

(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2007-525023

(P2007-525023A)

(43) 公表日 平成19年8月30日(2007.8.30)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/22 B	3K107
H05B 33/22 (2006.01)	H05B 33/22 Z	
H05B 33/10 (2006.01)	H05B 33/14 A	
C09K 11/06 (2006.01)	H05B 33/10	
	C09K 11/06 690	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 20 頁)		

(21) 出願番号 特願2006-549322 (P2006-549322)
 (86) (22) 出願日 平成16年12月28日 (2004.12.28)
 (85) 翻訳文提出日 平成18年9月11日 (2006.9.11)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2004/043795
 (87) 国際公開番号 W02005/071772
 (87) 国際公開日 平成17年8月4日 (2005.8.4)
 (31) 優先権主張番号 10/756,663
 (32) 優先日 平成16年1月13日 (2004.1.13)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

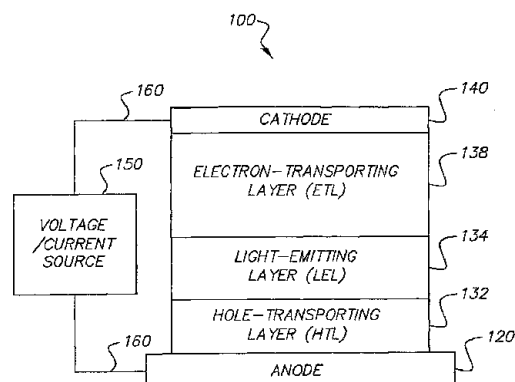
(71) 出願人 590000846
 イーストマン コダック カンパニー
 アメリカ合衆国, ニューヨーク14650
 , ロチェスター, ステイト ストリート3
 43
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100128495
 弁理士 出野 知

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機電場発光デバイスにおける結晶化抑制材料の使用

(57) 【要約】

有機電場発光デバイスは、アノードと、アノードの上に配置された正孔輸送層と、正孔輸送層の上に配置され、正孔 - 電子の再結合に応答して光を生じる発光層と、発光層の上に配置された電子輸送層とを含む。また、デバイスは電子輸送層中に組み込まれた、電子輸送層が動作中結晶化するのを防止する結晶化抑制材料と、電子輸送層の上に配置されたカソードとを含む。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

有機電場発光デバイスであって、

a) アノードと、

b) 前記アノードの上に配置された正孔輸送層と、

c) 前記正孔輸送層の上に配置され、正孔 - 電子の再結合に応答して光を生じる発光層と、

d) 前記発光層の上に配置された電子輸送層と、

e) 前記電子輸送層中に組み込まれた、前記電子輸送層が動作中結晶化するのを防止する結晶化抑制材料と、

f) 前記電子輸送層の上に配置されたカソードとを備える有機電場発光デバイス。

10

【請求項 2】

前記電子輸送層が 50 より高いガラス転移温度 (T_g) を有する、請求項 1 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 3】

前記結晶化抑制材料が、70 より高いガラス転移温度 (T_g) を有する有機材料を含む、請求項 1 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 4】

前記結晶化抑制材料が 1.5 eV より広い光エネルギーバンドギャップを有する、請求項 3 に記載の有機電場発光デバイス。

20

【請求項 5】

前記電子輸送層中の前記結晶化抑制材料の濃度が、前記電子輸送層の 10 体積パーセント ~ 60 体積パーセントの範囲内である、請求項 3 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 6】

前記電子輸送層中の前記結晶化抑制材料の濃度が、前記電子輸送層の 20 体積パーセント ~ 50 体積パーセントの範囲内である、請求項 3 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 7】

前記結晶化抑制材料が金属キレート化オキシノイド化合物を含む、請求項 3 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 8】

前記結晶化抑制材料がトリス (8 - ヒドロキシキノリン) アルミニウム (Alq) を含む、請求項 3 に記載の有機電場発光デバイス。

30

【請求項 9】

前記結晶化抑制材料がアントラセン誘導体を含む、請求項 3 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 10】

前記結晶化抑制材料が 2 - (1, 1 - ジメチルエチル) - 9, 10 - ビス (2 - ナフタレニル) アントラセン (TBADN) または 9, 10 - ジ - (2 - ナフチル) アントラセン (ADN) を含む、請求項 3 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 11】

前記結晶化抑制材料がブタジエン誘導体、複素環式蛍光増白剤、ベンザゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、ピリジンチアジアゾール、トリアジン、及びシロール誘導体を含む、請求項 3 に記載の有機電場発光デバイス。

40

【請求項 12】

前記結晶化抑制材料が、100 より高い融点を有する無機材料を含む、請求項 1 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 13】

前記電子輸送層中の前記電子輸送材料に対する前記結晶化抑制材料の分子比が 0.3 ~ 5 の範囲内である、請求項 12 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 14】

50

前記結晶化抑制材料が金属または金属化合物を含む、請求項 1 2 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 1 5】

前記電子輸送層が 4 , 7 - ジフェニル - 1 , 1 0 - フェナントロリン (B p h e n) 、 2 , 9 - ジメチル - 4 , 7 - ジフェニル - 1 , 1 0 - フェナントロリン (B C P) 、 または他のフェナントロリン誘導体を含む、請求項 1 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 1 6】

前記電子輸送層が 2 , 2 ' - (1 , 1 ' - ビフェニル) - 4 , 4 ' - ジイルビス (4 , 6 - (p - トリル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン) (T R A Z) を含む、請求項 1 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 1 7】

前記電子輸送層が、 L i 、 N a 、 K 、 R b 、または C s でドーブしたホスト電子輸送材料を含む、請求項 1 に記載の有機電場発光デバイス。

【請求項 1 8】

有機電場発光デバイスを製造する方法であって、

a) アノードと、前記アノードの上に配置された正孔輸送層と、前記正孔輸送層の上に配置され正孔 - 電子の再結合に応答して光を生じる発光層とを提供するステップと、

b) 前記発光層の上に配置された電子輸送層を提供するステップと、

c) 結晶化抑制材料と前記電子輸送材料との両方を同時蒸着することによって、前記電子輸送層中に組み込まれた、前記電子輸送層が動作中結晶化するのを防止する前記結晶化抑制材料を提供するステップと、

d) 前記電子輸送層の上に配置されたカソードを提供するステップとを含む方法。

【請求項 1 9】

a) アノードと、前記アノードの上に配置された正孔輸送層と、前記正孔輸送層の上に配置され正孔 - 電子の再結合に応答して光を生じる発光層とを提供するステップと、

b) 前記発光層の上に配置された電子輸送層と、前記電子輸送層中に組み込まれた、前記電子輸送層が動作中結晶化するのを防止する結晶化抑制材料とを提供するステップであって、前記電子輸送層が電子輸送材料と結晶化抑制材料との交互の層を形成することによって形成され、その際前記結晶化抑制材料が前記電子輸送材料中に拡散するステップと、

c) 前記電子輸送層の上に配置されたカソードを提供するステップとを含む方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機電場発光 (E L) デバイスの性能の改善に関する。より詳しく言うと、本発明は有機 E L デバイスにおける有機層の結晶化の抑制に関する。

【背景技術】

【0002】

有機電場発光 (E L) デバイスまたは有機発光デバイス (O L E D) は、印加された電位に応答して光を放射する電子デバイスである。O L E D の構造は、順に、アノードと、有機 E L 媒体と、カソードとを備える。アノードとカソードとの間に配置された有機 E L 媒体は一般に、有機正孔輸送層 (H T L) と有機電子輸送層 (E T L) とから構成される。正孔と電子は再結合し、H T L / E T L の境界面の近くの E T L 中で光を放射する。タン (T a n g) 他は、「有機電場発光ダイオード (“ O r g a n i c E l e c t r o l u m i n e s c e n t D i o d e s ”) 」、応用物理通信 (A p p l i e d P h y s i c s L e t t e r s) 、 5 1 、 9 1 3 (1 9 8 7) 及び同じ譲受人に譲受された米国特許第 4 , 7 6 9 , 2 9 2 号で、こうした層構造を使用した効率の高い O L E D を実証した。それ以来、代替層構造を有する非常に多くの O L E D が開示されている。例えば、安達 (A d a c h i) 他、「3 層構造を備えた有機膜における電場発光 (“ E l e c t r o l u m i n e s c e n c e i n O r g a n i c F i l m s w i t h T h r e e - L a y e r S t r u c t u r e ”) 」、日本応用物理学会紀要 (J a p a n e s e

10

20

30

40

50

Journal of Applied Physics)、27、L269(1988)、及びタン(Tang)他、「ドーブ有機薄膜の電場発光(“Electroluminescence of Doped Organic Thin Films”」、応用物理紀要(Journal of Applied Physics)、65、3610(1989)によって開示されたもののような、HTLとETLとの間の有機発光層(LEL)を含む3層OLEDが存在する。LELは一般に、ゲスト材料でドーブしたホスト材料からなる。さらに、デバイス中に正孔注入層(HIL)、及び/または電子注入層(EIL)、及び/または電子阻止層(EBL)、及び/または正孔阻止層(HBL)といった追加の機能層を含む他の多層OLEDが存在する。同時に、多くの様々な種類のEL材料も合成され、OLEDで使用されている。こうした新しい構造及び新しい材料によって、デバイスの性能はさらに改善した。 10

【0003】

OLEDでは、特にETLがデバイス中の結晶化を被るものの1つである場合、有機層の結晶化はデバイスの性能にとって有害である。デバイスの動作中、デバイス内部の温度(デバイス温度として定義する)がOLED中の有機層のガラス転移温度(Tg)より高い場合、有機層の膜構成はアモルファス状態から多結晶構成に変化する。この変化は膜の形態の変化の原因となるだけでなく、イオン化電位(Ip)及び/または電子エネルギーバンドギャップ(Eg)の原因となることもある。その結果、電氣的短絡が発生することがあり、キャリア注入が劣化することがあり、また輝度効率が低下することがある。従って、高Tg材料、特に高Tg電子輸送材料を選択することは、OLED用途の場合特に必要である。有機材料のTgは、示差走査測色法といった技術を使用して得ればよい。 20

【0004】

金属キレート化オキシノイド化合物の1つであるトリス(8-ヒドロキシキノリン)アルミニウム(Alq)は、タン(Tang)他が、「有機電場発光ダイオード(“Organic Electroluminescent Diodes”」、応用物理通信(Applied Physics Letters)、51、913(1987)で開示して以来、OLEDにおいて一般に使用される電子輸送材料であった。Alqは適度に高いTg(約172)を有する。この特性は、そのTgまでのデバイス温度ではOLEDの動作安定性を向上させる。しかし、Alqの電子移動度は期待されるほど良好ではない。OLEDの電子輸送特性を改善するため、他の金属キレート化オキシノイド化合物、 30
ブタジエン誘導体、複素環式蛍光増白剤、ベンザゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、ピリジンチアジアゾール、トリアジン、及び一部のシロール誘導体といったいくつかの他の電子輸送材料の使用を試みる努力がなされている。こうした材料の中では、4,7-ジフェニル-1,10-フェナントロリン(Bphen)が非常に高い電子移動度を有することが判明している。

【0005】

その高い電子移動度と適切なエネルギーバンド構造のため、OLEDのETLにおける電子輸送材料としてのBphenはカソードからLELに有効に電子を輸送でき、その結果高い発光効率と低い駆動電圧が得られる。残念ながら、Bphenは低いTg(約60)を有し、OLED中の真空蒸着されたアモルファスBphen層は、動作中多結晶層 40
に容易に変化することがあり、その結果輝度が突然低下したり駆動電圧が突然増大したりする。その動作寿命はデバイスが70で動作する場合20時間程度であり、OLEDにおけるこの材料の有効性を実質上最小化している。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

従って、本発明の目的は、OLEDにおけるTgの低いETLの結晶化を抑制することである。

【0007】

本発明の別の目的は、OLEDデバイスにおいて広範な電子輸送材料を実用化すること 50

である。

【課題を解決するための手段】

【0008】

これらの目的は、有機電場発光デバイスであって、

a) アノードと、

b) アノードの上に配置された正孔輸送層と、

c) 正孔輸送層の上に配置され、正孔 - 電子の再結合に応答して光を生じる発光層と、

d) 発光層の上に配置された電子輸送層と、

e) 電子輸送層中に組み込まれた、電子輸送層が動作中結晶化するのを防止する結晶化抑制材料と、

f) 電子輸送層の上に配置されたカソードとを備える有機電場発光デバイスによって達成される。

【発明の効果】

【0009】

本発明は、電子輸送層中の結晶化抑制材料を利用する。電子輸送材料中に結晶化抑制材料を組み込むことによって、その有効性を大幅に改善できることが発見された。この配置によって、ETLは電子輸送材料のT_gより高い温度でアモルファス膜構成を維持することができ、OLEDのEL性能を改善することができる。

【0010】

層の厚さといったデバイスの特徴的な寸法はマイクロメータ未満のものが多いため、図1の図面の縮尺は寸法精度より視覚化の容易さを考慮したものになっている。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

図1は、本発明に係るOLED100の断面図である。OLED100はアノード120とカソード140とを有し、その少なくとも1つは透明である。アノードとカソードとの間には少なくともHTL132、LEL134、及びETL138が配置される。このデバイスは導電体160を通じて外部で電圧/電流源150に接続される。

【0012】

本発明のデバイスの特徴は、デバイス中のETL138が電子輸送材料と結晶化抑制材料との両方を含むことである。結晶化抑制材料は、未使用の固体膜のT_gより高い温度といったある条件で膜の結晶化を防止できるように固体膜に組み込まれた材料として定義する。

【0013】

周知のように、いくつかの電子輸送材料は非常に良好な電子移動度を有し、場合によってはOLEDにおいて有用である。しかし、こうした材料は普通低い分子量と小さい分子の大きさを有するためT_gが低くなる。低T_g材料を含む固体薄膜は、高い温度、またはある種の電界下、またはある種の環境条件下では、アモルファスから多結晶に容易に変化することがある。膜の熱特性を改善する方法の1つは膜中の材料の分子構造を修正することである。しかし、代替的な方法として、本発明は膜中に結晶化抑制材料を組み込み、その熱特性を改善し、膜構成を安定化する。

【0014】

結晶化抑制材料として、材料は非常に良好な熱特性を有するべきである。従って、結晶化抑制材料は、T_gより高いT_gを有する有機材料から選択する。有機材料は電子輸送材料または正孔輸送材料でよい。好適には、結晶化抑制材料は電子輸送材料であるが、これは熱安定性を改善するだけでなくETLの同等の電子輸送特性を保持するからである。電子輸送材料に対する結晶化抑制材料の分子比が0.3より大きい場合、結晶化抑制材料のT_gまでの温度、また場合によっては結晶化抑制材料のT_gより高い温度でも、結晶化抑制材料は結晶化の過程を有効に停止することができる。実際の蒸着の観点からは、結晶化抑制材料が電子輸送材料である場合、電子輸送層中のその濃度は広い範囲を有してもよい。例えば、濃度は10体積パーセントから60体積パーセントまでの範囲でもよい。好

10

20

30

40

50

適には、電子輸送層中の結晶化抑制材料の濃度は20～50体積パーセントの範囲内である。

【0015】

結晶化抑制材料は、金属キレート化オキシノイド化合物、アントラセン誘導体、様々なブタジエン誘導体、様々な複素環式蛍光増白剤、ベンザゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、ピリジンチアジアゾール、トリアジン、及び一部のシロール誘導体を含むがこれらに制限されない。例えば、結晶化抑制材料は、トリス(8-ヒドロキシキノリン)アルミニウム(A1q)、2-(1,1-ジメチルエチル)-9,10-ビス(2-ナフタレニル)アントラセン(TBADN)、及び9,10-ジ-(2-ナフチル)アントラセン(ADN)を含む。

10

【0016】

結晶化抑制材料は、ETL中に組み込まれた後、重大な光吸収の原因になってはならない。従って、結晶化抑制材料は、1.5eVより広い光エネルギーバンドギャップを有する。好適には、結晶化抑制材料は電子輸送材料の光エネルギーバンドギャップより広い光エネルギーバンドギャップを有する。

【0017】

また、結晶化抑制材料は100より高い融点を有する無機材料から選択してもよい。無機材料は、当該材料がETL中に組み込まれた際にETL膜の結晶化を防止できるものである限り、任意の金属または金属化合物を含む。この場合、電子輸送材料に対する結晶化抑制材料の分子比は0.3～5の範囲内である。好適には、電子輸送材料に対する結晶化抑制材料の分子比は0.3～2の範囲内である。

20

【0018】

結晶化抑制材料は、結晶化抑制材料と電子輸送材料との両方を同時に蒸発させることによってETL中に組み込むことができる。また、「A」が電子輸送材料の副層を意味し「B」が結晶化抑制材料の副層を意味する時、望ましいETLの厚さに達するまでA/B/A/B/...Aという順序によるなどして電子輸送材料と結晶化抑制材料の副層を交互に形成することによって、結晶化抑制材料をETL中に組み込んでよい。蒸発中または蒸発後、これらの副層の間で相互拡散が起こる。従って、この方法を使用して結晶化抑制材料を実際にETL中に組み込むことができる。

【0019】

本発明のOLEDは通常支持基板上に提供され、そこではカソードまたはアノードの何れが基板に接触してもよい。基板に接触する電極を便宜上ボトム電極と呼ぶ。従来、ボトム電極はアノードであるが、本発明はその構成に制限されない。基板は、光放射の目指す方向に応じて光透過性又は不透明の何れでもよい。光透過特性は、基板を通じてEL放射を見るため望ましい。透明なガラスまたはプラスチックは一般にこうした場合に利用する。トップ電極を通じてEL放射を見る用途の場合、ボトム支持体の透過特性は重要でない。光透過性、光吸収性または光反射性でよい。この場合使用する基板は、ガラス、プラスチック、半導体材料、シリコン、セラミックス、及び回路基板材料を含むが、これらに制限されない。こうしたデバイス構成では、光透過性トップ電極を提供することが必要である。

30

40

【0020】

EL放射をアノード120を通じて見る場合、アノードは対象放射に対して透明または実質上透明であるべきである。本発明で使用する一般的な透明アノード材料はインジウム-スズ酸化物(ITO)、インジウム-亜鉛酸化物(IZO)及びスズ酸化物であるが、アルミニウムまたはインジウムでドーブした亜鉛酸化物、マグネシウム-インジウム酸化物、及びニッケル-タングステン酸化物を含むがこれらに制限されない他の金属酸化物も使用できる。こうした酸化物に加えて、窒化ガリウムのような金属窒化物、セレン化亜鉛のような金属セレン化物、及び硫化亜鉛のような金属硫化物をアノードとして使用してもよい。EL放射をカソード電極だけを通じて見る適用業務では、アノードの透過特性は重要でない。透明、不透明または反射性であるかにかかわらず、任意の導電性材料を使

50

用してよい。この適用業務のための導体の例は、金、イリジウム、モリブデン、パラジウム、及びプラチナを含むが、これらに制限されない。透過性または他の、通常のアノード材料は、 4.0 eV より高い仕事関数を有する。望ましいアノード材料は一般に、気化、スパッタリング、化学蒸着、または電気化学手段といった何らかの適切な方法によって蒸着する。アノードは周知のフォトリソグラフィ処理を使用してパターン化してもよい。必要に応じて、他の層を蒸着する前にアノードを研磨し、表面粗度を減らして電氣的短絡を最小化し反射率を向上してもよい。

【0021】

必ずしも必要ではないが、アノード120に接触するHILを提供するのが有用であることが多い。HILは、後続の有機層の膜形成特性を改善すると共にHTLへの正孔の注入を促進しOLEDの駆動電圧を下げる役目を果たすことができる。HIL中で使用する適切な材料は、米国特許第4,720,432号に記載のポルフィリン化合物、米国特許第6,208,075号に記載のプラズマ蒸着フルオロカーボンポリマー、及び例えばm-MTDATA(4,4',4"-トリス[(3-エチルフェニル)フェニルアミノ]トリフェニルアミン)のようないくつかの芳香族アミンを含むが、これらに制限されない。有機ELデバイスにおいて有用であると伝えられる代替正孔注入材料は、第EP 0891121 A1号及び第EP 1029909 A1号に記載されている。

10

【0022】

米国特許第6,423,429 B2号に記載のように、p型ドーブ有機層もHILのため有用である。p型ドーブ有機層とは、層が導電性であり、電荷キャリアが主として正孔であることを意味する。ホスト材料からドーパント材料への電子移動の結果である電荷移動錯体の形成によって導電性が提供される。

20

【0023】

OLED中のHTL132は、芳香族第三級アミンのような少なくとも1つの正孔輸送化合物を含むが、ここで芳香族第三級アミンとは、少なくとも1つが芳香環の要素である炭素原子にだけ結合する少なくとも1つの三価窒素原子を含む化合物であると理解されている。1つの形態では、芳香族第三級アミンは、モノアリアルアミン、ジアリアルアミン、トリアリアルアミン、またはポリマーアリアルアミンといったアリアルアミンでもよい。モノマートリアリアルアミンの例は、米国特許第3,180,730号で、クリュプフェル(Klupfel)他によって例示されている。1つかそれ以上のビニル基によって置換され、かつ/または少なくとも1つの活性水素を含む基を備える他の適切なトリアリアルアミンは、米国特許3,567,450号及び第3,658,520号でブランドリー(Brantly)他によって開示されている。

30

【0024】

芳香族第三級アミンのさらに好適な種類は、米国特許第4,720,432号及び第5,061,569号で開示されているような少なくとも2つの芳香族第三級アミンモイェティを含むものである。HTLは単一の芳香族第三級アミン化合物またはその混合物から形成してもよい。有用な芳香族第三級アミンの例は以下である。

1,1-ビス(4-ジ-p-トリルアミノフェニル)シクロヘキサン

1,1-ビス(4-ジ-p-トリルアミノフェニル)-4-フェニルシクロヘキサン

40

4,4'-ビス(ジフェニルアミノ)クアドリフェニル

ビス(4-ジメチルアミノ-2-メチルフェニル)-フェニルメタン

N,N,N-トリ(p-トリル)アミン

4-(ジ-p-トリルアミノ)-4'-[4(ジ-p-トリルアミノ)-スチリル]スチルベン

N,N,N',N'-テトラ-p-トリル-4,4'-ジアミノビフェニル

N,N,N',N'-テトラフェニル-4,4'-ジアミノビフェニル

N,N,N',N'-テトラ-1-ナフチル-4,4'-ジアミノビフェニル

N,N,N',N'-テトラ-2-ナフチル-4,4'-ジアミノビフェニル

N-フェニルカルバゾール

50

- 4, 4' - ビス [N - (1 - ナフチル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 4, 4' - ビス [N - (1 - ナフチル) - N - (2 - ナフチル) アミノ] ビフェニル
 4, 4'' - ビス [N - (1 - ナフチル) - N - フェニルアミノ] p - テルフェニル
 4, 4' - ビス [N - (2 - ナフチル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 4, 4' - ビス [N - (3 - アセナフテニル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 1, 5 - ビス [N - (1 - ナフチル) - N - フェニルアミノ] ナフタレン
 4, 4' - ビス [N - (9 - アンスリル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 4, 4'' - ビス [N - (1 - アンスリル) - N - フェニルアミノ] - p - テルフェニル
 4, 4' - ビス [N - (2 - フェナンスリル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 4, 4' - ビス [N - (8 - フルオランテニル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル 10
 4, 4' - ビス [N - (2 - ピレニル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 4, 4' - ビス [N - (2 - ナфтаセニル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 4, 4' - ビス [N - (2 - ペリレニル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 4, 4' - ビス [N - (1 - コロレニル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル
 2, 6 - ビス (ジ - p - トリルアミノ) ナフタレン
 2, 6 - ビス [ジ - (1 - ナフチル) アミノ] ナフタレン
 2, 6 - ビス [N - (1 - ナフチル) - N - (2 - ナフチル) アミノ] ナフタレン
 N, N, N', N' - テトラ (2 - ナフチル) - 4 - 4'' - ジアミノ - p - テルフェニル
 4, 4' - ビス { N - フェニル - N - [4 - (1 - ナフチル) - フェニル] アミノ } ビフェニル 20
 4, 4' - ビス [N - フェニル - N - (2 - ピレニル) アミノ] ビフェニル
 2, 6 - ビス [N, N - ジ (2 - ナフチル) アミン] フルオレン
 1, 5 - ビス [N - (1 - ナフチル) - N - フェニルアミノ] ナフタレン
 4, 4', 4'' - トリス [(3 - メチルフェニル) フェニルアミノ] トリフェニルアミン

【 0 0 2 5 】

有用な正孔輸送材料の別の種類は、第 E P 1 0 0 9 0 4 1 号に記載の多環式芳香族化合物を含む。オリゴマー材料を含む、2つより多いアミン基を有する第三級芳香族アミンを使用してもよい。さらに、ポリ (N - ビニルカルバゾール) (P V K)、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリアニリン、及び P E D O T / P S S と呼ばれるポリ (3, 4 - エチレンジオキシチオフェン) / ポリ (4 - スチレンスルホネート) のような共重合体といったポリマー正孔輸送材料を使用してもよい。 30

【 0 0 2 6 】

米国特許第 4, 7 6 9, 2 9 2 号及び第 5, 9 3 5, 7 2 1 号にさらに十分に記載されているように、O L E D 1 0 0 中の L E L 1 3 4 は、この領域での電子 - 正孔対の再結合の結果として電場発光が生じる発光または蛍光材料を含む。L E L は単一の材料から構成してもよいが、より一般的には、ゲスト化合物 (単数または複数) によってドーブしたホスト材料を含んでもよく、発光は主としてドーパントから生じ任意の色でよい。L E L 中のホスト材料は、電子輸送材料、正孔輸送材料、または正孔 - 電子の再結合をサポートする別の材料または材料の組み合わせでもよい。ドーパントは普通、高度蛍光染料から選択するが、第 W O 9 8 / 5 5 5 6 1 号、第 W O 0 0 / 1 8 8 5 1 号、第 W O 0 0 / 5 7 6 7 6 号、及び第 W O 0 0 / 7 0 6 5 5 号に記載の遷移金属複合体のような燐光性化合物も有用である。通常、0.01 ~ 10 重量%のドーパントをホスト材料中にコーティングする。例えばポリ (p - フェニレンビニレン)、P P V のようなポリフルオレン及びポリビニルアクリレンといったポリマー材料をホスト材料として使用してもよい。この場合、分子の小さいドーパントをポリマーのホスト中に分子分散してもよく、また少ない方の成分をホストのポリマー中に共重合することによってドーパントを追加してもよい。 40

【 0 0 2 7 】

ドーパントとして染料を選択するための重要な関係は電子エネルギーバンドギャップの 50

比較である。ホストからドーパント分子への効率的なエネルギー移動のためには、必要な条件は、ドーパントのバンドギャップがホスト材料のバンドギャップより小さいことである。また、燐光発光体の場合、ホストのトリプレットエネルギーレベルがホストからドーパントへのエネルギー移動を可能にするよう十分に高いことも重要である。

【0028】

使用できることが知られているホスト及び発光分子は、米国特許第4,768,292号、第5,141,671号、第5,150,006号、第5,151,629号、第5,405,709号、第5,484,922号、第5,593,788号、第5,645,948号、第5,683,823号、第5,755,999号、第5,928,802号、第5,935,720号、第5,035,721号、及び第6,020,078号で開示されたものを含むが、これらに制限されない。

【0029】

8-ヒドロキシキノリン(オキシノ)及び同様の誘導体の金属複合体は、電場発光をサポートできる有用なホスト化合物の1つの種類を構成する。有用なキレート化オキシノイド化合物の例は以下である。

CO-1: アルミニウムトリスオキシノ[別名、トリス(8-キノリノラト)アルミニウム(III)]

CO-2: マグネシウムビスオキシノ[別名、ビス(8-キノリノラト)マグネシウム(II)]

CO-3: ビス[ベンゾ{f}-8-キノリノラト]亜鉛(II)

20

CO-4: ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)-μ-オキソ-ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)

CO-5: インジウムトリスオキシノ[別名、トリス(8-キノリノラト)インジウム]

CO-6: アルミニウムトリス(5-メチルオキシノ)[別名、トリス(5-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(III)]

CO-7: リチウムオキシノ[別名、(8-キノリノラト)リチウム(I)]

CO-8: ガリウムオキシノ[別名、トリス(8-キノリノラト)ガリウム(III)]

CO-9: ジルコニウムオキシノ[別名、テトラ(8-キノリノラト)ジルコニウム(IV)]

30

【0030】

他の種類の有用なホスト材料は、2-(1,1-ジメチエチル)-9,10-ビス(2-ナフタレニル)アントラセン(TBADN)、9,10-ジ-(2-ナフチル)アントラセン(ADN)、及び米国特許第5,935,721号に記載の誘導体といったアントラセンの誘導体、米国特許第5,121,029号に記載のジスチリルアアリーレン誘導体、例えば2,2',2''-(1,3,5-フェニレン)トリス[1-フェニル-1H-ベンジミダゾール]といったベンザゾール誘導体、及び、例えばビス(2-メチル-8-キノリノラト)(4-フェニルフェノラト)アルミニウム(B-Alq)といった青色放射キレート化オキシノイド化合物を含むが、これらに制限されない。カルバゾール誘導体は燐光発光体のための特に有用なホストである。

40

【0031】

有用な蛍光ドーパントは、アントラセン、テトラセン、キサントゲン、ペリレン、ルブレン、クマリン、ローダミン、及びキナクリドン、ジシアノメチレンピラン化合物、チオピラン化合物、ポリメチン化合物、ピリリウム及びチアピリリウム化合物、フルオレン誘導体、ペリフランテン誘導体、インデノペリレン誘導体、ビス(アジニル)アミンボロン化合物、ビス(アジニル)メタン化合物及びカルボスチリル化合物の誘導体を含むが、これらに制限されない。

【0032】

OLED100中のETL138を形成する際使用する好適な薄膜形成材料は、一般に

50

8 - キノリノールまたは 8 - ヒドロキシキノリンとも呼ばれる、オキシンのオキレートを含む金属オキレート化オキシノイド化合物である。こうした化合物は電子の注入及び輸送を助け、高いレベルの性能を示し、容易に蒸着して薄膜を形成する。オキシノイド化合物の例は以下である。

CO - 1 : アルミニウムトリオキシシン [別名、トリス (8 - キノリノラト) アルミニウム (I I I)]

CO - 2 : マグネシウムビスオキシシン [別名、ビス (8 - キノリノラト) マグネシウム (I I)]

CO - 3 : ビス [ベンゾ { f } - 8 - キノリノラト) 亜鉛 (I I)

CO - 4 : ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラト) アルミニウム (I I I) - μ - オキソ - ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラト) アルミニウム (I I I) 10

CO - 5 : インジウムトリオキシシン [別名、トリス (8 - キノリノラト) インジウム]

CO - 6 : アルミニウムトリス (5 - メチルオキシシン) [別名、トリス (5 - メチル - 8 - キノリノラト) アルミニウム (I I I)]

CO - 7 : リチウムオキシシン [別名、 (8 - キノリノラト) リチウム (I)]

CO - 8 : ガリウムオキシシン [別名、トリス (8 - キノリノラト) ガリウム (I I I)]

CO - 9 : ジルコニウムオキシシン [別名、テトラ (8 - キノリノラト) ジルコニウム (I V)] 20

【 0 0 3 3 】

他の電子輸送材料は、米国特許第 4 , 3 5 6 , 4 2 9 号に記載の様々なブタジエン誘導体及び米国特許第 4 , 5 3 9 , 5 0 7 号に記載の様々な複素環式蛍光増白剤を含む。ベンザゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、ピリジンチアジアゾール、トリアジン、及び一部のシロール誘導体も有用な電子輸送材料である。

【 0 0 3 4 】

ETL 中に結晶化抑制材料が存在するため、材料の選択範囲を拡大することができる。4 , 7 - ジフェニル - 1 , 1 0 - フェナントロリン (B p h e n)、2 , 9 - ジメチル - 4 , 7 - ジフェニル - 1 , 1 0 - フェナントロリン (B C P)、及びそれらの誘導体といった、Tg が 7 0 未満、またさらには 5 0 程度の電子輸送材料も、この場合 ETL 中で使用してもよい。2 , 2 ' - (1 , 1 ' - ビフェニル) - 4 , 4 ' - ジイルビス (4 , 6 - (p - トリル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン) (T R A Z) といった高い Tg (7 0 より高い) を有する ETL 中に結晶化抑制材料を組み込む場合、ETL の膜形成及び電子輸送特性が改善することもある。 30

【 0 0 3 5 】

米国特許第 6 , 0 1 3 , 3 8 4 号に記載のように、n 型ドーパ有機層も ETL のため有用である。n 型ドーパ有機層とは、層が導電性であり、電荷キャリアが主として電子であることを意味する。ドーパント材料からホスト材料への電子移動の結果である電荷移動錯体の形成によって導電性が提供される。この場合、ETL は、電子輸送材料、結晶化抑制材料、及び n - 型ドーパント材料を含む。n - 型ドーパント材料は、例えば、Li、Na、K、Rb、または Cs である。 40

【 0 0 3 6 】

光放射をアノードを通じてだけ見る場合、本発明で使用するカソード 1 4 0 はほぼあらゆる導電性材料から構成されるものでよい。望ましい材料は下にある有機層との良好な接触を保証する良好な膜形成特性を有し、低電圧での電子の注入を促進し、良好な安定性を有する。有用なカソード材料は低仕事関数金属 (< 4 . 0 e V) または金属合金を含むことが多い。米国特許第 4 , 8 8 5 , 2 2 1 号に記載のように、1 つの好適なカソード材料は Mg : Ag 合金から構成され、その際銀の割合は 1 ~ 2 0 % の範囲内である。カソード材料の別の適切な種類は、導電性金属の厚い層で上部を覆った有機層 (例えば、ETL) に接触する薄い無機 EIL を備える二重層を含む。ここでは、無機 EIL は好適には低仕 50

事関数金属または金属塩を含み、その場合、厚い方の覆いとなる層は低仕事関数を有する必要はない。1つのこうしたカソードは、米国特許5,677,572号に記載のような、LiFの薄い層にAlの厚い層が続くものを含む。他の有用なカソード材料の組み合わせは、米国特許第5,059,861号、第5,059,862号、及び第6,140,763号に記載のものを含むが、これらに制限されない。

【0037】

光放射をカソードを通じて見る場合、カソードは透明またはほぼ透明でなければならない。こうした用途の場合、金属は薄くなければならないか、また透明な導電性酸化物を使用しなければならないか、またはこうした材料を含む。光学的に透明なカソードは、米国特許第4,885,211号、第5,247,190号、第5,703,436号、第5,608,287号、第5,837,391号、第5,677,572号、第5,776,622号、第5,776,623号、第5,714,838号、第5,969,474号、第5,739,545号、第5,981,306号、第6,137,223号、第6,140,763号、第6,172,459号、第6,278,236号、第6,284,393号、日本国特許第JP3,234,963号、及び欧州特許第EP 1 076 368号にさらに詳細に記載されている。カソード材料は通常熱気化、電子ビーム気化、イオンスパッタリング、または化学蒸着によって蒸着する。必要な場合、スルーマスク蒸着、例えば米国特許第5,276,380号及び欧州特許第EP 0 732 868号に記載のもののような一体型シャドーマスキング、レーザーアブレーション、及び選択的化学蒸着を含むが、これらに制限されない多くの周知の方法を通じてパターン化を達成してもよい。

10

20

【0038】

場合によっては、有機EILは電子注入及び電子輸送の両方をサポートする機能を果たすので必要に応じてETLと呼んでもよく、有機HILは正孔注入及び正孔輸送の両方をサポートする機能を果たすので必要に応じてHTLと呼んでもよい。また、当業技術分野では、放射ドーパントをHTLに追加してもよく、このHTLはホストの役目を果たしてもよいことが知られている。例えば、青色及び黄色の発光材料、シアン及び赤色の発光材料、または赤色、緑色、及び青色の発光材料を結合することによって白色発光OLEDを形成するため、多数のドーパントを1つかそれ以上の層に追加してもよい。白色発光デバイスは、例えば、米国特許出願公開第2002/0025419A1号、米国特許第5,683,823号、第5,503,910号、第5,405,709号、第5,283,182号、欧州特許第EP 1 187 235号、及び第EP 1 182 244号に記載されている。

30

【0039】

当業技術分野で教示されるような電子または正孔阻止層といった追加層を本発明のデバイスで利用してもよい。正孔阻止層は一般に、例えば米国特許出願公開第2002/0015859A1号の場合のように、燐光発光体デバイスの効率を改善するために使用する。

【0040】

上記で言及した有機材料は熱気化のような気相法を通じて適切に蒸着されるが、膜形成を改善するため、例えば必要に応じてバインダを加えた溶剤のような流体から蒸着してもよい。材料がポリマーである場合、溶剤蒸着は有用であるが、スパッタリングまたはドナーシートからの熱転写といった他の方法を使用してもよい。熱気化によって蒸着される材料は、例えば米国特許第6,237,529号に記載のようなタンタル材料から構成されることの多い気化「ポート」から気化してもよく、またまずドナーシートにコーティングしてから基板の近くで昇華させてもよい。材料が混合物である層は別個の気化ポートを利用してよく、また材料を予備混合して単一のポートまたはドナーシートからコーティングしてもよい。フルカラーディスプレイの場合、LELの画素化が必要なことがある。このLELの画素化蒸着は、シャドウマスク、一体型シャドウマスク（米国特許第5,294,870号）、ドナーシートからの空間的に定義された熱色素転写（米国特許第5,6

40

50

88, 551号、第5, 851, 709号、及び第6, 066, 357号)、及びインクジェット法(米国特許第6, 066, 357号)を使用して達成してもよい。

【0041】

大部分のOLEDは湿気または酸素、またはそれらの両方の影響を受けやすいので、一般に、アルミナ、ボーキサイト、硫酸カルシウム、粘土、シリカゲル、ゼオライト、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類金属酸化物、硫化物、または金属ハロゲン化物、及び過塩素酸塩といった乾燥剤と共に、窒素またはアルゴンといった不活性雰囲気中に密閉する。カプセル化及び乾燥の方法は、米国特許第6, 226, 890号に記載のものを含むが、これらに制限されない。さらに、カプセル化のためのSiO_x、テフロン(登録商標)、及び交互の無機/ポリマー層といった障壁層も当業技術分野で周知である。

10

【0042】

本発明のOLEDデバイスは、望ましい場合その特性を向上するため様々な周知の光学作用を利用してよい。これは、光透過を最大にするため層厚さを最適化すること、誘電体ミラー構造を提供すること、反射性電極を光吸収性電極によって置き換えること、ディスプレイの上に防眩性または反射防止性コーティングを提供すること、ディスプレイの上に偏光媒体を提供すること、またはディスプレイの上に着色、中性、または色変換フィルタを提供することを含む。フィルタ、偏光体、及び防眩性または反射防止性コーティングは特に、カバーの上またはカバーの一部として提供してもよい。

【0043】

本発明は、大部分のOLED構成で利用してよい。こうした構成は、単一のアノード及びカソードを備える非常に簡単な構造から、画素を形成するアノード及びカソードの直交アレイから構成されるパッシブマトリックスディスプレイ、及び、各画素が独立して制御され、例えば、薄膜トランジスタ(TFT)を備えるアクティブマトリックスディスプレイといったより複雑なデバイスまでを含む。

20

【0044】

本明細書中で引用した特許及び他の刊行物の全体を引用によって本明細書の記載に援用する。

【実施例】

【0045】

本発明及びその利点は、以下の本発明の例及び比較例によってよりよく認識できる。簡潔にするため、形成される材料及び層を以下のように略記する。

30

ITO: インジウム-スズ酸化物: ガラス基板上に透明なアノードを形成する際使用する。

CFx: 重合フルオロカーボン層: ITOの上部に正孔注入層を形成する際使用する。

NPB: N, N'-ジ(ナフタレン-1-yl)-N, N'-ジフェニル-ベンジジン: 正孔輸送層を形成する際使用する。

TBADN: 2-(1, 1-ジメチルエチル)-9, 10-ビス(2-ナフタレニル)アントラセン: 発光層を形成する際ホスト材料として使用する。

TBP: 2, 5, 8, 11-テトラ-t-ブチルペリレン: 発光層中のドーパント材料として使用する。

40

Alq: トリス(8-ヒドロキシキノリン)アルミニウム(III): 電子輸送層を形成する際使用し、また電子輸送層中の結晶化抑制材料として使用する。

Bphen: 4, 7-ジフェニル-1, 10-フェナントロリン: 電子輸送層を形成する際使用する。

TRAZ: 2, 2'-(1, 1'-ビフェニル)-4, 4'-ジイルビス(4, 6-(p-トリル)-1, 3, 5-トリアジン): 電子輸送層を形成する際使用する。

Mg: Ag: 体積比10:0.5のマグネシウム: 銀: カソードを形成する際使用する。

【0046】

以下の例では、有機層の厚さ及びドーピング濃度は、較正膜厚モニタ(INFICON IC/5蒸着制御装置)を使用して現場で制御及び測定した。製造した全てのデバイス

50

の電場発光特性は、室温で定電流源 (KEITHLEY 2400 Source Meter) 及び光度計 (PHOTO RESEARCH SpectraScan PR 650) を使用して評価した。動作寿命の試験の際、試験対象のデバイスは70 のオープン (VWR Scientific Products) 内で 20 mA/cm^2 の電流密度で駆動した。

【0047】

例1 (比較例)

従来のOLEDの準備は以下の通りである。透明なITO導電層でコーティングした $\sim 1.1 \text{ mm}$ 厚のガラス基板を市販のガラス洗浄工具を使用して清掃及び乾燥した。ITOの厚さは約 42 nm であり、ITOのシート抵抗は約 $68 \text{ } \Omega/\text{sq}$ である。次いで、ITOの表面を酸化性プラズマで処理し、表面をアノードとして調整した。RFプラズマ処理チャンバ内で CHF_3 ガスを分解することによって、 1 nm 厚の CF_x の層を、清掃したITOの表面にHILとして蒸着した。そして、基板を真空蒸着チャンバ (TROVATO MFG. INC) 内に移動し、基板の上部に他の全ての層を蒸着した。約 10^{-6} トールの真空下で加熱したボートから気化することによって、以下の層を以下の順序で蒸着した。

- (1) HTL、 90 nm 厚、NPBを含む。
- (2) EL、 20 nm 厚、Alqを含む。
- (3) ETL、 40 nm 厚、やはりAlqを含む。
- (4) カソード、約 210 nm 厚、MgAgを含む。

【0048】

これらの層を蒸着した後、カプセル化のためデバイスを蒸着チャンバからドライボックス (VAC Vacuum Atmosphere Company) 内に移動した。完成したデバイス構造をITO/CF_x/NPB(90)/Alq(20)/Alq(40)/Mg:Agとして示す。 20 mA/cm^2 の電流密度で測定したデバイスのEL性能を表1に示し、駆動電圧、輝度、発光効率、電力効率、ELピーク、及び T_{70} (70) (70 で動作した後輝度が初期値の70%残っている時点) を記載する。正規化輝度と動作時間との関係を図2に示す。

【0049】

例2 (比較例)

OLEDを、 40 nm 厚のAlq ETLが 40 nm 厚のBphen ETLによって置き換えられるステップ(3)以外は例1に記載した方法で構成した。完成したデバイス構造をITO/CF_x/NPB(90)/Alq(20)/Bphen(40)/MgAgとして示す。 20 mA/cm^2 の電流密度で測定したデバイスのEL性能を表1に示し、駆動電圧、輝度、発光効率、電力効率、ELピーク、及び T_{70} (70) を記載する。正規化輝度と動作時間との関係を図2に示す。

【0050】

例3 (発明例)

OLEDを、 40 nm 厚のAlq ETLが、結晶化抑制材料として10体積%のAlqを含む 40 nm 厚のBphen ETLによって置き換えられるステップ(3)以外は例1に記載した方法で構成した。完成したデバイス構造をITO/CF_x/NPB(90)/Alq(20)/Bphen:Alq(10%)(40)/MgAgとして示す。 20 mA/cm^2 の電流密度で測定したデバイスのEL性能を表1に示し、駆動電圧、輝度、発光効率、電力効率、ELピーク、及び T_{70} (70) を記載する。正規化輝度と動作時間との関係を図2に示す。

【0051】

例4 (発明例)

OLEDを、 40 nm 厚のAlq ETLが、結晶化抑制材料として20体積%のAlqを含む 40 nm 厚のBphen ETLによって置き換えられるステップ(3)以外は例1に記載した方法で構成した。完成したデバイス構造をITO/CF_x/NPB(90)

10

20

30

40

50

) / Alq (20) / Bphen : Alq (20%) (40) / MgAgとして示す。20 mA / cm²の電流密度で測定したデバイスのEL性能を表1に示し、駆動電圧、輝度、発光効率、電力効率、ELピーク、及びT₇₀ (70)を記載する。正規化輝度と動作時間との関係を図2に示す。

【0052】

例5 (発明例)

OLEDを、40 nm厚のAlq ETLが、結晶化抑制材料として30体積%のAlqを含む40 nm厚のBphen ETLによって置き換えられるステップ(3)以外は例1に記載した方法で構成した。完成したデバイス構造をITO / CFx / NPB (90) / Alq (20) / Bphen : Alq (30%) (40) / MgAgとして示す。20 mA / cm²の電流密度で測定したデバイスのEL性能を表1に示し、駆動電圧、輝度、発光効率、電力効率、ELピーク、及びT₇₀ (70)を記載する。正規化輝度と動作時間との関係を図2に示す。

【0053】

【表1】

表1

例(類型) (EL測定: 20mA/cm ²)	電圧 (V)	輝度 (cd/m ²)	発光効率 (cd/A)	電力効率 (lm/W)	ELピーク (nm)	T ₇₀ (70°C) (時間)
1 (比較例)	6.93	509	2.54	1.15	524	>200
2 (比較例)	6.63	635	3.18	1.50	524	<1.0
3 (発明例)	5.71	597	2.98	1.64	524	17
4 (発明例)	6.16	599	3.00	1.53	524	90
5 (発明例)	6.03	572	2.86	1.49	524	>200

【0054】

表1及び図2の両方に示すデータから、純粋なBphen ETLを含むOLED (例2)は純粋なAlq ETLを含むデバイス(例1)より高い発光効率と高い電力効率を有するが、T₇₀ (70)が1時間未満であることから動作安定性は非常に劣っていることが分かる。しかし、Bphen ETL中に組み込む結晶化抑制材料としてAlqを使用する場合、Alqの濃度が増大するに連れてデバイスの動作安定性が改善される。Bphen ETL中のAlqの濃度が30体積%に達する場合(例5)、デバイスの動作安定性は例1のデバイスのものと同等である。その上、例1と比較して、例5のデバイスは低い駆動電圧と高い発光効率を有し、その電力効率は約30%増大している。

【0055】

例6 (比較例)

青色OLEDの準備は以下の通りである。透明なITO導電層でコーティングした~1.1 mm厚のガラス基板を市販のガラス洗浄工具を使用して清掃及び乾燥した。ITOの厚さは約42 nmであり、ITOのシート抵抗は約68 /スクエアである。次いで、ITOの表面を酸化性プラズマで処理し、表面をアノードとして調整した。RFプラズマ処理チャンバ内でCHF₃ガスを分解することによって、1 nm厚のCFxの層を、清掃したITOの表面にHILとして蒸着した。そして、基板を真空蒸着チャンバ(TROVA TO MFG. INC)内に移動し、基板の上部に他の全ての層を蒸着した。約10⁻⁶トールの真空下で加熱したポートから気化することによって、以下の層を以下の順序で蒸着した。

(1) HTL、90 nm厚、NPBを含む。

(2) LEL、20 nm厚、1.5体積%のTBPでドーブしたTBADNを含む。

(3) ETL、35nm厚、Alqを含む。

(4) カソード、約210nm厚、MgAgを含む。

【0056】

これらの層を蒸着した後、カプセル化のためデバイスを蒸着チャンバからドライボックス(VAC Vacuum Atmosphere Company)内に移動した。完成したデバイス構造をITO/CFx/NPB(90)/TBADN:TBp(1.5%)(20)/Alq(35)/Mg:Agとして示す。20mA/cm²の電流密度で測定したデバイスのEL性能を表2に示し、駆動電圧、輝度、発光効率、電力効率、ELピーク、及びT₇₀(70)を記載する。正規化輝度と動作時間との関係を図3に示す。

【0057】

10

例7(比較例)

青色OLEDを、35nm厚のAlq ETLが35nm厚のTRAZ ETLによって置き換えられるステップ(3)以外は例6に記載した方法で構成した。完成したデバイス構造をITO/CFx/NPB(90)/TBADN:TBp(1.5%)(20)/TRAZ(35)/MgAgとして示す。20mA/cm²の電流密度で測定したデバイスのEL性能を表2に示し、駆動電圧、輝度、発光効率、電力効率、ELピーク、及びT₇₀(70)を記載する。正規化輝度と動作時間との関係を図3に示す。

【0058】

例8(発明例)

青色OLEDを、35nm厚のAlq ETLが、結晶化抑制材料として30体積%のAlqを含む35nm厚のTRAZ ETLによって置き換えられるステップ(3)以外は例6に記載した方法で構成した。完成したデバイス構造をITO/CFx/NPB(90)/TBADN:TBp(1.5%)(20)/TRAZ:Alq(30%)(35)/MgAgとして示す。20mA/cm²の電流密度で測定したデバイスのEL性能を表2に示し、駆動電圧、輝度、発光効率、電力効率、ELピーク、及びT₇₀(70)を記載する。正規化輝度と動作時間との関係を図3に示す。

20

【0059】

【表2】

表2

30

例(類型) (EL測定: 20mA/cm ²)	電圧 (V)	輝度 (cd/m ²)	発光効率 (cd/A)	電力効率 (lm/W)	ELピーク (nm)	T ₇₀ (70°C) (時間)
6(比較例)	7.30	541	2.71	1.17	464	235
7(比較例)	7.01	474	2.37	1.06	464	65
8(発明例)	6.25	488	2.44	1.23	464	235

【0060】

40

TRAZは70より高いT_gを有するが、TRAZをETLとして利用したOLED(例7)を70で動作させる場合まだ安定性の問題を有している。Alq(30体積%)を結晶化抑制材料としてTRAZ ETLに組み込んだ場合(例8)、デバイスの動作安定性はAlqをETLとして利用したデバイス(例6)と同程度である。例6と比較して、例8のデバイスの電力効率は増大し、駆動電圧は低下している。

【図面の簡単な説明】

【0061】

【図1】電子輸送層中に組み込まれた結晶化抑制材料を有する本発明の断面図を示す。

【図2】本発明及び先行技術によって製造されたOLEDの動作安定性を実証する正規化輝度対動作時間を示すグラフである。

50

【図3】本発明及び先行技術によって製造された他のOLEDの動作安定性を実証する正規化輝度対動作時間を示すグラフである。

【符号の説明】

【0062】

100	OLED
120	アノード
132	正孔輸送層、HTL
134	発光層、LEL
138	電子輸送層、ETL
140	カソード
150	電源
160	導電体

10

【図1】

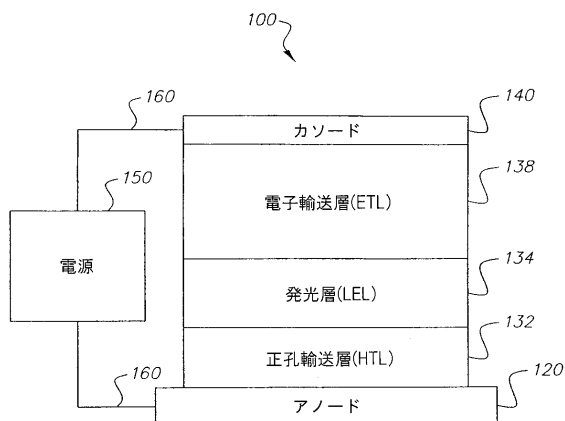


FIG. 1

【図2】

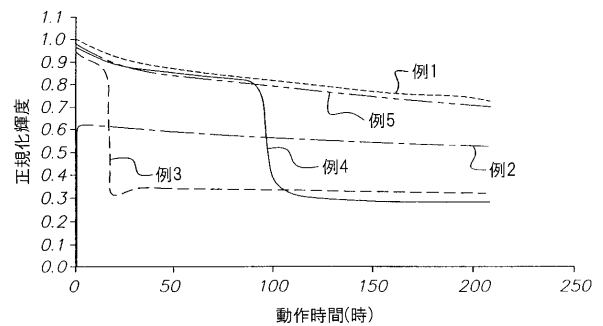


FIG. 2

【図3】

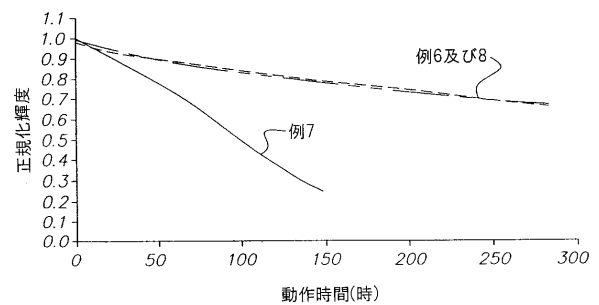


FIG. 3

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		Inter Application No PCT/US2004/043795
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 H01L51/30 H01B1/12 H05B33/14		
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 H01L H01B H05B		
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, CHEM ABS Data		
C. 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. 018, no. 019 (C-1152), 13 January 1994 (1994-01-13) -& JP 05 255664 A (FUJI ELECTRIC CO LTD), 5 October 1993 (1993-10-05) abstract	1-17
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1998, no. 02, 30 January 1998 (1998-01-30) -& JP 09 268283 A (TOYO INK MFG CO LTD), 14 October 1997 (1997-10-14) abstract	1-17
-/-		
<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 : <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 48%;"> <p>*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>*E* earlier document but published on or after the International filing date</p> <p>*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)</p> <p>*O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>*P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 48%;"> <p>*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</p> <p>*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</p> <p>*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.</p> <p>*G* document member of the same patent family</p> </div> </div>		
Date of the actual completion of the International search		Date of mailing of the International search report
21 June 2005		30/06/2005
Name and mailing 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 Bader, K

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Intern	Application No
PCT/US2004/043795	

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. 2000, no. 10, 17 November 2000 (2000-11-17) -& JP 2000 208264 A (IDEMITSU KOSAN CO LTD), 28 July 2000 (2000-07-28) abstract	1-17
X	EP 0 786 926 A (TOYO INK MANUFACTURING CO., LTD) 30 July 1997 (1997-07-30) page 21 - page 22; example 3 page 27; claim 9 the whole document	1-17
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 017, no. 183 (E-1348), 9 April 1993 (1993-04-09) & JP 04 334894 A (RICOH CO LTD), 20 November 1992 (1992-11-20) abstract	1-19
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 1999, no. 11, 30 September 1999 (1999-09-30) & JP 11 149983 A (SANYO ELECTRIC CO LTD), 2 June 1999 (1999-06-02) abstract	1,7,8
X	EP 1 215 945 A (SANYO ELECTRIC CO., LTD) 19 June 2002 (2002-06-19) paragraph '0039! - paragraph '0040!	1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Intern. Application No
PCT/US2004/043795

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 05255664	A	05-10-1993	NONE	
JP 09268283	A	14-10-1997	JP 3511825 B2 DE 69706203 D1 DE 69706203 T2 EP 0786926 A2 US 5811834 A	29-03-2004 27-09-2001 06-12-2001 30-07-1997 22-09-1998
JP 2000208264	A	28-07-2000	NONE	
EP 0786926	A	30-07-1997	DE 69706203 D1 DE 69706203 T2 EP 0786926 A2 JP 3511825 B2 JP 9268283 A US 5811834 A	27-09-2001 06-12-2001 30-07-1997 29-03-2004 14-10-1997 22-09-1998
JP 04334894	A	20-11-1992	NONE	
JP 11149983	A	02-06-1999	JP 3615374 B2 EP 1026924 A1 WO 9851131 A1 US 2002081453 A1 US 2003170495 A1	02-02-2005 09-08-2000 12-11-1998 27-06-2002 11-09-2003
EP 1215945	A	19-06-2002	JP 2002184581 A EP 1215945 A2 US 2002071963 A1	28-06-2002 19-06-2002 13-06-2002

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, 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, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, 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, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, 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, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 リャオ, リャン - シェン

アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 6 2 0, ロチェスター, クリントウッド ドライブ 6 シー

(72)発明者 クルベク, ケビン ポール

アメリカ合衆国, ニューヨーク 1 4 5 8 0, ウェブスター, ルソー ドライブ 1 1 7 5

Fターム(参考) 3K107 AA01 CC21 CC24 DD74 DD76 DD78 DD80 DD86 DD94 DD95

FF05 FF14 FF19 GG04 GG28

专利名称(译)	在有机电致发光器件中使用结晶抑制材料		
公开(公告)号	JP2007525023A	公开(公告)日	2007-08-30
申请号	JP2006549322	申请日	2004-12-28
[标]申请(专利权)人(译)	伊斯曼柯达公司		
申请(专利权)人(译)	伊士曼柯达公司		
[标]发明人	リャオリャンシエン クルベクケビンポール		
发明人	リャオ,リャン-シエン クルベク,ケビン ポール		
IPC分类号	H01L51/50 H05B33/22 H05B33/10 C09K11/06 H01B1/12 H01L51/30 H05B33/14		
CPC分类号	H01L51/5052 H01L51/0041 H01L51/0053 H05B33/14		
FI分类号	H05B33/22.B H05B33/22.Z H05B33/14.A H05B33/10 C09K11/06.690		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/CC21 3K107/CC24 3K107/DD74 3K107/DD76 3K107/DD78 3K107/DD80 3K107/DD86 3K107/DD94 3K107/DD95 3K107/FF05 3K107/FF14 3K107/FF19 3K107/GG04 3K107/GG28		
代理人(译)	青木 笃 石田 敬		
优先权	10/756663 2004-01-13 US		
其他公开文献	JP2007525023A5		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

一种有机电致发光器件，包括阳极，设置在阳极上方的空穴传输层，设置在空穴传输层上方并响应空穴 - 电子复合产生光的发光层，并且电子传输层设置在发光层上。该器件还包括结晶抑制材料，其结合到电子传输层中以防止电子传输层在操作期间结晶，并且阴极设置在电子传输层上。

