

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4088471号  
(P4088471)

(45) 発行日 平成20年5月21日(2008.5.21)

(24) 登録日 平成20年2月29日(2008.2.29)

(51) Int. Cl.	F 1
<b>H05B 33/26 (2006.01)</b>	H05B 33/26 A
<b>H01L 51/50 (2006.01)</b>	H05B 33/14 A
<b>H05B 33/02 (2006.01)</b>	H05B 33/02
<b>H05B 33/10 (2006.01)</b>	H05B 33/10

請求項の数 3 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2002-97982 (P2002-97982)	(73) 特許権者	000005821 松下電器産業株式会社
(22) 出願日	平成14年3月29日 (2002.3.29)		大阪府門真市大字門真1006番地
(65) 公開番号	特開2003-297578 (P2003-297578A)	(74) 代理人	100101823 弁理士 大前 要
(43) 公開日	平成15年10月17日 (2003.10.17)	(72) 発明者	武部 尚子 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
審査請求日	平成17年3月15日 (2005.3.15)	(72) 発明者	脇田 尚英 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内
		(72) 発明者	佐藤 徹哉 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機発光素子およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

樹脂製の基板、前記基板上に配された有機導電材料を含む一方の電極、前記電極上に配された有機発光材料を含む発光層、および前記発光層上に積層して配された他方の電極を備え、前記一方の電極中の前記有機導電材料の主鎖と前記発光層中の前記有機発光材料の主鎖が、前記基板の表面と略平行な同一の方向に配向し、

前記一方の電極および前記発光層が、同一方向に延伸されて形成されたものである有機発光素子。

【請求項2】

樹脂製の基板の上に有機導電材料を含む導電膜を形成する工程、前記導電膜の上に有機発光材料を含む発光材料膜を形成する工程、および前記発光材料膜が形成された前記基板をその主面と略平行な一方向に延伸して、前記発光材料膜中の前記有機発光材料をその主鎖が延伸方向に略平行になるよう配向させる工程を有する有機発光素子の製造方法。

【請求項3】

樹脂製の基板の上に有機導電材料を含む導電膜を形成する工程、前記導電膜が形成された前記基板を一方向に延伸して、前記導電膜中の前記有機導電材料をその主鎖が延伸方向に平行になるよう配向させる工程、および前記導電膜の上に有機発光材料を含む膜を形成する工程を有する有機発光素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

**【発明の属する技術分野】**

本発明は、平面型表示装置や、各種光源として、通信、照明その他の用途に供される有機エレクトロルミネッセンス（EL）素子に関するものであって、より詳しくは、その光の取り出し効率を向上させるための改良に関する。

**【0002】****【従来の技術】**

従来より、平面型表示装置として、液晶表示装置が広く用いられている。液用装置は、応答速度が遅い、視野角が狭い等の欠点を有することから、その解消のために多くの新方式が提案されている。しかしながら、その対策のためのコストが装置の低価格化に対する障害になっていて、さらにこれらの対策によっても、未だ十分な特性を有する液晶表示装置は得られていない。

10

**【0003】**

近年、広範囲な応用が期待できる新たな表示装置用の素子として、自発光であることから本質的に視認性に優れ、応答速度も速いEL素子が注目を集めている。

特に有機材料を発光層の全部またはその一部の層に用いた有機EL素子は、上記の利点に加えて、その発光層を室温で蒸着、塗布などの簡単な方法で形成することができるため、製造コスト上の魅力もあり、盛んに開発が行なわれている。また、有機EL素子は、薄くさらに面発光が可能なることから、従来、蛍光管と導光板とを組み合わせ用いていた液晶表示装置のバックライトの代替としても期待されている。

20

**【0004】**

有機EL素子は、陽極から注入された正孔と陰極から注入された電子を発光層において結合させて発光を得るものであり、電極材料や発光材料についてはもちろん、発光層と陽極または陰極との間に発光以外の機能を有する層が配された素子も、古くから多くの研究がなされていて、数多く提案されている。たとえば、陽極と発光層の間に正孔輸送層が、陰極と発光層の間に電子輸送層が配される。また、陽極と正極輸送層の間に正孔注入層が設けられたものや、陰極との界面に電子注入層が設けられたものも提案されている。発光層として、上記のような機能を有するとともに、それ自体が発光するいわゆる正孔輸送性発光層や電子輸送性発光層が設けられたものもある。各層に役割を機能分離させて担わせることにより、各層に適切な材料選択が可能となつて、素子の特性も向上している。

30

**【0005】**

たとえば、Tangらは、透明基板上に透明陽極、正孔輸送層、発光層および反射陰極を有する素子であつて、透明陽極としてITO（インジウム錫酸化物）、正孔輸送層として厚さが75nmのジアミン誘導体層、発光層として厚さが60nmのアルミキノリン錯体層、反射陰極として電子注入性と安定性を併せ持つMg合金を用いた素子を提案している。（C. W. Tang and S. A. Vanslyke: Appl. Phys. Lett. 51 (1987) 913.）。この提案では、特に陰極の改良もさることながら、ジアミン誘導体からなる正孔輸送層を用いたことが注目される。ジアミン誘導体は、透明性および成膜性に優れることから、これを採用することで、十分な透明性を有し、されに75nmの膜圧においてもピンホール等の無い均一な正孔輸送層を得ることを可能にしている。したがって、発光層も含めた素子の相膜厚を150nm程度にまで十分に薄くして、比較的低電圧でも高輝度の発光が得られるようになっている。具体的には、10Vの低い電圧で1000cd/m<sup>2</sup>以上の高い輝度と、1.5lm/W以上の高い効率を実現している。

40

**【0006】**

このTangらの提案がきっかけとなつて、陰極のさらなる改良や、電子注入層の挿入、正孔注入層の挿入などの素子構成上の工夫などが、現在に至るまでさらに活発に検討されている。

以下、現在一般に検討されている有機EL素子について概説する。

透明基板上に透明陽極、正孔輸送層、発光層および陰極が、この順に積層して配される。また、透明陽極と正孔輸送層の間に正孔注入層が、発光層と陰極の間に電子輸送層が、さらには陰極との界面に電子注入層が設けられることもある。透明基板としては、一般にコ

50

ーニング1737等のガラス基板が広く用いられている。ここで、厚さが0.7mm程度のものが強度と重量の観点から扱いやすい。

透明陽極としては、たとえば、スパッタ、エレクトロンビーム蒸着、イオンプレーティング等により形成されたITO膜が用いられている。膜厚は必要とされるシート抵抗値と可視光透過率を考慮して決定される。有機EL素子は駆動電流密度が比較的高いため、一般に、シート抵抗を小さくする目的で100nm以上の厚さのものが用いられることが多い。

#### 【0007】

正孔輸送層には、N,N'-ビス(3-メチルフェニル)-N,N'-ジフェニルベンジジン(以下TPDと称する)、N,N'-ビス(-ナフチル)-N,N'-ジフェニルベンジジン(以下NPDと称する)等、Tangらの用いたジアミン誘導体、特に特開昭59-194393号公報で提案されたQ1-G-Q2構造のジアミン誘導体の真空蒸着膜が幅広く用いられている。これらの材料は、一般に透明性に優れ、80nm程度の厚さでもほぼ透明であり、成膜性にも優れる。したがって、これらの材料を用いることで、素子の厚さを100nm程度にまで薄くしても、ピンホールなどの欠陥が発生し難く、短絡などの信頼性に関わる問題が発生し難くなる。

#### 【0008】

発光層には、一般に、Tangらの報告と同様に真空蒸着により形成された厚さが数十nmのトリス(8-キノリノラト)アルミニウム(以下Alqと称する)等の電子輸送性発光材料からなる膜が用いられる。種々の発光色を実現するなどの目的で、発光層には比較的薄い膜が用いられる。さらにこれに積層して厚さが20nm程度の電子輸送層を配した、いわゆるダブルヘテロ構造が採用されることもある。

陰極には、Tangらの提案したMgAg合金やAlLi合金などの仕事関数が小さく電子注入障壁の低い金属と比較的仕事関数が大きく安定な金属との合金や、LiFなど種々の電子注入層と積層したアルミニウムなどが用いられることが多い。

#### 【0009】

以上のように、低分子有機材料を用いた真空蒸着法によりこれらの層を積層して形成した有機EL素子が活発に検討されているが、一方で、種々の有機材料を溶媒中に溶解または分散させた塗料の塗布膜を積層して形成した有機EL素子もまた、近年活発に検討されている。

たとえば、米国特許第5247190号(R.H.Friendら)には、共役発光ポリマーを塗布して形成した膜を用いた有機EL素子が開示されている。同文献には、ガラス基板上に陰極として、表面に僅かな酸化層を有する厚さが約20nmのアルミニウム蒸着膜を形成し、さらにこの上に、10~25ミリリットルのメタノールに1gの割合でポリパラフェニレンビニレン(以下PPVと称す)の前駆体を溶解させた塗料をスピコート法によって塗布したのち、真空中で300℃で、12時間の熱処理を行って、厚さが100~300nmのPPV膜を得たとある。半透明の陽極として、厚さが約20~30nmの金またはアルミニウムからなる膜が蒸着によって形成され、その上に発光層として厚さが200nmのPPV膜が形成された素子の場合、40Vの電圧印加で強いEL発光が得られたとある。また、ガラス基板上にITOからなる透明陽極がイオンビームスパッタ法により形成され、発光層として上記と同様に厚さ70nmのPPV層が形成され、さらに陰極として厚さ約50nmのアルミニウム蒸着膜が形成された素子では、14Vから電流が流れ始め発光が観察されたとある。

#### 【0010】

ポリマーの塗布としては、スピコート法以外にも、インクジェット法や印刷法も提案されている。例えば、特開平10-12377号公報には、ガラス上にFTTアレイとITO透明画素電極まで形成した基板上に、ポリマー前駆体としてポリテトラヒドロチオフェニルフェニレンを塗布、これを加熱して厚さ0.05μmの正孔注入層を形成した後、インクジェット法によってRGB画素に対応した発光層を形成し、その上に厚さが0.1~0.2μmのMgAg電極を形成した直視型の有機EL表示体が提案されている。ここで

10

20

30

40

50

、赤色発光材料にはシアノポリフェニレンビニレン、緑色発光材料にはポリフェニレンビニレン、青色発光材料にはポリフェニレンビニレンおよびポリアルキルフェニレンからなり、液体状でケンブリッジディスプレイテクノロジー社から入手したものを使用したとある。また、特開平3 - 269995号公報には、トリフェニルジアミン誘導体等の低分子有機材料のトルエン溶液を用いた印刷法によりパターン成膜を行って作製した素子が提案されている。

#### 【0011】

有機EL素子の開発における主たる課題として、光取出し効率の向上、低電圧駆動、消費電力の低減および長寿命化が挙げられる。このうち光取出し効率の向上は、素子の長寿命化、駆動電圧の低減等、他の課題をも同時に解決させることに寄与するため、素子の構造的な改良を含め広く検討が行われている。

10

#### 【0012】

液晶表示装置のバックライト用途においても、偏光を発する電界発光素子が検討されている。

上記のような従来の有機EL素子では、発光層内の発光材料分子の配向は無秩序であって、基板の主面に対して平行なもの、垂直なもの、その中間の角度を有するものなどが無秩序に混在する。したがって、発光層より発せられる光は、振動面に偏りのないいわゆる自然光となる。液晶表示装置のバックライトからの光は、偏光板を透過したのちに、画像等の表示に寄与する。したがって、バックライトより発せられる光は、自然光であることからその多くは、偏光板によって排除される。そこで、発光材料分子を特定方向に配向させることによって、発光層より発せられる光を偏光とする技術が、偏光板を透過する際のロスを最小限とし、さらには液晶パネルとバックライトの間に偏光板を介在させる必要を無くすことができるとして注目されている。

20

#### 【0013】

たとえば、特開平8 - 306954号公報には、基板上に形成された有機発光層の表面をラビング処理し、さらに熱処理することにより、層中の有機発光材料（共役型高分子）の主鎖をラビング方向に配向させた有機発光ダイオードが提案されている。

しかしながら、この方法によると、従来の素子の製造方法に、ラビング処理とともに熱処理工程を付加する必要がある。さらに、熱処理において有機発光材料の軟化点以上にまで加熱する必要があり、樹脂製の基板を用いることは困難である。

30

#### 【0014】

特開平9 - 115669号公報には、その上に発光層を形成しようとする下地層の表面に配向処理を施すことで、発光層内の分子を特定方向に配向させる方法が提案されていて、配向処理として、具体的にはパフ研磨および傾斜蒸着が挙げられている。

同提案によると、その実施例のように電極となるITO層上に発光材料を含む層（発光層）を直接形成する場合には有用であるが、発光機能層が多層であって、発光層すなわち実際に発光する層に接してホール輸送層、電子注入層等が形成される場合には、これらの層へのパフ研磨はかえって歩留まりの低下をもたらす。

#### 【0015】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記問題点を解決するためのものであり、高い光取出し効率を有し、さらに樹脂製の基板を用いることができる有機電界発光素子を提供することを目的とする。また、そのような優れた有機発光素子を、容易な方法で生産性良く製造することを目的とする。

40

#### 【0016】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、発光層中の有機発光材料分子の発光遷移モーメントの方向が基板の主面に対してなす角度が、素子の光取り出し効率に大きな影響を及ぼすことに着目してなされたものである。一般に、有機発光素子はアモルファスな膜で構成されるため、各発光材料分子の発光遷移モーメントはランダムな方向を示している。したがって、全反射角以上すなわち発光面の法線に対して臨界角以上に出射した光は素子外部に取り出すことができない。

50

そこで、本発明では、容易な方法で有機発光材料分子の発光遷移モーメントの方向を基板の主面と平行な特定の方向に配向させて、光取り出し効率を向上させる。

本発明では、たとえば、樹脂製の基板の上に塗布等、公知の方法によって形成された有機発光材料膜を基板とともに特定の方向に延伸して、膜内の分子を延伸方向に配向させる。このいわゆる一軸延伸によって、有機発光材料膜中の分子は、概ねその主鎖が延伸方向と平行に配向し、所望の振動面を有する偏光を発する発光層が得られる。

また、有機発光材料膜の形成に先立って、それを形成しようとする表面に、有機発光材料の配向を規制する膜、いわゆる配向膜を形成する。

#### 【 0 0 1 7 】

##### 【 発明の実施の形態 】

本発明の一形態では、フィルム状のものを含む樹脂製基板の上に、有機導電材料を含む導電膜を形成し、さらに導電膜の上に、有機発光材料膜を形成したのち、有機発光材料膜を基板とともに延伸して、有機発光材料膜中の有機発光材料分子をその主鎖が延伸方向と略平行になるよう配向させる。なお、延伸率を大きくすると、有機発光材料分子をより均一に配向させることができる。その主鎖が均一な発光層を安定して得るためには、1.5倍程度に延伸することが好ましい。

両極間に配される層（以下、機能層とする）のうち、少なくともそれ自体が発光する層すなわち発光層に加工される膜までが形成された後に、上記の延伸処理が施される。したがって、延伸処理される膜には、発光層に加工される有機発光材料膜のみならず、それと積層して配される種々の膜も含まれる。

#### 【 0 0 1 8 】

延伸の前に、基板の表面に一方の電極としてまたはそれに加工するための導電膜が形成される。発光層を挟持して配される一対の電極は、直流あるいは交流の電圧を発光層に印加するものであって、通常直流で駆動される有機発光素子の場合は、陰極と陽極を指す。一対の電極のいずれか一方または両方には、発光層より発せられた光を取り出すために、透明導電材が用いられる。一方の電極側のみから光を取り出す場合、光を有効利用するため、他方の側の電極には一般にMgAg合金やAlLi合金など、光反射性を有する金属性のものが用いられ、透明電極とともに金属膜など反射用の部材が配される。

基板と有機発光材料膜の間に配される導電膜は、基板および有機発光材料膜を延伸する際にも延伸されることから、主としてポリチオフェン、ポリピロール等、透明性および可とう性を有する有機導電材料からなるものが用いられる。すなわち、本発明の有機発光素子は、基板を透過した光を外部に出射させる。ともに透明な有機導電材料からなる陽極および陰極を用い、反射部材をさらに配する場合には、両極またはそれに加工するための膜を形成した後に、基板とともに延伸処理してもよい。

多層構造の発光機能層がはいされる場合には、たとえば各層の形成において一軸配向処理する。また、全ての層を形成した後に一軸配向処理しても、いずれの層内の分子も同一方向に配向させることができる。

#### 【 0 0 1 9 】

本発明の他の形態では、有機発光材料膜の形成に先立って、それを形成しようとする表面に、有機発光材料分子の配向を規制する膜、いわゆる配向膜を形成する。配向膜には、たとえばポリイミドや、直鎖状炭素鎖を含むシラン系化合物が用いられる。

配向膜は、たとえば、基板の上に塗布されたプレポリマーに偏光紫外線を照射して硬化させることにより形成する。

また、形成しようとする膜の下地層が既に形成された基板を、単分子吸着物質を含む液に付着させ、さらに付着した余剰の液を除去するためにそれを洗浄槽中に入れて洗浄した後、その主面を特定方向（鉛直方向を含む）に傾斜させて液切りしながら引き上げる。これにより、洗浄槽から取り出す際に基板を引き上げる方向に、有機発光材料分子を配向させることができる配向膜が形成される。なお、必要に応じて、基板に付着して形成された単分子膜を、偏光紫外線の照射等によって固定する。

発光層とそれよりも下層に位置する導電膜との間に正孔輸送層など他の機能層が配される

10

20

30

40

50

場合には、構成分子の配向が規制された層の上層に配される機能層の構成分子の配向も、規制された機能層の構成分子に追随するため、その導電層上に配向膜を配するのみであっても、発光層またはそれに加工される発光材料膜の構成分子を所望の方向に配向させることができる。

#### 【0020】

もちろん、上記の一軸延伸による配向と配向膜による配向規制を組み合わせる用いてもよい。

本発明は、それ自体が光を発する単層の発光層を有する有機EL素子に適用されるとともに、電子輸送層、正孔輸送層等の機能層を含む多層構造の発光機能層を有する有機EL素子にも適用される。

表示装置においては、一般に表示装置の表面、すなわちその光の出射面に反射陰極による外光反射の防止やコントラスト向上のため、偏光板が配される。発光層より発せられる光の振動面をこの偏光板の透過軸と平行にすると、偏光板を透過する際のロスを最小限にすることができ、より取り出し効率を高くすることができる。

#### 【0021】

##### 【実施例】

以下、本発明の好ましい実施例を詳細に説明する。

#### 【0022】

##### 《実施例1》

基板としての市販の透明なポリエステルフィルム（基板サイズ：10cm×10cm、厚さ30μm）上に、ポリチオフェン誘導体（パイエル株式会社製）を塗布したのち、これを空气中で150℃で30分間、加熱処理して、透明陽極として厚さが100nmでポリ（3,4-エチレンジオキシチオフェン）（PEDOT）からなる有機導電膜を形成した。

#### 【0023】

形成された透明陽極上に、以下のようにして、正孔輸送層、発光層および電子輸送層からなる発光機能層を形成した。

まず、正孔輸送層および発光層に加工される膜をそれぞれ高真空蒸着装置（日本真空技術株式会社製、EBV-6DA型を改造したもの）を用いた蒸着によって積層して形成した。この装置の主たる排気装置は、排気速度が1500リットル/分のターボ分子ポンプ（大阪真空株式会社製、TC1500）であり、到達真空度は約 $1 \times 10^{-6}$  Torr（ $1.33 \times 10^{-4}$  Pa）以下である。全ての有機化合物の蒸着は、タングステン製の抵抗加熱式蒸着ポートに直流電源（菊水電子株式会社製、PAK10-70A）を接続して、真空度が $2 \sim 3 \times 10^{-6}$  Torrの範囲で行った。

#### 【0024】

高真空蒸着装置の真空槽内に配置した基板上に、正孔輸送層としてN,N'-ビス（4'-ジフェニルアミノ-4-ピフェニル）-N,N'-ジフェニルベンジジン（TPP、保土ヶ谷化学株式会社製）を蒸着速度0.3nm/秒で蒸着するとともに、4-N,N-ジフェニルアミノ-フェニルスチルベン（PS）を蒸着速度0.01nm/秒で蒸着（共蒸着）して、厚さ約80nmのブレンド型正孔輸送層としての膜を形成した。

次に、この膜の上に、4,4'-ビス[2,2-ビス（4-メチルフェニル）ビニル]ビフェニル（DTVBi）を蒸着速度0.3nm/秒で蒸着するとともに、4,4'-ビス{2-[9-エチルカルバゾル-3-イル]ビニル}ビフェニル（BCzVBi）を蒸着速度0.01nm/秒で共蒸着して、いわゆるドーピング型発光層としての厚さが約100nmの発光材料膜を形成した。

#### 【0025】

次に、基板を真空槽から雰囲気乾燥室素に置換されたグローブボックス内に移動させたのち、室温で基板全体をその一辺と平行の方向に10cm一軸延伸した。延伸して加工された透明陽極、正孔輸送層および発光層の厚さは、それぞれ約50nm、約40nmおよび約50nmであった。

10

20

30

40

50

## 【0026】

以上のようにして延伸処理が施された基板を、再度真空槽内に戻し、電子輸送層として、トリス(8-キノリノラト)アルミニウム(Alq3、同仁化学株式会社製)からなる厚さ約20nmの膜を0.3nm/秒の蒸着速度で形成した。

## 【0027】

形成された発光機能層の上に、以下のようにして、反射陰極を形成した。

アルミニウム・リチウム合金(高純度化学株式会社製、Al/Liの重量比が99/1)をソースに用いた低温蒸着によって、発光機能層の上に約0.1nm/秒の蒸着速度で厚さ約1nmのリチウム膜を形成し、さらに、そのソースを昇温してリチウムがほとんど除去されたソースを用いて、リチウム膜上に約1.5nm/秒の蒸着速度で厚さが約100nmのアルミニウム膜を形成して、積層型の反射陰極を得た。

10

以上のようにして得られた有機発光素子を実施例1の素子とする。

## 【0028】

## 《実施例2》

実施例1で用いたものと同様の透明ポリエステルフィルム上に、透明陽極として、厚さが100nmの有機導電膜を形成した後、乾燥窒素に置換したグローブボックス内で、その上にポリ[2-メトキシ-5-(2'-エチル)ヘキシロキシ-p-フェニレンビニレン](MEH-PPV)を10mg/mlの濃度でキシレンに溶解した塗料をスピコート法によって塗布し、さらに乾燥窒素グローブボックス内で100、30分間加熱処理して、厚さが約200nmの発光材料膜を形成した。

20

グローブボックス内で、室温で基板全体をその一辺と平行の方向に10cm一軸延伸した。延伸して加工された透明陽極および発光層の厚さは、それぞれ約50nmおよび約100nmであった。

## 【0029】

延伸処理が施された基板を真空槽内に配置し、実施例1と同様に、その表面に反射陰極として厚さ約20nmのカルシウム膜と厚さ約100nmのアルミニウム膜を積層して形成した。

以上のようにして得られた有機発光素子を実施例2の素子とする。

## 【0030】

## 《実施例3》

実施例1と同様に表面に透明陽極として厚さが100nmの導電性高分子膜を形成した透明ポリエステルフィルムを、室温でその一辺と平行の方向に10cm一軸延伸した。延伸して加工された透明陽極の厚さは、約50nmであった。

30

透明陽極上に、発光機能層として、実施例1と同様に厚さが約80nmの正孔輸送層および厚さが約200nmの発光層を蒸着により形成した。

ついで、発光機能層が形成された基板の表面に、反射陰極として厚さが約20nmのカルシウム膜と厚さが約100nmのアルミニウム膜を積層して形成した。

以上のようにして得られた有機発光素子を実施例3の素子とする。

## 【0031】

## 《実施例4》

実施例1と同様にして基板上に透明陽極を形成した後、その表面に以下のようにして、単分子膜からなる配向膜を形成した。

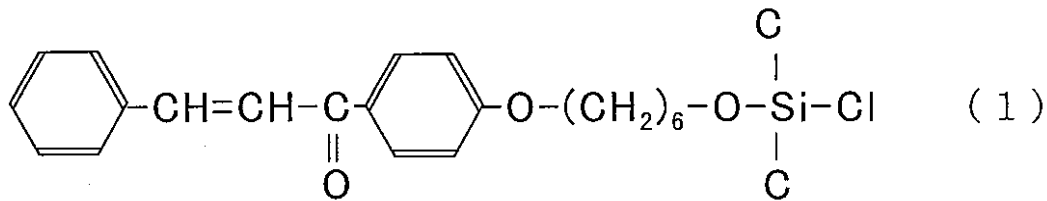
40

まず、相対湿度30%以下の乾燥雰囲気中で、基板を化学吸着液に約一時間浸漬した。なお、化学吸着液は、基板に直接塗布しても良い。ここで用いた化学吸着液は、感光性基と直鎖状炭素鎖とケイ素とを含む下記の一般式(1)で表されるシラン系界面活性剤(化学吸着物質)を、その濃度が約1重量%になるよう、よく脱水された非水系有機溶媒(ヘキサデカン)に溶解して調製したものである。直鎖状炭素鎖は、たとえば炭化水素基等である。

## 【0032】

## 【化1】

50



## 【0033】

その後、化学吸着液から基板を取り出し、基板に付着した余剰の試薬を除去するために、よく脱水された非水系有機溶媒（*n*-ヘキサン）の洗浄槽で約10分の洗浄を3回行った後、基板を引き上げて液切りした。さらに、水分を含む空气中にこの基板を暴露し、基板に化学吸着した界面活性剤分子を空气中的水と反応させて厚さが約1.8nmの単分子膜を形成した。

10

次に、偏光板（HNPB、ポラロイド社製）の露光用フォトマスクを単分子膜の上に重ね合わせ、これに超高圧水銀灯を用いて365nmの紫外光（UV光）を100mJ/cm<sup>2</sup>になるように照射する配向固定処理を行った。

なお、FT-IR分析により、単分子膜は偏光したUV光の照射により、偏光方向に配向されると共に、光重合が進行し、分子同士が感光性基で重合されたことを確認した。

## 【0034】

次に、配向膜の上に、実施例1と同様の蒸着によって正孔輸送層、発光層および電子輸送層からなる発光機能層を積層して形成した。さらに、一軸延伸を行うことなしに、その上に反射陰極を形成した。

20

以上のようにして得られた有機発光素子を実施例4の素子とする。

## 【0035】

## 《実施例5》

実施例4と同様にして、基板上に透明陽極を形成し、さらに基板への化学吸着液の供給および3回の洗浄ののち、*n*-ヘキサン中に浸漬した基板を、その主面の法線方向を水平にして、鉛直方向に2cm/秒の速度で引き上げて液切りした。

波より取り出した基板を、実施例4と同様にして水分を含む空气中に暴露し、基板に化学吸着した界面活性剤分子を水と反応させて、配向膜としての厚さ約1.8nmの単分子膜を形成した。ここで、形成された配向膜は、それに接して形成される膜の分子を、上記の液切りの際の引き上げ方向に配向させることができる。すなわち、実施例4のように偏光紫外線を照射する必要はない。

30

## 【0036】

次に、配向膜の上に、実施例1と同様の蒸着によって、正孔輸送層、発光層および電子輸送層からなる発光機能層を積層して形成した。さらに、一軸延伸を行うことなしに、その上に反射陰極を形成した。

以上のようにして得られた有機発光素子を実施例5の素子とする。

## 【0037】

## 《実施例6》

実施例4と同様にして、基板上に透明陽極を形成し、さらに基板への化学吸着液の付着および3回の洗浄ののち、*n*-ヘキサン中の基板を、その主面の法線方向を水平にして、鉛直方向に2cm/秒の速度で引き上げて液切りした。

その後、基板表面に化学吸着した界面活性剤分子に、その液切り方向（引き上げ方向）に偏向した紫外線を照射することによって、配向膜としての単分子膜を形成した。

次に、配向膜の上に、実施例1と同様の蒸着によって、正孔輸送層、発光層および電子輸送層からなる発光機能層を積層して形成した。さらに、一軸延伸を行うことなしに、その上に反射陰極を形成した。

40

以上のようにして得られた有機発光素子を実施例6の素子とする。

## 【0038】

50



## 《実施例 7》

実施例 4 と同様にして、基板上に透明陽極を形成し、さらに単分子吸着および偏光紫外線照射によって偏光膜を形成したのち、基板を乾燥置換したグローブボックス内へ移動させ、一方向に基板全体を 10 cm 軸延伸した。

その後、実施例 1 と同様の蒸着によって、配向膜上に正孔輸送層、発光層、電子輸送層および反射陰極としての膜を積層して形成した。

以上のようにして得られた有機発光素子を実施例 7 の素子とする。

【0039】

## 《実施例 8》

実施例 1 と同様にして、基板上に透明陽極を形成した後、基板全体を一方向に 10 cm 軸延伸した。さらに、実施例 4 と同様にして、延伸処理が施された基板上に、単分子吸着および偏光紫外線照射によって配向膜を形成した。

形成された配向膜の上に、実施例 1 と同様の蒸着によって、正孔輸送層、発光層、電子輸送層および反射陰極としての膜をそれぞれ形成した。

以上のようにして得られた有機発光素子を実施例 8 の素子とする。

【0040】

## 《比較例 1》

実施例 1 と同様にして、透明陽極、正孔輸送層および発光層として、厚さが約 50 nm の PEDOT 膜、厚さが約 40 nm の TPT / PS 共蒸着膜および厚さが約 50 nm の DTVBi 膜を積層して形成して、発光素子を得た。この延伸処理を施していない発光素子を比較例 1 の素子とする。

【0041】

## 《比較例 2》

実施例 2 と同様にして、基板上に厚さが約 50 nm の透明陽極、約 100 nm の発光材料膜および厚さが約 120 nm の反射陰極を形成して、発光素子を得た。この延伸処理を施していない発光素子を比較例 2 の素子とする。

【0042】

以上のようにして得られた実施例および比較例の有機 EL 素子を、再度、乾燥室置換したグローブボックス内に移動させたのち、その性能を以下のようにして評価した。

初期性能として、発光効率 [cd/A]、1000 cd/m<sup>2</sup> 発光時の駆動電圧 [V]、および偏光比として、直線偏光板を配向方向に配置した場合の輝度とその直角方向に配置した場合の輝度の比を求めた。

また、寿命として、素子とその初期輝度が 1000 cd/m<sup>2</sup> となる電流値の直流定電流で連続して発光させ、輝度が 500 cd/m<sup>2</sup> まで半減するまでの時間を求めた。DC 駆動電源に直流定電流電源（アドバンテスト株式会社製、商品名マルチチャンネルカレントボルテージコントローラー TR6163）を用い、電圧電流特性を測定するとともに、輝度計（東京光学機械株式会社製、商品名トプコンルミネセンスメーター BM-8）によって輝度を測定した。また、輝度ムラ、黒点（非発光部）等の発光画像品質は、50 倍の光学顕微鏡により観察した。

これらの評価結果を表 1 に示す。

【0043】

【表 1】

10

20

30

40

	発光効率 (cd/A)	駆動電圧 (V)	偏光比	輝度半減 寿命 (Hr)
実施例 1	6.8	7.1	37	2600
実施例 2	8.6	4.4	34	1800
実施例 3	9.8	4.1	31	1400
実施例 4	6.3	6.9	35	2400
実施例 5	4.6	9.0	20	1500
実施例 6	7.5	6.8	38	2800
実施例 7	6.7	7.3	40	3000
実施例 8	6.8	7.0	40	2800
比較例 1	3.5	7.4	1	500
比較例 2	4.5	7.5	1	700

10

20

## 【0044】

表より明らかなように、いずれの実施例の素子も、偏光を発生し、比較例と比べて発光効率は向上し駆動電圧は低くなる。さらに寿命は飛躍的に向上する。

また、輝度ムラや黒点等の不具合も無く、長寿命で安定した特性を発揮する。

## 【0045】

## 【発明の効果】

本発明によると、高い光取出し効率を有し、さらに樹脂製の基板を用いることができる有機電界発光素子を提供することができる。

---

フロントページの続き

(72)発明者 松尾 三紀子  
大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内

審査官 笹野 秀生

(56)参考文献 特開2001-143873(JP,A)  
特表平10-508979(JP,A)  
特表平10-510671(JP,A)  
特開平10-321371(JP,A)  
国際公開第01/081294(WO,A1)  
特開2001-244080(JP,A)  
特開2002-090752(JP,A)  
特開2001-356348(JP,A)  
特表平09-500929(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 51/50 - 51/56  
H05B 33/00 - 33/28  
G02F 1/1335 - 1/13363