

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A) (11)特許出願公開番号

特開2002 - 293888

(P2002 - 293888A)

(43)公開日 平成14年10月9日(2002.10.9)

(51) Int.Cl ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 8 G 61/00		C 0 8 G 61/00	3 K 0 0 7
C 0 8 L 65/00		C 0 8 L 65/00	4 J 0 0 2
101/00		101/00	4 J 0 3 2
C 0 9 K 11/06	680	C 0 9 K 11/06	680
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	B

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 13数)

(21)出願番号 特願2001 - 96565(P2001 - 96565)

(22)出願日 平成13年3月29日(2001.3.29)

(71)出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72)発明者 荒木 勝己

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フ

イルム株式会社内

(74)代理人 100105647

弁理士 小栗 昌平 (外4名)

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB04

4J002 BC02X BG05X CE00W CE00X CG00X
GP00

4J032 CA03 CA04 CA06 CA07 CA12

CB01 CD01 CE03 CG01 CG03

(54)【発明の名称】 新規重合体、それを利用した発光素子用材料および発光素子

(57)【要約】

【課題】 電界発光素子においてキャリア注入性、輸送性、発光輝度、発光効率、色純度の高い重合体を提供する。

【解決手段】 下記一般式(I)で表される重合体およびそれを含有することを特徴とする発光素子用材料および発光素子。

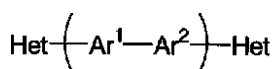
【化1】



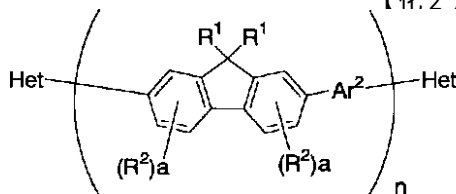
(式中、Ar¹は置換基を有していても良い芳香族炭化水素基を、Ar²はAr¹または共役不飽和基を、Hetはヘテロアリアル基をそれぞれ表す。)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(I)で表される重合体。



一般式(I) *



一般式(II)

(式中、nは5以上の数を、Ar²はAr¹または共役不飽和基を表す。R¹、R²は置換基を表す。aは独立に0から3までの数を表す。Hetはヘテロアリアル基を表す。)

【請求項3】 請求項1または2に記載の重合体を少なくとも一つ有することを特徴とする発光素子用材料。

【請求項4】 請求項1および/または2に記載の重合体を、総成分数が2種以上のブレンドポリマーとして使用することを特徴とする発光素子用材料。

【請求項5】 一对の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物層を形成した発光素子において、少なくとも一層が請求項1または2に記載の重合体を含むことを特徴とする発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高いキャリア注入性、キャリア輸送性を有する重合体、半導体素子用材料、それを利用した半導体素子、電気エネルギーを光に変換して発光できる有機電界発光素子(以下、発光素子と称する)用材料および発光素子に関し、電子回路、トランジスタや表示素子、ディスプレイ、バックライト、電子写真、照明光源、記録光源、読み取り光源、標識、看板、インテリア、光通信デバイス等の分野に好適に使用できる発光素子に関する。

【0002】

【従来の技術】今日、種々の表示素子に関する研究開発が活発であり、なかでも発光素子は、低電圧で高輝度の発光を得ることができるため、将来有望な表示素子として注目されている。例えば、有機化合物の蒸着により有機薄膜が積層された発光素子(積層型素子)(アプライド フィジックス レターズ、51巻、913頁、1987年)や、ポリマー系素子(Nature, Vol. 356, 5 March 1992, 47項)が知られている。

* (式中、Ar¹は置換基を有していても良い芳香族炭化水素基を、Ar²はAr¹または共役不飽和基を、Hetはヘテロアリアル基をそれぞれ表す。)

【請求項2】 下記一般式(II)で表される重合体。
【化2】

【0003】なかでもポリマー系材料による塗布型素子の作成は、製造プロセスが簡便であるため、これまで種々の検討がなされてきたが、更なる駆動電圧の低下、キャリア移動度の向上、発光効率の向上が望まれていた。またポリマー系発光材料を使用する場合、素子作成直後あるいは駆動または経時により、ポリマー鎖間の相互作用によってエキサイマーが形成され、発光波長が溶液状態より長波化するという問題が生じる場合があった。

20 【0004】また長時間経時後に駆動した場合や連続駆動時に、輝度の低下が起きやすいなど耐久性でも問題があり、ポリマー系素子は実用に供するには多くの問題を抱えていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、製造工程、加工性、大面積化に有利なポリマー系材料を使用した場合の上記の問題を解決するべく、低電圧駆動、高輝度、高発光効率の特性を有し、かつ高温保存耐久性を有する新規な発光素子の提供にある。また電子デバイス材料として、ホールまたは電子を高い移動度で注入・輸送し、膜作成が簡便な材料を提供する事にある。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題は下記の本発明の手段により達成された。

1. 下記一般式(I)で表される重合体。

【0007】

【化3】

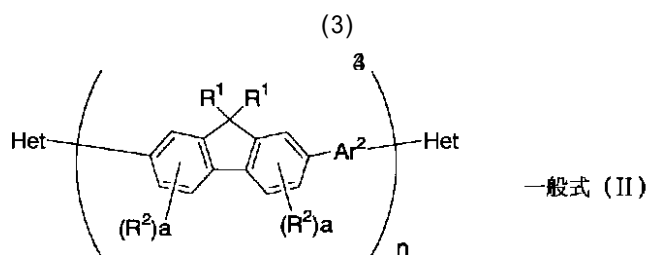


40 【0008】(式中、Ar¹は置換基を有していても良い芳香族炭化水素基を、Ar²はAr¹または共役不飽和基を、Hetはヘテロアリアル基をそれぞれ表す。)

2. 下記一般式(II)で表される重合体。

【0009】

【化4】



【0010】(式中、 n は5以上の数を、 Ar^2 は Ar^1 または共役不飽和基を表す。 R^1 、 R^2 は置換基を表す。 a は独立に0から3までの数を表す。Hetはヘテロアリール基を表す。)

3. 前記1または2に記載の重合体を少なくとも一つ有することを特徴とする発光素子用材料。

4. 前記1および/または2に記載の重合体を、総成分数が2種以上のブレンドポリマーとして使用することを特徴とする発光素子用材料。

5. 一对の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数10の有機化合物層を形成した発光素子において、少なくとも一層が前記1または2に記載の重合体を含有することを特徴とする発光素子。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。なお、本明細書において「～」はその前後に記載される数値を、それぞれ最小値および最大値として含む範囲を示す。

【0012】本発明者は鋭意検討を重ねた結果、低電圧駆動、高輝度、高発光効率の特性を有し、かつ高温保存20耐久性を有する材料を開発するために、上記1および2に示されるような、ポリマー主鎖末端をヘテロアリール基でエンドキャップ(末端処理)した重合体を開発するに至った。上記重合体の主鎖部分は、米国特許、第5,777,070号等に開示されているが、ポリマー主鎖末端をヘテロアリール基でエンドキャップした重合体等はこれまで知られていなかった。また、ポリマー主鎖末端をヘテロアリール基でエンドキャップした重合体を発光材料として使用する用途およびこれを使用した発光素子もこれまで全く知られていなかった。30

【0013】本発明の一般式(I)の化合物について詳細に説明する。式中、 Ar^1 としては炭素数6～20の単環式または多環式の芳香族炭化水素基が好ましく、なかでもフェニレン、ナフチレン、フルオレン、アセナフテン、フェナンスレン、アンスラセン、フルオランテン、ピレン、ペリレン、ルブレン、クリセン等の基がより好ましく、フェニレン、ナフチレン、フルオレン、アンスラセン、フルオランテン、ピレン、ペリレン、ルブレン等の基が特に好ましい。

【0014】 Ar^2 は、 Ar^1 または共役不飽和基であり、内部の共役系に二重結合、三重結合、および/または芳香族環を有するものが好ましく、この中でエチレン、アセチレン、炭素数6～20の単環式または多環式の芳香族炭化水素基、炭素数2～10の単環式または多

環式のヘテロ芳香族基、三級の芳香族アミン等が好ましい。

【0015】芳香族炭化水素系の基としては、フェニレン、ナフチレン、フルオレン、アセナフテン、フェナンスレン、アンスラセン、フルオランテン、ピレン、ペリレン、ルブレン、クリセン等の基が特に好ましい。

【0016】ヘテロ芳香族基としては、5員環化合物では、フラン、チオフェン、ピロール、オキサゾール、イソオキサゾール、チアゾール、イソチアゾール、イミダゾール、オキサジアゾール、チアジアゾール、ピラゾール、6員環化合物では、ピリジン、ピリダジン、ピリミジン、ピラジン、トリアジン、テトラゼン、ベンゾ縮環系では、ベンズオキサゾール、ベンズチアゾール、ベンズイミダゾール、キノリン、イソキノリン、シンノリン、キナゾリン、キノキサリン、フタラジン、ベンゾチアジアゾール、ベンゾトリアゾール、多環縮環系では、フェナジン、フェナンスリジン、アクリジン、カルバゾール、ジフェニレンオキシド等が特に好ましい。

【0017】三級アリールアミンとしては、トリフェニルアミン、N,N-ジフェニルベンジジン、N,N-ジフェニル-1,4-フェニレンジアミン、ジフェニルナフチルアミン等が特に好ましい。

【0018】上記ヘテロ環及び三級の芳香族アミンは、同様の基または芳香族炭化水素基で置換されていても良いしこれらの基と縮環構造を形成していても良い。一般的に、オレフィン系、アリールアミノ基、芳香族基、ヘテロ芳香族基の何れにしても、本発明の目的に対しては炭素数30までの基が好ましく使用される。また、これらの基はポリマーの光吸収、イオン化ポテンシャル、および/または電子的性質を特別な用途の為に最適化するべく選択される。

【0019】上記 Ar^1 と Ar^2 は、それぞれ一つ以上の置換基を有していても良く、ポリマーの溶解性、プロセス特性を最適化するように選択される。置換基の例として例えば、炭素数1～20のアルキル基、炭素数1～20の(チオ)アルコキシ基、炭素数1～20の(チオ)アリールオキシ基、シアノ基、フルオロ基、クロロ基、炭素数1～20のアルコキシカルボニル基、炭素数1～20のアリールオキシカルボニル基、ポリ(アルキレンオキシ)基、炭素数1～20のアルキルスルホニル基、炭素数1～20のアリールスルホニル基が好ましく、炭素数1～16のアルキル基、炭素数1～16アルコキシ基、炭素数1～8のポリアルキレンオキシ基、シアノ基がより好ましく、炭素数1～14のアルコキシ基が特に

好ましい。

【0020】一般式(I)において、Hetはヘテロアリアル基を表す。Hetは、それぞれ独立に、炭素数25までのヘテロアリアル基が好ましい。ヘテロ原子として、酸素原子、窒素原子、または硫黄原子を一種以上含有する5員環、6員環、または多環縮環構造を有するものがより好ましい。

【0021】一般式(I)のHetとして具体的には、フラン、チオフェン、ピロール、オキサゾール、イソキサゾール、トリアゾール、チアゾール、イソチアゾール、インドール、イミダゾール、オキサジアゾール、チアジアゾール、ピラゾール、ピリジン、ピリダジン、ピリミジン、ピラジン、トリアジン、テトラゼン、ベンズオキサゾール、ベンズチアゾール、ベンズイミダゾール、キノリン、イソキノリン、シンノリン、キナゾリン、キノキサリン、フタラジン、ベンゾチアジアゾール、ベンゾトリアゾール、フェナジン、フェナンスリジン、アクリジン、カルバゾール、ベンズオキサジアゾールがより好ましく、フラン、チオフェン、ピラゾール、イミダゾール、トリアゾール、チアゾール、インドール、チアジアゾール、ピリジン、ピリミジン、ピラジン、トリアジン、キノリン、イソキノリン、ベンズオキサジアゾール等の基が更に好ましい。また、上記ヘテロ環は、同様の基、アルキル基、アルコキシ基、アリアルオキシ基または芳香族炭化水素基で置換されていても良いしこれらの基と縮環構造を形成していても良い。

【0022】本発明の一般式(II)の化合物について詳細に説明する。R¹としては、それぞれ独立に、炭素数1から20までのアルキル基、一つ以上の硫黄原子、窒素原子、酸素原子または珪素原子を含有する炭素数1から20までのアルキル基、炭素数4から16までのアルキルカルボニルオキシ基、炭素数6から16までのアリアル基が好ましく、フルオレン環の9位炭素原子と結合し炭素数5から20の環構造を、あるいは硫黄原子、窒素原子または酸素原子を含有する炭素数4から20の環構造を形成しても良い。

【0023】R¹として、炭素数1から16までのアルキル基、炭素数1から16までのポリアルキレンオキシ基、炭素数4から8までのアルキルカルボニルオキシ基、炭素数6から14までのアリアル基がより好ましく、メチル基、エチル基、ノルマルプロピル基、イソプロピル基、ノルマルブチル基、イソブチル基、ノルマルヘキシル基、ノルマルオクチル基、2-エチルヘキシル基、ノルマルドデシル基、ノルマルヘキサデシル基、メトキシエトキシエチル基、エトキシエトキシエチル基、メチルカルボニルオキシ基、エチルカルボニルオキシ基、ノルマルプロピルカルボニルオキシ基、イソプロピ

ルカルボニルオキシ基、ノルマルブチルカルボニルオキシ基、イソブチルカルボニルオキシ基、ノルマルヘキシルカルボニルオキシ基、フェニル基、ナフチル基、アンスリル基が特に好ましい。

【0024】R²としては、それぞれ独立に、炭素数1から20までのアルキル基、炭素数1から20までのアルキルオキシ基、炭素数1から20までのチオエーテル基、炭素数1から20までのアルキルカルボニルオキシ基またはシアノ基が好ましく、炭素数1から16までのアルキル基、炭素数1から16までのアルキルオキシ基、炭素数1から16までのチオエーテル基、炭素数1から16までのアルキルカルボニルオキシ基またはシアノ基がより好ましく、メチル基、エチル基、ノルマルプロピル基、イソプロピル基、ノルマルブチル基、イソブチル基、ノルマルヘキシル基、ノルマルオクチル基、2-エチルヘキシル基、ノルマルドデシル基、ノルマルヘキサデシル基、メトキシ基、エトキシ基、ノルマルプロピルオキシ基、イソプロピルオキシ基、ノルマルブチルオキシ基、イソブチルオキシ基、ノルマルヘキシルオキシ基、ノルマルオクチルオキシ基、2-エチルヘキシルオキシ基、ノルマルドデシルオキシ基、ノルマルヘキサデシルオキシ基、メチルチオ基、エチルチオ基、ノルマルプロピルチオ基、イソプロピルチオ基、ノルマルブチルチオ基、イソブチルチオ基、ノルマルヘキシルチオ基、ノルマルオクチルチオ基、2-エチルヘキシルチオ基、ノルマルドデシルチオ基、ノルマルヘキサデシルチオ基、メチルカルボニルオキシ基、エチルカルボニルオキシ基、ノルマルプロピルカルボニルオキシ基、イソプロピルカルボニルオキシ基、ノルマルブチルカルボニルオキシ基、イソブチルカルボニルオキシ基、ノルマルヘキシルカルボニルオキシ基、ノルマルオクチルカルボニルオキシ基、2-エチルヘキシルカルボニルオキシ基、ノルマルドデシルカルボニルオキシ基、ノルマルヘキサデシルカルボニルオキシ基、シアノ基が特に好ましい。

【0025】Hetとしては、上記一般式(I)の説明の中で述べたのと同様の基が好ましい。Ar²としては、上記一般式(I)の説明の中で述べたのと同様の基が好ましい。aは独立に0から3までの数を表す。ポリマーの重合度nとしては、5~100000が好ましく、10~100000がより好ましく、20~100000が特に好ましい。

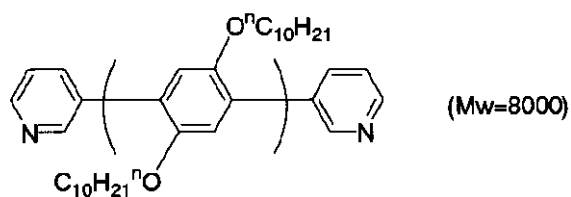
【0026】本発明に用いられる一般式(I)および一般式(II)で表される化合物のうち特に有効な代表的な化合物例を示す。

【0027】

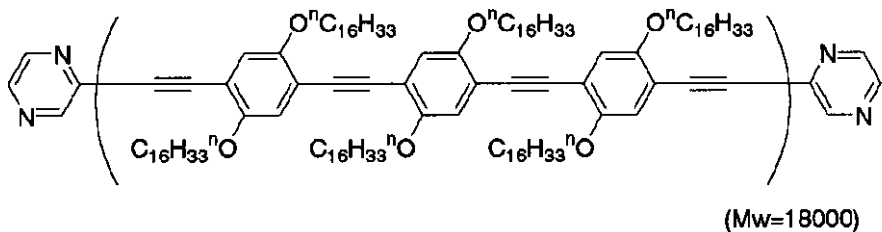
【化5】

(5)

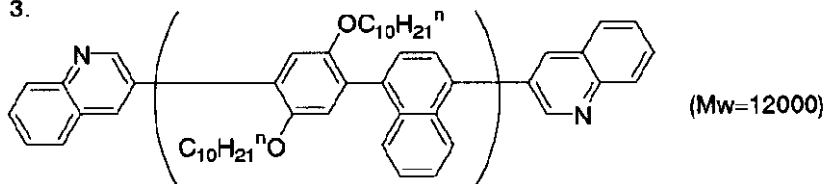
1.



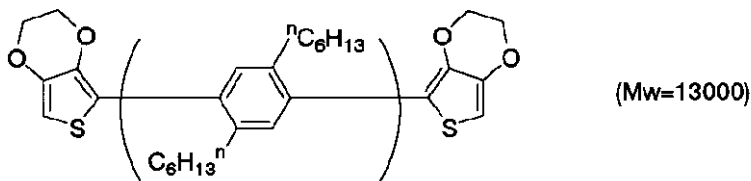
2.



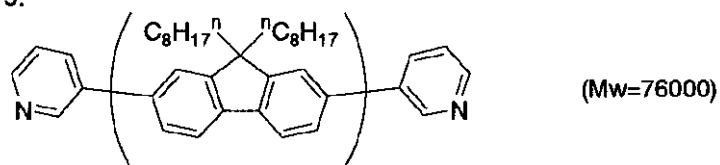
3.



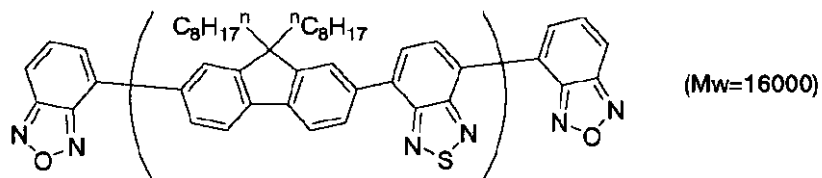
4.



5.

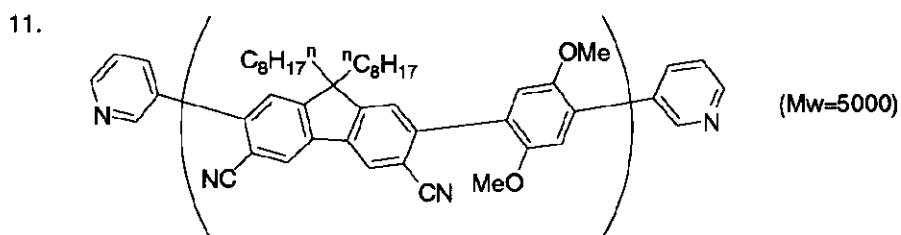
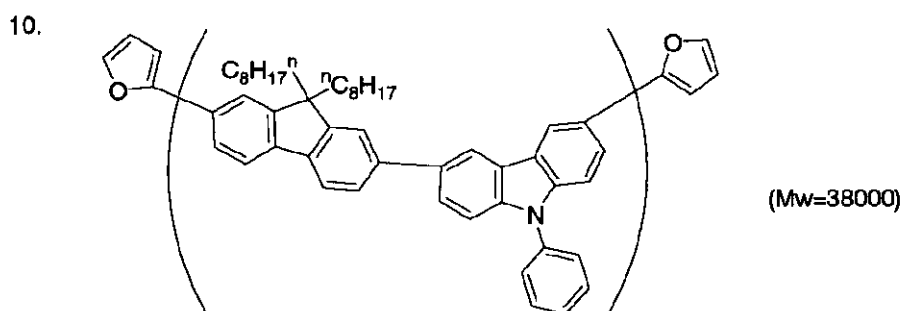
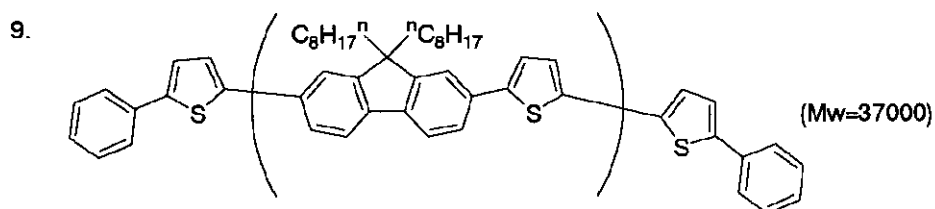
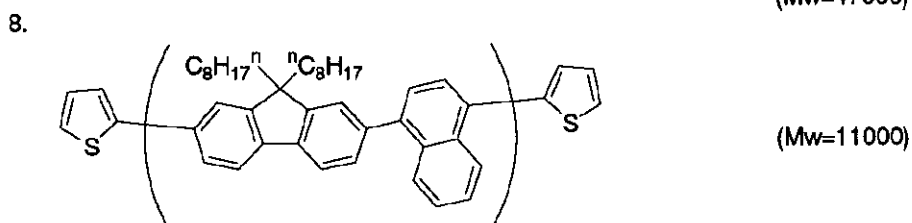
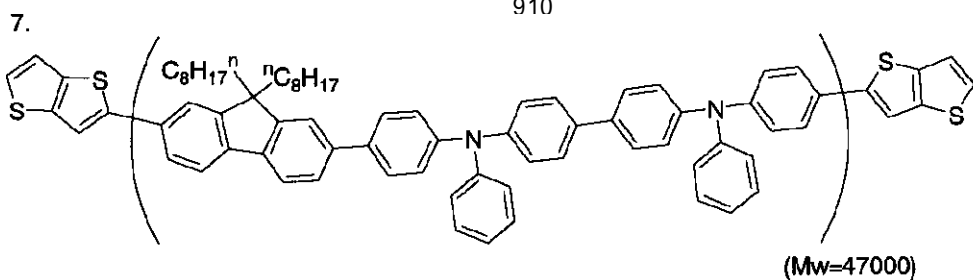


6.



【0028】

【化6】



【0029】上記の一般式(I)および一般式(II)で表される重合体の製造方法について説明する。重合の方法は、米国特許、第5,777,070号等に開示されている方法や、Macromolecules, 1997年, 30巻, 7686-7691項等に記載されている方法に従って行う事ができる。

【0030】二官能の硼酸試薬と芳香族ハロゲン化物のカップリング反応により重合を行う場合、両モノマーの比率(モル比)は、0.90:1.10~1.00:1.00が好ましく、0.95:1.05~1.00:101.00がより好ましく、0.98:1.02~1.00:1.00が特に好ましい。

【0031】使用する溶媒は、各モノマーを少なくとも

1質量%以上、好ましくは2質量%以上溶解して溶液をなすものが好ましく、より好ましくは、炭素数6~20までの芳香族基含有溶媒、特に、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、メシチレン、アニソール、またはこれらのフッ素化物が好ましいがトルエンが最も好適に使用される。

【0032】使用する溶媒の量は、重合の進行により増粘する反応混合物を効果的に攪拌出来るように選択されるが、一般的にはモノマー1gに対して1~100mlが好ましく、3~50mlがより好ましく、5~20mlが特に好ましい。

【0033】使用する塩基としては、水溶性有機塩基が好ましく、アルカリ金属炭酸塩、アルカリ金属炭酸水素

塩がより好ましく、炭酸カリウム、炭酸ナトリウムが特に好ましい。使用する塩基の水中の濃度としては、1~10規定が好ましく、1~5規定がより好ましく、1~3規定が特に好ましい。使用する塩基の量としては、ハロゲン化物モノマーに対して、1~10当量が好ましく、1~5当量がより好ましく、1~3当量が特に好ましい。

【0034】使用する重合触媒としては、パラジウム触媒が好ましく、Pd(II)塩またはゼロ価パラジウム(Pd(0))がより好ましく、酢酸パラジウム、またはテトラキス(トリフェニルフォスフィン)パラジウムが特に好ましい。使用する重合触媒の量としては、モノマー1モルに対して、 1×10^{-6} ~ 1×10^{-1} モルが好ましく、 1×10^{-5} ~ 1×10^{-2} モルがより好ましく、 1×10^{-4} ~ 5×10^{-3} モルが特に好ましい。

【0035】相関移動触媒の使用は、ポリマーの重合度を上げる為に、非常に効果的である。使用する相関移動触媒としては、アンモニウム塩、ホスホニウム塩、クラウンエーテル、クリプタン等が好ましく、テトラアルキルアンモニウムハライド、テトラアルキルアンモニウム硫酸水素塩、テトラアルキルアンモニウムヒドロキシド等がより好ましく、テトラノルマルブチルアンモニウムハライド、ベンジルトリエチルアンモニウムハライド、トリカプリルイルメチルアンモニウムクロライド等が特に好ましい。使用する相関移動触媒の量としては、モノマー1モルに対し0.001モル~1モルが好ましく、0.01モル~0.5モルがより好ましく、0.05モル~0.3モルが特に好ましい。

【0036】重合反応の温度としては、使用する溶媒の沸点付近が好ましいが、室温~170℃が好ましく、室温~150℃がより好ましく、室温~130℃が特に好ましい。重合時間としては、1~50時間が好ましく、1~24時間がより好ましく、1~10時間が特に好ましい。生成するポリマーの重合度としては、5~100000が好ましく、10~1000000がより好ましく、20~1000000が特に好ましい。ポリマーの分散度は1.0~10が好ましく、1.0~7.0がより好ましく、1.0~5.0が特に好ましい。

【0037】重合させたポリマーの精製法も特に限定されないが、通常反応溶液を直接あるいは上記の重合に適した溶媒により希釈した後、貧溶媒に滴下して再沈殿精製する方法が好ましい。貧溶媒としては、アルコール、水、アセトン、酢酸エステル、アセトニトリル、炭化水素系溶媒およびこれらの混合溶媒が好ましく、エタノール、メタノール、水、アセトン、酢酸エチル、アセトニトリル、ヘキサン、ヘプタンおよびこれらの混合溶媒がより好ましく、エタノール、メタノール、水、アセトン、酢酸エチル、アセトニトリル、ヘキサンおよびこれらの混合溶媒がより好ましい。

【0038】本発明の一般式(I)および/または(I

1)で表される重合体は、これらを含む発光素子用材料として使用する際に、ブレンドポリマー(複数成分のポリマーの混合物)として使用しても良い。混合するポリマーは、一般式(I)および/または(II)自体であっても良いし、ポリフェニレン、ポリフルオレン等の同種の共役ポリマーであっても良いし、他のポリマーでも良い。他のポリマーは、ポリビニルカルバゾール等のキャリア輸送性を有している半導体ポリマーであっても良いし、ポリアルキル(メタ)アクリレート、ポリカーボネート、ポリスチレン等、実質的に物理・化学的な影響を発現しない不活性ポリマーであっても良い。上記の混合するポリマーは、ポリマー主鎖末端をエンドキャップしていても、していなくても良い。

【0039】一般式(I)および一般式(II)で表される重合体を少なくとも一つ有することを特徴とする発光素子用材料について説明する。なお、本発明において発光素子用材料とは、発光性化合物単独の役割、又は電子注入性化合物、電子輸送性化合物、ホール注入性化合物、ホール輸送性化合物、およびホスト化合物といった複数の役割を担う材料を意味する。

【0040】本発明における重合体は、単一の成分からなるホモポリマーであっても良いし、多成分からなる共重合体であっても良い。また上述のように、特定の可溶溶媒中でモノマーを重合させて得られたポリマーをそのまま、あるいは必要に応じて精製したのちに使用しても良い。

【0041】またキャリア移動性の観点から一般式(I)または一般式(II)で表される重合体が電子注入性化合物、電子輸送性化合物、ホール注入性化合物、ホール輸送性化合物、ホスト化合物およびこれらの複数の役割を担う事が好ましい。発光素子用材料または半導体素子用材料としてのポリマーのキャリア移動性の度合いも特に限定されないが、電界強度 $400 \sim 1000$ ($(V/cm)^{1/2}$)の範囲で、電子移動度およびホール移動度ともに $1.0 \times 10^{-8} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値が好ましく、 $1.0 \times 10^{-7} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値がより好ましく、 $1.0 \times 10^{-6} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値が特に好ましい。

【0042】一対の電極間に発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄層を形成した発光素子において、少なくとも一層が一般式(I)または一般式(II)で表される重合体を含む発光素子について説明する。発光素子用材料または半導体素子用材料としてのポリマーのキャリア移動性の度合いも特に限定されないが、電界強度 $400 \sim 1000$ ($(V/cm)^{1/2}$)の範囲で、電子移動度およびホール移動度ともに $1.0 \times 10^{-8} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値が好ましく、 $1.0 \times 10^{-7} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値がより好ましく、 $1.0 \times 10^{-6} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値が特に好ましい。

【0043】本発明の発光素子は、陽極と陰極の一対の

電極間に、発光層もしくは発光層を含む複数の有機化合物薄層を形成した構成であり、発光層のほか保護層などを有してもよく、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであってもよい。各層の形成にはそれぞれ種々の材料を用いることができる。

【0044】有機化合物層は、電子注入性化合物、電子輸送性化合物、電子注入性および輸送性を兼ねる化合物（電子注入性兼輸送性化合物）、ホール注入性化合物、ホール輸送性化合物、ホール注入性およびホール輸送性を兼ねる化合物（ホール注入性兼輸送性化合物）、電子注入性兼輸送性とホール注入性兼輸送性のそれぞれを兼ねる化合物（電子注入性兼輸送性化合物兼ホール注入性兼輸送性化合物）、発光性化合物、ホスト化合物、電子供与性ドーパント、電子受容性ドーパント等から選択される幾つかの材料を含有して使用するものである。

【0045】本発明の有機化合物層は高分子化合物のみで構成されてもよいし、高分子化合物と低分子化合物の混合物で構成されていてもどちらでもよい。

【0046】本発明の発光素子に使用する有機化合物層中に含まれる、電子注入性化合物、電子輸送性化合物、電子注入性兼輸送性化合物、ホール注入性化合物、ホール輸送性化合物、ホール注入性兼輸送性化合物、電子注入性兼輸送性化合物兼ホール注入性兼輸送性化合物、発光性化合物、ホスト化合物、電子供与性ドーパント、電子受容性ドーパントなどのこれらの化合物は、幾つかの機能を担う性質、部分が一つの分子中に含有されていてもよい。またそれぞれの機能が、別々の分子に分かれていてもよい。

【0047】電子注入性兼輸送性化合物兼ホール注入性兼輸送性化合物が担う電子注入性および輸送性、ホール注入性および輸送性の寄与の割合は化合物により異なる値をとり得る。

【0048】本発明の有機化合物層の電子移動度は駆動電圧の観点から、電界強度400~1000($(V/cm)^{1/2}$)の範囲で、 $3.0 \times 10^{-8} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値が好ましく、 $1.0 \times 10^{-7} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値がより好ましく、 $5.0 \times 10^{-6} cm^2 \cdot V^{-1} \cdot s^{-1}$ 以上の値が特に好ましい。

【0049】有機化合物層の電子移動度は、電子注入性化合物、電子輸送性化合物、電子注入性兼輸送性化合物、ホール注入性化合物、ホール輸送性化合物、ホール注入性兼輸送性化合物、電子注入性兼輸送性化合物兼ホール注入性兼輸送性化合物の該層を構成するそれぞれの化合物自身もつ電子移動度により規定されるが、これら化合物同士の混合量によっても電子移動度が規定される。該電子移動度の値を有する化合物としては、主にヘテロ原子含有有機化合物、電子輸送性有機化合物、有機化合物錯体、有機金属錯体、有機金属化合物、電荷移動錯体、およびこれらの重合体、共役系ポリマー、導電性ポリマー等が知られているが、上記電子移動度の値を満

たすものであれば特に限定される事はなく、適宜選択して使用できる。上記の例の中で、含窒素有機化合物、含酸素有機化合物、含硫黄有機化合物、含硼素有機化合物、含珪素有機化合物、含燐有機化合物、液晶性有機化合物、結晶性有機化合物、有機化合物錯体、有機金属錯体、有機金属化合物、電荷移動錯体、共役系ポリマー等が好ましく、中でもヘテロ原子含有芳香族有機化合物、ヘテロ原子含有芳香族有機化合物の電荷移動錯体、有機金属化合物、電荷移動錯体、液晶性有機化合物、結晶性有機化合物およびこれらの重合体、共役系ポリマー等がより好ましい。

【0050】本発明における電子移動度の測定は、タイム オフ フライト(以下、TOFと称する)法により測定した。TOF法については、シンセティック メタルズ(Synth.Met.)111/112,(2000)331ページの記載を参照できる。

【0051】本発明の有機化合物層に用いられる化合物のイオン化ポテンシャルは、通常は最小値をもつ化合物により決まる。該化合物のイオン化ポテンシャルはホール注入性の観点で4.7eV以上10.0eV以下であることが好ましく、4.8eV以上10.0eV以下であることがより好ましく、4.9eV以上10.0eV以下であることが更に好ましい。本発明の有機化合物層に用いられるアリアルアミン誘導体のイオン化ポテンシャルも同様にホール注入性の観点で5.0eV以上10.0eV以下であることが好ましく、5.1eV以上10.0eV以下であることがより好ましく、5.2eV以上10.0eV以下であることが更に好ましい。

【0052】本発明の有機化合物層を使用する場合にはPEDOT-PPS膜(ポリエチレンジオキシチオフェン-ポリスチレンスルホン酸ドーパ体)のような水系塗布した薄膜の上に本発明の有機化合物層を設けてもよい。本発明の有機化合物層を設ける場合には、低分子蒸着プロセスでもよいし、塗布プロセスでもよい。塗布プロセスの場合、好ましい塗布溶媒としては水、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、蟻酸、酢酸、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジオキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン、クロロホルム、ジクロロメタン、ジクロロエタン、テトラヒドロフランおよびこれらの混合溶媒が好ましく、水、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、酢酸、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、エチレングリコール、ジオキサン、トルエン、クロロホルム、ジクロロメタン、ジクロロエタン、テトラヒドロフランおよびこれらの混合溶媒がより好ましい。

【0053】陽極はホール注入性化合物、ホール輸送性化合物、ホール注入性兼輸送性化合物、ホスト化合物などにホールを供給するものであり、金属、合金、金属酸化物、導電性化合物、またこれらの混合物などを用いる

ことができ、好ましくは仕事関数が4 eV以上の材料である。具体例としては、酸化スズ、酸化亜鉛、酸化インジウム、錫ドープ酸化インジウム(I TO)等の導電性金属酸化物、もしくは金、銀、クロム、ニッケル等の金属、およびこれらの金属と導電性金属酸化物との混合物、または無機導電性物質(積層物、沃化銅、硫化銅など)、有機導電性材料(ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロールなど)、およびこれらとI TOとの積層物などが挙げられ、好ましくは、導電性金属酸化物、有機導電性材料、またはこれらの積層物であり、生産性、高導電性、透明性等の点からI TOまたはI TO/PEDOT- PSS積層物がより好ましい。陽極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm~5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは、50 nm~1 μmであり、更に好ましくは100 nm~500 nmである。

【0054】陽極は通常、ソーダライムガラス、無アルカリガラス、透明樹脂基板などの上に層形成したものが用いられる。ガラスを用いる場合、その材質については、ガラスからの溶出イオンを少なくするため、無アルカリガラスを用いることが好ましい。また、ソーダライムガラスを用いる場合、シリカなどのバリアコートを施したものを使用する事が好ましい。基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分であれば特に制限はないが、ガラスを用いる場合には、通常0.2 mm以上、好ましくは0.7 mm以上のもを用いる。陽極の作成には材料によって種々の方法が用いられるが、例えばI TOの場合、電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、化学反応法(ゾル-ゲル法など)、I TO分散物の塗布などの方法で膜形成される。陽極は洗浄その他の処理により、素子の駆動電圧を下げて発光効率を高めることも可能である。例えばI TOの場合、UV-オゾン処理、プラズマ処理などが効果的である。

【0055】陰極は電子注入性化合物、電子輸送性化合物、電子注入性兼輸送性化合物、ホスト化合物などに電子を供給するものであり、これらの化合物やマトリクス化合物との密着性やイオン化ポテンシャル、安定性等を考慮して選択される。陰極の材料としては金属、合金、金属ハロゲン化合物、金属酸化物、電気伝導性化合物、有機金属塩またはこれらの混合物または積層物を用いることができ、具体例としてはアルカリ金属(例えばLi、Na、K等)およびそのフッ化物または酸化物、アルカリ土類金属(例えばMg、Ca等)およびそのフッ化物または酸化物、金、銀、鉛、アルミニウム、ナトリウム-カリウム合金またはそれらの混合金属、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属、インジウム、イッテルビウム等の希土類金属、アルカリ金属およびアルカリ土類金属の有機化合物塩等が挙げられ、好ましくは仕事関数が4 eV以下の材料であり、より好ましくはアルミニ

ウム、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属、有機リチウム塩等である。

【0056】陰極は、上記化合物および混合物の単層構造だけでなく、上記化合物および混合物を含む積層構造を取ることもできる。陰極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm~5 μmの範囲が好ましく、より好ましくは50 nm~1 μmであり、更に好ましくは100 nm~1 μmである。陰極の作製には電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、コーティング法などの方法が用いられ、金属を単体で蒸着することも、二成分以上を同時に蒸着することもできる。また複数の金属を同時に蒸着して合金電極を形成することも可能であり、またあらかじめ調整した合金を蒸着させてもよい。陽極および陰極のシート抵抗は低い方が好ましく、15 / 以下が好ましい。

【0057】発光性化合物は、電界印加時に陽極またはホール注入層、ホール輸送層からホールを注入することができると共に陰極または電子注入層、電子輸送層から電子を注入することができる機能や、注入された電荷を移動させる機能、ホールと電子の再結合の場を提供して発光させる機能を有するものであれば何でもよく、一重項励起子または三重項励起子のいずれから発光するものでもよい。発光性化合物として好ましくは共役系不飽和化合物またはオルトメタル化金属錯体またはポルフィリン金属錯体が挙げられるが、他の発光材料を併用して用いてもよい。発光材料は重合体を用いても低分子材料を用いてもよい。具体的には下記に挙げる化合物等を用いることができる。

【0058】(a)ベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾチアゾール、スチリルベンゼン、ポリフェニル、ジフェニルブタジエン、テトラフェニルブタジエン、ナフタルイミド、クマリン、ペリレン、ペリノン、オキサジアゾール、アルダジン、シクロペンタジエン、ビススチリルアントラセン、キナクリドン、ピロロピリジン、チアジアゾロピリジン、シクロペンタジエン、スチリルアミン、芳香族ジメチリデン化合物、ピレン、およびこれらの誘導体など。

(b)8-キノリノールおよびその誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体など。

(c)ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフルオレン、ポリフェニレンビニレン、およびこれらの置換されたポリマー化合物など

(d)オルトメタル化金属錯体またはポルフィリン金属錯体など。

【0059】前記化合物の中でも、好ましく用いられる化合物は以下のとおりである。スチリルベンゼン、ポリフェニル、ジフェニルブタジエン、テトラフェニルブタジエン、クマリン、ペリレン、オキサジアゾール、ビススチリルアントラセン、キナクリドン、シクロペンタジ

エン、スチリルアミン、芳香族ジメチリデン化合物、ピレン、およびこれらの誘導体など；8-キノリノールおよびその誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体など；ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフルオレン、ポリフェニレンピニレン、およびこれらの置換されたポリマー化合物など；オルトメタル化金属錯体またはポルフィリン金属錯体など；

【0060】前記化合物の中でも、更に好ましく用いられる化合物は以下のとおりである。スチリルベンゼン、ポリフェニル、ジフェニルプタジエン、テトラフェニル 10
プタジエン、クマリン、ペリレン、オキサジアゾール、ビススチリルアントラセン、スチリルアミン、芳香族ジメチリデン化合物、ピレン、およびこれらの誘導体など；8-キノリノールおよびその誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体など；ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフルオレン、ポリフェニレンピニレンおよびこれらの置換されたポリマー化合物など；オルトメタル化金属錯体またはポルフィリン金属錯体など；

【0061】有機化合物層の膜厚は特に限定されるもの 20
ではないが、通常1nm~5μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは5nm~1μmであり、更に好ましくは10nm~500nmである。

【0062】有機化合物層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法（スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など）、インクジェット法、印刷法、転写法、LB（ラングミュア プロジェクト）法などの方法が用いられ、好ましくは抵抗加熱蒸着、コーティング法、インクジェット法、印刷法であ 30
る。コーティング法、インクジェット法、印刷法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキシド、ポリプタジエン、ポリ（N-ビニルカルバゾール）、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シ 40
リコン樹脂などが挙げられる。

【0063】ホール注入性、ホール輸送性化合物は、陽極からホールを注入する機能、ホールを輸送する機能、陰極から注入された電子を障壁する機能のいずれか有しているものであればよく、重合体を用いても低分子化合物を用いてもよい。その具体例としては、カルバゾール、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、イミダゾール、ポリアリールアルカン、ピラゾリン、ピラゾロン、フェニレンジアミン、アリールアミン、アミノ置換カルコン、スチリルアントラセン、フルオレノ 50

ン、ヒドラゾン、スチルベン、シラザン、およびこれらの誘導体、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリデン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリ（N-ビニルカルバゾール）誘導体、アニリン系共重合体、チオフェン化合物、ポリチオフェン、置換および無置換ポリチオフェン-ポリスチレンスルホン酸混合物等の導電性高分子オリゴマー等が挙げられ、またこれらの混合物であってもよい。とりわけカルバゾール、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、イミダゾール、フェニレンジアミン、アリールアミン、フルオレノン、スチルベン、シラザン、およびこれらの誘導体、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリデン系化合物、アニリン系共重合体、チオフェン化合物、ポリチオフェン、置換および無置換ポリチオフェン-ポリスチレンスルホン酸混合物等の導電性高分子オリゴマー等がより好ましい。この中でも、ホール輸送機能の点でカルバゾール、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、イミダゾール、フェニレンジアミン、アリールアミン、フルオレノン、シラザン、およびこれらの誘導体、芳香族第三級アミン化合物、チオフェン化合物、置換および無置換ポリチオフェン-ポリスチレンスルホン酸混合物等の導電性高分子オリゴマー等が更に好ましい。

【0064】電子注入性化合物、電子輸送性化合物、電子注入性兼輸送性化合物の材料は、陰極から電子を注入する機能、電子を輸送する機能、陽極から注入されたホールを障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。具体例としては、ピリジン、ピラジン、キノリン、キノキサリン、フェナンスロリン、トリアジン、チエノピラジン、ベンズイミダゾール、ベンズオキサゾール、ベンゾトリアゾール、フェナントリジン、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、フルオレノン、アントラキノジメタン、アントロン、ジフェニルキノロン、チオピランジオキシド、カルビジイミド、フルオレニリデンメタン、ジスチリルピラジン、フタロシアニン、およびこれらの誘導体、ナフタレンペリレン等の複素環テトラカルボン酸無水物、8-キノリノール誘導体の金属錯体やメタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾールやベンゾチアゾールを配位子とする各種金属錯体等が挙げられる。混合物またはポリマーとして使用してもよい。とりわけピリジン、ピラジン、キノリン、キノキサリン、フェナンスロリン、トリアジン、フェナントリジン、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、フルオレノン、フタロシアニン、およびこれらの誘導体、ナフタレンペリレン等の複素環テトラカルボン酸無水物、8-キノリノール誘導体の金属錯体やメタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾールやベンゾチアゾールを配位子とする各種金属錯体等およびこれらのポリマーがより好ましい。この中でもピリジン、ピラジン、キノリ

ン、キノキサリン、フェナンスロリン、トリアジン、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、フルオレノン、フタロシアニン、およびこれらの誘導体、8-キノリノール誘導体の金属錯体やメタルフタロシアニンおよびこれらのポリマーが更に好ましい。

【0065】本発明における有機化合物層に含有されるアリールアミンおよびその誘導体は、通常はホール注入性およびホール輸送性化合物、ホスト化合物として作用するが、高分子になると電子輸送性化合物としても作用することが知られている。アリールアミンおよびその誘導体は、具体的にはトリアリールアミンおよびその誘導体、N-フェニルカルバゾールおよびその誘導体が好ましく、中でもN-フェニルカルバゾールおよびその誘導体がより好ましく用いられる。これらは低分子化合物であっても高分子化合物であってもよい。

【0066】保護層の材料としては、水分や酸素等の素子劣化を促進するものが素子内へ侵入するのを防止する機能を有しているものであればよい。その具体例としては、In、Sn、Pb、Au、Cu、Ag、Al、Ti、Ni等の金属、MgO、SiO、SiO₂、Al₂O₃、GeO、NiO、CaO、BaO、Fe₂O₃、Y₂O₃、TiO₂等の金属酸化物、MgF₂、LiF、AlF₃、CaF₂等の金属フッ化物、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリイミド、ポリウレア、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレンとの共重合体、テトラフルオロエチレンと少なくとも1種のコモノマーとを含むモノマー混合物を共重合させて得られる共重合体、共重合主鎖に環状構造を有する含フッ素共重合体、吸水率1%以上の吸水性物質、吸水率0.1%以下の防湿性物質等が挙げられる。

【0067】保護層の形成方法についても特に限定はなく、例えば化学蒸着法(CVD法)、真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、分子線エピタキシ(MBE)法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法(高周波励起イオンプレーティング法)、プラズマCVD法、レーザーCVD法、熱CVD法、ガスソースCVD法、インクジェット法、印刷法、コーティング法、転写法を適用できる。

【0068】

【実施例】以下に実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれにより限定されるものではない。
実施例1

(例示化合物5の合成)窒素気流下、2,7-ビス(4,4,5,5-テトラメチル-1,3,2-ジオキサボロラン-2-イル)-9,9-ジ-ノルマルオクチルフルオレン1.6064g(2.50mmol)、2,7-ジプロモ-9,9-ジ-ノルマルオクチルフルオレン1.3711g(2.50mmol)、トルエン11m

1、トリカプリルイルメチルアンモニウムクロライド0.125g(0.31mmol)を入れ室温で10分攪拌した。次いでテトラキス(トリフェニルフォスフィン)パラジウム0.015g(0.012mmol:0.26mol%)を加え、室温で10分攪拌した。次いで2M炭酸ナトリウム水溶液4.17mlを加え、緩やかに還流しながら二時間強く攪拌した。次いでトルエン4.17mlを加え、還流しながら更に15時間攪拌した。次いでトルエン5mlを加え還流しながら更に9時間攪拌した。次いで、末端処理剤として、ピリジン-3-ボロニックアシッド0.138g(1.125mmol)を加え15時間還流しながら攪拌し、次いで3-プロモピリジン0.084g(0.53mmol)を加え5時間還流しながら攪拌した。反応終了後、トルエン20mlを加え希釈した後、反応混合物を室温まで冷却し、メタノール:水=10:1(容積比)の溶液の中に攪拌しながら滴下し、再沈殿精製した。得られたポリマーを濾過して集めた後、メタノール、水で数回洗浄した。次いで室温で真空乾燥して、例示化合物5のポリマーを得た。質量平均分子量(Mw)76000(ポリスチレン換算)、数平均分子量(Mn)31000(ポリスチレン換算)、イオン化ポテンシャル(IP)5.80eV、電子親和力3.0eV、エネルギーギャップ2.80eV、溶液の発光極大波長416nm、吸収極大波長390nm(クロロホルム中、 1×10^{-7} mol/l)。

【0069】実施例2

(例示化合物6の合成)実施例1の2,7-ジプロモ-9,9-ジ-ノルマルオクチルフルオレンを4,7-ジプロモ-2,1,3-ベンゾチアジアゾールに代え、末端処理剤としてそれぞれ、4-プロモベンゾフラザン、2,1,3-ベンゾオキサゾール-4-イル-ボロニックアシッドを使用した以外は実施例1と同様にして重合、精製を行い、例示化合物6の重合体を得た。質量平均分子量(Mw)16000、数平均分子量(Mn)9000、イオン化ポテンシャル(IP)5.86eV、電子親和力3.49eV、エネルギーギャップ2.37eV、溶液の発光極大波長545nm、吸収極大波長449nm(クロロホルム中、 1×10^{-7} mol/l)。

【0070】実施例3

(例示化合物7の合成)実施例1の2,7-ジプロモ-9,9-ジ-ノルマルオクチルフルオレンをN,N-ジ(4-プロモフェニル)-N,N-ジフェニルベンジジンに代え、末端処理剤としてそれぞれ、2-プロモチエノチオフェン、チエノチエン-2-イル-ボロニックアシッドを使用した以外は実施例1と同様にして重合、精製を行い、例示化合物7の重合体を得た。質量平均分子量(Mw)47000、数平均分子量(Mn)20000、イオン化ポテンシャル(IP)5.56eV、電子親和力2.66eV、エネルギーギャップ2.90

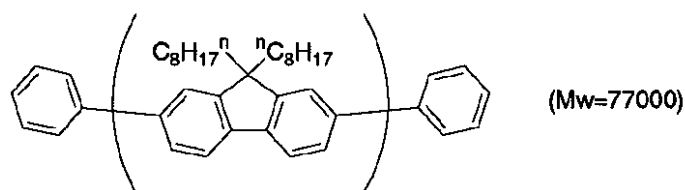
eV、溶液の発光極大波長431nm、吸収極大波長376nm(クロロホルム中、 $1 \times 10^{-7} \text{ mol/l}$)。

【0071】実施例4

(例示化合物1の合成) 実施例1の2,7-ビス(4,4,5,5-テトラメチル-1,3,2-ジオキサボロラン-2-イル)-9,9-ジ-ノルマルオクチルフルオレンを2,5-ビス(4,4,5,5,テトラメチル-1,3,2-ジオキサボロラン-2-イル)-1,4-ジ-ノルマルデシルオキシベンゼンに、2,7-ジプロモ-9,9-ジ-ノルマルオクチルフルオレンを2,5-ジプロモ-1,4-ジ-ノルマルデシルオキシベンゼンに代えた以外は実施例1と同様にして重合、精製を行い、例示化合物1の重合体を得た。質量平均分子量(Mw)8000、数平均分子量(Mn)5000、イオン化ポテンシャル(IP)5.85eV、電子親和力2.81eV、エネルギーギャップ3.04eV、溶液の発光極大波長414nm、吸収極大波長358nm(クロロホルム中、 $1 \times 10^{-7} \text{ mol/l}$)。

【0072】実施例5

(発光素子の作成) 洗浄したITO基板上に、Baytron P (PEDOT/PSS溶液(ポリ(3,4)エチレンジオキシチオフェン-ポリスチレンスルホン酸ドープ体)/パイエル社製)を1000rpm、30秒でスピコートした後、150で1.5時間真空乾燥し、ホール注入/輸送性膜を作成した(膜厚約100nm)。この上に例示化合物5の40mgをキシレン4mlに溶かした溶液をスピコート(1000rpm、20秒)した(膜厚約100nm)。次いでこの有機薄膜上にパターニングしたマスク(発光面積が5mm×5mmとなるマスク)を設置し、蒸着装置内でカルシウムを膜厚250nmで蒸着した後、アルミニウムを膜厚300nmで蒸着し($1.0 \times 10^{-3} \text{ Pa} \sim 1.3 \times 10^{-3} \text{ Pa}$)、発光素子を作成した。発光特性は以下のように測定した。東陽テクニカ製ソースメジャーユニット2400型を用いて、ITOを陽極、上記カルシウム：*比較化合物1、



【0077】実施例6

実施例5の例示化合物5の40mgを例示化合物5：試験用化合物1：試験用化合物2=30.4mg：8mg：1.6mgの混合物に代えた以外は実施例1と同様にして素子を作成した(総膜厚約100nm)。発光特性は実施例1と同様に測定した。測定結果は以下のとおりである。

【0078】最低駆動電圧(発光が観測される最低の電

*アルミニウムを陰極として直流定電圧を発光素子に印加し発光させ、輝度をトプコン社の輝度計BM-8、発光波長を浜松フォトニクス社製スペクトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。

【0073】また、高温保存時の耐久性を評価するために、作製した素子を60、20%相対湿度の条件下で3時間放置後に発光させて相対輝度(駆動電圧10Vで、素子作製直後の輝度を100とし、経時後輝度を相対値として表示)を測定した。測定結果は以下のとおりである。最低駆動電圧(発光が観測される最低の電圧)は4Vで、5Vにおいて287mA/cm²の電流密度を示し、81cd/m²の輝度で非常に色純度の良い濃青色発光を示した。最大発光波長maxは440nm、色度座標(0.153, 0.060)、外部量子効率0.05%であった。経時後の相対輝度は85であった。

【0074】比較例1

実施例5の例示化合物5を、ベンゼン環でポリマー主鎖末端を処理した比較化合物1に代えた以外は実施例5と同様にして素子を作成した。発光特性は実施例1と同様に測定した。測定結果は以下のとおりである。

【0075】最低駆動電圧(発光が観測される最低の電圧)は4Vで、5Vにおいて108mA/cm²の電流密度を示したに過ぎず、11cd/m²の輝度を示したに過ぎなかった。また発光色は淡青～青緑色であった。極大発光波長maxは422nmと483nm、半値幅125nmの発光を示し、溶液での発光特性から大きく変化してしまった(溶液での発光極大波長は約416nm、半値幅は約40nmであり)。色度座標は非常に色純度の低下した(0.178, 0.264)を示した。外部量子効率は0.01%に過ぎなかった(10V、97cd/m²で測定)。経時後の相対輝度は65であった。

【0076】

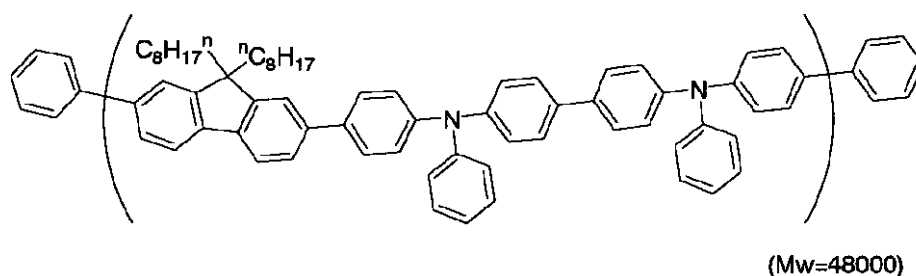
【化7】

圧)は3Vで、4Vにおいて219mA/cm²の電流密度を示し、1010cd/m²の輝度で緑色発光を示した。最大発光波長maxは531nm、色度座標(0.364, 0.582)、外部量子効率0.13%であった。経時後の相対輝度は88であった。

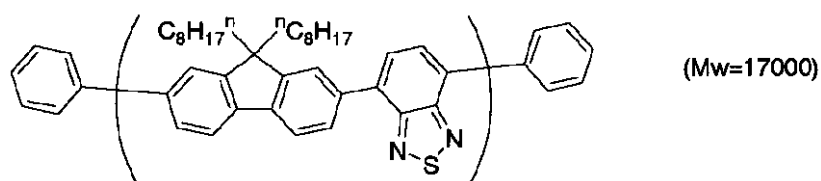
【0079】

【化8】

試験化合物1.



試験化合物2.



【0080】比較例2

実施例6の例示化合物5を比較化合物1に代えた以外は実施例6と同様にして素子を作成した(総膜厚約100nm)。発光特性は実施例1と同様に測定した。測定結果は以下のとおりである。

【0081】最低駆動電圧(発光が観測される最低の電圧)は3Vで、4Vにおいて62mA/cm²の電流密度を示したに過ぎず、568cd/m²の輝度の緑色発光を示したに過ぎなかった。最大発光波長maxは530nm、色度座標(0.338, 0.592)を示した。外部量子効率0.26%と電流値が小さい為、見かけ上高い値を示した。経時後の相対輝度は55であった。

【0082】本発明の化合物を使用する事による素子特性の向上のメカニズムの詳細は未だ明らかではないが、*

*一つにはポリマー主鎖末端に結合したヘテロ環により、陰極金属との間で何らかの相互作用が生じ、陰極からの電子注入の性質が改善される事、もう一つには陰極との相互作用によりポリマー鎖間の相互作用が緩和され、エキサイマー生成が抑制される事等を現在のところ想定している。

【0083】

【発明の効果】上記の結果より、本発明の化合物を使用する事で、高い電流値と高輝度発光を示し、ポリマー主鎖間の相互作用によるエキサイマー形成を阻害して良好な色純度の素子を作成できることが明らかになった。更に高温保管後の輝度低下が小さく耐久性に優れた素子を提供できる。また塗布プロセスによる積層型素子の作成が実現でき、実用上有用である。

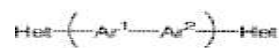
フロントページの続き

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB04
 4J002 BC02X BG05X CE00W CE00X
 CG00X GP00
 4J032 CA03 CA04 CA06 CA07 CA12
 CB01 CD01 CE03 CG01 CG03

专利名称(译)	新型聚合物，使用其的发光元件材料和发光元件		
公开(公告)号	JP2002293888A	公开(公告)日	2002-10-09
申请号	JP2001096565	申请日	2001-03-29
[标]申请(专利权)人(译)	富士胶片株式会社		
申请(专利权)人(译)	富士胶片有限公司		
[标]发明人	荒木勝己		
发明人	荒木 勝己		
IPC分类号	H01L51/50 C08G61/00 C08L65/00 C08L101/00 C09K11/06 H05B33/14		
FI分类号	C08G61/00 C08L65/00 C08L101/00 C09K11/06.680 H05B33/14.B		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB03 3K007/AB04 4J002/BC02X 4J002/BG05X 4J002/CE00W 4J002/CE00X 4J002/CG00X 4J002/GP00 4J032/CA03 4J032/CA04 4J032/CA06 4J032/CA07 4J032/CA12 4J032/CB01 4J032/CD01 4J032/CE03 4J032/CG01 4J032/CG03 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/BB03 3K107/BB04 3K107/BB06 3K107/CC02 3K107/CC04 3K107/CC07 3K107/CC21 3K107/CC24 3K107/CC42 3K107/CC45 3K107/DD62 3K107/DD71 3K107/DD74 3K107/DD79		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：提供一种在电致发光器件中具有高载流子注入性质，传输性质，发光亮度，发光效率和高色纯度的聚合物。A1由以下通式(I)表示的聚合物以及发光器件材料和包含该聚合物的发光器件。[化学1]（式中，Ar1表示可以具有取代基的芳香族烃基，Ar2表示Ar1或共轭不饱和基团，Het表示杂芳基。）



—通式 (I)—