聚(3,4-亚乙二氧基噻吩/苯乙烯磺酸)。

10 17. 一种有机场致发光器件，其具有主要由已经通过权利要求 15 的保存有机聚合材料的方法保存的空穴传输材料形成的层。

## 保存有机聚合材料的方法和有机场致发光器件

5

### 技术领域

本发明涉及一种保存有机聚合材料的方法和一种有机场致发光器件。

### 背景技术

10 已知存在有机场致发光器件(以下,称为“有机 EL 器件”)。有机 EL 器件具有其中在阴极和阳极之间至少提供一种发光有机层(有机场致发光层)的结构。与无机 EL 器件相比,这种有机 EL 器件可以显著降低施加的电压。此外,还可以制造可以提供各种发光颜色的器件。

15 现在,为了获得高性能的有机 EL 器件,通过在所使用材料的开发和改善以及其器件结构中已经提出的多种技术构思,正活跃地进行着各种研究。

到目前为止,已经开发了可以提供各种发光颜色的有机 EL 器件或具有高亮度和高效率的有机 EL 器件,并且为了实现它们的各种实际用途例如显示器或光源的像素应用,正在进行进一步的研究。

20 同时,至于构成如上所述的有机 EL 器件的有机层的形成方法,通常采用湿式方法。在湿式方法中,每种有机层是通过下面的方法形成的:在有机溶剂中溶解或分散功能有机材料,以制备涂布材料,然后通过旋涂法等涂覆该涂布材料。与真空薄膜技术例如真空蒸发方法等不同,这种湿式方法不需要大规模设备例如真空设备。因此,湿式方法的使用使得可以简  
25 化制造有机 EL 器件的方法,并且降低其制造成本。

但是,这种湿式方法存在的问题在于难以将有机层形成为层压结构。例如,存在这样的问题:当向由有机材料构成的第一有机层上涂覆用于形成第二有机层的含有机溶剂的涂布材料时,构成第一层的有机材料被在用于第二有机层的涂布材料中含有的有机溶剂溶解,所以第一有机层和第二  
30 有机层之间的界面变得不清楚。

为了解决这个问题，已经提出了一种使用水来制备在形成第二有机层中使用的涂布材料(以下，称为“用于形成第二层的涂布材料”)的方法。许多有机材料在水中很难溶解。因此，通过使用用水制备的用于形成第二层的涂布材料，可以在不溶解构成第一有机层的有机材料下，在第一有机层上形成第二有机层。在这种方法中，将用于形成第二层的涂布材料制备为通过在水中分解有机材料而得到的分散液体，因为如上所述，有机材料在水中很难溶解。但是，在这种情况下，还存在有机材料通常在水中具有低分散性的问题。

为了解决这种问题，向有机材料的基本结构中加入能够改善有机材料的分散性的结构。例如，在将聚亚乙基-二-氧基噻吩用作空穴传输材料的情况下，将聚苯乙烯磺酸引入其中，作为用于改善聚亚乙基-二-氧基噻吩分散性的结构(例如，参见日本专利公开 No. 2001-261795)。

在这种已经将聚苯乙烯磺酸引入其中的聚亚乙基-二-氧基噻吩中，为了改善其由于通过聚苯乙烯磺酸的引入而得到的掺杂效果所导致的空穴传输能力和改善其水中分散性，它从其合成步骤中在水中处于分散体状态，并且它在水中分散的条件下长期保存。

但是，这种方法存在另外一个问题，即已经将聚苯乙烯磺酸引入其中的聚亚乙基-二-氧基噻吩由于在聚苯乙烯磺酸中包含的磺基在水中分散的状态下显示呈强酸性，从而导致其结构在长期保存中随着时间流逝的变化。

结果，当使用这种已经将聚苯乙烯磺酸引入其中并且以在水中的分散体的状态下长期保存的聚亚乙基-二-氧基噻吩形成有机 EL 器件时，不能得到满意的发光亮度。

## 25 发明概述

因此，本发明的一个目的是提供一种保存有机聚合材料的方法，通过该方法可以长期稳定保存显示强酸性的有机聚合材料，和一种具有由已经通过这种保存方法保存的空穴传输材料形成的层的有机场致发光器件。

为了达到这个目的，本发明涉及一种保存有机聚合材料的方法，其中显示强酸性的有机聚合材料通过将其溶解或分散于主要由水组成的液体

中来保存。该方法的特征在于：有机聚合材料通过将其溶解或分散于水中来保存，以便其浓度为 2 重量%，测量由此得到液体的 pH(于 25°C)，然后调节以便高于测量的 pH(于 25°C)。

5 根据本发明的保存方法，即使长期保存有机聚合材料，也可以防止或抑制其分子结构随着时间流逝的变化。

在本发明中，优选该液体在 pH 调节前的 pH(于 25°C)为 2.2 或更低。根据本发明的用于保存有机聚合材料的方法特别适合于这种显示非常强酸性的有机聚合材料的长期保存。

10 此外，还优选该液体在 pH 调节后的 pH(于 25°C)为 2.5 至 7.5。通过在有机聚合材料保存之前，将待保存的含强酸性材料的液体的 pH 调节到在上面范围的值时，可以可靠防止或抑制其分子结构随着时间流逝的变化。

在本发明中，优选通过向该液体中加入 pH 调节剂来调节该液体的 pH(25°C)。这使得可以相对容易地进行该液体的 pH 调节。

15 在这种情况下，还优选 pH 调节剂基本上不含有金属元素。这使得可以防止金属元素(金属单质、金属离子或金属化合物等)进入待保存的含强酸性材料的液体中，结果，可以防止有机聚合材料随着时间的流逝由于金属元素所导致的恶化。

20 此外，还优选 pH 调节剂主要含有作为其主要组分的  $\text{NH}_4\text{Cl}$ 。因为  $\text{NH}_4\text{Cl}$  水溶液提供缓冲作用，主要含有  $\text{NH}_4\text{Cl}$  的 pH 调节剂的使用使得可以更容易地高精度地进行该液体的 pH 调节。

此外，在本发明中，还优选通过用主要包含水的稀释剂稀释该液体，来调节该液体的 pH (25°C)。这使得可以相对容易地进行该液体 pH 的调节。

25 在这种情况下，优选稀释剂主要包含纯水、蒸馏水和 RO 水中的至少一种。含这种类型的水作为主要组分的稀释剂的使用使得可以防止金属元素进入待保存的含强酸性材料的液体中，结果，可以防止有机聚合材料随着时间的流逝由于金属元素所导致的恶化。

30 此外，在本发明中，还优选通过使用氢离子去除装置从液体中去除氢离子来调节该液体的 pH。这同样使得可以相对容易地进行该液体的 pH 调节。

在这种情况下，优选通过将氢离子转变为氢气来进行由氢离子去除装置对氢离子的去除。这种方法的益处在于：在使用保存的有机聚合材料之前对于考虑 pH 调节中使用添加剂的影响的需要和对于操作如浓缩的需要是不需要的。

5 此外，在本发明中，优选有机聚合材料在保存期间的温度在 15 至 40°C 的范围内。这使得可以防止有机聚合材料由于其溶解度下降导致的沉淀和防止由于其分散状态的变化导致的沉降。此外，还可以防止氢离子在保存期间从有机聚合材料中释放。

此外，在本发明中，还优选有机聚合材料通过将其与外面空气隔断来保存。这使得可以防止在保存期间杂质进入至该液体中。

此外，在本发明中，还优选有机聚合材料通过将其与光隔断来保存。这使得可以防止有机聚合材料在保存期间随着时间的流逝由于光(特别是，紫外线)而导致的恶化。

而且，在本发明中，还优选有机聚合材料包含砵基、羧基和酚式羟基中的至少一种。因为高浓度的氢离子从这些官能基团中由于它们非常高的酸解离常数而释放出来，所以本发明的方法对于保存包含这些官能基团的有机聚合材料是特别有效的。

此外，在本发明中，还优选有机聚合材料是具有传输空穴功能的空穴传输材料。在空穴传输材料中，其分子结构(从其电子云的独特分布所导致的性能)对它自己的空穴传输性产生大的影响，因此，特别适合将本发明应用于空穴传输材料，以防止或抑制空穴传输材料的分子结构随着时间的流逝的变化，所以可以可靠防止空穴传输性的下降或损失。

在这种情况下，优选空穴传输材料是聚(3,4-亚乙二氧基噻吩/苯乙烯磺酸)。本发明的方法是对于保存聚(3,4-亚乙二氧基噻吩/苯乙烯磺酸)是有效的，因为它具有容易受到氢离子攻击的部分(即，C-O 键)。

本发明的另一个方面涉及一种有机场致发光器件，其具有主要由通过如上所述的保存有机聚合材料的方法保存过的空穴传输材料形成的层。这使得可以得到具有优异发光亮度等的有机场致发光器件。

当将结合实施例和附图考虑本发明的下面详细描述时，本发明的上述和其他目的、结构和益处将更加清楚。

## 附图简述

图 1 是显示有机 EL 器件的一个实例的横截面图。

图 2 是显示实施例 1 至 4 和比较例的分散液体各自分别在保存 1 个月、  
5 3 个月和 5 个月后所产生的 1,2-亚乙基二醇的量的图表。

图 3 是显示实施例 1 至 4 和比较例中制造的有机 EL 器件各自的发光亮度(相对值)的图表。

## 实施本发明的最佳方式

### 10 <保存有机聚合材料的方法>

首先,描述根据本发明的保存有机聚合材料的方法。在这点上,应当注意的是,下面描述中的词“pH”除非另外指明是指 25°C 的 pH。

根据本发明的保存有机聚合材料的方法是保存显示(指示)强酸性的有机聚合材料(以下,称为“强酸性材料”)的方法,其中强酸性材料通过将其  
15 溶解或分散于在主要由水组成的液体中来保存。具体地,将待保存的强酸性材料溶解或分散于主要由水组成的液体中,以便其浓度为 2 重量%,并且测量得到液体的 pH,然后调节至高于测量时的 pH。在这种状态下,保存强酸性材料。

这里,在不进行 pH 调节的条件下长期作为溶液或分散液体来保存强  
20 酸性材料,液体中(即,在溶剂或分散介质中)释放高浓度的 H<sup>+</sup>离子(氢离子),H<sup>+</sup>离子高浓度使强酸性材料的分子结构随着时间的流逝而改变(例如,分解)。为了解决这种问题,本发明的发明人进行深入细致的调查和研究,结果,他们发现:通过调节含强酸性材料的液体的 pH 至高于强酸性材料保存之前的 pH,可以防止或降低强酸性材料的分子结构在保存期间  
25 随着时间的流逝的变化。本发明的发明人还发现:在 pH 调节之前液态下的强酸性材料的 pH 为 2.2 或更低(特别是,1.8 或更低),其分子结构随着时间的流逝而显著变化。从这些发现,可以认为根据本发明的保存有机聚合材料的方法适合于这种显示非常高酸性的强酸性材料的长期保存。

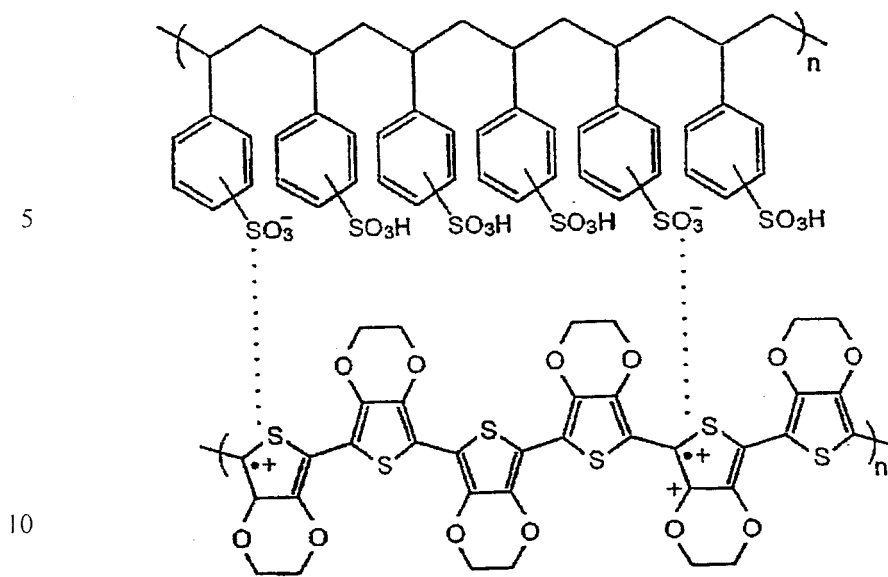
可以根据包含在 pH 调节前含待保存的强酸性材料的液体(以下,称为  
30 “调节前的液体”)的 pH,来适当设置 pH 调节之后含待保存的强酸性材料

的液体(以下,称为“调节后的液体”)的 pH。在调节前的液体的 pH 在上述范围的情况下,优选调节后的液体的 pH 为约 2.5 至 7.5,更优选为约 3.0 至 5.0。通过在强酸性材料保存之前,调节含待保存的强酸性材料的液体的 pH 在上面范围内,可以可靠地防止或抑制强酸性材料的分子结构随着时间的流逝的变化。在这点上,应当注意的是,在超过中性值的相对高的 pH(即,在碱性范围内的 pH)保存强酸性材料的情况下,担心离子强酸性材料由于碱离子例如 OH<sup>-</sup>离子的影响根据其种类等而经历其分子结构的改变。

可以将根据本发明的保存有机聚合材料的方法应用于各种强酸性材料。具体而言,优选应用于包含砷基(-SO<sub>3</sub>H)、羧酸基(-COOH)和酚式羟基(-OH)中至少一种的强酸性材料。因为高浓度的 H<sup>+</sup>离子从这些官能基团中由于它们非常高的酸解离常数而释放出来,所以本发明的方法对于保存包含这些官能基团的非常强酸性材料是特别有效的。

此外,已知具有各种功能的强酸性材料(即,它们是功能材料)。在它们当中,优选将本发明的方法应用于具有传输空穴功能的空穴传输材料。在空穴传输材料中,其分子结构(从其电子云的独特分布所导致的性能)对它自己的空穴传输性产生大的影响。根据本发明的方法,可以防止或抑制空穴传输材料的分子结构随着时间的流逝的变化,所以可以可靠防止空穴传输性的下降或损失。

考虑到上述方面,在待保存的各种强酸性材料中,特别优选将本发明的方法应用于由下面的化学式 1 表示的聚(3,4-亚乙二氧基噻吩/苯乙烯磺酸)(以下,简称为“PEDT/PSS”):



[化学式 1]

15        PEDT/PSS 的 PEDT 具有容易受  $H^+$  离子攻击的部分(即, C-O 键)。当存在高浓度的  $H^+$  离子时, C-O 键断裂(即, PEDT/PSS 进行酸水解), 所以 1,2-亚乙基二醇从 PEDT/PSS 释放出来, 由此改变 PEDT/PSS 的分子结构。结果, 大大降低了 PEDT/PSS 的空穴传输性能, 因此, 例如, 使用这种 PEDT/PSS 以后面描述的方式所制造的有机 EL 器件不能具有满意的发光亮度等。另一方面, 在进行 pH 调节后保存 PEDT/PSS 的情况下, 防止或抑制由  $H^+$  离子所导致的 PEDT/PSS 的分子结构随着时间流逝的变化。因此, 使用这种 PEDT/PSS 作为空穴传输材料制造的有机 EL 器件可以具有良好的发光亮度等。

20

在本发明中, 将水或包含水作为主要组分和另一种液体的液体混合物用于保存强酸性材料。可以使用水的实例包括纯水(或超纯水)、蒸馏水和 RO 水, 可以单独使用它们或组合使用它们中的两种或多种。与水组合使用的液体实例包括硝酸、硫酸、盐酸、乙酸、充氧水、氨水、甲醇、乙醇、异丙醇、乙基醚、甲基乙基酮(MEK)、丙酮、1,4-二噁烷、四氢呋喃(THF)、1,2-亚乙基二醇、二甘醇、丙三醇、乙二醇单甲基醚(甲基溶纤剂)、乙二醇单乙基醚(乙基溶纤剂)、乙二醇单丁基醚(丁基溶纤剂)、乙二醇单乙基醚乙

25

30

酸酯(乙酸溶纤剂)、N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、N,N-二甲基乙酰胺(DMA)、二甲胺、二乙胺、乙酸甲酯和乙腈。

可以通过例如下面的方法调节含待保存的强酸性材料的液体的pH: (I) 向该液体中加入 pH 调节剂的方法, (II)用主要由包含水的稀释剂稀释该液  
5 体的方法, 或(III)使用  $H^+$ 离子去除装置去除在该液体中的  $H^+$ 离子的方法。根据这样的方法, 可以相对容易地进行液体 pH 调节。在这点上, 应当注意的是, 可以单独使用这些方法或组合使用它们中的两种或多种。

下面将描述方法(I)至(III)。

#### 10 (I): 使用调节剂的 pH 调节

至于在这种方法中使用的 pH 调节剂, 可以提及起作为待保存的强酸性材料的碱的功能的物质, 即, 具有比强酸性材料更小的酸解离常数的酸性物质, 或基本物质。

此外, 优选 pH 调节剂基本上不含金属元素。在这点上, 应当注意的  
15 是, 这些金属元素包括任何形式的那些, 例如金属单质、金属离子或金属化合物。这种 pH 调节剂的使用使得可以防止金属元素进入含待保存的强酸性材料的液体, 结果, 可以防止强酸性材料随着时间的流逝因金属元素所导致的恶化。为此, pH 调节剂的优选实例包括  $NH_4Cl$ 、 $NH_3$ 、 $NH_4OH$ 、有机胺等。可以单独使用它们或组合使用它们中的两种或多种。在它们当  
20 中, 特别优选主要含  $NH_4Cl$  的调节剂作为 pH 调节剂。因为  $NH_4Cl$  水溶液提供缓冲作用, 所以主要含  $NH_4Cl$  的 pH 调节剂的使用使得可以更容易高精度地进行液体的 pH 调节。

#### (II): 通过稀释的 pH 调节

25 至于在这种方法种使用的稀释剂, 可以提及主要包含水的稀释剂。与对于方法(I)中描述相同理由, 优选水基本上不含金属元素。

此外, 优选水主要包括纯水、蒸馏水和 RO 水中至少一种。这种含水作为主要组分的稀释剂的使用使得可以防止金属元素进入含待保存的强酸性材料的液体, 结果, 可以防止强酸性材料随着时间的流逝由于金属元  
30 素所导致的恶化。

此外，在将该方法用于 pH 调节的情况下，优选该液体的浓缩在保存终止时进行，即，在使用所保存的强酸性材料之前，以便强酸性材料可以以适当量包含在该液体中。可以将任何方法用作浓缩方法，例如，可以优选使用超滤方法(渗析方法)。

5

### (III): 通过去除 H<sup>+</sup>离子的 pH 调节

去除 H<sup>+</sup>离子的方法的实例包括：一种方法，其中将电极用作 H<sup>+</sup>离子去除装置，以通过水电解的逆反应将 H<sup>+</sup>离子转化为 H<sub>2</sub>(氢气)，和一种方法，其中将离子交换树脂用作 H<sup>+</sup>离子去除装置，以将 H<sup>+</sup>离子吸附于此而去除它们。在这些方法中，优选使用电极将 H<sup>+</sup>离子转化为 H<sub>2</sub>的方法。这种方法的好处在于在使用保存的有机聚合物材料之前对于考虑 pH 调节中使用添加剂的影响的需要和对于操作如浓缩的需要是不需要的。

通过上述的方法对含待保存的强酸性材料的液体进行 pH 调节，然后按照原样保存。没有将强酸性材料在保存期间的温度(即，调节后液体的温度)限制为任何具体的值，但是优选为约 5 至 40°C，更优选为约 15 至 30°C。如果强酸性材料在保存期间的温度太低，担心强酸性材料由于其溶解度下降而沉淀，或强酸性材料由于其分散状态的变化而沉降。另一方面，如果强酸性材料在保存期间的温度太高，担心 H<sup>+</sup>离子在保存期间从强酸性材料中释放出来，使得强酸性材料的结构被改变。

此外，优选在将调节后的液体通过将其与外面空气隔断来保存。这使得可以防止在保存期间杂质进入液体(即，进入强酸性材料)。

此外，还优选将调节后的液体通过将其与光隔断来保存。这使得可以防止在保存期间有机聚合物材料随着时间的流逝由于光(特别是，紫外线)而导致的恶化。

25

### <有机 EL 器件>

接着，描述具有主要由已经通过根据本发明的保存有机聚合物材料的方法保存的空穴传输材料(PEDT/PSS)所形成的层(空穴传输层)的有机 EL 器件(有机场致发光器件)。图 1 是显示有机 EL 器件的一个实例的横截面图。

图 1 所示的有机 EL 器件 1 包括：透明衬底 2、在衬底 2 上提供的阳

极 3、在阳极 3 上提供的有机 EL 层 4、在有机 EL 层 4 上提供的阴极 5 和提供的保护层 6，以覆盖这些层 3、4 和 5。衬底 2 用作有机 EL 器件 1 的载体，并且在衬底 2 上形成上述的层。

至于衬底 2 的构成材料，可以使用具有光传输性能和良好光学性能的材料。这种构成材料的实例包括各种树脂材料例如聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚萘二甲酸乙二醇酯、聚丙烯、环烯烃聚合物、聚酰胺、聚醚砜、聚甲基丙烯酸甲酯、聚碳酸酯和多芳基化合物；各种玻璃材料等。可以单独使用这些材料或组合使用它们中的两种或多种。不限制衬底 2 的厚度为任何具体值，但是优选为约 0.1 至 30mm，更优选为约 0.1 至 10mm。

阳极 3 是将空穴注入至有机 EL 层 4(即，至后面描述的空穴传输层 41)中的电极。此外，使这个阳极 3 基本上是透明的(这包括：无色且透明的，有色且透明的，或半透明的)，以便可以从视觉上确定来自有机 EL 层 4(即，来自后面描述的发光层 42)的发光。

从这种观点，优选将具有高功函、优异导电率和光传输性能的材料用作阳极 3 的构成材料(以下，称为“阳极材料”)。这种阳极材料的实例包括氧化物例如 ITO(铟锡氧化物)、 $\text{SnO}_2$ 、含 Sb 的  $\text{SnO}_2$  和含 Al 的  $\text{ZnO}$ 、Au、Pt、Ag、Cu 以及含有它们中的两种或多种的合金。可以单独使用这些材料或组合使用它们中的两种或多种。

不限制阳极 3 的厚度为任何具体值，但是优选为约 10 至 200 nm，更优选为约 50 至 150 nm。如果阳极 3 的厚度太薄，担心没有充分显示作为阳极 3 的功能。另一方面，如果阳极 3 的厚度太厚，担心透光率根据使用的阳极材料的种类等而显著降低，由此导致有机 EL 器件不适合实际应用。

在这点上，应当注意的是，例如，可以将导电树脂材料例如聚噻吩、聚吡咯等用于阳极材料。

另一方面，阴极 5 是将电子注入至有机 EL 层 4(即，至后面描述的电子传输层 43)中的电极。至于阴极 5 的构成材料(以下，称为“阴极材料”)，优选使用具有低功函的材料。这种阴极材料的实例包括 Li、Mg、Ca、Sr、La、Ce、Er、Eu、Sc、Y、Yb、Ag、Cu、Al、Cs、Rb、Au 和包含它们中的两种或多种的合金。可以单独使用这些材料或组合使用它们中的两种或多种。具体地，在使用合金为阴极材料的情况下，优选使用包含稳定金属

元素例如 Ag、Al 或 Cu 的合金，特别是合金例如 MgAg、AlLi 或 CuLi。这种合金作为阴极材料的使用使得可以改善阴极 5 的电子注入效率和稳定性。

5 优选阴极 5 的厚度为约 1nm 至 1 $\mu$ m，更优选为约 100 至 400nm。如果阴极 5 的厚度太薄，担心没有充分显示作为阴极 5 的功能。另一方面，如果阴极 5 的厚度太厚，担心有机 EL 器件 1 的发光率降低。在阳极 3 和阴极 5 之间，提供有机 EL 层 4。有机 EL 层 4 包括空穴传输层 41、发光层 42 和电子传输层 43。这些层以此顺序形成在阳极 3 上。

空穴传输层 41 具有将从阳极 3 注入的空穴传输到发光层 42 的功能。  
10 空穴传输层 41 是使用已经由根据本发明的保存有机聚合材料的方法保存的 PEDT/PSS(即是空穴传输材料)作为主要组分形成的。PEDT/PSS 具有特别高的空穴传输性能，由此导致有机 EL 器件 1 具有优异发光亮度等。

应当注意的是，空穴传输层 41 可以由 PEDT/PSS 和下面空穴传输材料中的一种或多种组合形成。

15 可以与 PEDT/PSS 组合使用的空穴传输材料的实例包括：芳基环烷基化合物例如 1,1-二(4-二-对-三氨基苯基)环己烷和 1,1'-二(4-二-对-甲苯氨基苯基)-4-苯基-环己烷；芳基胺-基化合物例如 4,4',4''-三甲基三苯胺、N,N,N',N'-四苯基-1,1'-联苯基-4,4'-二胺、N,N'-二苯基-N,N'-二(3-甲基苯基)-1,1'-联苯基-4,4'-二胺(TPD1)、N,N'-二苯基-N,N'-二(4-甲氧基苯基)-1,1'-  
20 联苯基-4,4'-二胺(TPD2)、N,N,N',N'-四(4-甲氧基苯基)-1,1'-联苯基-4,4'-二胺(TPD3)、N,N'-二(1-萘基)-N,N'-二苯基-1,1'-联苯基-4,4'-二胺( $\alpha$ -NPD)和 TPTE；苯二胺-基化合物例如 N,N,N',N'-四苯基-对-苯二胺、N,N,N',N'-四(对-甲苯基)-对-苯二胺和 N,N,N',N'-四(间-甲苯基)-间-苯二胺(PDA)；吡唑-基化合物例如吡唑、N-异丙基吡唑和 N-苯基吡唑；1,2-二苯乙烯-基化合物例  
25 如 1,2-二苯乙烯和 4-二-对-甲苯基氨基 1,2-二苯乙烯；噁唑基化合物例如 OxZ；三苯甲烷-基化合物例如三苯甲烷和间-MTDATA；吡唑啉-基化合物例如 1-苯基-3-(对-二甲基氨基苯基)吡唑啉；汽油(环己二烯)-基化合物；三唑-基化合物例如三唑；咪唑-基化合物例如咪唑；噁二唑基化合物例如 1,3,4-噁二唑和 2,5-二(4-二甲基氨基苯基)-1,3,4-噁二唑；葱-基化合物例如  
30 葱和 9-(4-二乙基氨基苯乙烯基)葱；茚酮基化合物例如茚酮、2,4,7-三硝基

-9-芴酮和 2,7-二(2-羟基-3-(2-氯苯基氨基甲酰基)-1-萘基偶氮基)芴酮; 苯胺-基化合物例如聚苯胺; 硅烷-基化合物; 噻吩-基化合物例如聚噻吩和聚(噻吩亚乙烯基); 吡咯-基化合物例如聚(2,2'-噻吩基吡咯)和 1,4-二硫酮-3,6-二苯基-吡咯-(3,4-c)吡咯并吡咯; 芴-基化合物例如芴; 卟啉-基化合物例如卟啉和金属四苯基卟啉; 喹吡啶酮-基化合物例如喹吡啶酮; 金属或非金属酞菁-基化合物例如酞菁、铜酞菁、四(叔-丁基)铜酞菁和铁酞菁; 金属或非金属萘酞菁(naphthalocyanine)-基化合物例如铜萘酞菁、钒萘酞菁和单氯镓萘酞菁; 和联苯胺-基化合物例如 N,N'-二(萘-1-基)-N,N'-二苯基-联苯胺和 N,N,N',N'-四苯基联苯胺。所有这些化合物具有高空穴传输性。

此外, 可以将这些化合物作为以下使用: 单体或低聚物(其是低分子空穴传输材料), 或在其主链或侧链中包含这些化合物的预聚物或聚合物(其是高分子空穴传输材料)。PEDT/PSS 和这种低分子空穴传输材料的组合具有的好处在于: 可以通过各种涂覆方法例如喷墨印刷方法等容易地形成具有优异传输性能的致密空穴传输层 41。

在 PEDT/PSS 和另一种空穴传输材料一起使用的情况下, 另一种空穴传输材料可以预先与保存前的分散液体混合, 或可以在与 PEDT/PSS 用的条件不同的条件下保存, 然后刚好在使用之前与 PEDT/PSS 混合(即, 刚好在空穴传输层 41 形成之前)。

不限制空穴传输层 41 的厚度为任何具体值, 但是优选为约 10 至 150nm, 更优选为约 50 至 100nm。如果空穴传输层 41 的厚度太薄, 担心产生针孔。另一方面, 如果空穴传输层 41 的厚度太厚, 担心空穴传输层 41 的透光率降低, 使得有机 EL 器件 1 的发光颜色的色度(色调)改变。

电子传输层 43 具有将从阴极 5 注入的电子传输至发光层 42 的功能。

电子传输层 43 的构成材料(以下, 称为“电子传输材料”)的实例包括: 苯-基化合物(星暴形(starburst)-基化合物)例如 1,3,5-三[(3-苯基-6-三-氟甲基)喹喔啉-2-基]苯(TPQ1)和 1,3,5-三[{3-(4-叔-丁基苯基)-6-三氟甲基}喹喔啉-2-基]苯(TPQ2); 萘-基化合物例如萘; 菲-基化合物例如菲; 蒽-基化合物例如蒽; 苝-基化合物例如苝; 葱-基化合物例如葱; 芘-基化合物例如芘; 吡啶-基化合物例如吡啶; 1,2-二苯乙烯-基化合物例如 1,2-二苯乙烯; 噻吩-基化合物例如 BBOT; 丁二烯-基化合物例如丁二烯; 香豆素-基

化合物例如香豆素；喹啉-基化合物例如喹啉；二苯乙烯基-基化合物例如二苯乙烯基；吡嗪-基化合物例如吡嗪和二苯乙烯基吡嗪；喹喔啉-基化合物例如喹喔啉；苯醌-基化合物例如苯醌和 2,5-二苯基-对-苯醌；萘醌-基化合物例如萘醌；蒽醌-基化合物例如蒽醌；噁二唑-基化合物例如噁二唑、  
5 2-(4-联苯基)-5-(4-叔-丁基苯基)-1,3,4-噁二唑(PBD)、BMD、BND、BDD 和 BAPD；三唑-基化合物例如三唑和 3,4,5-三苯基-1,2,4-三唑；噁唑-基化合物；蒽酮-基化合物例如蒽酮；茚酮-基化合物例如茚酮和 1,3,8-三硝基-茚酮(TNF)；二苯酚合苯醌-基化合物例如二苯酚合苯醌和 MBDQ；1,2-二苯乙烯醌-基化合物例如 1,2-二苯乙烯醌和 MBSQ；蒽醌二甲烷  
10 (anthranquinodimethane)-基化合物；噻喃二氧化物-基化合物；亚茚基甲烷-基化合物；二苯基二氰乙烯化合物；茚-基化合物例如茚；金属或非金属酞菁-基化合物例如酞菁、铜酞菁和铁酞菁；和各种金属配合物例如(8-羟基喹啉)铝( $Alq_3$ )，和具有苯并噁唑或苯并噻唑作为配体的络合物。可以单独使用这些化合物或组合使用它们中的两种或多种。不限制电子传输层 43  
15 的厚度为任何具体值，但是优选为约 1 至 100nm，更优选为约 20 至 50nm。如果电子传输层 43 的厚度太薄，担心产生针孔，导致电路短路。另一方面，如果电子传输层 43 的厚度太厚，担心电阻值变高。

当电流在阳极 3 和阴极 5 之间流动(即，在阳极 3 和阴极 5 之间施加电压)时，空穴在空穴传输层 41 中移动和电子在电子传输层 43 中移动，然后  
20 空穴和电子在发光层 42 中复合。然后，在发光层 42 中，由复合释放能量产生电子空穴对，并且电子空穴对当回到基态时释放能量(以荧光或磷光形式)或发光。

可以使用任何材料作为发光层 42 的构成材料(以下，称为“发光材料”)，只要它可以提供这样的场所，其中在施加电压期间，可以从阳极 3 注入空  
25 穴和可以从阴极 5 中注入电子，以允许空穴和电子复合。这些发光材料包括各种低分子发光材料和各种高分子发光材料(其将在下面提及)。可以单独使用这些化合物或组合使用它们中的两种或多种。

在这点上，应当注意的是，低分子发光材料的使用使得可以得到致密  
30 发光层 42，由此提高发光层 42 的发光效率。此外，因为这种高分子发光材料相对容易在溶剂中溶解，可以通过各种涂覆方法例如喷墨印刷方法等

容易地形成发光层 42。此外，如果低分子发光材料和高分子发光材料一起使用，可以得到由低分子发光材料的效果和高分子发光材料的效果所导致的协同效应。即，可以得到可以通过各种涂覆方法例如喷墨印刷方法等容易地形成具有优异效率的致密发光层 42 的效果。

5 这种低分子发光材料的实例包括：苯-基化合物例如二苯乙烯基苯(DSB)和二氨基二苯乙烯基苯(DADSB)；萘-基化合物例如萘和尼罗红；菲-基化合物例如菲；屈-基化合物例如蒾和 6-硝基蒾；茈-基化合物例如茈和 N,N'-二(2,5-二-叔-丁基苯基)-3,4,9,10-茈-二-羧基酰亚胺(BPPC)；晕苯-基化合物例如晕苯；葱-基化合物例如葱基和二苯乙烯基葱；茈-基化合物例如茈；吡喃-基化合物例如 4-(二-氰基亚甲基)-2-甲基-6-(对-二甲基氨基苯乙

10 烯基)-4H-吡喃(DCM)；吡啶-基化合物例如吡啶；1,2-二苯乙烯-基化合物例如 1,2-二苯乙烯；噻吩-基化合物例如 2,5-二苯并噻唑噻吩；苯并噻唑-基化合物例如苯并噻唑；苯并咪唑-基化合物例如苯并咪唑；苯并噻唑-基化合物例如 2,2'-(对-亚苯基二亚乙烯基)-二苯并噻唑；丁二烯-基化合物例

15 如二苯乙烯基(1,4-二苯基-1,3-丁二烯)和四苯基丁二烯；萘甲酰亚胺(naphthalimide)-基化合物例如萘甲酰亚胺；香豆素-基化合物例如香豆素；茈酮-基化合物例如茈酮；噁二唑-基化合物例如噁二唑；醛连氮-基化合物；环戊二烯-基化合物例如 1,2,3,4,5-五苯基-1,3-环戊二烯(PPCP)；喹吡啶酮-基化合物例如喹吡啶酮和喹吡啶酮红；吡啶-基化合物例如吡咯并吡啶和噻

20 二唑并吡啶；螺化合物例如 2,2',7,7'-四苯基-9,9'-螺二芴；金属或非金属酞菁-基化合物例如酞菁(H<sub>2</sub>Pc)和铜酞菁染料；florene-基化合物例如 florene；和各种金属配合物例如(8-羟基喹啉)铝(Alq<sub>3</sub>)、三(4-甲基-8-喹啉醇化)铝(III)(Almq<sub>3</sub>)、(8-羟基喹啉)锌(Znq<sub>2</sub>)、(1,10-菲咯啉)-三-(4,4,4-三氟-1-(2-噻吩基)-丁-1,3-二酮(dionate))铕(III)(Eu(TTA)<sub>3</sub>(phen))、fac-三(2-苯基吡啶)铱

25 (Ir(ppy)<sub>3</sub>)和(2,3,7,8,12,13,17,18-八乙基-21H,23H-卟吩)铂(II)。

这种高分子发光材料的实例包括：聚乙炔-基化合物例如反-型聚乙炔、顺-型聚乙炔、聚(二-苯基乙炔)(PDPA)和聚(烷基，苯基乙炔)(PAPA)；聚对亚苯基亚乙烯基-基化合物例如聚(对-亚苯基亚乙烯基)(PPV)、聚(2,5-二烷氧基-对-亚苯基亚乙烯基)(RO-PPV)、氰基取代的-聚(对-亚苯基亚乙烯基)(CN-PPV)、聚(2-二甲基辛基甲硅烷基-对-亚苯基亚乙烯基)(DMOS-PPV)

30

和聚(2-甲氧基-5-(2'-乙基己氧基(hexoxy))-对-亚苯基亚乙烯基)(MEH-PPV);聚噻吩-基化合物例如聚(3-烷基噻吩)(PAT)和聚(氧化丙烯)三醇(POPT);聚芴-基化合物例如聚(9,9-二烷基芴)(PDAF)、 $\alpha,\omega$ -二[N,N'-二(甲基苯基)氨基苯基]-聚[9,9-二(2-乙基己基)芴-2,7-二基](PF2/6am4)和聚(9,9-二辛基-2,7-二亚乙烯基芴基-alt-co(蒽-9,10-二基));聚对亚苯基-基化合物例如(对-亚苯基)(PPP)和聚(1,5-二烷氧基-对-亚苯基)(RO-PPP);聚吡唑-基化合物例如聚(N-乙基吡唑)(PVK);和聚硅烷-基化合物例如聚(甲基苯基硅烷)(PMPS)、聚(萘基苯基硅烷)(PNPS)和聚(联苯基苯基硅烷)(PBPS)。

不限制发光层 42 的厚度为任何具体值,但是优选为约 10 至 150nm,更优选为约 50 至 100nm。通过设置发光层 42 的厚度为上面范围的值,有效地发生空穴和电子的复合,由此能够进一步改善发光层 42 的发光效率。

虽然,在本实施方案中,分别提供发光层 42、空穴传输层 41 和电子传输层 43 的每一种,但是它们可以形成为组合空穴传输层 41 和发光层 42 的可传输空穴的发光层,或形成为组合电子传输层 43 和发光层 42 的可传输电子的发光层。在这种情况下,可传输空穴的发光层和电子传输层 43 之间的界面附近的区域或可传输电子的发光层和空穴传输层 41 之间的界面附近区域起着发光层 42 的作用。

此外,在使用可传输空穴的发光层的情况下,由电子传输层捕获从阳极注入至可传输空穴的发光层中的空穴,并且在使用可传输电子的发光层的情况下,在可传输电子的发光层中,捕获从阴极注入至可传输电子的发光层中的电子。在这两种情况下,好处在于可以改善空穴和电子的复合效率。此外,在层 3、4 和 5 中的相邻层之间,根据它的目的可提供另外的层。例如,在空穴传输层 41 和阳极 3 之间可以提供空穴注入层,或在电子传输层 43 和阴极 5 之间可以提供电子注入层。在有机 EL 器件 1 包括空穴注入层的情况下,空穴注入层可以由已经通过根据本发明的有机聚合材料保存方法保存的空穴传输材料形成。另一方面,在有机 EL 器件 1 包括电子注入层的情况下,不仅可以上述的电子传输材料而且还可以将碱性卤化物例如 LiF 等用于电子注入层。

提供保护层 6 以便覆盖构成有机 EL 器件 1 的层 3、4 和 5。该保护层 6 具有气密地密封构成有机 EL 器件 1 的层 3、4 和 5 的功能,以隔断氧和

湿气。通过提供这种保护层 6，可以得到改善有机 EL 器件 1 的可靠性的效果和防止有机 EL 器件 1 改变和恶化的效果。保护层 6 的构成材料的实例包括：Al、Au、Cr、Nb、Ta 和 Ti、含它们的合金、二氧化硅、各种树脂材料等。在这点上，应当注意的是，在使用导电材料作为保护层 6 的构成材料的情况下，如果需要，优选在保护层 6 和层 3、4 和 5 每层之间提供绝缘膜，以防止它们之间短路。

例如，可以将这种有机 EL 器件 1 用于显示器，但是，它还可以用于各种光学用途例如光源等。在有机 EL 器件 1 用于显示器的情况下，对其驱动系统不特别限制，可以采用有源矩阵系统或无源矩阵系统。

10 例如，可以以下面的方式制造上述的有机 EL 器件 1。

<1>首先，制备衬底 2，然后在衬底 2 上形成阳极 3。可以通过例如化学气相沉积(CVD)例如等离子体 CVD、热 CVD 或激光 CVD，干式电镀例如真空沉积、溅射或离子电镀，湿式电镀例如电解电镀、浸渍电镀或无电镀膜、溅射、溶胶-凝胶方法、MOD 方法、金属箔的粘合等形成阳极 3。

15 <2>接着，在阳极 3 上形成空穴传输层 41。可以通过例如在阳极 3 上涂布上面提及的空穴传输材料的溶液或分散液体形成空穴传输层 41。在空穴传输材料的涂覆中，可以采用各种涂布方法例如旋涂法、浇铸方法、微型凹版印刷涂布方法、凹版印刷涂布方法、棒涂法、辊涂法、线棒涂布方法、浸涂方法、喷涂法、丝网印刷法、苯胺印刷法、胶印方法、喷墨印刷方法等。根据这种涂覆方法，可以相对容易地形成空穴传输层 41。

如果需要，可以对得到的涂层例如在大气或惰性气氛或减压下(或真空下)进行热处理。例如，这使得可以干燥涂层(即去除溶剂或分散介质)或聚合空穴传输材料。在这点上，应当注意的是，可以不进行热处理的条件下干燥涂层。

25 此外，在使用低分子空穴传输材料的情况下，如果需要，可以向空穴传输层材料中加入粘合剂(高分子粘合剂)。

至于粘合剂，优选使用不显著抑制电荷传输和具有对可见辐射线低吸收性的粘合剂。具体地，这种粘合剂的实例包括：聚环氧乙烷、聚偏二氟乙烯、聚碳酸酯、聚丙烯酸酯、聚丙烯酸甲酯、聚甲基丙烯酸甲酯、聚苯乙烯、聚氯乙烯、聚硅氧烷等，可以单独使用它们或组合使用它们中的两

种或多种。备选地，可以将上面提及的高分子空穴传输材料用于粘合剂。

<3>接着，在空穴传输层 41 上形成发光层 42。可以以空穴传输层 41 相同的方式形成发光层 42。即，可以使用上面提及的发光材料以与上面关于空穴传输层 41 所述相同的方式形成发光层 42。

5       <4>接着，在发光层 42 上形成电子传输层 43。可以以与空穴传输层 41 相同方式形成电子传输层 43。即，可以使用上面提及的电子传输材料以与上面关于空穴传输层 41 所述相同的方式形成电子传输层 43。

      <5>接着，在电子传输层 43 上形成阴极 5。可以通过例如真空沉积、溅射、金属箔粘合等形成阴极 5。

10       <6>接着，形成保护层 6 以覆盖阴极 3、有机 EL 层 4 和阴极 5。可以例如通过使用各种可固化树脂(粘合剂)来粘合由如上所述的材料构成的盒状保护盖，而形成保护层 6。至于可固化树脂，可以使用所有的热固性树脂、可光固化树脂、可反应固化树脂和厌氧可固化树脂。通过如上所述的这些方法来制造有机 EL 器件 1。

15       虽然已经描述了根据本发明的保存有机聚合材料的方法和有机场致发光器件，但是本发明不受这些限制。例如，根据本发明的保存有机聚合材料的方法不仅可以用于保存在有机场致发光器件的形成层中使用的显示强酸性的上述有机聚合材料，而且还可以用于保存在形成与有机场致发光器件不同的电子器件中所使用的显示强酸性的有机聚合材料。此外，根据本发  
20       明本发明的保存有机聚合材料的方法不仅可以用于保存制造电子器件中所使用的有机聚合材料，而且还可以用于保存在各种用途中所使用的显示强酸性的有机聚合材料。

## 实施例

25       接着，描述本发明的实用实施例。

### (实施例 1)

      在纯水中分散 PEDT/PSS(其是空穴传输材料和由 Bayer Corp.制造，商品名为“Baytron P”)，以便其浓度可以为 2 重量%，以制备分散液体。接着，  
30       使这种分散液体通过具有 3,000 分子量隔断的渗析膜，以去除 1,2-亚乙基

二醇。应当注意的是，分散液体的 pH(于 25°C)为 1.2。

接着，在纯水中溶解  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (pH 调节剂)，以便其浓度为 30 重量%，以制备  $\text{NH}_4\text{Cl}$  水溶液。将  $\text{NH}_4\text{Cl}$  水溶液滴加入分散液体中，以调节分散液体的 pH(于 25°C)至 3.0。在气密的封闭空间中(即，在隔断外面空气的状态下)放置 pH 调节后的分散液体，然后在黑暗地方(即，隔断光的状态下)于 25°C 分别保存 1 个月、3 个月和 5 个月。然后，以下面的方式，使用分别保存 1 个月、3 个月和 5 个月的分散液体来制造有机 EL 器件。

首先，制备其上已经形成由 ITO(铟锡氧化物)制成的阳极的透明玻璃衬底。由旋涂法，在玻璃衬底上涂布保存后的分散液体(即，PEDT/PSS 分散液体)，然后通过加热干燥，以形成平均厚度为 50nm 的空穴传输层。接着，在甲苯中溶解聚 [9,9'-二己基-2,7-(2-氰基亚乙烯基)亚芴基 (fluorenylene)](其是发光材料和重均分子量为 120,000)，以便其浓度可以为 2 重量%，以制备发光材料溶液。通过旋涂法在空穴传输层上涂覆发光材料溶液，然后通过加热干燥，以形成平均厚度为 50nm 的发光层。

接着，通过真空蒸发向发光层上蒸发 3,4,5-三苯基-1,2,4-三唑(其是电子传输材料)，以形成平均厚度为 20nm 的电子传输层。然后，通过真空蒸发方法，在电子传输层上形成  $\text{AlLi}$  阴极(阴极)，以便平均厚度为 300nm。然后，提供由聚碳酸酯制成的保存盖，以便覆盖形成的层，用紫外线固化树脂固定，以固定和密封这些层。这样，制造出图 1 中所示的有机 EL 器件。应当注意的是，在制造有机 EL 器件之前，以下面描述的方式测量已经分别保存 1 个月、3 个月和 5 个月的分散液体每种中产生 1,2-亚乙基二醇的量。

## (实施例 2)

以与实施例 1 相同方式制造有机 EL 器件，不同之处在于：通过纯水(即，稀释剂)稀释分散液体，将以与实施例 1 相同方式去除了 1,2-亚乙基二醇的分散液体的 pH(于 25°C)调节至 3.0。应当注意的是，在制造有机 EL 器件之前，使用渗析膜(其是由 Millipore Corp.制造的，商品名为“Pellicon Biomax”)浓缩保存后的每种分散液体，以便分散液体中包含的 PEDT/PSS 量为 2 重量%。

(实施例 3)

以与实施例 1 相同方式制造有机 EL 器件，不同之处在于：通过将 Pt 电极(即，通过浸渍去除  $H^+$  离子的装置)浸渍于分散液体中以将分散液体中  
5 释放  $H^+$  离子转变为  $H_2$ ，将以与实施例 1 相同方式去除了 1,2-亚乙基二醇的分散液体的 pH(于  $25^\circ C$ )调节至 3.0。

(实施例 4)

以与实施例 1 相同方式制造有机 EL 器件，不同之处在于：通过向分  
10 散液体中滴入二甲胺，将以与实施例 1 相同方式去除了 1,2-亚乙基二醇的分散液体的 pH(于  $25^\circ C$ )调节至 7.6。应当注意的是，在制造有机 EL 器件之前，使用具有预定浓度的  $H_2SO_4$  水溶液，将保存后的每种分散液体的 pH(于  $25^\circ C$ )调节至 3.0。

15 (比较例)

以与实施例 1 相同方式制造有机 EL 器件，不同之处在于：对以与实施例 1 相同方式去除了 1,2-亚乙基二醇的分散液体不进行 pH 调节。

<评估>

20 1. 1,2-亚乙基二醇产生量的测量

由  $H^1$ -NMR 测量已经分别保存 1 个月、3 个月和 5 个月的每种分散液体中产生的 1,2-亚乙基二醇的量。从得到的图表，确定衍生自 1,2-亚乙基二醇的峰面积，然后从峰面积(其是积分值)计算 1,2-亚乙基二醇相对于 100 个单元的聚苯乙烯磺酸的数量。

25 结果示于图 2。应当注意的是，图 2 中的垂直轴表示 1,2-亚乙基二醇相对于 100 个单元的聚苯乙烯磺酸的数量。如图 2 所示，在进行 pH 调节后已经分别保存 1 个月、3 个月和 5 个月的实施例 1 至 4 所有的分散液体中，1,2-亚乙基二醇的产生量与没有进行 pH 调节下保存的比较例的分散液体相比更少。从这些结果明显的是，通过保存在进行 pH 调节后的  
30 PEDT/PSS 分散液体，可以抑制 PEDT/PSS 随着时间的流逝的变化(即，分

解)。

## 2. E1 器件的发光亮度的测量

通过横过 ITO 电极和 AlLi 电极施加 5V 电压, 测量实施例 1 至 4 和比较例中制造的每种有机 EL 器件的发光亮度。结果示于图 3 中。在这点上, 应当注意的是, 图 3 中的垂直轴表示发光亮度相对于使用保存前的分散液体(即, PEDT/PSS 分散液体)以上述相同方法制造的有机 EL 器件的发光亮度的相对值, 其中通过横过 ITO 电极和 AlLi 电极施加 5V 的电压, 测量这种有机 EL 器件的发光亮度, 并且将由此得到的发光亮度设为“1”。

10 如图 3 所示, 使用分别保存了 1 个月、3 个月和 5 个月的实施例 1 至 4 所有的分散液体制造的有机 EL 器件与比较例的有机 EL 器件相比具有更高的发光亮度。从这些结果明显的是, 使用在进行 pH 调节后保存的分散液体制造的有机 EL 器件可以具有良好的性能。

在这点上, 应当注意的是, 在每种情况下, 使用将其 pH 调节为 7.6 15 后分别保存了 1 个月、3 个月和 5 个月的分散液体制造的实施例 4 的所有有机 EL 器件中, 存在显示与实施例 1 至 3 的有机 EL 器件相比更低的发光亮度。从这些结果, 可以认为, 在保存期间分散液体非常高的 pH 引起 PSS 的结构某些变化, 所以降低了由 PSS 结构所导致的掺杂效果, 这是引起 PEDT/PSS 的空穴传输性能下降的原因之一。

20 最后, 应当理解的是, 在不离开后附权利要求所限定的本发明的范围和精神下, 可以对上述实施方案和实施例进行许多变化和增加。

此外, 还应当理解的是, 本公开内容涉及在日本专利申请 No. 2003-343703 (2003 年 10 月 1 日提交)中包含的主题, 该专利申请通过参考以其全部内容明确地结合在此。

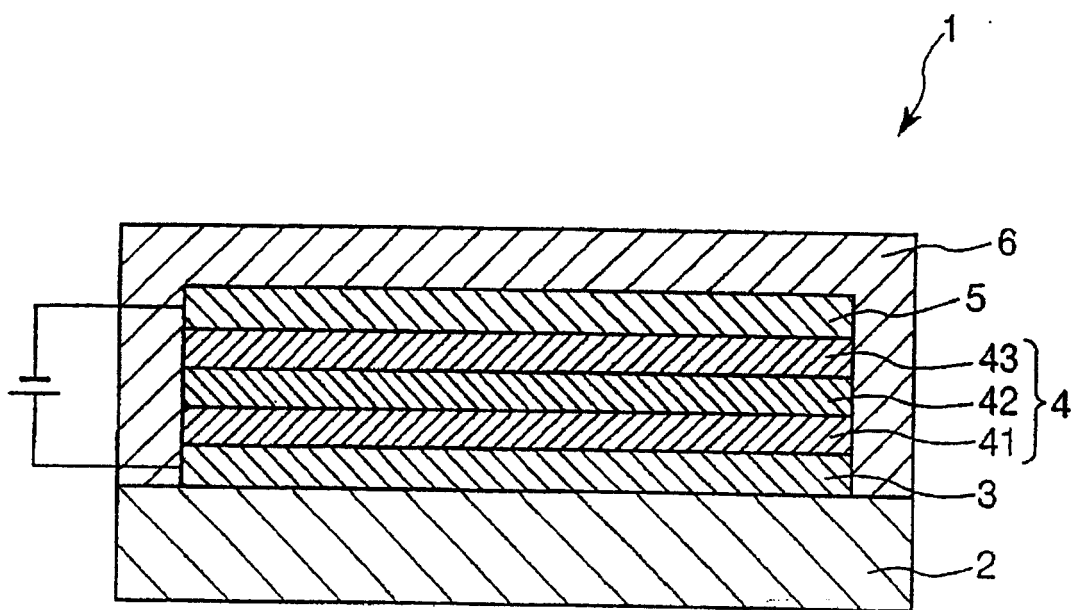


图 1

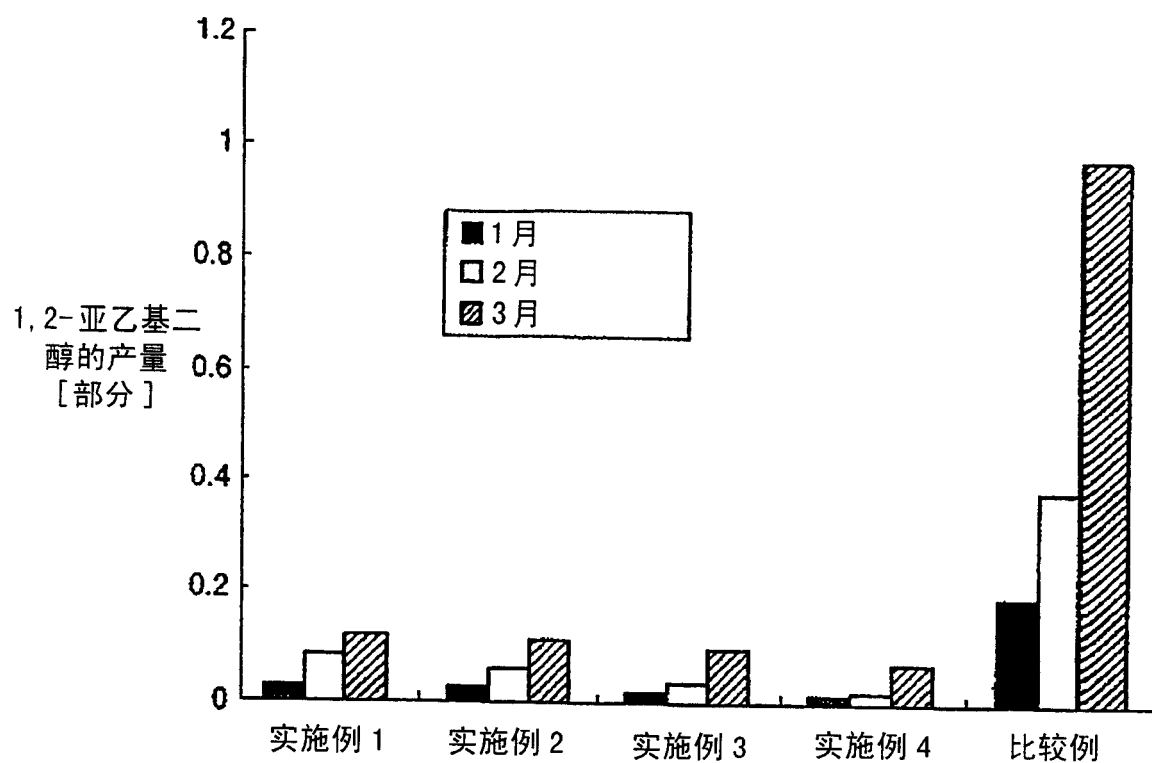


图 2

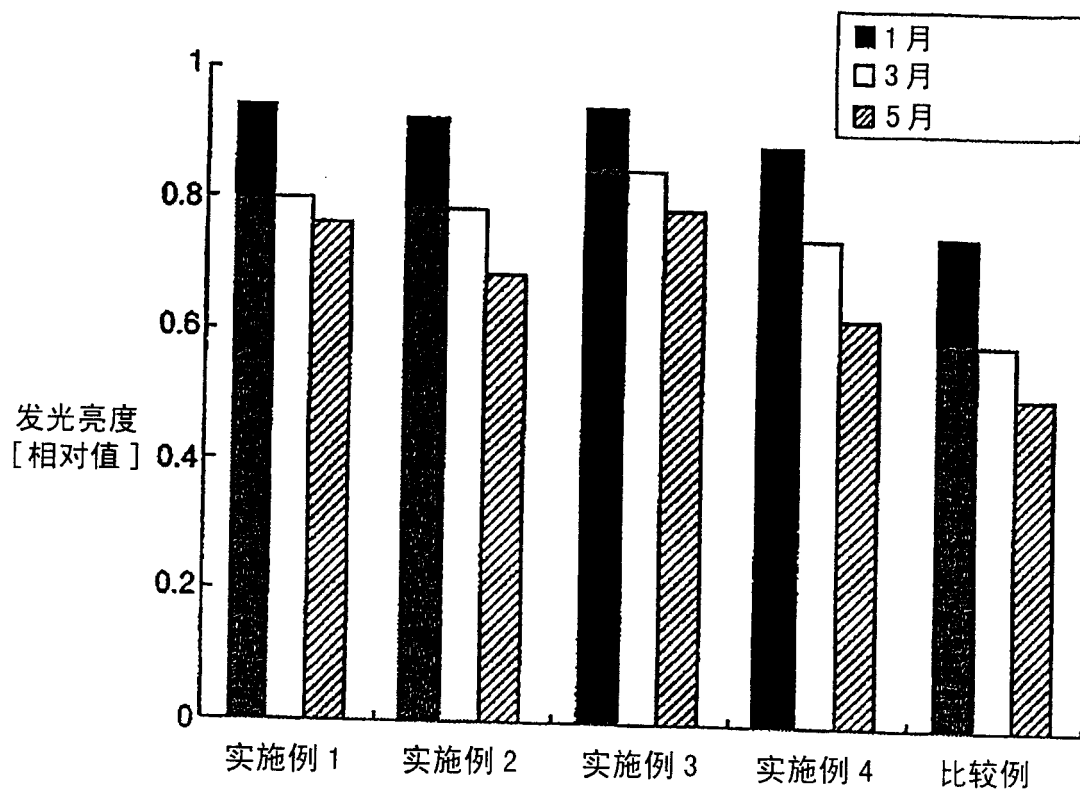


图 3

专利名称(译)	保存有机聚合材料的方法和有机场致发光器件		
公开(公告)号	<a href="#">CN1864281A</a>	公开(公告)日	2006-11-15
申请号	CN200480028880.8	申请日	2004-09-24
[标]申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社.		
[标]发明人	筱原誉 筱原祐治 寺尾幸一		
发明人	筱原誉 筱原祐治 寺尾幸一		
IPC分类号	H01L51/30 H01L51/50 C08L101/12 H01L51/00 H01L51/56		
CPC分类号	H01L51/0037 H01L51/0039 H01L51/0062 H01L51/5048 H01L51/56		
代理人(译)	王玮		
优先权	2003343703 2003-10-01 JP		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

摘要(译)

一种保存有机聚合材料的方法，其中将显示强酸性的有机聚合材料通过将其溶解或分散于主要由水组成的液体中来保存，该方法的特征在于，将有机聚合材料通过将其溶解或分散于液体中来保存，以便其浓度为2重量%，并且测量由此得到液体的pH(于25°C)，然后调节以便高于测量的pH(25°C)。此外，优选该液体在pH调节前的pH(25°C)为2.2或更低，并且该液体在pH调节后的pH(25°C)为2.5至7.5。据此，即使长期保存有机聚合材料，也可以防止或减少其分子结构随着时间流逝的变化。

