

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2005-533873

(P2005-533873A)

(43) 公表日 平成17年11月10日(2005.11.10)

(51) Int.Cl.⁷

C08G 75/04

C09K 11/06

H05B 33/14

F I

C08G 75/04

C09K 11/06 680

C09K 11/06 690

H05B 33/14 A

テーマコード (参考)

3K007

4J030

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 26 頁)

(21) 出願番号 特願2003-574756 (P2003-574756)
 (86) (22) 出願日 平成15年3月3日 (2003.3.3)
 (85) 翻訳文提出日 平成16年11月5日 (2004.11.5)
 (86) 国際出願番号 PCT/GB2003/000899
 (87) 国際公開番号 W02003/076548
 (87) 国際公開日 平成15年9月18日 (2003.9.18)
 (31) 優先権主張番号 0205592.2
 (32) 優先日 平成14年3月9日 (2002.3.9)
 (33) 優先権主張国 英国 (GB)
 (31) 優先権主張番号 0213902.0
 (32) 優先日 平成14年6月18日 (2002.6.18)
 (33) 優先権主張国 英国 (GB)

(71) 出願人 503419985
 シーディーティー オックスフォード リミテッド
 イギリス国 シービー3 6ディーダブリュ ケンブリッジシャイア ケンボルン ビジネス パーク, ビルディング 2020
 (74) 代理人 230104019
 弁護士 大野 聖二
 (74) 代理人 100106840
 弁理士 森田 耕司
 (74) 代理人 100105991
 弁理士 田中 玲子
 (74) 代理人 100115679
 弁理士 山田 勇毅

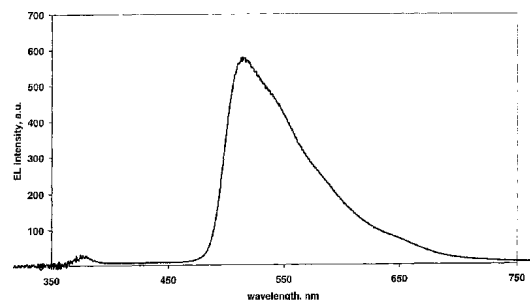
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 重合組成物及びそれを含む有機発光装置

(57) 【要約】

【解決手段】

チオール材料及び電荷輸送層又は冷光放射性薄膜を形成するために重合される反応性不飽和炭素 - 炭素結合を含む材料の混合物からなる組成物を重合して形成した薄膜を、有機発光ダイオード (OLED) 装置の電荷輸送材料又は発光層として用いる。また、電荷輸送及び/又は発光薄膜が次のプロセスによって製造される OLED を製造するプロセスとして、i) 本発明の組成物を有する薄膜の蒸着、ii) 前記薄膜に、選択的にマスクを通して、放射線、より好ましくは可視又はUV光を照射、iii) 事前に決められたパターンを残して、未照射材料を除去するために選択的に照射薄膜を提供する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の一般式を有する少なくとも 1 つのモノマー、



次の一般式を有する少なくとも 1 つのモノマーの混合物からなる組成物。



ここで、一般式 (1) のモノマーは、一般式 (2) のモノマーと重合可能であり、 n 及び m は 2 以上の整数であり、 n 及び m は同じか異なり、 X は末端にチオールを有する基であり、 Y は反応性不飽和炭素 - 炭素結合を有する基であり、各 X は同じか異なり、各 Y は同じか異なり、 A 及び B は、 A 又は B の少なくとも 1 つが有機電荷輸送又は有機発光部であるような低分子部位である。

10

【請求項 2】

前記 n 及び m が、 $n + m > 4$ である請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

前記 A 、 B 、 X 及び Y は、カルボニル基を含まない請求項 1 又は 2 に記載の組成物。

【請求項 4】

前記 A 及び B の少なくとも 1 つが正孔輸送低分子部位である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の組成物。

【請求項 5】

前記 A 及び B の少なくとも 1 つが電子輸送低分子部位である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の組成物。

20

【請求項 6】

前記 A 及び B の少なくとも 1 つが双極電荷輸送低分子部位である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の組成物。

【請求項 7】

前記 A 及び B の少なくとも 1 つが冷光放射性低分子部位である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の組成物。

【請求項 8】

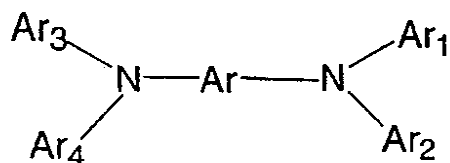
さらに開始剤及び / 又は発光ドーブ剤及び / 又は電荷輸送ドーブ剤を含む請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載の組成物。

30

【請求項 9】

前記一般式 (1) のモノマーの A が次の一般式を有する請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載の組成物。

【化 1】



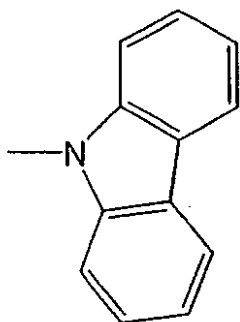
40

ここで、 Ar は、選択的に置換された芳香族基であり、各 Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_3 及び Ar_4 は、独立して、選択的に置換された芳香族又は選択的に置換された複素環式芳香族基であり、 Ar_1 及び Ar_2 及び / 又は Ar_3 及び Ar_4 は、選択的に、これらが付着している N 原子と共に、互いに結合して N 含有環を形成する。ここで、 Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_3 及び Ar_4 の少なくとも 2 つは、選択的にスペーサー単位によって、 X 基に結合している。

【請求項 10】

一般式 (1) のモノマー A が次の一般式の少なくとも 1 つの基を含む請求項 9 に記載の組成物。

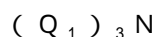
【化 2】



10

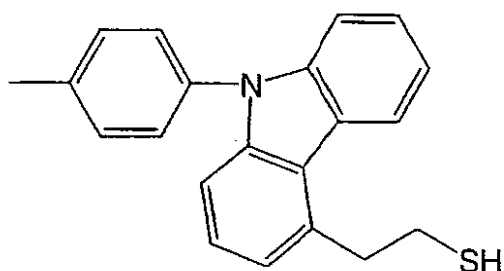
【請求項 1 1】

一般式 (1) のモノマーが次の一般式を有する請求項 1 0 に記載の組成物。



ここで、 Q_1 は次のものである。

【化 3】

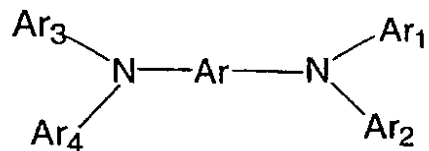


20

【請求項 1 2】

一般式 (2) のモノマー B が次の一般式を有する請求項 1 ないし 1 1 のいずれかに記載の組成物。

【化 4】



30

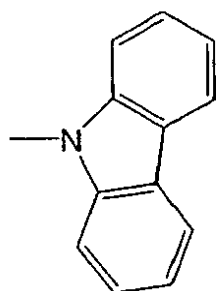
ここで、 Ar は、選択的に置換された芳香族基であり、各 Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_3 及び Ar_4 は、独立して、選択的に置換された芳香族又は選択的に置換された複素環式芳香族基であり、 Ar_1 及び Ar_2 及び / 又は Ar_3 及び Ar_4 は、それらが付着する N 原子と共に、互いに結合して N 含有環を形成する。ここで、 Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_3 及び Ar_4 の少なくとも 2 つは、選択的にスペーサー単位によって Y 基に結合している。

【請求項 1 3】

一般式 (2) のモノマーが次の式の少なくとも 1 つの基を含む請求項 1 2 に記載の組成物。

40

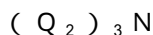
【化 5】



50

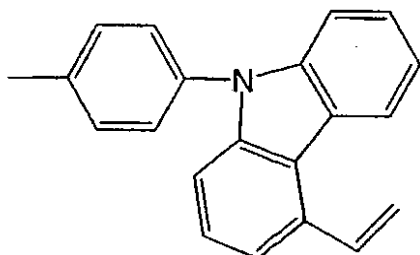
【請求項 14】

一般式(2)のモノマーが次の式を有する請求項13に記載の組成物。



ここで、 Q_2 は、次のものである。

【化6】



10

【請求項 15】

A_rはビフェニルを含む請求項9、10、12又は13のいずれかに記載の組成物。

【請求項 16】

請求項1ないし15のいずれかの組成物の熱的誘導又は光照射誘導重合反応生成物を含む固体薄膜。

【請求項 17】

事前に決められたパターンを有する請求項1ないし15のいずれかの組成物の光照射誘導重合反応生成物からなる固体薄膜。

20

【請求項 18】

次の繰り返し単位を有する固体薄膜。



ここで、A及びBは請求項9ないし14のいずれかのように定義され、Zは、チオール含有基X及び反応性不飽和炭素-炭素結合を含む基Yの付加生成物であり、Wは、反応性不飽和炭素-炭素結合Y及びチオール含有基Xの付加生成物である。

【請求項 19】

基板、電極、第1の選択的電荷輸送層、発光層、第2の選択的電荷輸送層及び対向電極の順に積層された薄板を含む有機発光装置であって、発光層、第1の選択的電荷輸送層又は第の電荷輸送層の少なくとも1つが請求項16ないし18のいずれかに記載の薄膜である有機発光装置。

30

【請求項 20】

基板、電極、第1の選択的電荷輸送層、発光層、第2の選択的電荷輸送層及び対向電極の順に積層された薄板を含む有機発光装置であって、発光層が請求項16ないし18のいずれかに記載の薄膜である有機発光装置。

【請求項 21】

発光層が発光ドーパ剤を含む請求項19又は20に記載の装置。

【請求項 22】

次のステップからなる請求項19ないし21のいずれかに記載の装置を形成する方法。

40

i) 請求項1ないし14に記載の組成物の薄膜を蒸着し、及び

ii) 前記組成物を重合する。

【請求項 23】

前記組成物の薄膜の少なくとも一部が、薄膜のこれに対応する部分を重合するために化学線に照射する請求項22に記載の方法。

【請求項 24】

薄膜がマスクを通して化学線に照射され、次いで、未照射部を除去するために露光される請求項23に記載の方法。

【請求項 25】

次のステップを含む請求項20又は21に記載の装置を形成する方法。

50

- i) 第1色を発光することができる請求項1ないし15のいずれかに記載の組成物の薄膜を蒸着する、
- ii) 薄膜の対応する部分を重合するためにマスクを通して前記薄膜の一部を化学線に照射する、
- iii) 事前に決められたパターンを残すために前記薄膜の未露光部分を除去する、
- iv) 第2色を発光することができる請求項1ないし15のいずれかに記載の組成物の薄膜の蒸着する、
- v) 薄膜の対応する部分を重合するために、前記第2色薄膜の一部にマスクを通して化学線を照射する。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

有機発光ダイオード(OLED)は、新しいディスプレイ技術である。簡潔に言うと、OLED(又は、有機冷光放射装置)は、電圧が印化されると発光するように2つの電極間に挟まれた有機層又はその積層を含むものである。少なくとも1つの電極は可視光に対して透明でなければならない。

【背景技術】

【0002】

OLEDにおいて、有機層を蒸着するために使用される2つの主要な技術がある。すなわち、熱的蒸発と溶液プロセスである。溶液プロセスは、潜在的に高い処理能力を有し、また、大きな基板を処理できるということから、より安いコストになるという可能性を有している。しかしながら、OLEDの溶液プロセスがその可能性を実現するためには、いくつかの製造上の問題が解決されなければならない。マルチカラー又はフルカラーディスプレイにおいては、有機層は画素のレイアウトに応じてパターン化される必要がある。高解像度ディスプレイは、発光層に対して高解像パターンを要求する。今日まで、発光層のパターン化の溶液プロセスは理想からほど遠い。

【0003】

多くの場合において、最も効率の良いOLED装置は、多層構造(蛍光体;例えば、US5,719,467(Hewlett-Packard 1995)、EP0,921,578(CDT 1998)、US6,048,573(Kodak 1998)、US6,069,442(Kodak 1997)、US5,554,450(Kodak 1995)、燐光体;例えば、WO00/57676及びUS6303238)を有する。このような多層構造は、熱的蒸発によって形成できるが、溶液プロセスが使用される場合は、第2層を蒸着することにより、第1層が洗い落とされる。

【0004】

フォトリソグラフィ技術がOLEDにおける有機層のパターニングに有効的に適用できるならば、これは多くの利点を与える。フォトリソグラフィ技術は他の産業において確立されており、良好な解像度と高い処理能力をもたらす。しかしながら、OLEDにおける有機層の形成にフォトリソグラフィを使用する試みはわずかな成果をもたらしたにすぎない。

【0005】

BASF(US5518824)は、架橋性電荷輸送材料を使用してOLEDを形成する原理について検討している。提案されている官能基は、アクリレート、ビニルエーテル及びエポキシである。材料は、溶液から蒸着され、UV光によって露光することによって架橋され、不溶化される。その後続く冷光放射性又は電子輸送材料は不溶性材料の表面

40

50

に蒸着される。BASFは、マスクを通してUV露光が行われると、露光部は不溶性となり、未露光部は依然として溶解性となり、この薄膜を溶液により現像すると、不溶性パターン材料を残して未露光部が除去されると述べている。しかしながら、このパターンニングは実行されていない。BASFは、発光層を形成するために、蛍光染料を薄膜に添加すること又は架橋性蛍光染料（US 5 9 2 2 4 8 1）を使用することを検討する。BASFにより報告された架橋装置のEL装置特性は良好ではない。架橋されているがパターン化されていない発光層を有する2つの報告された装置は、それぞれ、87V及び91Vにおいてのみ発光するが、共にOLEDの稼働電圧としては全く受け入れられないものである。キヤノン（EP 1 1 4 6 5 7 4 A 2）は、架橋発光薄膜を有するOLEDを試作するが、パターン化された発光層の報告はない。さらに、Bacher et al.（Macromolecules 1999, 32, 4551-4557）は、正孔輸送（トリフェニレンのアクリレート誘導体）材料の光架橋を報告している。彼らは、パターン化された光架橋正孔輸送層を作成し、その上に発光層（トリス（8-ヒドロキシキノリン）アルミニウム：Alq₃）を蒸着し、機能的OLED装置を製造した。しかしながら、彼らは発光層を光リソグラフィーでパターン化する技術を開発していない。発光層がパターン化されなければ、モノクロの装置が形成されるに過ぎない。全ての先行技術におけるアクリレートに関する問題は、アクリレートはパターン化プロセスにおいて非常に高い解像度を与えるが、冷光放射性を抑制するということである。カルボニル基による冷光放射性の抑制は公知である（Becker, 蛍光及び燐光の理論と解釈、Wiley Interscience, NY 1969）。

10

20

【0006】

他の著作は熱的開始による架橋材料を提案している。そのようなプロセスは、表面に次の層を蒸着することを可能にして不溶性薄膜を形成する。IBMは、例として光発光装置に使用されるポリマーの熱的/光化学誘導架橋に関する特許（US 6 1 0 7 4 5 2）を有している。パターンニングは報告されていない。

【0007】

Bayerl et al.（Macromolecules 1999, 20, 224-228）は、架橋オキセタン-ビス官能基N, N, N', N'-テトラフェニル-ベンジدينを2層の装置の正電荷輸送材料として使用した。しかしながら、彼らは正電荷輸送材料をパターン化していない。さらに、Meerholz et al.（WO 02 / 1 0 1 2 9）におけるオキセタンについての報告は、架橋層を形成するためにカチオン光重合を使用する。一例においては、発光層がパターン化された。しかし、多くの場合、重合中に発生した酸がOLEDの他の成分、特に、有機材料を攻撃する。したがって、このようなプロセスは、一般的には、OLED装置におけるパターン化された架橋発光層の形成には適さないとと言えるだろう。

30

【0008】

光-重合チオール/エン系は、印刷プレート及び保護層のような多くの応用で知られている。これらのチオール/エン系の先行技術においては、残されたポリマーは絶縁層である。先行文献に記載される多くのチオール/エン系は、脂肪族チオールは悪臭を有するため、脂肪族チオールではなく非共役カルボニル基を含む。特に、PETMP（Penterythritol tetrakis（3-メルカプトプロピオネート））は、チオール成分として共通に使用される（例えば、US 5 1 0 0 9 2 9及びUS 5 1 6 7 8 8 2）。

40

【特許文献1】米国6 1 0 7 4 5 2号明細書

【特許文献2】米国5 1 0 0 9 2 9号明細書

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明は、上記のような先行技術におけるいくつかの問題を解決するOLEDに関する。特に、OLED装置における発光層のパターン化に関する問題を解決することを目的

50

とする。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明は、電荷輸送材料又は発光薄膜を形成するために重合されるチオール材料とエン材料の混合組成物に関する。

【0011】

本発明は、チオール材料とエン材料を重合することにより形成される電荷輸送層又は発光層を含むOLEDに関する。

【0012】

本発明は、溶液からチオール及びエンを含む材料の薄膜を蒸着し、マスクを通して前記薄膜に化学線（UV光、可視光、電子ビーム又はX線）を照射し、次いで選択的に前記薄膜を現像する。 10

【0013】

本発明の第1の側面によれば、次の一般式を有する少なくとも1つのモノマー



次の一般式を有する少なくとも1つのモノマーの混合物からなる組成物が提供される。



【0014】

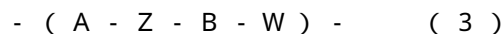
ここで、一般式(1)のモノマーは、一般式(2)のモノマーと重合可能であり、n及びmは2以上の整数であり、n及びmは同じか異なり、Xは末端にチオールを有する基であり、Yは反応性不飽和炭素-炭素結合を有する基であり、各Xは同じか異なり、各Yは同じか異なり、A及びBは、A又はBの少なくとも1つが有機電荷輸送又は有機発光部であるような低分子部位である。 20

【0015】

本発明の第2の側面によれば、本発明の第1の側面の組成物の熱又は放射線誘導重合反応生成物を含む固体薄膜が提供される。

【0016】

本発明の第3の側面によれば、次の繰り返し単位を有する固体薄膜が提供される。



【0017】

ここで、A及びBは上記のように定義され、Zは、チオール含有基X及び反応性不飽和炭素-炭素結合含有基Yの付加生成物であり、Wは、反応性不飽和炭素-炭素結合含有基Y及びチオール含有基Xの付加生成物である。 30

【0018】

本発明の第4の側面によれば、基板、第1電極、第1選択的電荷輸送層、発光層、第2選択的電荷輸送層及び対向電極の順に積層された薄板であって、ここで、電荷輸送層及び/又は発光層が本発明の第2又は第3の側面であるものを含むOLEDが提供される。

【0019】

本発明の他の側面によれば、次のステップからなるOLED装置における電荷輸送層又は発光層を形成するプロセスが提供される。 40

i) 本発明の第1の側面の組成物を有する薄膜を蒸着する。

ii) 前記薄膜に熱又は化学線、より好ましくは可視光又はUV光を照射することにより、前記組成物を重合する。

【0020】

さらに本発明の他の側面によれば、次のステップからなるOLED装置における電荷輸送又は発光層を形成するプロセスが提供される。

i) 本発明の第1の側面の組成物を有する薄膜を蒸着する。

ii) 前記薄膜に熱又は化学線、より好ましくは可視光又はUV光を照射することにより、前記組成物を重合する。

iii) 未照射部を除去するために、照射薄膜を洗浄する。 50

【0021】

発明の詳細な説明

本発明によれば、次の一般式を有する少なくとも1つのモノマー



次の一般式を有する少なくとも1つのモノマーの混合物からなる組成物が提供される。



【0022】

ここで、一般式(1)のモノマーは、一般式(2)のモノマーと重合可能であり、 n 及び m は2以上の整数であり、 n 及び m は同じか異なり、 X は末端にチオールを有する基であり、 Y は反応性不飽和炭素-炭素結合を有する基であり、各 X は同じか異なり、各 Y は同じか異なり、 A 及び B は、 A 又は B の少なくとも1つが有機電荷輸送又は有機発光部であるような低分子部位である。

10

【0023】

反応性不飽和炭素-炭素結合という用語は、チオエーテル結合を形成するためにチオールと適正な条件において反応する基を意味する。反応性不飽和炭素-炭素基は、アルケン、アルキン及びひずみ環系である。これに対して、芳香環における不飽和炭素-炭素結合は、チオエーテルを得るためのチオールとは反応せず、未反応性基である。反応性不飽和炭素-炭素結合は、鎖又は枝の末端に位置する。

【0024】

X 及び Y は、光誘導遊離基誘導重合を行うことができる基である。選択的に、遊離基誘導重合はラジカル開始剤の存在下で生じる。残されたポリマーは、未反応モノマーを洗い落とすための溶媒に不溶であることが望ましい。したがって、架橋ポリマー網が形成されること、すなわち $n + m > 4$ であることが好ましい。化学線の照射は、ポリマーにおけるペロキシ基の形成を避けるため、好ましくは不活性ガス中で行われる。薄膜の洗浄又は現像に続いて、薄膜は乾燥されるか、又は他のパターン化後処理が行われる。

20

【0025】

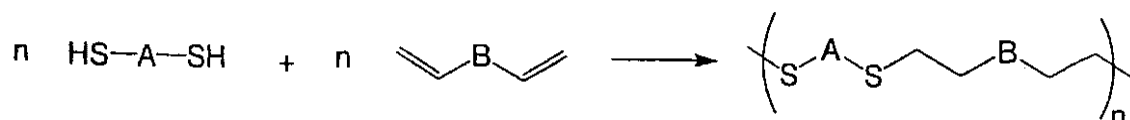
チオールモノマー及び反応性不飽和炭素-炭素結合を含むモノマーに加えて、薄膜中には他の成分があり得る。特に、ラジカル開始剤、冷光放射ドーパ剤、電荷輸送低分子が含まれ得る。

【0026】

X 及び Y は、光開始遊離基誘導重合を実行できる基である。 X は、末端にチオールを含む基である。 Y は、反応性不飽和炭素-炭素結合、又は不飽和ひずみ炭素環系の一部である。簡潔に言うと、そのような基は、エンとして引用される。正しい条件下において、 X 及び Y はチオエーテル結合を形成するために反応する。反応は、下記の反応スキーム(Jacobine, Radiat. Curing Polym. Sci. Technol., 1993, 3, 219-68)に示されるように、ステップ成長メカニズムによって進行する。

30

【化7】



40

【0027】

ここで、図においては、エンは2重結合であるが、3重結合又は不飽和ひずみ環系でもよい。開始剤は、硫黄(チオイル)ラジカルの形成を含む。次いで、硫黄(チオイル)ラジカルは、反応性2重結合 Y を攻撃し、-チオエーテル炭素ラジカルを与え、それが他のチオール基から水素を抽出し、新しい硫黄イリドラジカルを生み出し、これが反応を促進する。チオールは、反応性2重結合及び転移した鎖を横切って効率的に付加され、これによって、マルチ官能モノマーが必要とされる。もし、各モノマーが2つの官能基($n = m = 2$)を有すれば、線状ポリマーが形成され、もし、少なくとも、 n 又は m が2より大

50

きければ、架橋ポリマーが形成される。

【0028】

もし、1つの基が過剰にあると、過剰分は反応せずに残るので、原則として、完全な反応が起こるためにはY基と同数のX基が存在するはずである。しかしながら、よく知られているように、全ての基が反応するものではないと仮定して、多機能モノマーの重合反応においては(P. J. Flory, J. Am. Chem. Soc. 1947, 69, 2893)、X基とY基の数が均衡していることは重要でないと考えられている。

【0029】

チオールモノマー(1)及びエンモノマー(2)の重合反応による生成物は、繰返し単位-(A-Z-B-W)-(3)を有するポリマーである。ここで、A及びBは、上記のように定義され、Zは、チオール含有基Xと反応性不飽和炭素-炭素結合Yの付加生成物であり、Wは、反応性不飽和炭素-炭素結合Yとチオール含有基Xの付加生成物である。このようなポリマーは、本発明の他の側面を含む。

【0030】

A及びBが類似の分子量を有する場合、A及びBは、電荷輸送又は発光基、すなわち、官能基を含む。しかしながら、A及びBが類似でない分子量を有するときは、一方で低分子量基は電荷輸送でも発光基でもなく、他方で、高分子量(例えば、オリゴマー)基は、電荷輸送又は発光基である。しかしながら、得られた重合薄膜は電子冷光放射性又は電荷輸送特性を有する。

【0031】

A及びBの部分は、光ポリマー層の要求される機能に応じて異なる特性を有する。1つの態様において、光ポリマーはOLEDにおける電荷輸送層として機能する。この場合、1つの部分が他方よりはるかに高い分子量を有する場合は、その部分のみが電荷輸送基となりうるが、そうでない場合は、好ましくは、2つの部分、A及びBの両者が、電荷輸送基を含むべきである。他の実施例において、光ポリマーは、発光層を形成する。この場合、1又は両方の有機部分は発光部分であり得、発光部分でない部分は、好ましくは電荷輸送部分である。したがって、例えば、A又はBの1方が発光部分であり、他方が電荷輸送部分である。そうでない場合は、A及びBは発光部分でなく、しかし、光ポリマーは発光ドーブ剤のための電荷輸送ホストマトリックスとして使用される。もし1つの部分が他の部分よりはるかに高い分子量を有する場合は、この部分のみが電荷輸送又は発光部分となり得る。また、それ自体が発光性であるホスト材料と共に発光ドーブ剤として、すなわち、A又はBの少なくとも1つ発光部分として使用することも可能である。

【0032】

本発明は、また、基板、第1電極、第1選択的電荷輸送層、発光層、第2選択的電荷輸送層及び対向電極の順に積層されたOLED装置を提供する。ここで、選択的電荷輸送層及び/又は発光層の少なくとも1つは、次の一般式を有する少なくとも2つの成分の混合物を含む組成物の重合反応製造物を含む固体薄膜である。



【0033】

ここで、1つの成分のモノマーは、他の成分のモノマーと重合可能であり、n及びmは2以上の整数であり、n及びmは同じか異なり、Xは末端にチオールを有する基を表し、Yは反応性不飽和炭素-炭素結合を含み、A及びBは、A又はBの少なくとも1つが有機電荷輸送又は有機(可視)発光部分であるような低分子部分である。

【0034】

本発明は、また、電荷輸送及び/又は発光薄膜が次のプロセスによって製造されるOLEDを製造するプロセスを提供する。

i) 本発明の組成物を有する薄膜の蒸着。

ii) 前記薄膜に、選択的にマスクを通して、放射線、より好ましくは可視又はUV光を照射する。

iii) 事前に決められたパターンを残して、未照射材料を除去するために選択的に照射

10

20

30

40

50

薄膜を洗浄する。

【0035】

典型的なOLEDにおいて、第1電極はアノードであり、第1選択的電荷輸送層は正孔輸送層であり、第2電荷輸送層は電子輸送層であり、対向電極層はカソードである。しかしながら、他の実施例において、第1電極はカソードであり、第1の選択的電荷輸送層は電子輸送層であり、第2の電荷輸送層は正孔輸送層であり、対向電極はアノードである。この分野でよく知られているように、OLEDは追加の機能層を有することができる。発光層が燐光性であるとき、電子輸送層が正孔遮断層としても機能するか、又は発光層と電子輸送層の間に追加の正孔遮断層があると特に便利である。画素化されたOLEDディスプレイは、パッシブマトリックスか又はアクティブマトリックスディスプレイであり得る。1つの実施態様において、第1電荷輸送層は本発明の重合薄膜である。好ましい実施態様としては、発光層は本発明の重合薄膜である。他の実施態様としては、第1電荷輸送層及び発光層は本発明の重合薄膜である。第1電荷輸送層、発光層及び第2電荷輸送層は、全て本発明の重合薄膜とすることが可能である。

10

【0036】

OLEDにおける発光層は好ましくはパターン化される。すなわち、薄膜が光に照射されるとき、適当なフォトリソグラフィ技術が使用される。このパターン化技術は、マルチカラーOLEDの形成を可能にする。チオール-エン系の重要な利点は、露光パターン化されるとき良好な解像度が得られる点である。第1色を発光することができる画素を形成するため第1色を発光することができる薄膜が蒸着、パターン化及び現像される。この段階において、第1色の薄膜は不溶性であるから、第1色の薄膜を損傷することなく第2色を発光することができる材料の薄膜を蒸着することを可能にする。この第2薄膜は、第2色の発光を可能にする画素を形成するためにパターン化され、現像される。このプロセスは、第3色を発光することができる材料を蒸着するために繰り返される。もし存在するならば、電荷輸送層をパターン化するのが適当であり、これは同様のマスク技術によって行うことができる。

20

【0037】

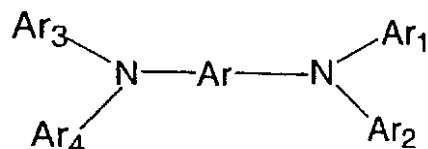
スピンコート、インクジェットプリント、ディップコート又はローラーコートなどの溶液プロセス技術、他の印刷又はコート技術、又は熱転写法は、重合されるチオール/エン層の積層に使用される。

30

【0038】

上記に検討したように、A及びB部分は、電荷輸送単位を含むことができる。適切な正孔輸送材料は、電子が多い部位を含む。特に適切なものは、トリアリールアミンである（例えば、Shirota, J. Mater. Chem., 2000, 10, 1-25参照）。電荷輸送部分A又はBは、次の式を有する公知の正孔輸送アリールアミン材料に基づいている。

【化8】

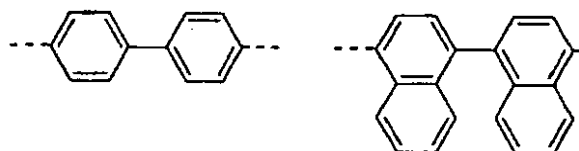


40

【0039】

ここで、Arは、フェニル又は次のような選択的に置換された芳香族基である。

【化9】



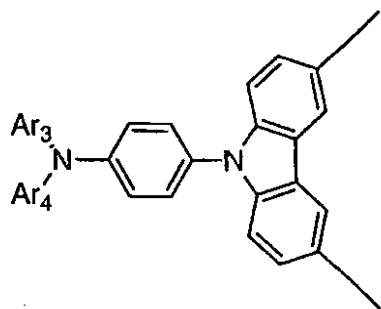
50

【0040】

Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_3 及び Ar_4 は、選択的に置換された芳香族又は複素環式芳香族基である (Shi et al (Kodak) US 5, 554, 450. Van Slyke et al, US 5, 061, 569. So et al (Motorola) US 5, 853, 905 (1997))。Arは、好ましくはビフェニルである。本発明においては、 Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_3 及び Ar_4 の少なくとも2つは、チオール基であるX、又は、反応性不飽和炭素-炭素結合基であるYに結合する。 Ar_1 及び Ar_2 、及び/又は Ar_3 及び Ar_4 は、例えば、Nが例えば下記のカルバゾールの一部となるように、N含有環を形成するために、選択的に結合される。

【化10】

10



【0041】

20

二極性部分A又はBを形成する二極性材料は正孔と電子の両者を輸送する。適切な材料は、好ましくは少なくとも2つのカルバゾール単位 (Shirota, J. Mater. Chem., 2000, 10, 1-25) を含む。

【0042】

電子輸送部分A又はBを形成することができる電子輸送材料は、電子が欠けている部分を含む。電子が欠けている部分の適当な例は、オキサジアゾール、トリアジン、ピリジン、ピリミジン、キノリン及びキノキサリンである (Thelakkat, Schmidt, Polym. Adv. Technol. 1998, 9, 492-42)。特定の例としては、Alq₃ [アルミニウム トリ (8-ヒドロキシキノリン)]、TAZ (3-フェニル-4-(1-ナフチル)-5-フェニル-1,2,4-トリアゾール) 及びOXD-7 (1,3-ビス(N,N-t-ブチル-フェニル)-1,3,4-オキサジアゾール) をあげることができる。

30

【0043】

前述したように、A又はBの1つの部分は、一方が電荷輸送又は冷光放射性であり、他方はその両者でもない。もしそのような部分が使用されるとすれば、それは比較的低い分子量を有し、多機能モノマーの基礎となるものであることが好ましい。適切な部分は、ペンタエリトリールに基づいている。例えば、モノマー(1)は、一般式C(CH₂O(CH₂)_nX)₄を有し、ここでnは1~6の整数であり、又は、モノマー(2)は、一般式C(CH₂O(CH₂)_nY)₄であり、ここで、nは1~6の整数である。ペンタエリトリール部分 (例2参照) から形成される4官能性非電荷輸送チオールは、架橋電荷輸送

40

【0044】

発光は、蛍光又は燐光によるものである。

【0045】

IUPACによれば、蛍光とは、同じスピン多重度の低分子体の形成と共に励起された低分子からの自主的な放射 (冷光放射) と定義される。適切な蛍光材料は、多くの有機低分子及び有機配位子を有する2族、12族、13族、又は遷移族金属の錯体である。発光色に応じて、これらの材料は3つのグループ、青、緑、赤色発光体に分かれる。

【0046】

適切な青色発光体は、例えば、スチルベン、クマリン、アントラセン (Kodak U

50

S 5, 972, 247 (1999). Toshio et al (Toyo Ink) EP 0765106 (1996) 及びベリレン (So et al (Motorola) US 5, 853, 905 (1997). Lee et al (Motorola) US 5, 747, 183 (1996)) がある。同様に適切なものとして、青色発光アルミニウム錯体 (Bryan et al (Kodak) US 5, 141, 671. Van Slyke et al (Kodak) がある。適切な緑色発光体としては Alq_3 (Chen and Tang, Macromol. Symp. 1997, 125, 1-48)、クマリン (Chen et al (Kodak) US 6, 020, 078) 及びキナクリドン (Shi et al (Kodak) US 5, 593, 788) がある。適切な赤色発光体としては DCM 及びその誘導体 (Chen et al, US 5, 908, 581) がある。蛍光材料としては、低分子又は dendrimer 種がある。適切な蛍光 dendrimer については、Samuel et al. (WO 99/21935) を参照のこと。発光材料は、架橋電荷輸送マトリックス (電荷輸送部分 A 及び / 又は B からなる) 中のドーパ剤とすることができる。この場合、電荷輸送マトリックスの発光スペクトルは発光ドーパ剤の吸収スペクトルと重複する。そうでなければ、発光材料は、それ自体モノマーになるように改良される。すなわち、発光材料は重合材料の A 又は B 部分である。ドーパ剤は、単体材料か化合物の混合物である。ドーパ剤の濃度は、色の純度及び寿命を最大化するために選ばれる。

【0047】

IUPAC によれば、燐光という用語は、典型的には、三重項から一重項に又はその逆に、スピンの多重項における変化を含む冷光放射を意味する。四重項から二重項への冷光放射もまた燐光である。

【0048】

適切な燐光発光材料は、重遷移金属錯体である。特に、イリジウムの有機錯体、例えば、緑色を発光する $Ir(ppy)_3$ (ファクトリス (2-フェニルピリジン) イリジウム) (Baldo et al., Appl. Phys. Lett., 75 no. 1 1999, 4 参照)、赤色発光する $(btp)_2Ir(acac)$ (ビス (2-(2'-ベンゾ [4, 5-] チエニル) ピリジナート - N, C^{3'}) イリジウム (アセチルアセトナト)) (Adachi et al., Appl. Phys. Lett., 78 no. 11, 2001, 1622 参照) などが適切である。赤色発光するプラチナの錯体、例えば、2, 3, 7, 8, 12, 13, 17, 18-オクタエチル-21H, 23H-ポルフィン プラチナ (PtOEP) も使用できる。燐光材料は、低分子又は dendrimer 種であり得る。発光材料は、架橋電荷輸送マトリックス (電荷輸送部分 A 及び / 又は B からなる) 中のドーパ剤であり得る。この場合、電荷輸送は、双極性、正孔輸送又は電子輸送であり得る。そうでない場合、発光材料はそれ自体モノマー、すなわち、発光材料が架橋材料の A 又は B 部分であるように変更することもできる。ドーパ剤の濃度は、色純度、効率及び寿命を最大化するように選ばれる。

【0049】

ホスト材料における燐光発光部分の濃度は、薄膜が高い光冷光放射性及び電子冷光放射性を有するように決められる。もし、発光種の濃度が高すぎると、冷光放射性の抑制が生じる。0.01 - 49 モル % の範囲の濃度が、一般的に適当である。

【0050】

燐光ドーパ剤と共に使用するのに適切なチオールモノマー及びエンモノマーの好ましい例は、図 1 及び 2 にそれぞれ示されている。3 官能性モノマー TCTA 誘導体と共に使用される 2 官能性モノマー CBP 誘導体は架橋ポリマーを形成する。あるいは、チオール及びエンモノマーが TCTA の官能性誘導体であれば、機能性ポリマーを形成するであろう。

【0051】

電荷輸送又は発光部分と重合チオール又は反応性不飽和炭素 - 炭素結合の間には、典型的には、スペーサー鎖が存在する。このようなスペーサーは、炭素 - 炭素結合の薄膜形成

特性を改良する。スペーサーは、重合プロセスを助ける。スペーサーは、カルボニル基を一切含まない（エステル、アミド、その他を含む）。スペーサーは、アルキル、エーテル、チオエーテル、アリール、シロキサン、アミン又は不飽和基、又は、シリコン、ボロン、フォスフォラスのようなヘテロ原子を含むことができる。実際に、 $A - (X)_n$ 又は $B - (Y)_m$ は、カルボニル基を一切含まない。

【0052】

チオ尿素、チオ硫化イオン、チオールエステル及びジチオカルバメートから開始するものを含むチオール含有材料を形成する合成ルートは、S. Patai, Chapter 4, The Chemistry of the Thiol Groups, John Wiley & Sons, London 1974で参照することができる。

10

【0053】

反応性不飽和炭素 - 炭素結合と分子の残りとの間のエーテル結合を有するエン材料の合成ルートは、図2（化合物10cから化合物10へのステップ）に示される塩基の存在下における求核置換反応による。エーテルの合成、Houben-Weyl, Methoden der organische Chemie, V1/3, Georg Thieme Verlag, Stuttgart 1965。

【0054】

チオール - エン混合物は容易に熱重合及び光重合される。光重合は良好な解像パターン薄膜が得られるという利点を有するので、OLEDの応用には光重合が好まれる。チオールを有する反応性不飽和炭素 - 炭素結合は、好ましくは電子密度が高いか、又はひずんだ環系の一部を形成する。後者の場合、チオールを有する不飽和炭素 - 炭素結合は、環のひずみを解放する。反応性不飽和基は、好ましくは、ノルボニル又はビニルエーテル部分からなり、他の有益な基は、アリールエーテル又は不飽和環系からなる。チオール - エン系においては、UV光又は可視光のどちらかによる活性の適切な開始剤が存在する。開始剤の成功には、開始剤によって光が吸収されるが薄膜の他の成分によっては強く吸収されない波長を使用することが一般的に好ましい。このようにして、開始剤は良好に機能し、薄膜の光損傷は最低限に抑えられる。

20

【0055】

ここに記載したチオール - エン系はカルボニル基を一切含まない。よって、冷光放射の抑制は観察されない。OLEDのために以前に提案された光重合システムとは異なって、チオール - エン系は、最低の冷光放射抑制を有する高解像度パターン化の組み合わせを提供する点においてユニークである。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0056】

以下に、実施例により本発明を詳細に説明する。

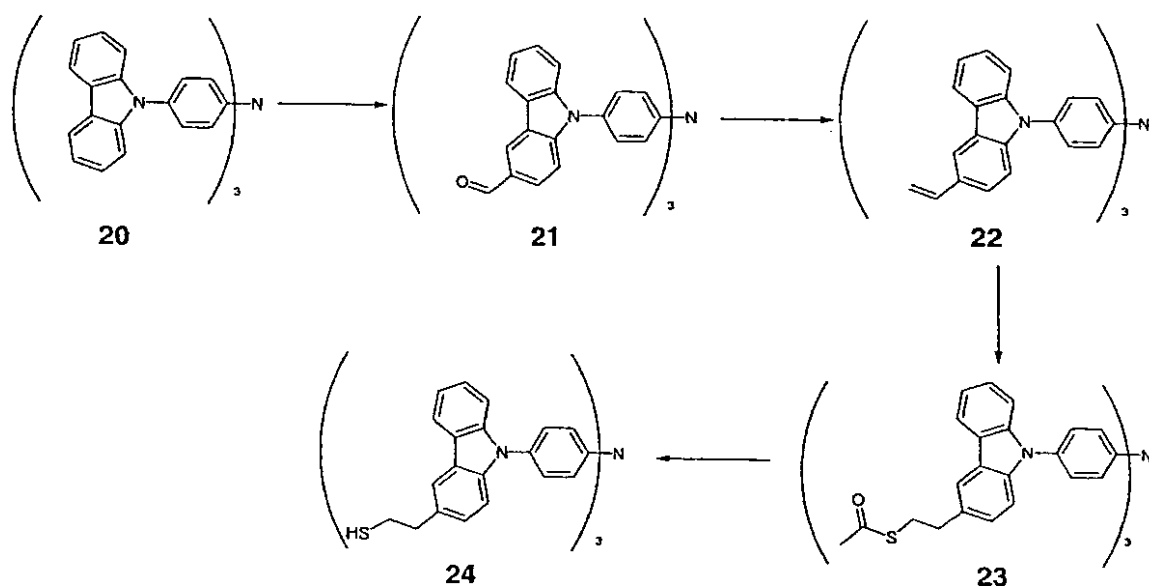
【0057】

4, 4', 4'' - トリス (3 - ビニルカルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン及び 4, 4', 4'' - トリス [3 - (2 - チオ - 1 - エチル) カルバゾール - 9 - イル] トリフェニルアミンの合成

材料22及び24の合成の概要は次のスキームで示される。

40

【化 1 1】



スキーム 1 : 22 及び 23 誘導体の合成

【0058】

4, 4', 4'' - トリス (カルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (20) の合成

カリウムカルボナート (52.0 g, 383 モル) は、90 分間、強力な攪拌によって 220 の油浴中で高真空下で乾燥された。カルバゾール (以前にトルエンから 20.9 g, 125 モル再結晶化されたもの) 及びトリス (4 - プロモフェニル) アミン (20.1 g, 47 モル) が加えられ、10 分間、高真空中に保持された。無水トルエン (175 cm³) が加えられ、10 分間、高真空中で脱ガスされた。パラジウムアセテート (280 mg, 1.25 モル) 及びトリス - t - ブチルホスフィン (750 mg, 3.71 モル) が加えられ、反応混合物が 10 分間、真空中で脱ガスされ、冷却される前に 18 時間窒素中で還流された。TLC 分析値は未反応材料を示したので、無水トルエン (100 cm³) が加えられ、反応混合物はさらに 4 時間還流され、次いで冷却された。反応混合物はヘキサン (500 ml) で希釈され、反応混合物は室温でさらに 1 時間攪拌され、反応混合物はろ過された。残留物は、ヘキサン (3 × 200 ml)、水 (5 × 200 ml) 及びヘキサン (3 × 200 ml) で洗浄された。残留物は、トルエンから 2 回再結晶化され、融点 298 ~ 299 を有する白い固体 4, 4', 4'' - トリス (カルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (20) (25.8 g, 74 %) が得られた。

【0059】

4, 4', 4'' - トリス (3 - フォルミルカルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (21) の合成

フォスフォラスオキシクロライド (11.5 ml, 19.0 g, 115 mmol) が N, N - ジメチルホルムアミド (4.78 ml, 4.51 g, 61.7 mmol) 及び 4, 4', 4'' - トリス (カルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (TCTA) (20) (7.26 g, 9.81 mmol) の攪拌混合物に滴下され、残りの混合物が 5 分間室温で攪拌され、次いで 90 で 5 日間加熱された。反応混合物は水 (800 ml) 中に注がれ、生成物を含むフラスコは、材料を粉々にするために超音波浴中に 3 時間置かれた。混合物は 2 時間攪拌され、次いでろ過された。残留物は水 (500 ml) で洗浄され、次いでヘキサン (500 ml) で洗浄され、ポンプで 2 時間乾燥された。茶色の固体の粗生成物は、アセトン (3 × 400 ml) と共に還流器中で加熱され、室温まで冷却され、ろ

過された。生成物である 4, 4', 4'' - トリス (3 - フォルミルカルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (21) (6.09 g, 75%) が融点 225 - 227 (dec) を有する薄茶色の固体として得られた。

実測値: C, ; H, ; N, 計算値 $C_{57}H_{36}N_4O_3$: C, 82.99; H, 4.40; N, 6.79.

1H n.m.r.: (300 MHz, $CDCl_3$): (ppm) 7.36-7.57, m, 24 H, 芳香族 H; 9.97, d, 3H, J 9.10 Hz, 芳香族 H; 8.21, d, 3H, J 6.75 Hz, 芳香族 H; 8.66, s, 3H, 芳香族 H; 10.10, s, 3H, CHO. $\epsilon_{max}(CH_2Cl_2)$: 233 nm ($82144/Lmol^{-1}cm^{-1}$), 291 (74701), 332 (56562).

バンドギャップ: 3.31 eV. FTIR (固体): 3048, 2716, 1685, 1593, 1505, 1311, 1232, 1185, 808, 766, 741, 728 cm^{-1} .

10

【0060】

4, 4', 4'' - トリス (3 - ビニルカルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (22) の合成

乾燥 THF (20 ml) が、窒素雰囲気下、メチルトリフェニルフォスフォニウムブロミド (10.5 g, 29.3 mmol) 及びカリウム - t - ブトキシド (3.28 g, 29.2 mmol) の脱酸素混合物に加えられ、得られた混合物は室温で 15 分間攪拌された。トリアルデヒド 21 (5.37 g, 6.51 mmol) が窒素雰囲気下に加えられ、反応混合物はさらに 2 時間室温で攪拌された。反応が完結すると (溶離液としてジクロロメタンを用いたシリカ上の TLC)、減圧下で溶媒は除去され、ジクロロメタン中で中止された。ジクロロメタン中の粗生成物は 50% ジクロロメタン / ヘキサンを溶離液としてシリカプラグを通したクロマトグラフィーによりさらに純化された。色々な溶媒を用いた生成物 22 の再結晶化が試みられたが成功しなかった。生成物は 50% ジクロロメタン / ヘキサンを溶離液として用いてシリカ上のクロマトグラフィーによりさらに純化された。4, 4', 4'' - トリス (3 - ビニルカルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (22) (4.11 g, 77%) が融点 226 - 228 を有する薄黄色の固体として得られた。

20

実測値: C, 87.70; H, 4.93; N, 6.47. 計算値 $C_{60}H_{42}N_4$: C, 87.99; H, 5.17; N, 6.84.

1H n.m.r. ($CDCl_3$): (ppm) 5.22, dd, 3 H, ビニル H, J_{cis} 10.83, J_{gem} 0.88 Hz: 5.79, dd, 3H, J_{trans} 17.56, J_{gem} 0.88 Hz; 6.92, dd, 3H, ビニル H, J_{trans} 17.56, J_{cis} 10.83 Hz; 7.30, td, 3H, 芳香族 H, J 7.90, J 1.17 Hz; 7.41-7.58, m, 24 H, 芳香族 H; 8.12-8.17, m, 6H, 芳香族 H. $\epsilon_{max}(CH_2Cl_2)$: 248 nm ($119504/Lmol^{-1}cm^{-1}$), 284 (102668), 328 (66573). バンドギャップ: 3.40 eV. FT-IR (固体): 3043, 1625, 1599, 1505, 1457, 1311, 1227, 885, 808, 745 cm^{-1} . PL (溶液): 393 nm. CIE色調 ($x = 0.165$, $y = 0.044$).

30

【0061】

4, 4', 4'' - トリス [3 - (2 - アセチルチオ - 1 - エチル) カルバゾール - 9 - イル] トリフェニルアミン (23) の合成

チオラセチック酸が使用する前に蒸留によって純化された。チオラセチック酸 (5 ml) は、氷中で冷却されたトリビニル誘導体 (22) (1.60 g, 1.95 mmol) に加えられた。反応混合物は室温まで暖められ、AIBN (数 mg) が加えられた。得られた混合物は還流器中で 1 時間加熱された (DCM を溶離液として用いて、TLC により反応が完了するまで。過剰なチオール酸が減圧下で除去され、生成物がジクロロメタンの最小量中に溶解した。粗生成物は、ジクロロメタンを使用してシリカ上のクロマトグラフィーにより純化された。生成物は黄色の薄膜として得られた。生成物を再結晶化する試みがなされたが成功しなかった。生成物は上記条件を使用してクロマトグラフィーによりもう一度純化された。4, 4', 4'' - トリス [3 - (2 - セチルチオ - 1 - エチル) カルバゾール - 9 - イル] トリフェニルアミン (23) が融点 128 - 130 を有する黄色の固体として得られた。

40

実測値: C, 71.67; H, 4.79; N, 4.81. 計算値 $C_{66}H_{54}N_4O_3S_3$: C, 75.69; H, 5.20; N, 5.35. 計算値 $C_{66}H_{54}N_4O_3S_3$ (1 mol DCM): C, 71.07; H, 4.98; N, 4.95. 1H n.m.r. (CDC

50

I_3): (ppm) 2.36, s, 9H, CH_3 ; 3.08, t, 6H, CH_2S , J 8.25 Hz; 3.23, t, 6H, CH_2 , J 8.25 Hz; 7.25-7.33, m, 3H, 芳香族 H; 7.39-7.59, m, 21 H, 芳香族 H; 7.98, d, 3H, 芳香族 H, J_{meta} 1.10 Hz; 8.13, d, 3H, 芳香族 H, J_{ortho} 7.07 Hz. $\max(CH_2Cl_2)$: 240 nm ($109\ 958 / Lmol^{-1}cm^{-1}$), 297 (52 652), 328 (43 308). バンドギャップ: 3.45 eV. FT-IR (固体): 3043, 2924, 1684, 1601, 1505, 1484, 1456, 1311, 1271, 1230, 1128, 1104, 944, $745cm^{-1}$.

【0062】

4, 4', 4'' - トリス [3 - (2 - チオ - 1 - エチル) カルバゾール - 9 - イル] トリフェニルアミン (24) の合成

トリチオエステルが THF (20 ml) に溶解され、水 (20 ml) 中の水酸化カリウム (1.28 g, 320 mmol) 溶液に加えられた。得られた混合物は、還流器中で 2 時間加熱された。反応混合物は室温まで冷却され、HCl (0.1 M) の希釈溶液で pH 6 に酸性化された。生成物は、ジクロロメタン (3 × 40 ml) に抽出され、有機相は水 (100 ml) と塩水 (50 ml) で洗浄され、乾燥され ($MgSO_4$)、ろ過された。ろ過物は乾燥されるまで蒸発され、白い固体として粗生成物が得られた。粗生成物は、溶離液としてジクロロメタンを用いてシリカ上のクロマトグラフィーにより純化された。得られた 4, 4', 4'' - トリス [3 - (2 - チオ - 1 - エチル) カルバゾール - 9 - イル] トリフェニルアミン (24) 生成物は、融点 185 - 188 を有する白い固体 (528 mg, 53%) であった。

実測値: C, 76.72; H, 5.37; N, 5.96. 計算値 $C_{60}H_{48}N_4S_3$: C, 78.22; H, 5.25; N, 6.08. 計算値 $C_{60}H_{48}N_4S_3$ (1 mol H_2O): C, 76.72; H, 5.37; N, 5.96). 1H n.m.r. ($CDCl_3$, 300 MHz): (ppm) 1.45, s, 3H, SH J 7.70 Hz; 2.91, q, 6H, CH_2S , J 7.70 Hz; 3.16, t, 6H, CH_2 , J 7.42 Hz; 7.22-7.34, m, 3H, 芳香族 H; 7.36-7.60, m, 21 H, 芳香族 H; 7.97, d, 3H, 芳香族 H, J_{meta} 1.10 Hz; 8.13, d, 3H, 芳香族 H, J_{ortho} 7.07 Hz. $\max(CH_2Cl_2)$: 245 nm ($100\ 508 / Lmol^{-1}cm^{-1}$), 298 (57 145), 330 (48 854). Band gap: 3.44 eV. FT-IR (solid): 3043, 2963, 2926, 2556, 1601, 1505, 1484, 1456, 1310, 1262, 1229, 1103, 1064, 1014, 802, 769, 742, $726\ cm^{-1}$.

【0063】

4, 4', 4'' - トリス [3 - (2 - チオ - 1 - エチル) カルバゾール - 9 - イル] トリフェニルアミン (24) 及び 4, 4', 4'' - トリス (3 - ビニルカルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (22) からの燐光発光体がドーブされた光架橋 OLED の合成

$Ir(ppy)_3$ (8 wt%) (3.4 mg)、4, 4', 4'' - トリス [3 - (2 - チオ - 1 - エチル) カルバゾール - 9 - イル] トリフェニルアミン (24) (19.3 mg) 及び 4, 4', 4'' - トリス (3 - ビニルカルバゾール - 9 - イル) トリフェニルアミン (22) (19.3 mg) が総濃度 7 mg / ml で純粋なクロロホルム中に溶解した。溶液は、ITO コートガラス基板上にスピンコートされた (市販の洗剤及び DI 水の洗浄によって事前に洗浄された)。スピンコートの前に、乾燥 ITO 被覆ガラスが Emit ech K1050X プラズマユニット中でプラズマ処理された。全時間 30 秒、加速度 500 r / s で、2000 rpm によって、溶液が ITO 基体にスピンコートされ、厚さ約 50 nm の発光有機層を得た。薄膜は、Hanovir UVA 250 W UV 源を用いて、窒素 (N_2) ガス下で光重合された。薄膜は、5 " × 5 " ガラス光マスク (カットオフ 360 nm) を通して 6 分間露光され、15 × 20 mm の長方形の露光部分が得られた。この部分の ITO アノード及びアルミニウムカソードの蒸着による積層は、4 × 5 mm 長の 6 画素からなるアクティブ領域を決める。光重合された薄膜は、純トルエンにより洗浄されながら現像され、乾燥窒素流中で乾燥され、ETL / HBL 及び表面電極の蒸発による OLED の完成のために蒸着器 (KJ Lesker) に移送された。TPBI の真空蒸着によって ETL / HBL (50 nm) を形成した。LiF (1.2 nm) 及びアルミニウム (100 - 150 nm) の真空蒸着によってカソードを形成した。

【0064】

装置特性

0.9 cd/A (@ 103.5 cd/m²)、0.281 m/W (@ 10.2 V)、ターンオン電圧 (ToV) 6.0 V

Max EQE 1.0 cd/A (@ 40 cd/m², 0.361 m/W, 8.6 V)

Max PE 0.421 m/W (@ 7.5 cd/m², 0.94 cd/A, 7.1 V)

CIE 色調 X = 0.34, y = 0.59

【0065】

EL 発光波帯が図3に示されている。

【0066】

図4は、UV露光前後、すなわち、光重合前後の材料のスピンコート薄膜のPL発光波帯を示す。薄膜は、10wt%のIr(pppy)₃を含む溶液、並びに、4,4',4''-トリス[3-(2-チオ-1-エチル)カルバゾール-9-イル]トリフェニルアミン(24)及び4,4',4''-トリス(3-ビニルカルバゾール-9-イル)トリフェニルアミン(22)が1:1を含む溶液から薄膜が製造された。前述のように、光重合が実施された。

10

【0067】

材料の合成

テトラアリアルペンタエリトリール(NME1)の合成

文献に示されるように、プロセスが実行された。

Nouguier R, Mchich M, j. Org. Chem. 1985, 50, (3296-3298)

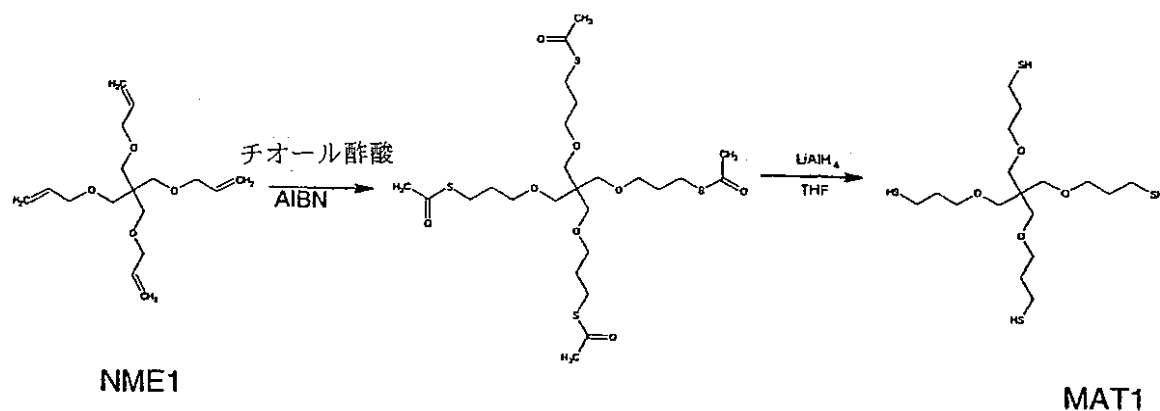
20

【0068】

テトラチオプロピルペンタエリトリール(MAT1)の合成

材料NME1から始める2段階合成

【化12】



30

【0069】

i) テトラチオアセチルプロピルペンタエリトリールの合成

テトラアリアルペンタエリトリールの2.0 g (6.74 mmol)が攪拌器の取り付けられた10 mlの円形底のフラスコに加えられた。試薬は、新鮮に蒸留されたチオ酢酸4.11 g (53.98 mmol)が1 ml部分に加えられた氷浴上で冷却された。添加が終了した後、AIBNの5 mgが15分間攪拌されて加えられた。AIBNが溶解したとき、反応混合物は60℃で12時間加熱され、次いでTLCが行われた。反応生成物はシリカ上のジクロロメタン(DCM)中に0.05のR_f及びエタノール中に0.9のR_fを有している。過剰のチオ酢酸が真空中の反応混合物から除去され、残留物がDCMの最小容量の短いシリカカラムに適用された。カラムは、DCM 500 mlで溶離され、次いでエタノール500 mlで溶離された。エタノールの分級物は回収され、溶媒は除去された。テトラチオアセチルプロピルペンタエリトリール2.9 gが薄黄色の油として分離された。

40

生成物 71.5%

50

^1H NMR (CDCl_3) ppm :

3.41 (3重項、8H)、3.34 (1重項、8H)、2.92 (3重項、8H)、
2.32 (1重項、12H)、1.80 (5重項、8H)

I. R (cm^{-1}) :

2866.28、1686.37、1353.64、1098.61、952.97

【0070】

i i) テトラチオプロピルペンタエリトリール

テトラチオアセチルプロピルペンタエリトリールの1.8g (2.99mmol) が
100mlの円形底フラスコ中の非水性THFの10mlに加えられ、混合物は攪拌しな
がら脱ガスされた。反応容器は窒素で充填され、THF中の1.00Mの LiAlH_4 1
2.3mlが滴下された。反応は、室温で18時間攪拌され、TLC (DCMを溶媒とし
て) によって監視された。反応が完結すると、混合物は0.1MのHClによってpH3
まで酸性化されて、50mlsのDCMが加えられた。有機相が回収され、水溶相が2×
50mlのDCMによって抽出された。有機相が結合され、4×100mlの塩水及び2
×50mlの水で抽出された。有機相は硫酸ナトリウム上で乾燥され、ろ過され、溶媒が
除去された。生成物は、0.92gの薄黄色の油として分離された。

【0071】

生成物 71.2%

生成物は、Kugelrohr機器上で蒸留され、流動性の無色の油、B.P. 230
@ 10^{-4} mbar が生成した。

^1H NMR (CDCl_3) ppm : 3.47 (3重項、8H) 3.34 (1重項、8H)
2.60 (1重項、8H) 1.84 (5重項、8H) 1.38 (1重項、4H)

I. R (cm^{-1}) : 2864.30、1368.40、1100.51

【0072】

4, 4' - ビス (3 - (アリーロキシメチル) カルバゾール - 9 - イル) (10) の合成

図2におけるスキーム参照。

【0073】

i) 4, 4' - ビス (カルバゾール - 9 - イル) ビフェニル (10a) の合成

トルエン (88ml) 中のフォスフォラス - t - ブチルホスフィン (880mg, 4.
35mmol) が窒素雰囲気下で、トルエン (50ml) 中のカルバゾール (11.9g
, 71.0mmol)、4, 4' - ジプロモビフェニル (10.0g, 32.11mmol)、
ナトリウム t - ブトキシド (23.2g, 241mmol) 及びパラジウムアセテ
ート (324g, 1.34mmol) に加えられ、得られた混合物は窒素雰囲気中の還流
器で10日間加熱された。反応混合物は室温まで冷却され、より多量のトルエン (200
ml) で希釈された。反応混合物はナトリウム塩を除去するためにろ過され、ろ過物は全
ての生成物の痕跡が除去された。ろ過物は、乾燥するまで濃縮されて、薄茶色の固体とし
て粗生成物が得られた。粗生成物は、ジクロロメタンを溶離液として用いたシリカ上のク
ロマトグラフィーによって最初に純化され、トルエンから再結晶化された。材料は、次い
で10 - 6mmHg、280 - 281 で昇華し、融点280 - 281 (lit. 融点
281) を有する灰色の固体として、4, 4' - ビス (カルバゾール - 9 - イル) ビフ
ェニルが得られた。

【0074】

i i) 4, 4' - ビス (3 - フォルミルカルバゾール - 9 - イル) ビフェニル (10b) の合成

フォスフォラスオキシクロライド (13ml, 21.5g, 140mmol) が、N,
N - ジメチルホルムアミド (5.40ml, 5.10g, 69.7mmol) 及び4, 4'
- ビス (カルバゾール - 9 - イル) ビフェニル (7.72g, 16.0mmol) の攪
拌混合物に滴下され、得られた混合物は室温で5分間保持され、次いで90 で24時間
加熱された。(nb 反応混合物は、5%エタノール/ジクロロメタンを溶離液としてTLC

Cが行われた)反応混合物は、水(800 ml)に注がれ、このビーカーは、材料を粉碎するために2時間超音波浴に保持された。混合物はさらに2時間攪拌され、ろ過された。残留物は水及びヘキサンで洗浄され、ポンプで2時間乾燥された。茶色の固体である粗生成物は、多くの有機溶媒に不溶性であった。4, 4'-ビス(3-フォルミルカルバゾール-9-イル)ピフェニル(7.92 g, 87%)が、融点295 (dec)を有して得られた。

実測値: C, 81.74; H, 4.71; 及び N, 4.45. $C_{38}H_{28}N_2O_2 \cdot (CH_3)_2CO$ 理論値 C, 82.25; H, 5.05; N, 4.68 (%). 1H n.m.r. (300 MHz, Me_6SO): 10.09 (2 H, s, CHO); 8.88 (2 H, d, J 0.88 Hz, 芳香族H); 8.41 (2 H, d, J 7.61 Hz, 芳香族H); 8.41 (4 H, d, J 8.49 Hz, 芳香族H); 8.00 (2 H, dd, J 8.49, 1.46 Hz, 芳香族H); 7.83 (4 H, d, J 8.49 Hz, 芳香族H); 7.38-7.61 (8 H, m, 芳香族H). $\lambda_{max}(CH_2Cl_2)$: 215 nm (ϵ / $Lmol^{-1}cm^{-1}$ 9163), 241 (68 488), 272 (65 928), 294 (67 194) 328 (42 620). FT-IR (solid): 3045, 2825, 2730, 1682, 1623, 1591, 1505, 1456, 1438, 1365, 1319, 1275, 1230, 1180, 802, 745 cm^{-1} .

10

【0075】

iii) 4, 4'-ビス(3-(ヒドロキシメチル)カルバゾール-9-イル)ピフェニル(10c)の合成

ナトリウムホウ化水素(2.40 g, 63.4 mmol)がTHF(1.2 L)中の4, 4'-ビス(3-フォルミルカルバゾール-9-イル)ピフェニル(3.42 g, 6.33 mmol)に加えられ、得られた懸濁液は、室温で24時間攪拌された。(反応は、5%エタノール/ジクロロメタンを溶離液としてTLCが行われた)反応が完成すると、混合物は水(400 ml)にゆっくりと注がれ、混合物はさらに30分間室温で攪拌されて残された。混合物は、塩酸(5 M)でpH 1まで酸性化された。生成物はジクロロメタン(3 x 300 ml)で抽出された。結合した有機相は、水(400 ml)及び塩水(400 ml)で洗浄され、乾燥され($MgSO_4$)、ろ過され、ろ過物は乾燥するまで蒸発された。粗生成物は、50%THF/トルエンを溶離液として用いて、シリカ上のクロマトグラフィーにより純化された。生成物はエタノールから再結晶化されて、融点268の薄黄色の固体として、4, 4'-ビス(3-(ヒドロキシメチル)カルバゾール-9-イル)が得られた。

20

実測値: C, 82.51; H, 4.64; 及び N, 4.86. $C_{38}H_{28}N_2O_2 \cdot EtOH$ 理論値 C, 81.33; H, 5.80; N, 4.74 (%). 1H n.m.r. (300 MHz, Me_6SO): 8.23 (2 H, d, J 7.61 Hz, 芳香族H); 8.18 (2 H, s, 芳香族H); 8.06 (4 H, d, J 8.19 Hz, 芳香族H); 7.75 (4 H, J 8.19 Hz, 芳香族H); 7.38-7.50 (8 H, m, 芳香族H), 7.29 (2 H, m, 芳香族H); 5.25 (2H, t, J 5.58 Hz, OH); 4.68 (4H, d, J 5.56 Hz, CH_2). $\lambda_{max}(CH_2Cl_2)$: 216 nm (ϵ / $Lmol^{-1}cm^{-1}$ 177 455), 240 (57 873), 271 (56 595), 294 (55 330) 329 (37 758). FTIR (solid): 3343, 1604, 1500, 1485, 1455, 1362, 1330, 1230, 803, 745 cm^{-1} .

30

【0076】

iv) 4, 4'-ビス(3-(アリーロキシメチル)カルバゾール-9-イル)(10)の合成

DMSOはカルシウムハイドライド上で乾燥され、真空下で蒸留され、分子篩上で貯蔵された。水酸化カリウム(2.07 g, 36.9 mmol)がDMSO(20 ml)に加えられ、室温で15分間窒素雰囲気下で攪拌された。DMSO(20 ml)中のジオール(2.39 g, 4.39 mmol)が加えられ、アリールブロミド(2 ml, 2.80 g, 21.7 mmol)が加えられ、得られた混合物は、窒素雰囲気下で一晩攪拌された。反応混合物は水(200 ml)に注がれ、生成物はジクロロメタン(3 x 50 ml)中に抽出された。有機相が結合され、水(5 x 150 ml)、塩水(200 ml)で洗浄され、硫酸マグネシウム上で乾燥された。混合物はろ過され、ろ過物は乾燥するまで蒸発された。材料は、ジクロロメタンを溶離液として用いてシリカ上のクロマトグラフィーにより純化された。関連の分級物が結合され、溶媒は、減圧下で除去された。生成物はジクロロメタン及びヘキサンから粉碎され、融点118 - 120 を有する黄色の固体として生成

40

50

物が得られた。

実測値：C, 82.51; H, 4.64; 及び N, 4.86. $C_{38}H_{28}N_2O_2 \cdot EtOH$ 理論値 C, 81.33; H, 5.80; N, 4.74 (%). $^1Hn.m.r.$ (300 MHz, Me_2SO): 8.13-8.20 (4 H, m, 芳香族H); 7.87-7.93 (4 H, m, 芳香族H); 7.65-7.72 (4 H, m, 芳香族H); 7.40-7.65 (8 H, 芳香族H); 7.27-7.35 (2 H, m, 芳香族H); 5.93-6.09, (2H, m, CH=CH), 5.30-5.39 (2H, m, CH=CH); 5.20-5.29 (2H, m, CH=CH); 4.74 (4H, s, CH_2); (8H, m, $CH_2-CH=CH_2$). $\max(CH_2Cl_2)$: 241 nm ($\epsilon / Lmol^{-1}cm^{-1}$ 88 506), 296 (40 331), 319 (29657). FT-IR (固体): 3047, 2852, 1604, 1500, 1455, 1359, 1331, 1230, 1074, 915, 807, $759cm^{-1}$.

【0077】

OLED装置の製造とその結果

チオールとエンの異なる組合せを用いてOLED装置が製造された。次の実施例において、チオールは化合物24及びMAT1であり、エンは化合物10、22及びNME1である。表1及び2は使用された特別の組合せを示す。装置を製造するためのプロセスは次のとおりである。

【0078】

$Ir(pppy)_3$ (8wt%)、チオール及びエンが総濃度5 - 7mg/mlで純粋なクロロホルム中に溶解された。溶液はITO被覆ガラス上にスピンコートされた(事前に、市販の洗剤による超音波及びDI水によって洗浄された。)スピンコートの前に、乾燥したITO被覆ガラスがEmitech K1050X プラズマ装置において、プラズマ処理された(プロセスガス酸素、100W, 2分)。溶液は、30秒間で加速度500 /rs、2000rpmでITO基板にスピンコートされ、厚さ約50nmの有機発光層が得られた。薄膜は、Hanovir UVA 250WのUV源を用いて窒素ガス雰囲気(N_2)下で光重合された。薄膜は、5"×5"ガラスフォトマスク(カットオフ360nm)を通して6 - 8分間照射され、長方形の露光部15×20mmを得た。ITOアノード及び蒸着アルミニウムカソードによる積層部は、4×5mm長の6画素からなるアクティブ領域を規定する。光重合薄膜は、純粋トルエンで洗浄することにより現像され、窒素ガス流中で乾燥され、ELT/HBL及び表面電極の蒸着によってOLEDを完成するために蒸着器(KJL esker)に移送された。TPBIの真空蒸着によってETL/HBL(50nm)を形成した。LiF(1.2nm)及びアルミニウム(100 - 150nm)の真空蒸着によりカソードを形成した。

【0079】

装置の結果は、表1及び2に示された。

【0080】

表1は、100cd/m²輝度の装置特性を示す。

【表1】

装置	チオール	エン	重量 (mg) 比	100 cd/m ²		
				EQE (cd/A)	PE (lm/W)	Op. V (V)
1	24	22	9.4 : 10.3 : 1.3	0.90	0.28	10.2
2	24	NME1	7.8 : 1.9 : 0.8	2.02	1.01	6.3
3	MAT1	10	1.8 : 8.0 : 0.8	9.95	3.12	10.0
4	MAT1	10	1.8 : 8.0 : 0.8	8.22	3.49	7.4

【0081】

表2は、各装置の最大特性を示す。

10

20

30

40

【表 2】

装 置	チオ ール	エン	最大 EQE (cd/A)	色. L (cd/m ²)	最大 PE (lm/W)	Corr. L (cd/m ²)	ToV (V)	Max L (@V) (cd/m ²)	CIE x, y
1	24	22	1.0	40	0.42	7.5	6.0	256 (15.0)	0.34, 0.59
2	24	NME1	2.03	75.9	1.05	62.7	4.8	277 (8.0)	0.33, 0.53
3	MAT1	10	-	-	-	-	6.8	265 (15.0)	0.32, 0.61
4	MAT1	10	-	-	-	-	5.2	911 (10.0)	0.33, 0.61

10

【0082】

装置 1 は、 $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ がドーブされた電荷輸送チオール (24) 及び電荷輸送エン (22) の組合せ例である。

20

【0083】

装置 2 は、 $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ がドーブされた電荷輸送チオール (24) 及びテトラ - 官能不電荷輸送エン (NME1) の組合せ例である。

【0084】

装置 3 及び 4 は、 $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ がドーブされた不電荷輸送テトラ - 官能チオール (MAT1) 及び電荷輸送エン (10) の組合せ例である。

【0085】

液体モノマー MAT1 を含む薄膜は、すぐにキュアされ、最大に効率のよい装置を製造する。液体モノマー及び固体モノマーを含む薄膜は、両モノマーが固体のものより早くキュアされる。したがって、液体 / 固体モノマーの組合せを使用するのが有利である。これらの組合せの全ては、組成物に対して別の開始剤を加えることなしにキュアされる。

30

【図面の簡単な説明】

【0086】

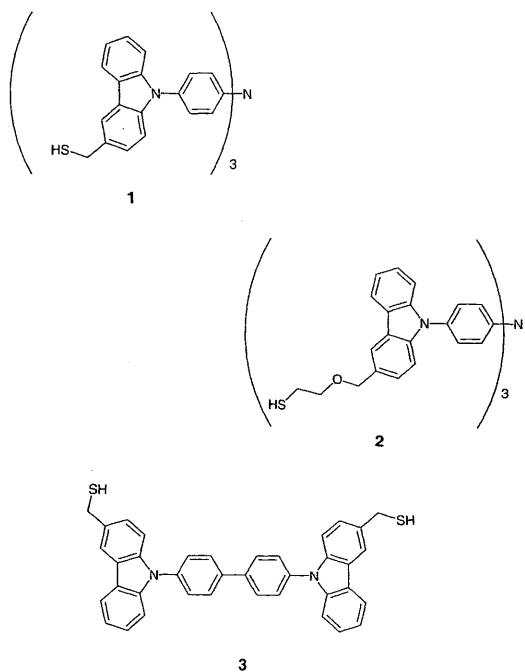
【図 1】電荷輸送チオールの例を示す。

【図 2】電荷輸送エンの例を示す。

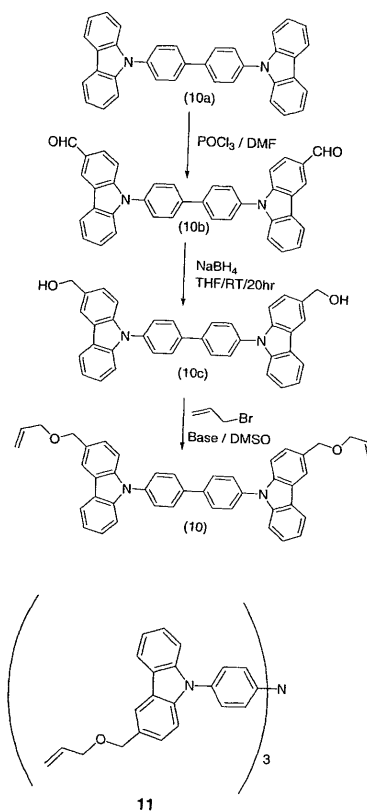
【図 3】例 1 の装置電子冷光放射発光波帯を示す。

【図 4】UV (例 1) 露光前後の $\text{Ir}(\text{ppy})_3$ がドーブされたチオールとエンの薄膜からの光冷光放射波帯を示す。

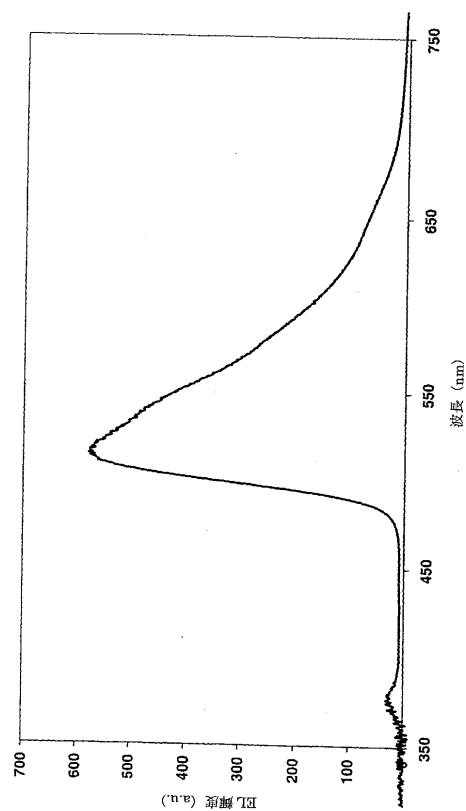
【図 1】



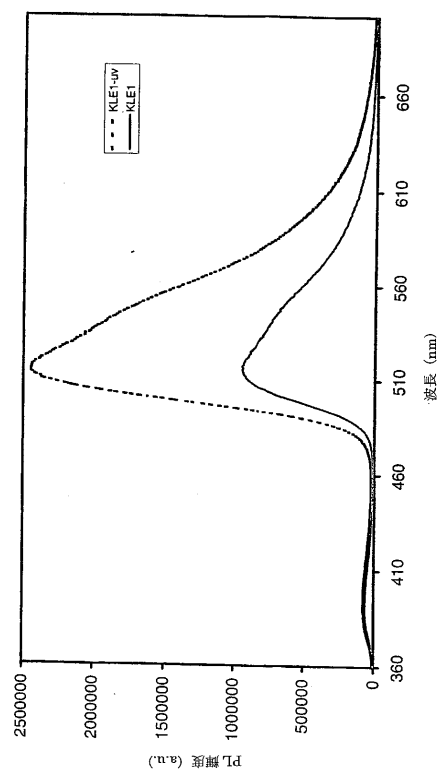
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/GB 03/00899

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
IPC 7	C09K11/06	H05B33/12 H05B33/14 H05B33/22 H05B33/26 C08G75/04
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
IPC 7 C09K H05B C08G		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
EPO-Internal, WPI Data, PAJ, INSPEC		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	EP 0 492 953 A (LOCTITE CORP) 1 July 1992 (1992-07-01) page 3; claims 1-12	1-3, 16-18 4-15, 19-25
X A	I.H.CAMPBELL, J.D.KRESS, R.L.MARTIN, D.L.SMITH: "Controlling charge injection in organic electronic devices using self-assembled monolayers" APPL.PHYS.LETT., vol. 71, no. 24, 15 December 1997 (1997-12-15), pages 3528-3530, XP002220584 page 3528 -page 3529 -/-	1 2-25
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents: *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art *&* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
12 June 2003		20/06/2003
Name and address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Wengeler, H

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/GB 03/00899

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 0180, no. 77, 8 February 1994 (1994-02-08) & JP 05 290976 A (DENKI KAGAKU KOGYO KK), 5 November 1993 (1993-11-05)	1-8
A	abstract ---	9-25
X	US 5 100 929 A (GUGGENBERGER RAINER ET AL) 31 March 1992 (1992-03-31) column 4, line 27 -column 6, line 23; claims 1-12 -----	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

PCT/GB 03/00899

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0492953	A	01-07-1992	US 5167882 A	01-12-1992
			CA 2058224 A1	22-06-1992
			EP 0492953 A1	01-07-1992
			JP 5011449 A	22-01-1993
			KR 9407787 B1	25-08-1994
			US 5399624 A	21-03-1995
			US 5459175 A	17-10-1995
			US 5371181 A	06-12-1994
			US 5558937 A	24-09-1996
			BR 9105554 A	01-09-1992
			BR 9200323 A	13-10-1992
			CA 2060521 A1	06-08-1992
			DE 69202164 D1	01-06-1995
			DE 69202164 T2	23-11-1995
			EP 0498618 A1	12-08-1992
			ES 2072092 T3	01-07-1995
			HK 1005473 A1	08-01-1999
			JP 5155987 A	22-06-1993
			KR 215272 B1	16-08-1999
			US 5208281 A	04-05-1993
JP 05290976	A	05-11-1993	NONE	
US 5100929	A	31-03-1992	DE 3837569 A1	10-05-1990
			AT 87198 T	15-04-1993
			CA 2001045 A1	04-05-1990
			DE 58903881 D1	29-04-1993
			EP 0366977 A2	09-05-1990
			ES 2054977 T3	16-08-1994
			JP 2178205 A	11-07-1990

フロントページの続き

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT, BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IT,LU,MC,NL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA, GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ, EC,EE,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,M W,MX,MZ,NO,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100114465

弁理士 北野 健

(72)発明者 アンドリュース, マーク, デイビッド

イギリス国 シービー3 0ティーエックス ケンブリッジシャイア ケンブリッジ, マディング
リー ロード, マディングリー ライズ, グリーンウィッチ ハウス, シーディーティー オック
スフォード リミテッド内

(72)発明者 ルック, カイ

イギリス国 シービー3 0ティーエックス ケンブリッジシャイア ケンブリッジ, マディング
リー ロード, マディングリー ライズ, グリーンウィッチ ハウス, シーディーティー オック
スフォード リミテッド内

(72)発明者 モスリー, アラン

イギリス国 シービー3 0ティーエックス ケンブリッジシャイア ケンブリッジ, マディング
リー ロード, マディングリー ライズ, グリーンウィッチ ハウス, シーディーティー オック
スフォード リミテッド内

(72)発明者 ステューデル, アネット, リガイン

イギリス国 シービー3 0ティーエックス ケンブリッジシャイア ケンブリッジ, マディング
リー ロード, マディングリー ライズ, グリーンウィッチ ハウス, シーディーティー オック
スフォード リミテッド内

F ターム(参考) 3K007 AB18 BA06 DB03 FA00 GA00

4J030 BA03 BA51 BB07 BC02 BC43 BF13 BF19 BG04 BG05 BG34

专利名称(译)	聚合物组合物和包括其的有机发光器件		
公开(公告)号	JP2005533873A	公开(公告)日	2005-11-10
申请号	JP2003574756	申请日	2003-03-03
[标]申请(专利权)人(译)	CDT牛津有限公司		
申请(专利权)人(译)	海迪茶牛津有限公司		
[标]发明人	アンドリューズマークデイビッド ルックカイ モスリーアラン ステューデルアネットリガイン		
发明人	アンドリューズ,マーク,デイビッド ルック,カイ モスリー,アラン ステューデル,アネット,リガイン		
IPC分类号	H01L51/50 C08G65/329 C08G75/04 C09K11/06 H01L51/00 H01L51/30 H05B33/14		
CPC分类号	H01L51/0061 C08G65/329 C08L2203/02 C09K11/06 C09K2211/1011 C09K2211/1014 C09K2211/1029 H01L51/0035 H01L51/004 H01L51/0071 H01L51/5012 H01L51/5048 Y10S428/917 Y10T428/31909		
FI分类号	C08G75/04 C09K11/06.680 C09K11/06.690 H05B33/14.A		
F-TERM分类号	3K007/AB18 3K007/BA06 3K007/DB03 3K007/FA00 3K007/GA00 4J030/BA03 4J030/BA51 4J030/BB07 4J030/BC02 4J030/BC43 4J030/BF13 4J030/BF19 4J030/BG04 4J030/BG05 4J030/BG34		
代理人(译)	森田浩二 田中玲子 北野 健		
优先权	2002005592 2002-03-09 GB 2002013902 2002-06-18 GB		
其他公开文献	JP4381821B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

一 硫醇材料和电荷输送层或活性不饱和碳被聚合以形成发光薄膜 - 薄膜组合物通过含有碳键的材料的混合物的聚合而形成的, 有机发光二极管 (OLED) 用作电荷输送材料或所述装置的发光层。另外, 作为制造通过以下步骤制造电荷输送和/或发光薄膜的OLED的方法, i) 具有本发明组合物的薄膜的气相沉积, ii) 选择性地掩蔽薄膜, , 更优选可见光或紫外光, iii) 除去留下预定图案的未照射的材料提供选择性的辐照薄膜去除。

