

(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2005-29676

(P2005-29676A)

(43) 公開日 平成17年2月3日(2005.2.3)

(51) Int.Cl.⁷

F I

テーマコード (参考)

C08G 85/00

C08G 85/00

3K007

C08F 6/00

C08F 6/00

4J031

C09K 11/06

C09K 11/06 690

4J100

H05B 33/14

H05B 33/14 B

H05B 33/22

H05B 33/22 B

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-195738 (P2003-195738)

(22) 出願日 平成15年7月11日 (2003.7.11)

(71) 出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(74) 代理人 100079049

弁理士 中島 淳

(74) 代理人 100084995

弁理士 加藤 和詳

(74) 代理人 100085279

弁理士 西元 勝一

(74) 代理人 100099025

弁理士 福田 浩志

(72) 発明者 尾崎 忠義

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士
ゼロックス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電荷輸送性高分子材料の精製方法、電荷輸送性高分子材料、および、有機電界発光素子

(57) 【要約】

【課題】十分な輝度が得られ、安定した電気特性を有し、耐久性に優れた有機EL素子等を作製するのに好適な電荷輸送性高分子材料の精製方法を提供すること。

【解決手段】固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第1の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第2の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記第1の不溶性有機溶媒および前記溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターが8～10の範囲内であり、前記第2の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが10より大きいことを特徴とする電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第 1 の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第 2 の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記第 1 の不溶性有機溶媒および前記溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターが 8 ~ 10 の範囲内であり、前記第 2 の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが 10 より大きいことを特徴とする電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 2】

前記固液接触工程が、ソックスレー抽出法を利用して行なわれることを特徴とする請求項 1 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 3】

前記溶解・沈殿工程が、前記溶液を前記第 2 の不溶性有機溶媒中に滴下する方法を利用して行なわれることを特徴とする請求項 1 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 4】

前記電荷輸送性高分子材料の重量平均分子量が、1000 ~ 500000 の範囲内であることを特徴とする請求項 1 に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法。

【請求項 5】

固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第 1 の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第 2 の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て精製された電荷輸送性高分子材料において、前記第 1 の不溶性有機溶媒および前記溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターが 8 ~ 10 の範囲内であり、前記第 2 の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが 10 より大きいことを特徴とする電荷輸送性高分子材料。

【請求項 6】

少なくとも一方が透明または半透明である陽極および陰極よりなる一対の電極と、該一対の電極間に挟まれた一つまたは複数の有機化合物層とを含み、

前記有機化合物層が、固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第 1 の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第 2 の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て精製された電荷輸送性高分子材料を少なくとも含む有機電界発光素子において、

前記第 1 の不溶性有機溶媒および前記溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターが 8 ~ 10 の範囲内であり、前記第 2 の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが 10 より大きいことを特徴とする有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機電界発光素子（以下、「EL素子」と記述する）等に好適に用いられる電荷輸送性高分子材料の精製方法、この精製方法によって精製処理された電荷輸送性高分子材料、この精製処理された電荷輸送性高分子材料を用いた EL 素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

EL 素子は、自発光性の全固体素子であり、視認性が高く衝撃にも強いと、広く応用が期待されている。現在は無機蛍光体を用いたものが主流であるが、200V 以上の交流電圧が駆動に必要なため製造コストが高く、また輝度が不十分等の問題点を有している。一方、有機化合物を用いた EL 素子研究は、最初アントラセン等の単結晶を用いて始まったが、単結晶の場合、膜厚が 1mm 程度と厚く 100V 以上の駆動電圧が必要であった。

10

20

30

40

50

そのため蒸着法による薄膜化が試みられている（非特許文献 1 参照）。しかしながら、この方法で得られた薄膜は、駆動電圧が 30 V と未だ高く、また、膜中における電子・正孔キャリアの密度が低く、キャリアの再結合によるフォトンの生成確率が低いため十分な輝度を得られなかった。

【0003】

ところが近年、正孔輸送性有機低分子化合物と電子輸送能を持つ蛍光性有機低分子化合物の薄膜を真空蒸着法により順次積層した機能分離型の EL 素子において、10 V 程度の低電圧で 1000 cd/m² 以上の高輝度を得られるものが報告されており（非特許文献 2 参照）、以来、積層型の EL 素子の研究・開発が活発に行われている。

【0004】

しかしながら、このタイプの EL 素子では、複数の蒸着工程において 0.1 μm 以下の薄膜を形成していくためピンホールを生じ易く、十分な性能を得るためには厳しく管理された条件下で膜厚の制御を行うことが必要である。従って、生産性が低くかつ大面積化が難しいという問題がある。また、この EL 素子は数 mA/cm² という高い電流密度で駆動されるため、大量のジュール熱を発生する。このため、蒸着によってアモルファスガラス状態で成膜された正孔輸送性低分子化合物や蛍光性有機低分子化合物が次第に結晶化して最後には融解し、輝度の低下や絶縁破壊が生じるという現象が多く見られ、その結果素子の寿命が低下するという問題も有している。

【0005】

例えば、電子輸送材料の場合、2 - (4 - ビフェニルイル) - 5 - (4 - tert - ブチルフェニル) - 1, 3, 4 - オキサジアゾール (PBO) を初めとするオキサジアゾール誘導体を電子輸送材料として使用することが提案されている（例えば、特許文献 1 参照）。しかし、このような電子輸送材料を用いて形成された薄膜は結晶化しやすく、電荷輸送・注入特性の面からも充分とはいえない。

また、電子輸送材料はオキサジアゾール化合物以外に種類が乏しく、低電圧駆動・高効率化の面からも電荷輸送・注入特性にも優れたさらなる材料の開発が望まれているのが現状である。

【0006】

一方、積層型有機 EL 素子における生産性と大面積化に関する問題の解決を目指し、単層構造の EL 素子についても研究・開発が進められ、ポリ (p - フェニレンビニレン) 等の導電性高分子を用いた素子（例えば、非特許文献 3 参照）や、正孔輸送性ポリビニルカルバゾール中に電子輸送材料と蛍光色素を混入した素子（例えば、非特許文献 4 参照）が提案されているが、未だ輝度、発光効率等が有機低分子化合物を用いた積層型有機 EL 素子には及ばない。

【0007】

また、EL 素子に用いられる材料は電気特性や素子寿命の長期安定性を確保するため、高純度の材料が必要とされている。したがって、EL 素子に用いられる材料は合成後に精製工程を経て高純度化されることが必要である。

特に、EL 素子に用いられる電荷輸送性高分子材料に関しては、合成時に使用する原料や重合反応に利用する試薬の高純度化や、重合後に得られた未精製状態の電荷輸送性高分子を溶媒洗浄、酸洗浄、アルカリ洗浄等による各種洗浄処理を行ったり、あるいは、これを良溶媒に溶解後、貧溶媒に滴下する再沈処理を繰り返すことによってこの要求を達成しようとしている。

しかし、一般に高分子材料の精製は低分子化合物と比較して困難であり、これらの処理により精製された電荷輸送性高分子材料を用いて EL 素子を作製しても電気特性を十分に向上させることができない場合があった。また EL 素子に使用する電荷輸送性高分子材料では、不純物が極微量含まれていても EL 素子へ与える影響は大きく、EL 素子の電気特性や寿命の低下をもたらしていた。

【0008】

例えば、特許文献 1 の実施例に記載されているような良溶媒への溶解と貧溶媒への再沈澱

10

20

30

40

50

を繰り返す処理では、回数を重ねても未反応モノマーや重合時に生成する分解不純物を完全に除去することはできなかった。

また、特許文献2の実施例に記載されているようなメタノールによるソックスレー抽出を利用した精製法では、メタノールのような貧溶媒は溶解性が低いため未反応モノマーや分解不純物を完全に除去することはできなかった。

あるいは、特許文献3の実施例に記載されているような透析による低分子量成分を除去する精製法は水溶性のポリマーにのみ適用でき、疎水性の強いポリマーでは精製効果が得られない。

【0009】

【特許文献1】

特開平7-109454号公報

【特許文献2】

特開平08-510285号公報

【特許文献3】

特開2002-216965号公報

【特許文献4】

特開2002-138133号公報

【非特許文献1】

Thin Solid Films, Vol. 94, 171 (1982)

【非特許文献2】

Appl. Phys. Lett., Vol. 51, 913 (1987)

【非特許文献3】

Nature, Vol. 357, 477 (1992)

【非特許文献4】

第38回応用物理学関係連合講演会予稿集31p-G-12 (1991)

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、従来の技術の上記問題点に鑑みてなされたものであって、その目的は十分な輝度が得られ、安定した電気特性を有し、耐久性に優れた有機EL素子等を作製するのに好適な電荷輸送性高分子材料の精製方法、電荷輸送性高分子材料、この精製処理された電荷輸送性高分子材料を用いた有機EL素子に関するものである。

【0011】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、上記目的を達成するため、本発明者らはEL素子等に好適に用いられる分子量の大きい電荷輸送性高分子材料の精製方法に関して、固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第1の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第2の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て電荷輸送性高分子材料を精製する際に、これら2つの工程に用いられる有機溶媒の溶解度パラメーターが重要であることを見出し、以下の本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、

【0012】

<1> 固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第1の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第2の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記第1の不溶性有機溶媒および前記溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターが8～10の範囲内であり、前記第2の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが10より大きいことを特徴とする電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【0013】

<2> 前記固液接触工程が、ソックスレー抽出法を利用して行なわれることを特徴とす

10

20

30

40

50

る< 1 >に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【 0 0 1 4 】

< 3 > 前記溶解・沈殿工程が、前記溶液を前記第 2 の不溶性有機溶媒中に滴下する方法を利用して行なわれることを特徴とする< 1 >に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【 0 0 1 5 】

< 4 > 前記電荷輸送性高分子材料の重量平均分子量が、1 0 0 0 ~ 5 0 0 0 0 0 の範囲内であることを特徴とする< 1 >に記載の電荷輸送性高分子材料の精製方法である。

【 0 0 1 6 】

< 5 > 固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第 1 の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第 2 の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て精製された電荷輸送性高分子材料において、
前記第 1 の不溶性有機溶媒および前記溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターが 8 ~ 1 0 の範囲内であり、前記第 2 の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが 1 0 より大きいことを特徴とする電荷輸送性高分子材料である。

【 0 0 1 7 】

< 6 > 少なくとも一方が透明または半透明である陽極および陰極よりなる一対の電極と、該一対の電極間に挟まれた一つまたは複数の有機化合物層とを含み、
前記有機化合物層が、固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第 1 の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第 2 の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て精製された電荷輸送性高分子材料を少なくとも含む有機電界発光素子において、
前記第 1 の不溶性有機溶媒および前記溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターが 8 ~ 1 0 の範囲内であり、前記第 2 の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが 1 0 より大きいことを特徴とする有機電界発光素子である。

【 0 0 1 8 】

【 発明の実施の形態 】

本発明の電荷輸送性高分子材料の精製方法は、固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第 1 の不溶性有機溶媒に接触させる固液接触工程と、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第 2 の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させる溶解・沈殿工程と、を少なくとも経て電荷輸送性高分子材料を精製する電荷輸送性高分子材料の精製方法において、前記第 1 の不溶性有機溶媒および前記溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターが 8 ~ 1 0 の範囲内であり、前記第 2 の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが 1 0 より大きいことを特徴とする。

【 0 0 1 9 】

このような固液接触工程および溶解・沈殿工程を少なくとも経て精製された電荷輸送性高分子材料は高純度であるため、例えば有機 EL に用いた場合には、十分な輝度が得られ、電気特性をより安定化でき、耐久性をより向上させることができる。

【 0 0 2 0 】

本発明においては、固液接触工程と溶解・沈殿工程とが、各々 1 回以上実施される必要がある。固液接触工程のみでは固形状の高分子表面の不純物だけが除去され、固形状の高分子内部の不純物を除去することができない。また、溶解・沈殿工程だけでは不純物を完全に除去することはできない。しかしながら、固液接触工程と合わせて溶解・沈殿工程を実施することにより、固液接触工程では除去できなかった不純物の除去が可能となる。

【 0 0 2 1 】

なお、固液接触工程と溶解・沈殿工程とは、少なくとも各々の工程が 1 回以上実施されるのであれば、これらの工程を実施する回数や実施の順番は特に限定されない。また、本発明の精製方法においては、これら 2 つの工程以外にも、他の精製方法を組み合わせたり、

精製した電荷輸送性高分子材料の取り扱いを容易にする等の目的で他の工程を実施することができる。

【0022】

次に、各工程の詳細について説明する。固液接触工程は、固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第1の不溶性有機溶媒に接触させることにより行なわれる。この際用いられる第1の不溶性有機溶媒は、精製対象となる電荷輸送性高分子材料を実質的に殆ど溶解することができない有機溶媒であり、且つ、この有機溶媒の溶解度パラメーターが8～10の範囲内である必要がある。

【0023】

第1の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが8よりも小さい場合には精製効果が十分に得られず、精製物を有機EL素子等の有機電子デバイスに適用しても十分な性能を発揮できない。また溶解度パラメーターが10よりも大きい場合にも上記と同様の問題が発生する。

【0024】

但し、本発明において溶解度パラメーター(δ)とは下式(1)で定義される値を意味する。

$$\cdot \text{式(1)} \quad \delta = (\Delta E / V)^{1/2} \quad [(\text{cal} / \text{ml}^3)^{1/2}]$$

但し、式(1)において、 ΔE は分子凝集エネルギー(cal / mol)を、 V は分子容(ml / mol)をそれぞれ示す。すなわち、 δ は凝集エネルギー密度の平方根に相当する。

式(1)に示される溶解度パラメーター(δ)は、例えば、溶剤ハンドブック(講談社サイエンティフィック発行、第9刷、1989年)のp39や化学便覧基礎編I(丸善発行、改訂4版、1993年)p603に一例が記載されている。

【0025】

固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第1の不溶性有機溶媒に接触させる方法としては特に限定されず、例えば、固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を第1の不溶性有機溶媒中に分散させた後に濾過する方法、濾過床上の固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料に第1の不溶性有機溶媒をかける方法、ソックスレー抽出を利用する方法等が挙げられるが、不純物の除去効率の点からソックスレー抽出が好ましい。

【0026】

なお、第1の不溶性有機溶媒としては、精製対象となる電荷輸送性高分子材料を実質的に殆ど溶解することができず、溶解度パラメーターが8～10の範囲内の有機溶媒であれば特に限定されないが、具体例としては、ギ酸プロピル、酢酸エチル、酪酸エチル、酢酸プロピル、酢酸ブチル、プロピオン酸エチル等のエステル類、アセトン、メチルエチルケトン、メチル-n-プロピルケトン、メチルイソプロピルケトン、メチル-n-ブチルケトン、メチルイソブチルケトン、メチル-n-アミルケトン、ジイソプロピルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、o-キシレン、m-キシレン、p-キシレン、エチルベンゼン等の炭化水素化合物類、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、1,1-ジクロロエタン、1,2-ジクロロエタン、1,1,1-トリクロロエタン、cis-1,2-ジクロロエチレン、臭化エチル、ヨウ化エチル、1,2-プロモエタン、クロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素化合物類等が挙げられ、これらを単独または2種以上を混合して使用できる。

【0027】

第1の不溶性有機溶媒としては、不純物の除去効率や収率の点から、電荷輸送性高分子材料への溶解度が低く、不純物の溶解度が高いものが望ましく、この点では酢酸エステル類、ケトン類が好ましい。

固液接触工程で用いられる第1の不溶性有機溶媒は、固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料の1重量部に対して5重量部～1000重量部の範囲で使用することが好ましく、10重量部～500重量部の範囲で使用することがより好ましい。

【0028】

固液接触工程で用いられる第1の不溶性有機溶媒の温度は、高いことが好ましく、不純物除去効率の点から第1の不溶性有機溶媒の沸点近傍に加熱されることが好ましい。なお、このような処理を可能にするためには、第1の不溶性有機溶媒の沸点は室温以上であることが実用上好ましい。

【0029】

固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を、第1の不溶性有機溶媒に接触させる処理時間は、固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料に含まれる不純物濃度により任意に選択できるが、10分～100時間の範囲内が好ましく、1時間～50時間の範囲内が更に好ましい。

10

【0030】

なお、固液接触工程で用いられる固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料としては、溶解・沈殿工程を経ていない固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を用いることもできるが、溶解・沈殿工程を経て得られた沈殿物を用いることもできる。

【0031】

次に、溶解・沈殿工程について説明する。溶解・沈殿工程は、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第2の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させることにより行なわれる。

この際用いられる溶解性有機溶媒は、精製対象となる電荷輸送性高分子材料を溶解させることが可能な有機溶媒であり、且つ、この有機溶媒の溶解度パラメーターが8～10の範囲内である必要がある。また、第2の不溶性有機溶媒は精製対象となる電荷輸送性高分子材料を実質的に殆ど溶解することができない有機溶媒であり、且つ、この有機溶媒の溶解度パラメーターが10より大きい必要がある。

20

【0032】

溶解性有機溶媒の溶解性パラメーターが8より小さい場合には、沈殿物を析出させる際に、電荷輸送性高分子材料だけを選択性良く沈殿させることができなくなる。

また溶解性有機溶媒の溶解性パラメーターが10よりも大きい場合や、第2の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターが10以下の場合には、両者の溶解度パラメーターの差が小さくなり過ぎるため、精製効果が十分に得られず、精製物を有機EL素子等の有機電子デバイスに適用しても十分な性能を発揮できない。

30

なお、このような観点から、溶解性有機溶媒の溶解度パラメーターと第2の不溶性有機溶媒の溶解度パラメーターとの差は、少なくとも0.5以上であることが好ましく、0.6以上であることがより好ましい。

【0033】

溶解性有機溶媒としては、精製対象となる電荷輸送性高分子材料を溶解することが可能で、溶解度パラメーターが8～10の範囲内の有機溶媒であれば特に限定されないが、具体例としては、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ベンゼン、トルエン、o-キシレン、m-キシレン、p-キシレン、エチルベンゼン、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、1,1-ジクロロエタン、1,2-ジクロロエタン、1,1,1-トリクロロエタン、cis-1,2-ジクロロエチレン、臭化エチル、ヨウ化エチル、1,2-ブromoエタン、クロロベンゼン等が挙げられ、これらを単独または2種以上を混合して使用できる。

40

【0034】

なお、溶解度パラメーターが8～10の範囲内である点で共通している第1の不溶性有機溶媒と具体例が重複している部分があるが、これらの具体例は、各々の有機溶媒に対して溶解性が異なる不特定多数の電荷輸送性高分子材料に対する具体例を例示しているに過ぎないものである（以下の第2の不溶性有機溶媒の具体例の説明も同様である）。すなわち、同一の有機溶媒が、精製対象となる同一の電荷輸送性高分子材料に対して、第1の不溶性有機溶媒および溶解性有機溶媒として同時に利用できることを意味するものではない。

【0035】

また、第2の不溶性有機溶媒の具体例としては、メタノール、エタノール、プロパノール

50

、イソプロパノール、ブタノール、アセトニトリル、プロピオニトリル、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等が挙げられるが、これらを単独または2種以上を混合して使用できる。

【0036】

溶解・沈殿工程は、未精製電荷輸送性高分子材料を溶解性有機溶媒に溶解させた溶液を、第2の不溶性有機溶媒と混合して沈殿物を析出させることにより行なわれるものであれば特に限定されないが、具体的には、溶液を第2の不溶性有機溶媒中に滴下することにより行なうことが好ましい。なお、沈殿物の生成を確実にし、また、沈殿物の再溶解を防止するために、第2の不溶性有機溶媒の量は、溶液の量に対して相対的に十分に大きいことが好ましい。また、溶液を第2の不溶性有機溶媒に混合した後の混合溶液中での沈殿物や、不純物の溶解性を制御するために、混合前の第2の不溶性有機溶媒に溶解度パラメータの低い有機溶媒を混合させておいてもよい。

10

【0037】

なお、溶解・沈殿工程で用いられる未精製電荷輸送性高分子材料としては、固液接触工程を経ていない未精製電荷輸送性高分子材料を用いることもできるが、固液接触工程を経て得られた固体状態の未精製電荷輸送性高分子材料を用いることもできる。

【0038】

また、本発明において「未精製電荷輸送性高分子材料」とは、少なくとも一連の合成プロセスを終えて、最終的に目的とする目的生成物（電荷輸送性高分子材料）が、種々の不純物（例えば、未反応の原料成分や、試薬、副生成物等）と共に含まれている状態のみならず、EL素子等を構成する電荷輸送材料として利用した際に、他の材料と混合されている状態も含む。

20

【0039】

さらに、目的生成物を合成する途中の中間体であっても、不純物の発生を殆ど伴うことなく残りの合成プロセスを実施することにより目的生成物が得られるような場合には、このような中間体が、種々の不純物と共に含まれている状態も未精製電荷輸送性高分子材料として扱うことができる。この場合には、中間体の段階で精製し、その後に残りの合成プロセスを実施しても新たに不純物が発生しないため、一連の合成プロセスを経た場合と同様に高純度の電荷輸送性高分子材料を得ることができる。

なお、これらの状態の未精製電荷輸送性高分子材料は、本発明の電荷輸送性高分子材料の精製方法による精製処理が施される前に、何らの精製処理が施されていない状態のもののみならず、他の精製方法による精製処理を施された状態のものも勿論含まれる。

30

【0040】

また、本発明において、電荷輸送性高分子材料とは、少なくとも電荷輸送機能を有し、その分子量が1000以上であるものを意味する。なお、本発明における電荷輸送性高分子材料の分子量は1000以上であれば特に限定されないが、1000～50万の範囲内が好ましく、5000～20万の範囲内がより好ましく、1万～20万の範囲内が更に好ましい。また、電荷輸送性高分子材料の電荷移動度は少なくとも 10^{-8} cm/Vs以上であり、 10^{-7} cm/Vs以上であることが好ましく、 10^{-6} cm/Vs以上であることがより好ましい。

40

【0041】

このような機能および物性を有する電荷輸送性高分子材料の分子構造は特に限定されないが、ポリエステル誘導体、ポリエーテル誘導体、ポリウレタン誘導体、ポリスチレン誘導体、ポリメタクリル酸（エステル）誘導体、ポリアクリル酸（エステル）樹脂誘導体、ポリビニルカルバゾール誘導体、ポリカーボネート誘導体、ポリアリーレン誘導体、ポリウレタン誘導体、ポリエーテル誘導体、ポリスチレン誘導体、ポリエチレン誘導体、ポリフルオレン誘導体、ポリチオフエン誘導体、ポリアリーレンビニレン誘導体等が好ましい。

【0042】

また、本発明の電荷輸送性高分子材料精製方法により精製された電荷輸送性高分子材料は、特に有機EL素子に好適に用いられるものであるが、勿論、電荷輸送性を有する材料を

50

用いて作製されるものであれば有機材料を利用したトランジスタ等、他の有機電子デバイス等にも利用することができる。以下に、本発明の電荷輸送性高分子材料精製方法により精製された電荷輸送性高分子材料の用途の具体例として、有機電界発光素子を例に説明する。

【0043】

本発明の電荷輸送性高分子材料精製方法により精製された電荷輸送性高分子材料を用いた有機EL素子の構成は特に限定されるものではないが、以下のような構成を有していることが好ましい。すなわち、本発明の有機EL素子は、少なくとも一方が透明または半透明である陽極および陰極よりなる一対の電極と、該一対の電極間に挟まれた一つまたは複数の有機化合物層とを含むものであることが好ましい。この際、この有機化合物層に本発明の電荷輸送性高分子材料精製方法により精製された電荷輸送性高分子材料が含まれる。

10

【0044】

本発明の有機EL素子において、有機化合物層が一つの場合は、有機化合物層は電荷輸送能を持つ発光層を意味する。また、有機化合物層が複数の場合は、その一つが発光層であり、他の有機化合物層は、電荷輸送層、すなわち、正孔輸送層、電子輸送層、或いは正孔輸送層と電子輸送層よりなるものを意味し、これらの少なくとも一層が精製された電荷輸送性高分子材料を含有してなる。

【0045】

具体的には、例えば、少なくとも発光層及び電子輸送層から構成、少なくとも正孔輸送層、発光層及び電子輸送層から構成、あるいは、少なくとも正孔輸送層、発光層から構成され、これらの少なくとも一層に精製された電荷輸送性高分子材料を含有してなるものが挙げられる。さらに、例えば、有機化合物層が発光層のみから構成されてなり、この発光層に精製された電荷輸送性高分子材料を含有してなるものも挙げられる。

20

【0046】

有機化合物層が一つの場合、電荷輸送能を持つ発光層は目的に応じて機能（正孔輸送能、あるいは電子輸送能）が付与された電荷輸送材料に対して発光材料を50重量%以下分散させた有機化合物層であり、有機EL素子に注入される正孔と電子とのバランスを調節するために、電子輸送性化合物を1重量%ないし30重量%の範囲で混合分散して形成されていてもよい。

【0047】

発光層には、固体状態で高い蛍光量子収率を示す化合物が発光材料として用いられる。発光材料が有機低分子の場合、真空蒸着法もしくは低分子と結着樹脂を含む溶液または分散液を塗布・乾燥することにより良好な薄膜形成が可能であることが条件である。また、高分子の場合、それ自身を含む溶液または分散液を塗布・乾燥することにより良好な薄膜形成が可能であることが条件である。

30

【0048】

好適には、有機低分子の場合、キレート型有機金属錯体、多核または縮合芳香環化合物、ペリレン誘導体、クマリン誘導体、スチリルアリーレン誘導体、シロール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサチアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体等が、高分子の場合、ポリパラフェニレン誘導体、ポリパラフェニレンビニレン誘導体、ポリチオフエン誘導体、ポリアセチレン誘導体等が挙げられる。

40

【0049】

また、有機EL素子の耐久性向上或いは発光効率の向上を目的として、上記の発光材料中にゲスト材料として発光材料と異なる色素化合物をドーピングしてもよい。真空蒸着によって発光層を形成する場合、共蒸着によってドーピングを行い、溶液または分散液を塗布・乾燥することで発光層を形成する場合、溶液または分散液中に混合することでドーピングを行う。発光層中における色素化合物のドーピングの割合としては0.001重量%～40重量%程度、好ましくは0.01重量%～10重量%程度である。このようなドーピングに用いられる色素化合物としては、発光材料との相容性が良く、かつ発光層の良好な薄膜形成を妨げない有機化合物が用いられ、好適にはDCM誘導体、キナクリドン誘導体

50

、ルブレイン誘導体、ポルフィリン系化合物等が挙げられる。

【0050】

正孔輸送材料は目的に応じて機能（正孔輸送能）が付与された電荷輸送化合物単独で形成されていてもよいが、電気的特性をさらに改善する等の目的で、正孔移動度を調節するために電荷輸送性高分子以外の特定の有機低分子化合物を0.1重量%ないし50重量%の範囲で混合分散して形成されていてもよい。この場合の有機低分子化合物としては、好適にはテトラフェニレンジアミン誘導体、トリフェニルアミン誘導体、カルバゾール誘導体、スチルベン誘導体、アリールヒドラゾン誘導体、ポルフィリン系化合物等が挙げられる。電子輸送材料としては、電荷輸送性材料と強い電子相互作用を示さない有機化合物が用いられる。また、発光材料と異なる色素化合物をドーピングしてもよい。

10

【0051】

さらに、成膜性の向上のため、他の汎用の樹脂等との混合でもよい。具体的な樹脂としては、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、メタクリル樹脂、アクリル樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、セルロース樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリビニルアセテート樹脂、スチレンブタジエン共重合体、塩化ビニルデン-アクリロニトリル共重合体、塩化ビニル-酢酸ビニル-無水マレイン酸共重合体、シリコン樹脂、ポリ-N-ビニルカルバゾール樹脂、ポリシラン樹脂、ポリチオフェン、ポリピロール等の導電性樹脂等を用いることができる。また、添加剤としては、公知の酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤等を用いることができる。

【0052】

有機化合物層が複数の場合、正孔輸送層は目的に応じて機能（正孔輸送能）が付与された電荷輸送化合物単独で形成されていてもよいが、電気的特性をさらに改善する等の目的で、正孔移動度を調節するために電荷輸送性高分子以外の前述の有機低分子化合物を0.1重量%ないし50重量%の範囲で混合分散して形成されていてもよい。さらに、成膜性の向上のため、他の汎用の樹脂等との混合でもよい。具体例としては前述のとおりである。

20

【0053】

これら本発明の有機EL素子は、まず透明電極の上に各有機EL素子の層構成に応じて、正孔輸送層或いは発光層を形成する。正孔輸送層および発光層は、それぞれ、正孔輸送材料、発光材料を真空蒸着法、もしくは有機溶媒中に溶解或いは分散し、得られた塗布液を用いて前記透明電極上にスピンコーティング法、ディップ法等を用いて成膜することにより形成する。

30

【0054】

形成される正孔輸送層、発光層および電子輸送層の膜厚は、各々0.1μm以下、特に0.03~0.08μmの範囲であることが好ましい。また、キャリア輸送能を持つ発光層の膜厚は、0.03~0.2μm程度が好ましい。正孔輸送材料、発光材料、電子輸送材料の分散状態は分子分散状態でも微粒子分散状態でも構わない。塗布液を用いた成膜法の場合、分子分散状態とするためには、分散溶媒は正孔輸送材料、発光材料、電子輸送材料の共通溶媒を用いる必要があり、微粒子分散状態とするために分散溶媒は正孔輸送材料、発光材料、電子輸送材料の分散性および溶解性を考慮して選択する必要がある。微粒子状に分散するためには、ボールミル、サンドミル、ペイントシェイカー、アトライター、ボールミル、ホモジェナイザー、超音波法等が利用できる。

40

【0055】

本発明の有機EL素子は、一对の電極間に、例えば、4~20Vで、電流密度1~200mA/cm²の直流電圧を印加することによって発光させることができる。

【0056】

【実施例】

以下、実施例によって本発明を説明する。ただし、これら各実施例は本発明を制限するものではない。用いた正孔輸送性化合物は、例えば以下のようにして得た。

【0057】

（実施例1）

50

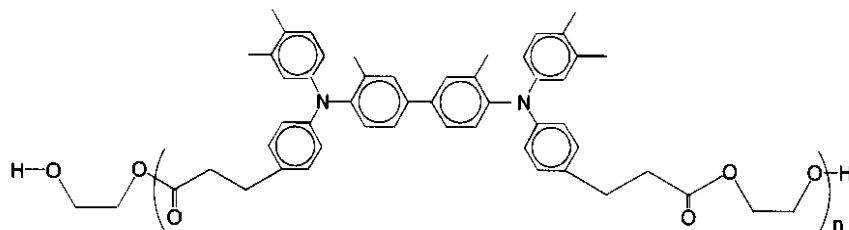
- 未精製電荷輸送性高分子材料〔例示化合物(1)〕の合成 -

N, N' - ビス(3, 4 - ジメチルフェニル) - N, N' - ビス[4 - (2 - メトキシカルボニルエチル)フェニル] - (1, 1' - ビフェニル) - 4, 4' - ジアミン(化合物1) 2部、エチレングリコール 8部およびテトラブトキシチタン 0.1部を 50 ml のフラスコに入れ、窒素気流下、200℃で4時間加熱撹拌した。N, N' - ビス(3, 4 - ジメチルフェニル) - N, N' - ビス[4 - (2 - メトキシカルボニルエチル)フェニル] - (1, 1' - ビフェニル) - 4, 4' - ジアミンが消費されたことを確認した後、0.5 mmHg に減圧してエチレングリコールを留去しながら 230℃に加熱し、5時間反応を続けた。その後、室温まで冷却し、トルエン 50部に溶解し、不溶物を 0.5 μm のポリテトラフルオロエチレン(PTFE)フィルターにてろ過した。得られたろ液をメタノール 1000 ml の撹拌した中に滴下してポリマーを沈殿させた。得られたポリマーをろ過し、十分にメタノール(溶解度パラメーター = 14.5)で洗浄した後乾燥させ、1.8部の未精製状態の正孔輸送性ポリエステル(例示化合物(1))を得た。GPC(ゲルパーミエーションクロマトグラフィー)にて測定した重量平均分子量(Mw)は 1.15×10^5 (スチレン換算)であった。

10

【0058】

【化1】



20

例示化合物(1)

【0059】

- 精製 -

得られた正孔輸送性ポリエステル 1部を円筒ろ紙に入れ、酢酸エチル(溶解度パラメーター = 9.1) 200部を用いてソックスレー抽出を5時間行った。ポリマーをクロロベンゼン(溶解度パラメーター = 9.68) 20 ml に溶解後、1000 ml のメタノール/酢酸エチル(1/2)混合液(溶解度パラメーター = 10.9)中に滴下してろ過により分離し、乾燥後精製ポリマー(1)を 0.96部を得た。この精製ポリマー(1)を用いて以下のように有機EL素子を作製した。

30

【0060】

- 有機EL素子の作製 -

エッチングにより 2 mm 幅の短冊型に形成されたITO電極付きガラス基板を 2 - プロパノール(電子工業用、関東化学製)で超音波洗浄した後、乾燥させた。この基板のITO電極が形成された側の面に精製ポリマー(1)を 5重量%の割合でジクロロエタンに溶解し、目開き 0.1 μm のポリテトラフルオロエチレン(PTFE)フィルターで濾過して得られた溶液をディップ法により塗布して膜厚 0.050 μm の正孔輸送層を形成した。十分に乾燥させた後、発光材料として昇華精製した Alq₃(トリス(8 - キノリノレート)アルミニウム)をタングステンポートに入れ、真空蒸着法により蒸着して正孔輸送層上に膜厚 0.05 μm の発光層を形成した。このときの真空度は 10^{-5} Torr、ポート温度は 300℃であった。続いて Mg - Ag 合金を共蒸着により蒸着して 2 mm 幅、0.15 μm 厚の背面電極を ITO電極と交差するように形成した。形成された有機EL素子の有効面積は 0.04 cm² であった。

40

50

【 0 0 6 1 】

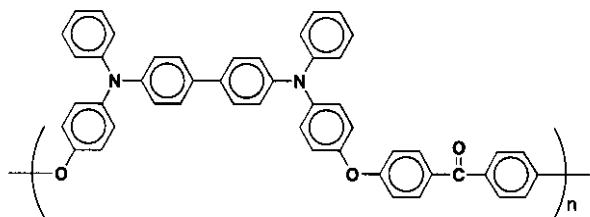
(実 施 例 2)

定法により合成した未精製状態の例示化合物(2)を得た。この例示化合物(2)の重量平均分子量(Mw)は 5.01×10^4 (スチレン換算)であった。次に、この未精製状態の例示化合物(2)2部を円筒ろ紙に入れ、酢酸エチル400部を用いて10時間還流温度で加熱撹拌した。ろ紙中に残留したポリマーをクロロベンゼンに溶解させた後、メタノール(溶解度パラメーター=14.5)1000部の撹拌した中に滴下してポリマーを沈殿させた。得られたポリマーをろ過し、十分にメタノールで洗浄した後乾燥させ、1.8部の精製ポリマー(2)を得た。その後この精製ポリマーを用いて実施例1と同様にして有機EL素子を作製した。

10

【 0 0 6 2 】

【 化 2 】



20

例示化合物(2)

【 0 0 6 3 】

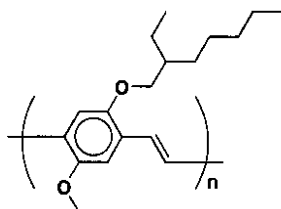
(実 施 例 3)

定法により合成した未精製状態の例示化合物(3)を得た。この例示化合物(2)の重量平均分子量(Mw)は 3.90×10^4 (スチレン換算)であった。次に、この未精製状態の例示化合物(3)2gを円筒ろ紙にいれ、アセトン(溶解度パラメーター=9.71)400mlで10時間ソックスレー抽出を行った。ろ紙上に残留したポリマーをクロロベンゼンに溶解し、メタノール1000mlの撹拌した中に滴下してポリマーを沈殿させた。得られたポリマーをろ過し、十分にメタノールで洗浄した後乾燥させ、1.7gの精製ポリマー(3)を得た。

30

【 0 0 6 4 】

【 化 3 】



40

例示化合物(3)

【 0 0 6 5 】

次に、エッチングにより2mm幅の短冊型に形成されたITO電極付きガラス基板を2-プロパノール(電子工業用、関東化学製)で超音波洗浄した後、乾燥させた。この基板の

50

ITO電極が形成された側の面にPEDOT（ポリエチレンジオキシチオフェン）を5重量%の割合でジクロロエタンに溶解し、 $0.1\mu\text{m}$ のポリテトラフルオロエチレン（PTFE）フィルターで濾過して得られた溶液をスピンコート法により膜厚 $0.050\mu\text{m}$ の正孔輸送層を形成した。

十分に乾燥させた後、精製ポリマ-（3）を同様の操作により成膜し、膜厚 $0.050\mu\text{m}$ の発光層を形成した。十分に乾燥させた後、Caを $0.050\mu\text{m}$ 、Alを $0.10\mu\text{m}$ の順に蒸着して2mm幅、 $0.15\mu\text{m}$ 厚の背面電極をITO電極と交差するように形成した。形成された有機EL素子の有効面積は 0.04cm^2 であった。

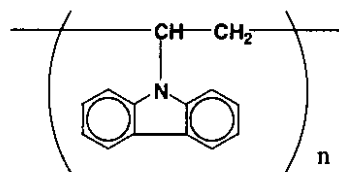
【0066】

（実施例4）

定法により合成した未精製状態の例示化合物（4）を得た。この例示化合物（4）の重量平均分子量（Mw）は 6.30×10^4 （スチレン換算）であった。次に、この未精製状態の例示化合物（4）2gを円筒ろ紙にいれ、アセトン400mlで10時間ソックスレー抽出を行った。ろ紙上に残留したポリマーをクロロベンゼンに溶解した溶液を、メタノール1000mlの攪拌した中に滴下してポリマーを沈殿させた。得られたポリマーをろ過し、十分にメタノールで洗浄した後乾燥させ、1.6gの精製ポリマー（4）を得た。その後この精製ポリマーを用いて実施例1と同様にして有機EL素子を作製した。

【0067】

【化4】



例示化合物(4)

【0068】

（比較例1）

未精製状態の例示化合物（2）をクロロベンゼンに溶解した溶液を、メタノール1000mlを攪拌した中に滴下して、ポリマーを沈殿させた。得られたポリマーを十分にメタノールで洗浄した後、乾燥させ、1.8gの精製ポリマー（5）を得た。その後この精製ポリマーを用いて実施例と同様にして、有機EL素子を作製した。

【0069】

（比較例2）

未精製状態の例示化合物（3）をソックスレー抽出処理しなかった以外は実施例3と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0070】

（比較例3）

未精製状態の例示化合物（4）をソックスレー抽出処理しなかった以外は実施例4と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0071】

（実施例5）

酢酸エチルの代わりにアセトンを用いた以外は実施例1と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0072】

（実施例6）

酢酸エチルの代わりにメチルエチルケトン（溶解度パラメーター = 9 . 3 ）を用いた以外は実施例 2 と同様の操作を行い、有機 E L 素子を作製した。

【 0 0 7 3 】

（実施例 7 ）

酢酸エチルの代わりに酢酸ブチル（溶解度パラメーター = 8 . 5 ）を用いた以外は実施例 2 と同様の操作を行い、有機 E L 素子を作製した。

【 0 0 7 4 】

（比較例 4 ）

酢酸エチルの代わりにメタノール（溶解度パラメーター = 1 4 . 5 ）を用いた以外は実施例 2 と同様の操作を行い、有機 E L 素子を作製した。

10

【 0 0 7 5 】

（比較例 5 ）

酢酸エチルの代わりにヘキサン（溶解度パラメーター = 7 . 4 ）を用いた以外は実施例 2 と同様の操作を行い、有機 E L 素子を作製した。

【 0 0 7 6 】

（実施例 8 ）

実施例 1 で得られた精製ポリマー（ 1 ）を 1 重量部、発光材料として A l q 3 を 1 重量部、を混合し、ジクロロエタンを添加して 1 0 重量 % ジクロロエタン溶液を調整し、目開き 0 . 1 μ m の P T F E フィルターで濾過した。この溶液を用いて、2 m m 幅の短冊型 I T O 電極をエッチングにより形成したガラス基板上に、スピンコーター法により塗布して膜厚 0 . 1 5 μ m のキャリア輸送能を持つ発光層を形成した。十分に乾燥させた後、M g - A g 合金を共蒸着により蒸着して、2 m m 幅、0 . 1 5 μ m 厚の背面電極を I T O 電極と交差するように形成した。形成された有機 E L 素子の有効面積は 0 . 0 4 c m ² であった。

20

【 0 0 7 7 】

（実施例 9 ）

実施例 1 で得られた精製ポリマー（ 1 ）を 2 重量部、発光材料として A l q 3 を 0 . 1 重量部、電子輸送材料として P B D （ 2 - （ 4 - ピフェニル ） - 5 - フェニル - 1 , 3 , 4 - オキサジアゾール ）を 1 重量部混合し、1 0 重量 % ジクロロエタン溶液を調製し、目開き 0 . 1 μ m の P T F E フィルターでろ過した。この溶液を用いて、洗浄後乾燥させた 2 m m 幅の短冊型 I T O 電極をエッチングにより形成したガラス基板上にディップ法により塗布して膜厚 0 . 1 5 μ m のキャリア輸送能を持つ発光層を形成した。十分乾燥させた後、M g - A g 合金を共蒸着により蒸着して、2 m m 幅、0 . 1 5 μ m 厚の背面電極を I T O 電極と交差するように形成した。形成された有機 E L 素子の有効面積は 0 . 0 4 c m ² であった。

30

【 0 0 7 8 】

（比較例 6 ）

精製ポリマー（ 1 ）の精製時に酢酸エチルの代わりにエタノール（溶解度パラメーター = 1 2 . 9 ）を用いた以外は実施例 9 と同様の操作を行い、有機 E L 素子を作製した。

【 0 0 7 9 】

（比較例 7 ）

酢酸エチルの代わりにピリジン（溶解度パラメーター = 1 0 . 6 ）を用いた以外は実施例 2 と同様の操作を行い、有機 E L 素子を作製した。

【 0 0 8 0 】

（実施例 1 0 ）

溶解性有機溶媒としてクロロベンゼンの代わりにトルエン（溶解度パラメーター = 8 . 9 ）を用いた以外は実施例 2 と同様の操作を行い、有機 E L 素子を作製した。

【 0 0 8 1 】

（比較例 8 ）

第 2 の不溶性有機溶媒としてメタノールの代わりにアセトン（溶解度パラメーター = 9 .

50

7)を用いた以外は実施例10と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0082】

(比較例9)

第1の不溶性有機溶媒として酢酸エチルの代わりにヘキサン(溶解度パラメーター=7.4)を用い、第2の不溶性有機溶媒としてメタノールの代わりにアセトンを用いた以外は実施例2と同様の操作を行い、有機EL素子を作製した。

【0083】

以上のように作製した有機EL素子を、真空中(10^{-3} Torr)でITO電極側をプラス、Mg-Ag背面電極をマイナスとして直流電圧を印加し、発光について測定を行い、このときの最高輝度、および発光色を評価した。それらの結果を表1に示す。また、乾燥窒素中で有機EL素子の発光寿命の測定を行った。 10

発光寿命の評価は、初期輝度が 50 cd/m^2 となるように電流値を設定し、定電流駆動により輝度が初期値から半減するまでの時間を素子寿命(hour)とした。この時の駆動電流密度を素子寿命と共に表1に示す。

【0084】

【表1】

	溶解度パラメーター				最高輝度 (cd/m ²)	発光色	駆動電流密度 (mA/cm ²)	素子寿命 (hour)
	固液接触工程		溶解・析出工程					
	第1の不溶性 有機溶媒	溶解性有機 溶媒	溶解性有機 溶媒	第2の不溶性 有機溶媒				
実施例 1	9.0	9.5	10.9		970	緑	6.6	58
実施例 2	9.0	9.5	14.5		930	緑	7.0	52
実施例 3	9.7	9.5	14.5		850	緑	7.2	42
実施例 4	9.7	9.5	14.5		860	緑	6.5	45
実施例 5	9.7	9.5	14.5		930	緑	6.8	50
実施例 6	9.0	9.5	14.5		915	緑	6.9	47
実施例 7	8.3	9.5	14.5		890	緑	6.5	47
実施例 8	9.0	9.5	10.9		860	緑	7.0	48
実施例 9	9.0	9.5	10.9		910	緑	7.1	49
実施例 10	9.1	8.9	14.5		945	緑	6.8	50
比較例 1	—	9.5	14.5		650	緑	9.8	13
比較例 2	—	9.5	14.5		630	緑	9.5	17
比較例 3	—	9.5	14.5		630	緑	8.7	18
比較例 4	14.5	9.5	14.5		660	緑	9.8	18
比較例 5	7.4	9.5	14.5		650	緑	9.8	18
比較例 6	12.9	9.5	10.9		690	緑	8.5	19
比較例 7	10.6	9.5	14.5		450	緑	10.8	10
比較例 8	9.1	8.9	9.7		700	緑	7.2	23
比較例 9	7.4	9.7	9.7		710	緑	7.9	22

10

20

30

40

【0085】

【発明の効果】

以上に説明したように、本発明によれば、十分な輝度を得られ、安定した電気特性を有し、耐久性に優れた有機EL素子等を作製するのに好適な電荷輸送性高分子材料の精製方法、電荷輸送性高分子材料、この精製処理された電荷輸送性高分子材料を用いた有機EL素子を提供することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷ F I テーマコード(参考)
H 0 5 B 33/22 D

- (72)発明者 関 三枝子
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 奥田 大輔
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 米山 博人
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 廣瀬 英一
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 阿形 岳
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 石井 徹
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 森山 弘朗
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 真下 清和
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内
- (72)発明者 佐藤 克洋
神奈川県南足柄市竹松 1 6 0 0 番地 富士ゼロックス株式会社内

F ターム(参考) 3K007 AB02 AB11 DB03 FA01
4J031 BD21 BD30 CA06 CC01 CC03 CE08
4J100 DA01 GC07 GC35 GC37 JA32 JA43

专利名称(译)	纯化电荷输送聚合物材料的方法，电荷输送聚合物材料和有机电致发光元件		
公开(公告)号	JP2005029676A	公开(公告)日	2005-02-03
申请号	JP2003195738	申请日	2003-07-11
[标]申请(专利权)人(译)	富士施乐株式会社		
申请(专利权)人(译)	富士施乐株式会社		
[标]发明人	尾崎忠義 関三枝子 奥田大輔 米山博人 廣瀬英一 阿形岳 石井徹 森山弘朗 真下清和 佐藤克洋		
发明人	尾崎 忠義 関 三枝子 奥田 大輔 米山 博人 廣瀬 英一 阿形 岳 石井 徹 森山 弘朗 真下 清和 佐藤 克洋		
IPC分类号	H01L51/50 C08F6/00 C08G85/00 C09K11/06 H05B33/14 H05B33/22		
FI分类号	C08G85/00 C08F6/00 C09K11/06.690 H05B33/14.B H05B33/22.B H05B33/22.D		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB11 3K007/DB03 3K007/FA01 4J031/BD21 4J031/BD30 4J031/CA06 4J031/CC01 4J031/CC03 4J031/CE08 4J100/DA01 4J100/GC07 4J100/GC35 4J100/GC37 4J100/JA32 4J100/JA43 3K107/AA01 3K107/CC02 3K107/CC22 3K107/DD71 3K107/DD79 3K107/FF03 3K107/FF18		
代理人(译)	中岛敦 福田浩		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供适用于制备具有足够亮度，稳定电性能和优异耐久性的有机EL元件等的电荷传输聚合物材料的精制方法。

ŽSOLUTION：电荷传输聚合物材料的精炼过程包括使材料至少经过固/液接触步骤，其中未精制和固体的材料与第一种非溶解性有机溶剂和溶解/沉淀接触将未精制的材料溶解在溶解的有机溶剂中以获得溶液，并将该溶液与第二种非溶解性溶剂混合以获得沉淀物。在该精制过程中，第一种非溶解性有机溶剂和溶解性有机溶剂的溶解度参数在8-10范围内，第二种非溶解性有机溶剂的溶解度参数大于10。

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード (4)
C08G 85/00	C08G 85/00	3K007
C08F 6/00	C08F 6/00	4J031
C09K 11/06	C09K 11/06 690	4J100
H05B 33/14	H05B 33/14 B	
H05B 33/22	H05B 33/22 B	
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 17 頁) 最		

(21) 出願番号	特願2003-195738 (P2003-195738)	(71) 出願人	000005496
(22) 出願日	平成15年7月11日 (2003. 7. 11)		富士ゼロックス株式会社
			東京都港区赤坂二丁目17番22
		(74) 代理人	100079049
			弁理士 中島 淳
		(74) 代理人	100084995
			弁理士 加藤 和詳
		(74) 代理人	100085279
			弁理士 西元 勝一
		(74) 代理人	100099025
			弁理士 福田 浩志
		(72) 発明者	尾崎 忠義
			神奈川県南足柄市竹松1600番