

高分子有機 E L 素子の研究開発

磯 智昭* 斎藤 和哉*

1. 緒 言

有機 E L (Electro Luminescence) 素子は、鮮明な発光色、低電圧直流電源で駆動、薄型などの長所をもつことから、表示デバイスとして注目されている。

本研究では、「青色を表示する高分子有機 E L 素子」の開発を目標に、発光材料の合成と試作研究の両面から検討している。昨年度試作した素子は微弱な発光にとどまったので、今年度は発光強度の向上方法を中心に検討した。

2. 実験、結果および考察

2.1 高分子の合成と精製

図 1 に示す反応により、2 種類の高分子を合成した。

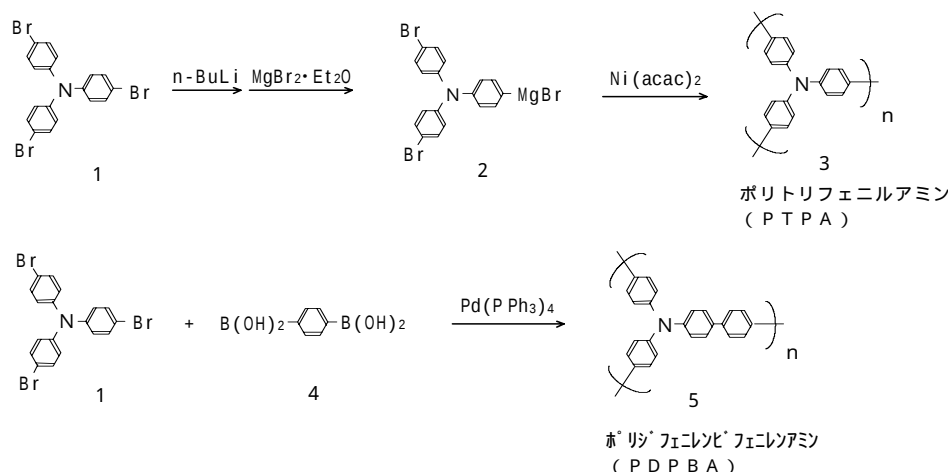


図 1 合成反応式

トリス(4-ブロモフェニル)アミン 1 を出発物質としてモノグリニャール試薬 2 を合成し、2 の重縮合により多分岐高分子ポリトリフェニルアミン (PTPA) 3 を合成した¹⁾。おもな反応条件を表 1 に示す。

表 1 ポリトリフェニルアミンの合成反応条件

試薬 1 (g)	Ni(acac) ₂ (g)	収量 (g)	収率 (%)
19.28	1.28	7.06	72.9
24.10	1.61	9.96	82.3
28.92	1.93	14.03	96.6

1 と 1,4-ベンゼンビスボロニックアシッド 4 の重縮合により、多分岐高分子ポリジフェニルフェニルアミン (PDPA) 5 を合成した。おもな反応条件を表 2 に示す。

表 2 ポリジフェニルフェニルアミンの合成反応条件

試薬 1 (g)	試薬 4 (g)	Pd(PPh ₃) ₄ (g)	収量 (g)	収率 (%)
24.10	8.30	0.58	20.8	60.8

2 つの物質の合成反応収率は 60 ~ 90% と高いが、生成物の分子量分布を調べたところ低分子量成分が多かったため、テトラヒドロフラン/アセトン混合溶媒で洗浄した。これにより低分子量成分はかなり排除され、PTPA の場合、重量平均分子量は約 4000 に達した。PTPA 溶液の蛍光スペクトルは図 2 のようになり、蛍光強度は精製前の 2 倍以上になった。なお蛍光の色は、ピーク波長約 420 nm の鮮やかな青色であった。PDPA についても精製し、蛍光強度の増大および青色蛍光を確認した。

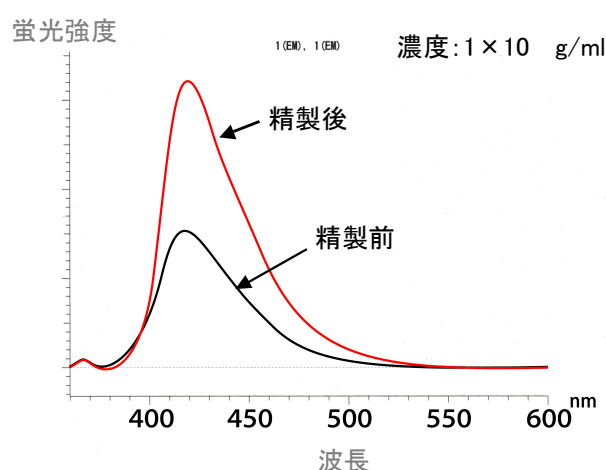


図 2 PTPA の蛍光スペクトル

2.2 E L 素子の試作と性能

有機 E L 素子は図 3 のような構造で、発光層に注入された電子と正孔 (ホール) の再結合に伴うエネルギーにより発光部位が励起され発光する。

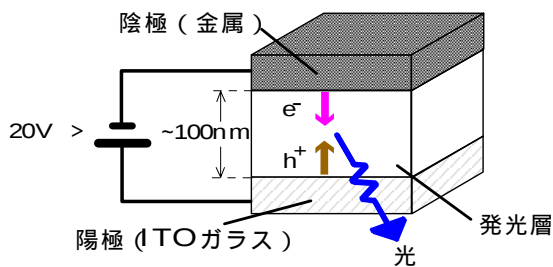


図3 有機EL素子の構造

透明電極に用いるITOガラスの表面を、原子間力顕微鏡（AFM）で観察し粗さを測定したところ、凹凸の差が最大で約100nmあることがわかった。これは発光層の標準的の厚さである100nmと同程度で、この状態で使用するとITO面と金属電極が接触するおそれがある。よって凹凸を埋める層（バッファ層）として導電性高分子であるポリエチレンジオキシチオフェン層を設けた。その結果凹凸の差は20nm程度になり、バッファ層の積層が効果的なことが確認された。測定結果の一例を図4に示す。

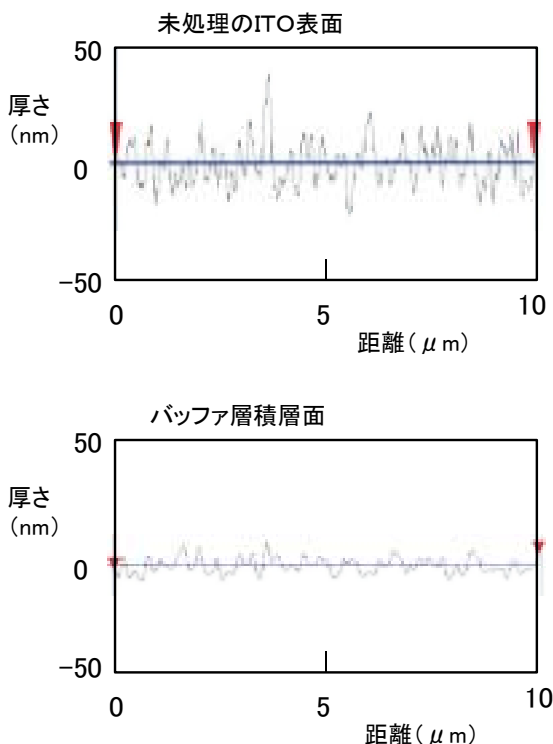


図4 ITO表面とバッファ層積層面の表面粗さ

まず、昨年度試作した素子と同じ構造の、金属電極（Al, Ca）/ PTPA / バッファ層 / ITOガラスといった単純な構造の素子を試作し、最高で21cd/m²の青色発光を観測した。

昨年度試作した素子の輝度0.2cd/m²よりは高く、高分子の精製が効果的であったことがわかったが、目標値の100cd/m²よりかなり低い。原因としては、電子と正孔の再結合が起こりにくく励起エネルギーが小さいことが考

えられる。よって、正孔が金属電極に流れるのを抑制する正孔ブロック層を積層したものを試作した。

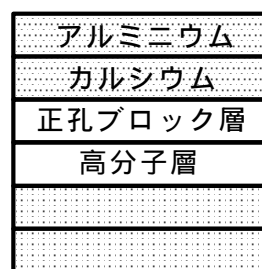


図5 正孔ブロック層を積層した6層構造の概略

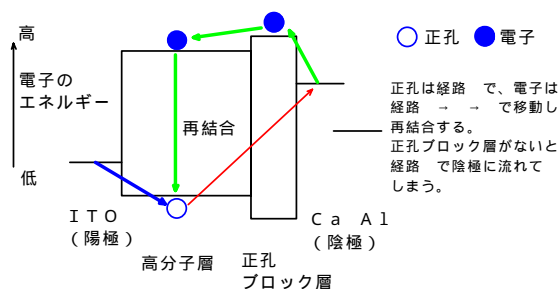


図6 試作したEL素子のエネルギーダイアグラム

この素子の最高輝度は、243cd/m²と積層前の10倍以上に達し目標値をクリアした。発光色は青色であるが、若干白色を帯びていた。詳しい原因は不明であり、現在調査中である。

発光層にPDPAを用いた素子についても、試作と評価を行った。正孔ブロック層がない場合、9cd/m²であったのに対し、積層したものは54cd/m²に達した。なおPTPAの場合よりも鮮明な青色を示した。

3. 成果、今後の方針

高分子PTPA及びPDPAは、精製により蛍光強度が向上することが確認された。PTPAを発光層とした素子は、輝度の目標値100cd/m²以上発光することが確認された。

今後は、材料と製造技術の両面から輝度の向上を図り、寿命試験も検討する。

[追記]

EL素子の試作・評価法についてはスタンレー電気㈱からご指導いただき、原子間力顕微鏡観察は㈱住化分析センターで実施していただいた。

[参考文献]

1) 茨城県工業技術センター研究報告第28号, P 60