

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3605083号
(P3605083)

(45) 発行日 平成16年12月22日(2004.12.22)

(24) 登録日 平成16年10月8日(2004.10.8)

(51) Int. Cl.⁷

C09K 11/06
H05B 33/14

F I

C09K 11/06 660
H05B 33/14 B

請求項の数 3 (全 36 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2002-51802 (P2002-51802)</p> <p>(22) 出願日 平成14年2月27日 (2002.2.27)</p> <p>(65) 公開番号 特開2003-253256 (P2003-253256A)</p> <p>(43) 公開日 平成15年9月10日 (2003.9.10)</p> <p> 審査請求日 平成16年3月26日 (2004.3.26)</p> <p>早期審査対象出願</p>	<p>(73) 特許権者 000001889 三洋電機株式会社 大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号</p> <p>(74) 代理人 100095382 弁理士 目次 誠</p> <p>(74) 代理人 100086597 弁理士 宮▼崎▲ 主税</p> <p>(72) 発明者 浜田 祐次 大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三洋電機株式会社内</p> <p>(72) 発明者 松末 哲征 大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三洋電機株式会社内</p>
--	--

最終頁に続く

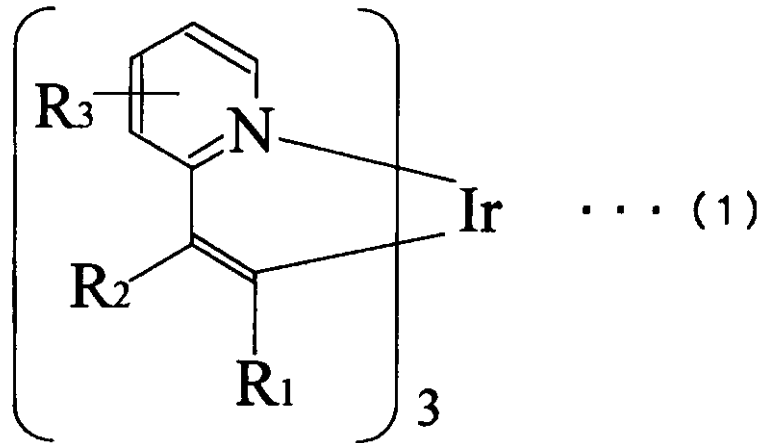
(54) 【発明の名称】 発光素子用発光材料及び有機エレクトロルミネッセント素子

(57) 【特許請求の範囲】

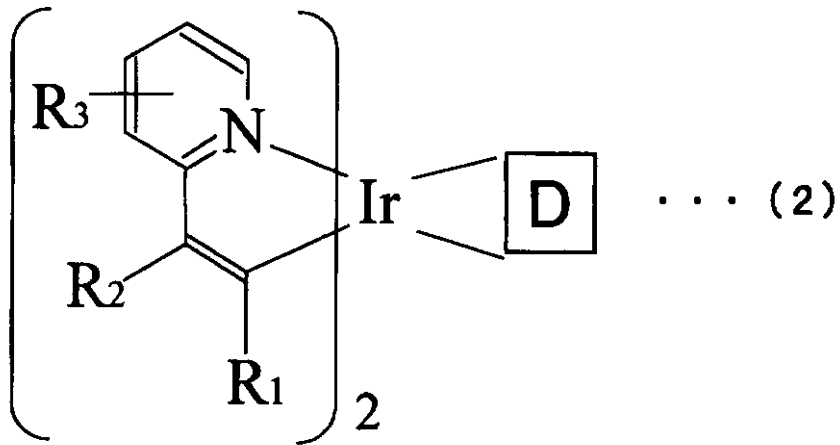
【請求項1】

以下の一般式(1)~(16)で表されることを特徴とする発光素子用発光材料。

【化 1】



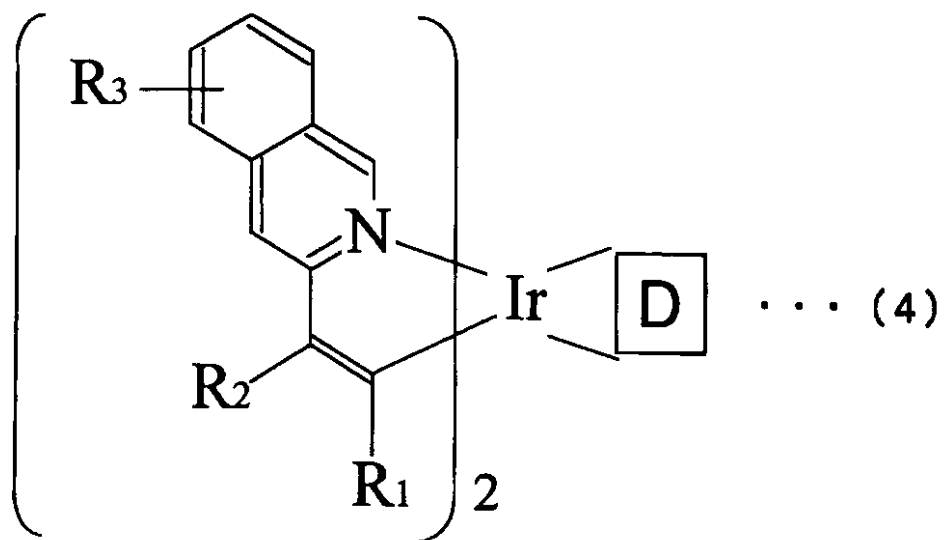
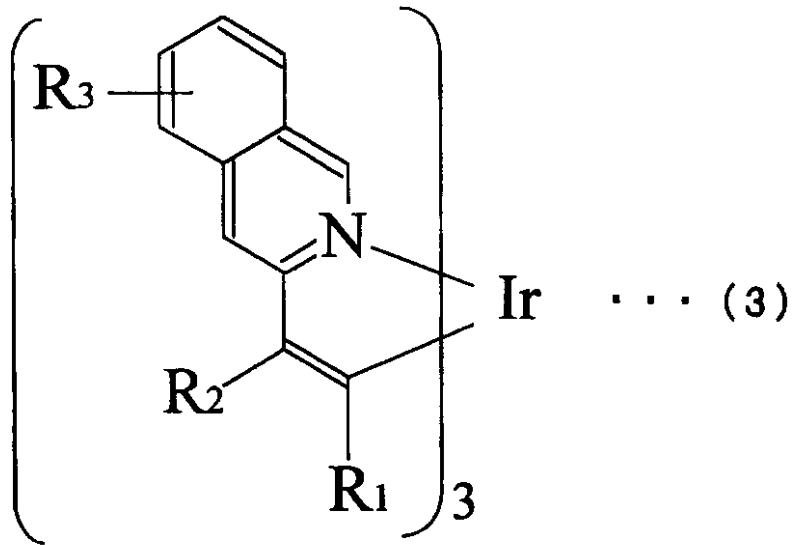
10



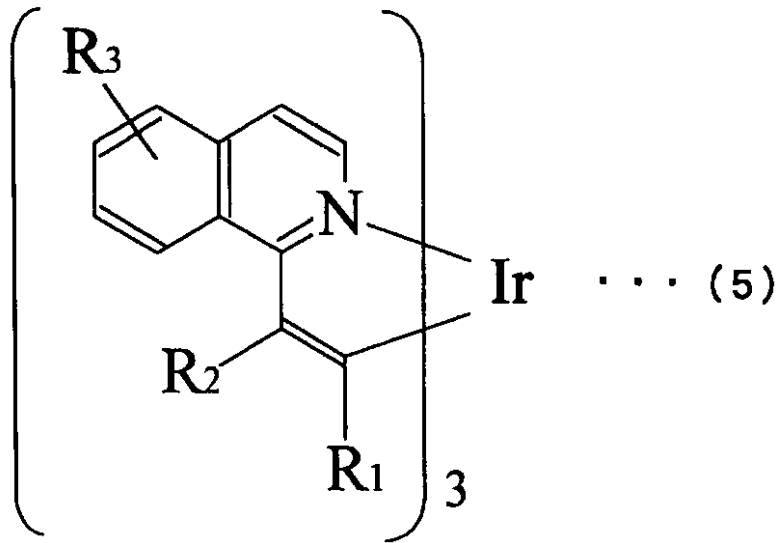
20

30

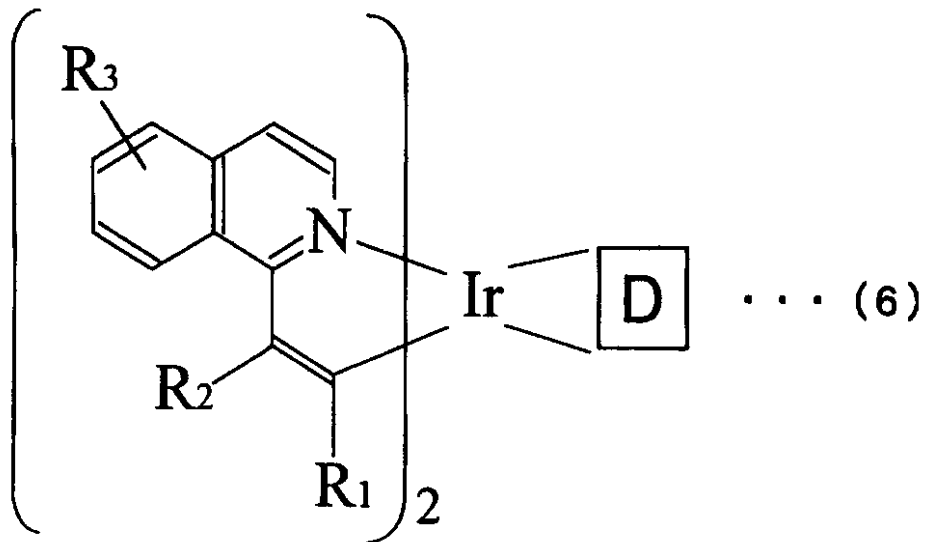
【化 2】



【化 3】



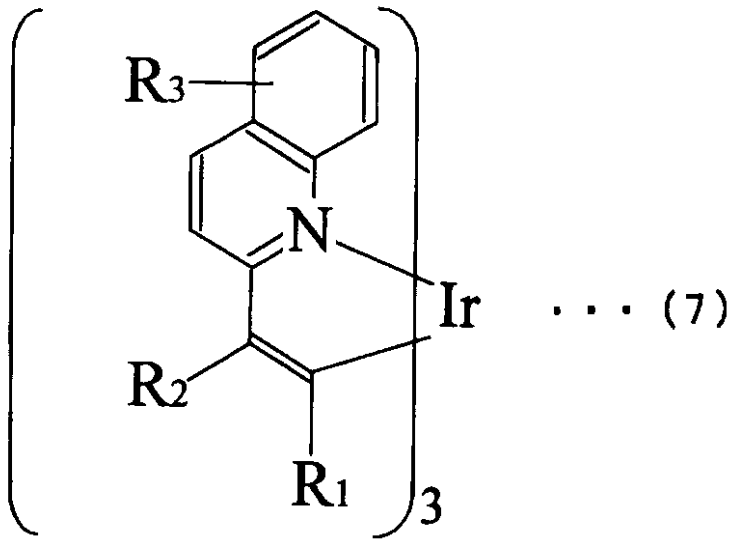
10



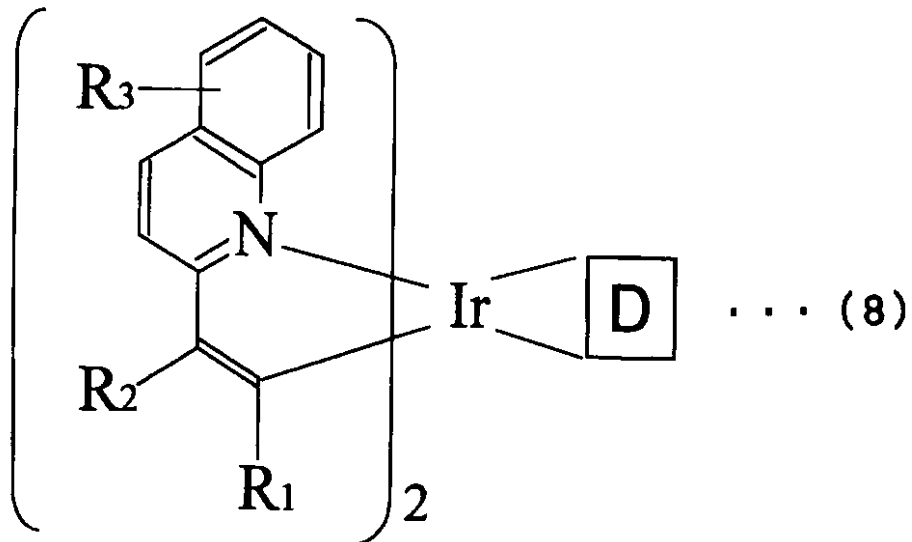
20

30

【化 4】



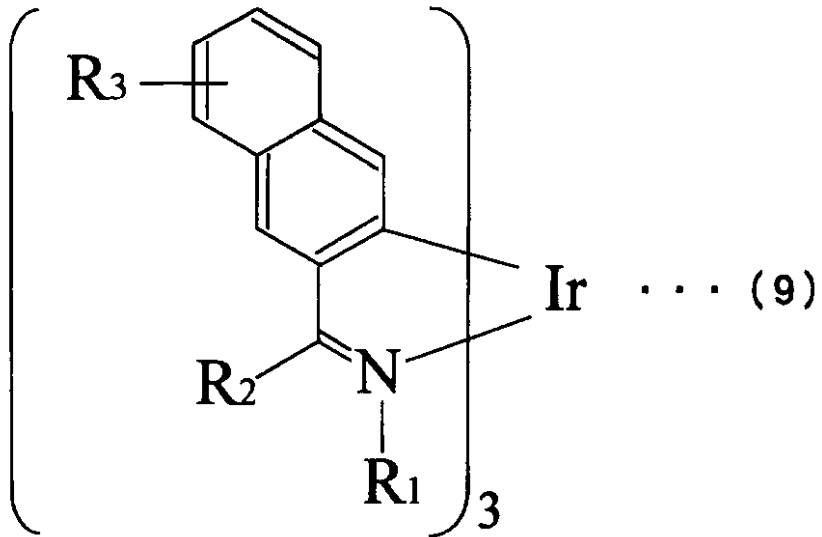
10



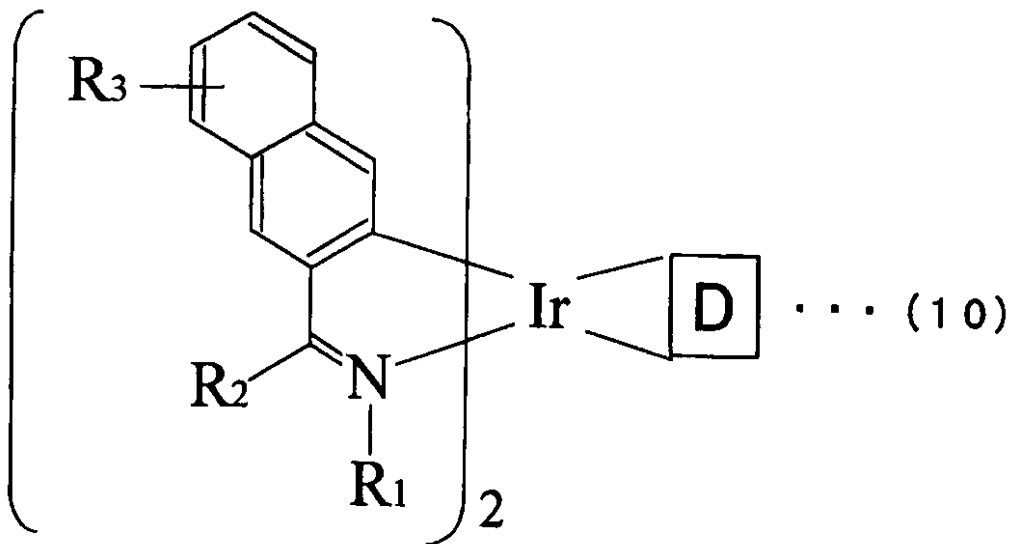
20

30

【化 5】



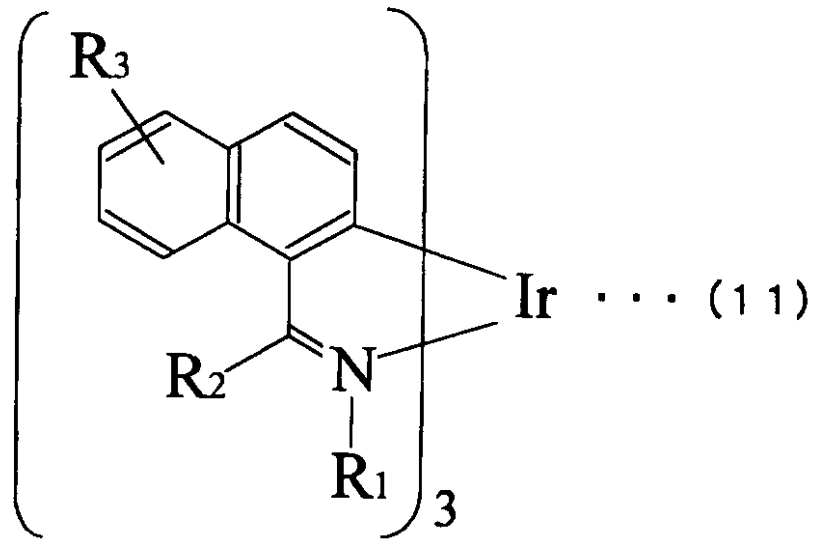
10



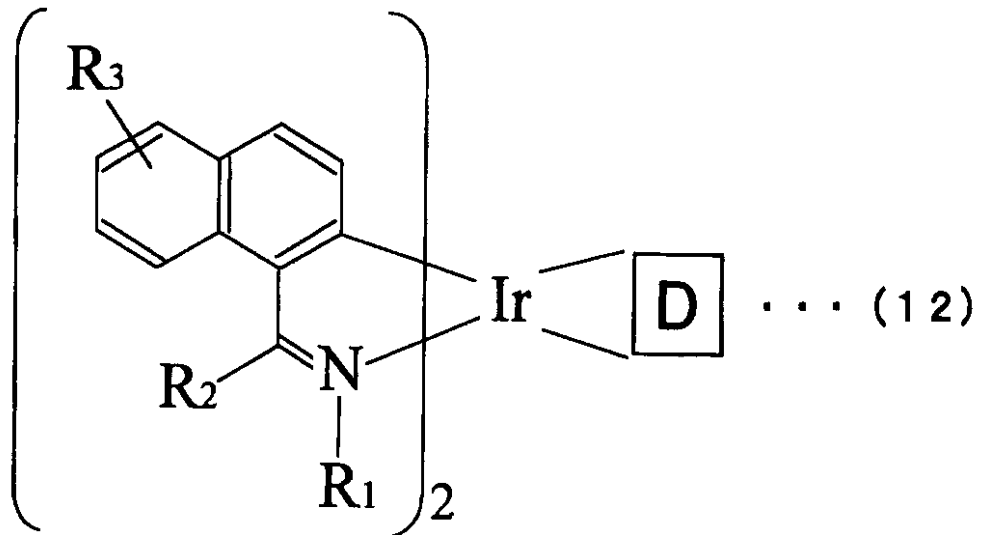
20

30

【化 6】



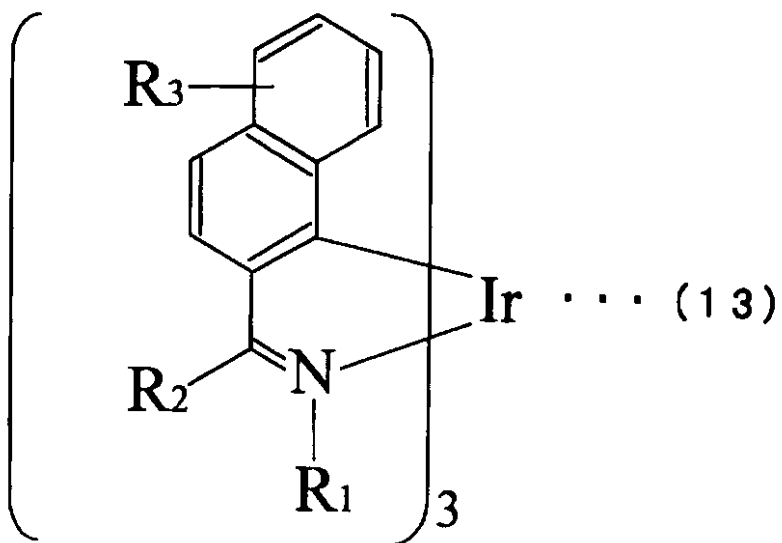
10



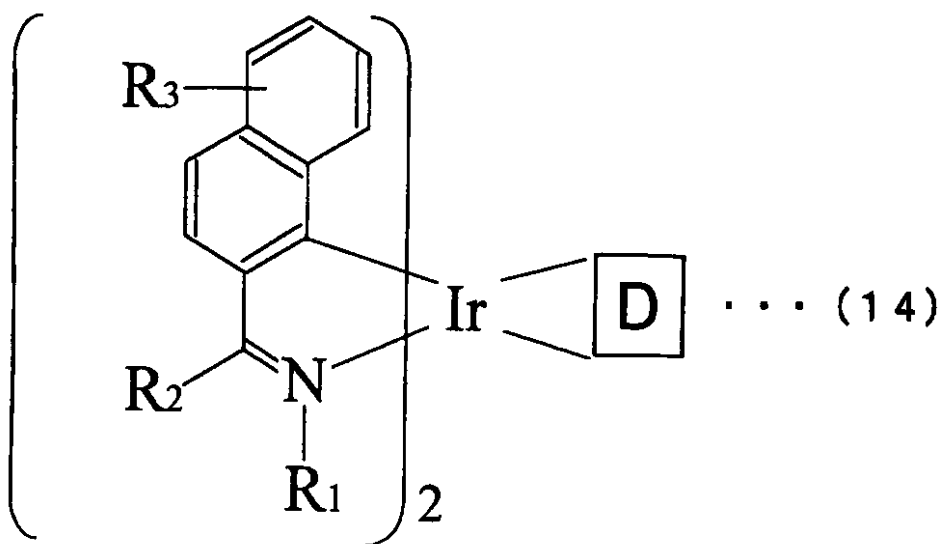
20

30

【化7】



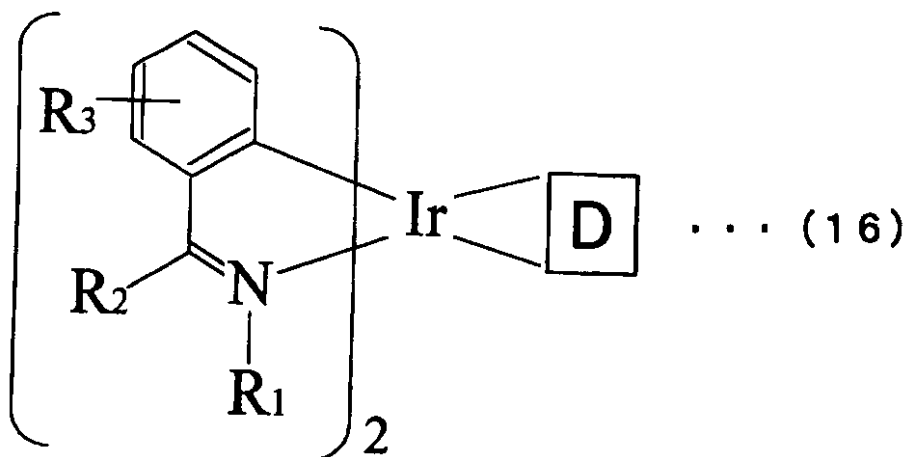
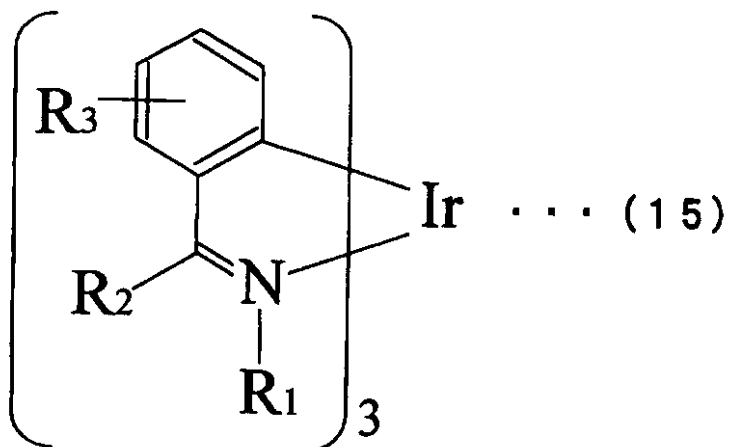
10



20

30

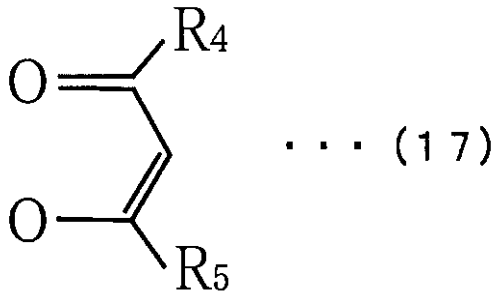
【化 8】



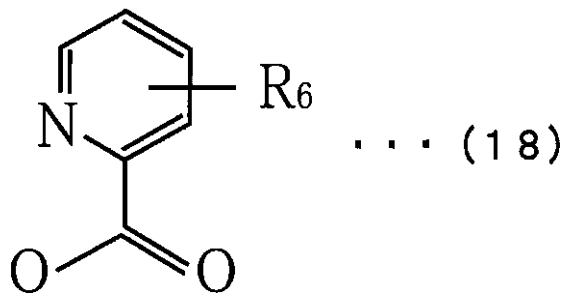
30

(ここで、 R_1 、 R_2 、及び R_3 は、 H 、 C_nH_{2n+1} (n は1~10の整数)、 $N(C_nH_{2n+1})_2$ (n は1~10の整数)、 $COOC_nH_{2n+1}$ (n は1~10の整数)、 F 、 Cl 、 Br 、 I 、 CN 、置換されてもよいフェニル基、または置換されてもよいナフチル基であり、それぞれが同一であってもよいし、異なってもよい。Dは、以下の一般式(17)または(18)で表される配位子である。且つ、 R_1 、 R_2 のいずれか一方は、 $N(C_nH_{2n+1})_2$ (n は1~10の整数)、 F 、 Cl 、 Br 、 I 、 CN 、置換されてもよいフェニル基、または置換されてもよいナフチル基である。)

【化 9】



10



20

(ここで、R4、R5、及びR6は、H、 C_nH_{2n+1} (nは1～10の整数)、 $N(C_nH_{2n+1})_2$ (nは1～10の整数)、 $COOC_nH_{2n+1}$ (nは1～10の整数)、F、Cl、Br、I、 CN 、 CF_3 、フリル基、チエニル基、置換されてもよいフェニル基、または置換されてもよいナフチル基であり、それぞれが同一であってもよいし、異なってもよい。)

【請求項 2】

前記発光材料が、有機エレクトロルミネッセント素子の発光層にホストとともに含有されるドーパントであることを特徴とする請求項 1 に記載の発光素子用発光材料。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載の発光材料を発光層に含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセント素子。

30

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機エレクトロルミネッセント(EL)素子及びエレクトロケミルミネッセント(ECL)素子などの発光素子に用いられる発光材料に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

近年、半導体回路の高密度化が進み、高機能な情報端末が小型化し、携帯が可能となった。このため、薄型、軽量、低消費電力の表示素子の研究が活発化している。例えば、液晶ディスプレイ(LCD)は小型携帯機器からノート型パソコンのディスプレイをカバーし、ブラウン管ディスプレイ(CRT)に置き換わる存在にまで成長している。さらに、動画に耐え得る次世代型表示素子として有機EL素子が注目されている。

40

【0003】

エレクトロケミルミネッセント(ECL)素子も、上記のような素子の1つである。ECL素子は、有機EL素子と同様、自発光型素子であるが、その最大の特徴は溶液から発光が得られる点である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

50

上記有機EL素子などの発光素子に用いられる発光材料としては、印加した電圧電流に対し高い輝度を示すもの、すなわち発光効率の高いものが求められている。このような発光材料として、トリス(2-フェニルピリジン)イリジウム：Ir(ppy)₃などの三重項状態から発光する材料が知られている。

【0005】

本発明の目的は、発光効率が高い新規な発光素子用発光材料及びそれを用いた発光素子を提供することにある。

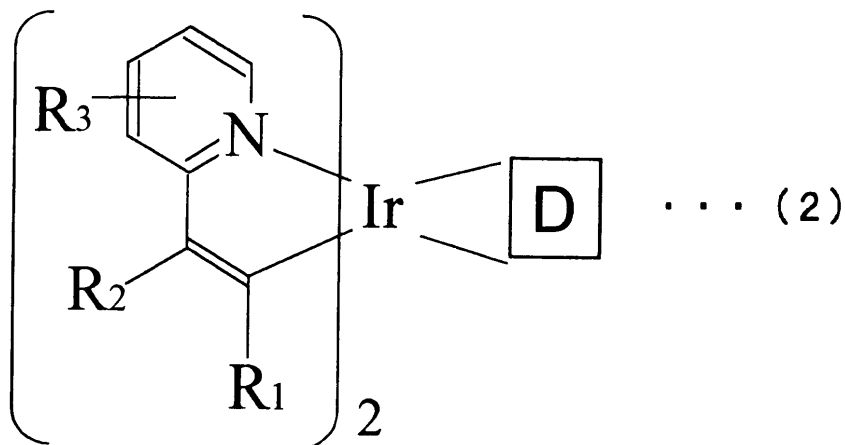
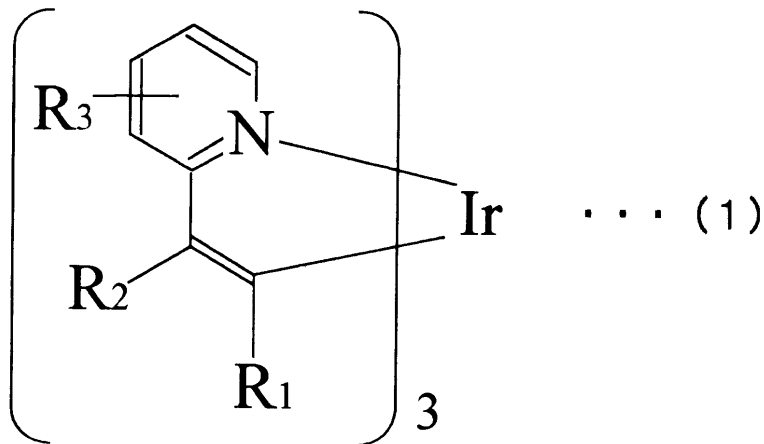
【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明の発光素子用発光材料は、以下の一般式(1)~(16)で表されることを特徴とするイリジウム含有有機金属化合物である。 10

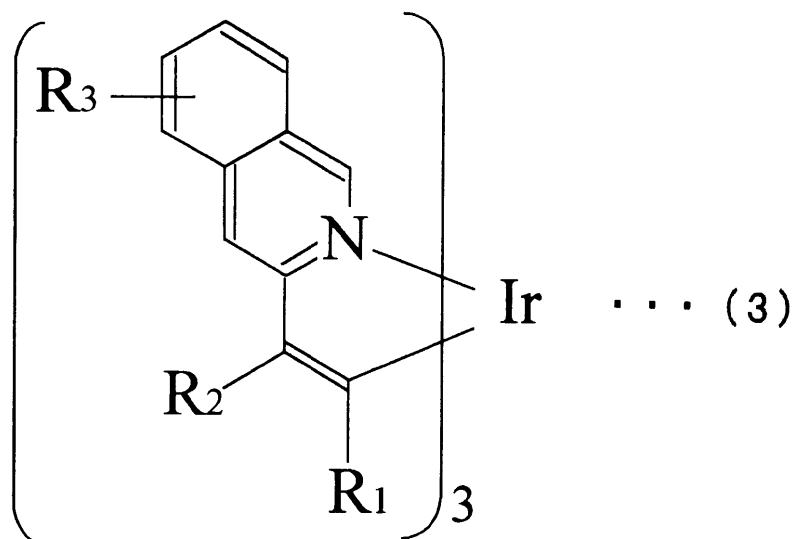
【0007】

【化10】

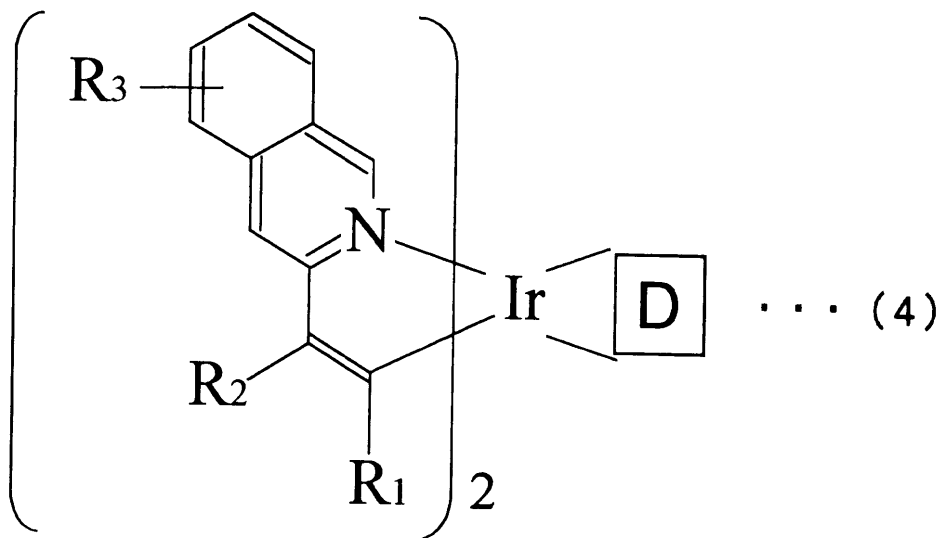


【0008】

【化11】



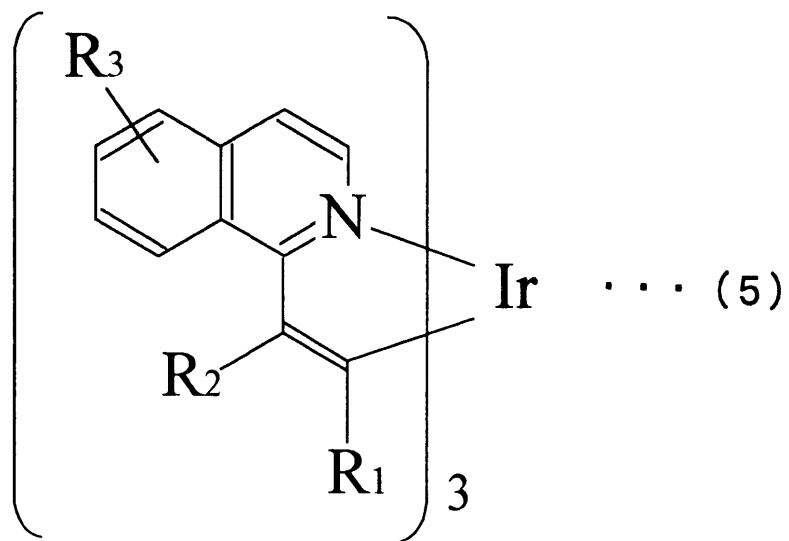
10



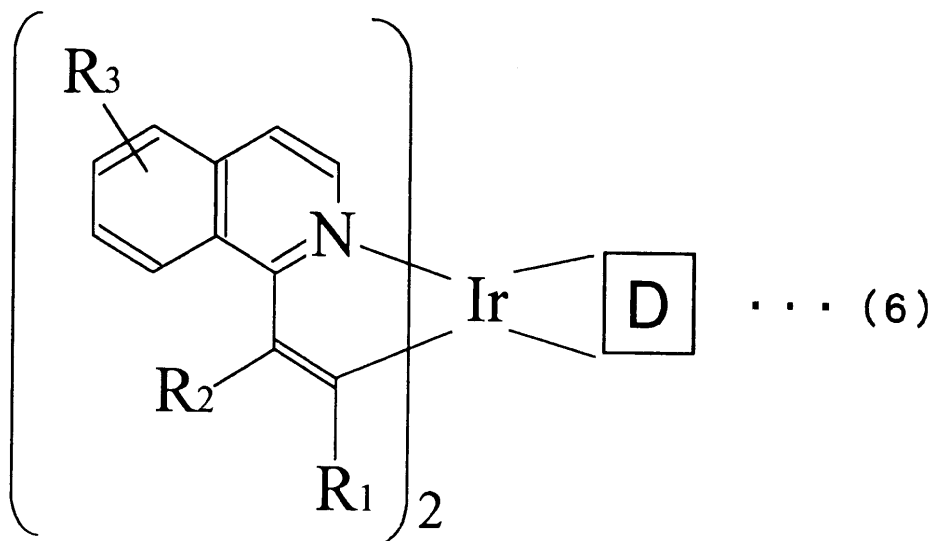
20

30

【 0 0 0 9 】
【 化 1 2 】



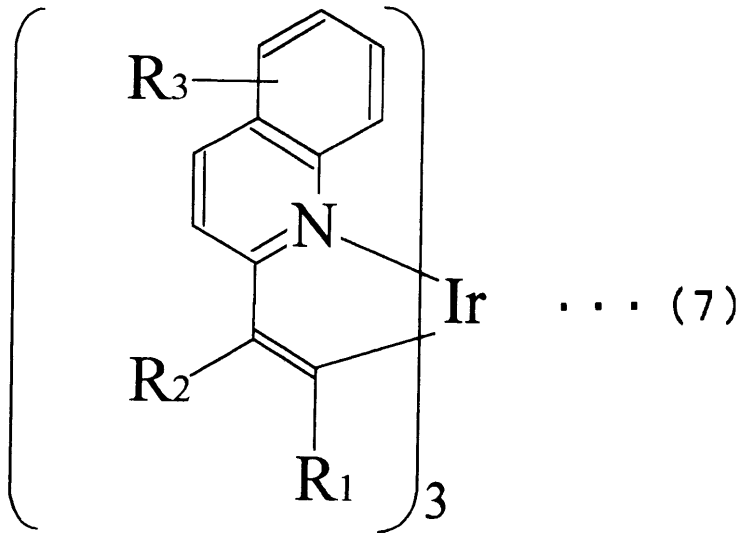
10



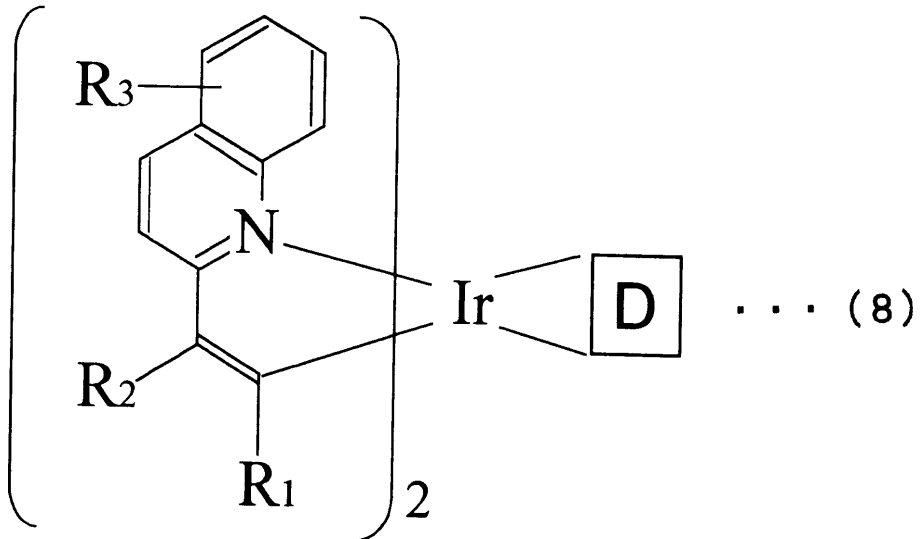
20

30

【 0 0 1 0 】
【 化 1 3 】



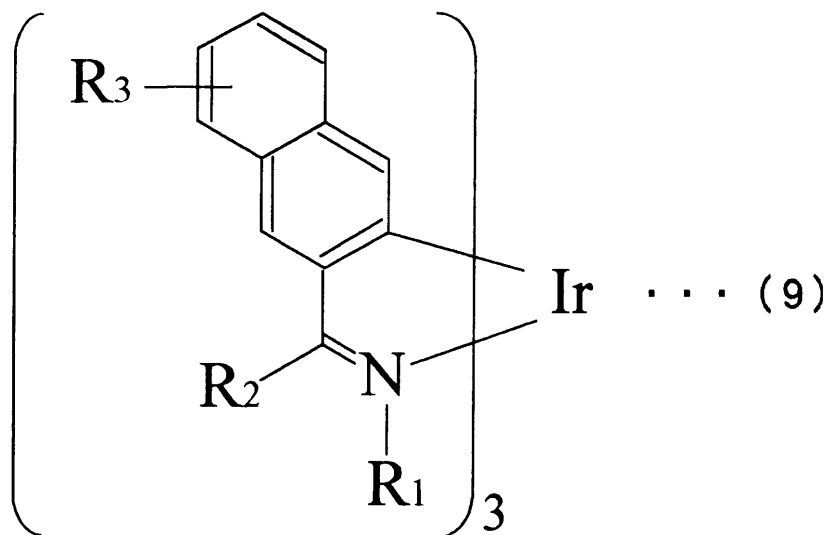
10



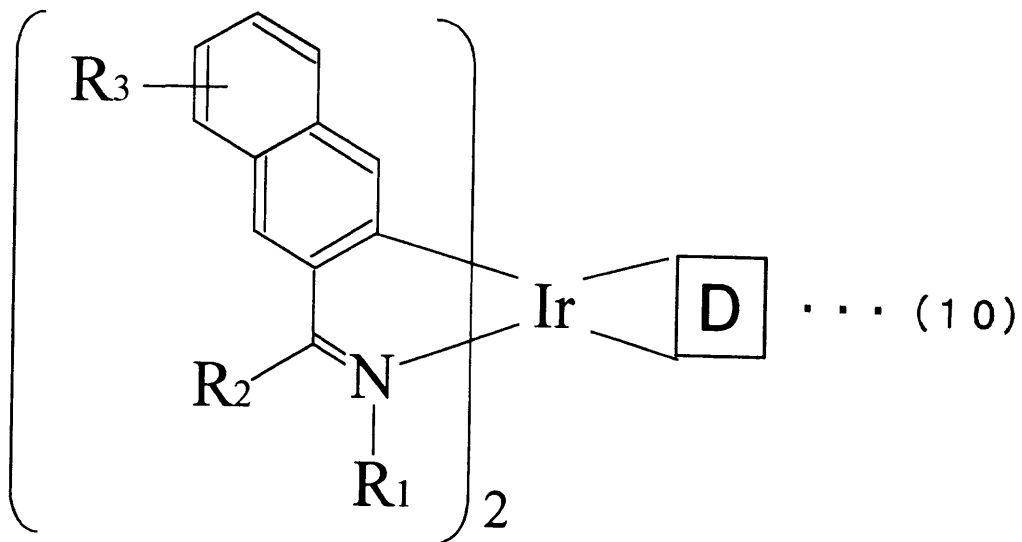
20

30

【 0 0 1 1 】
【 化 1 4 】



10

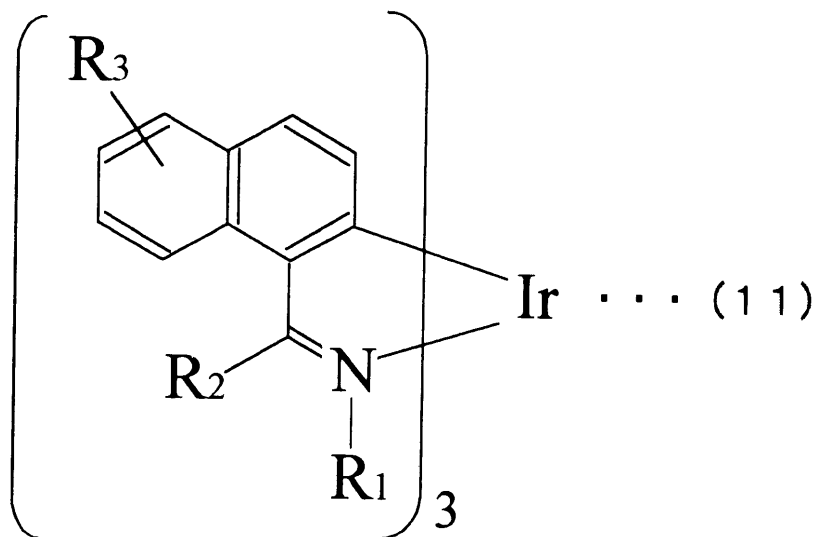


20

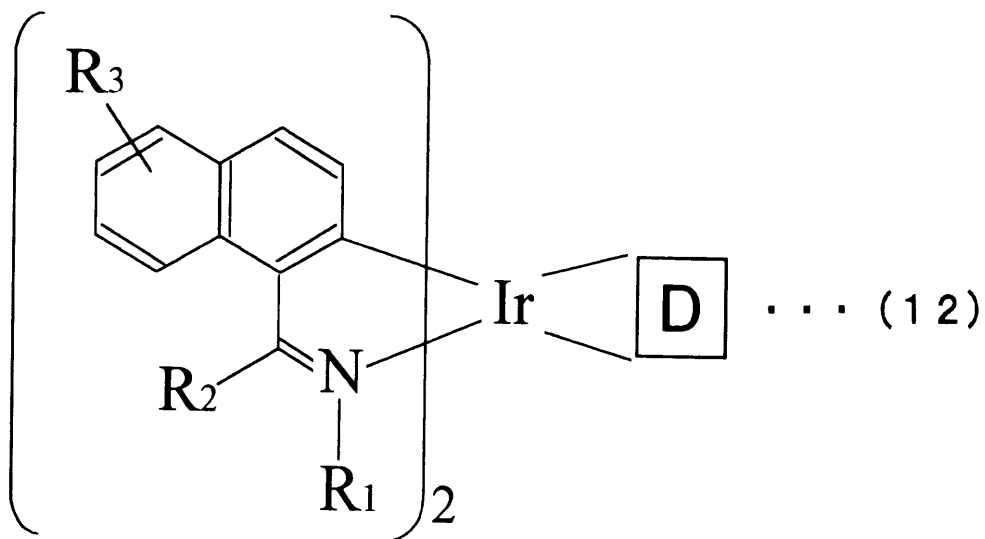
30

【 0 0 1 2 】

【 化 1 5 】



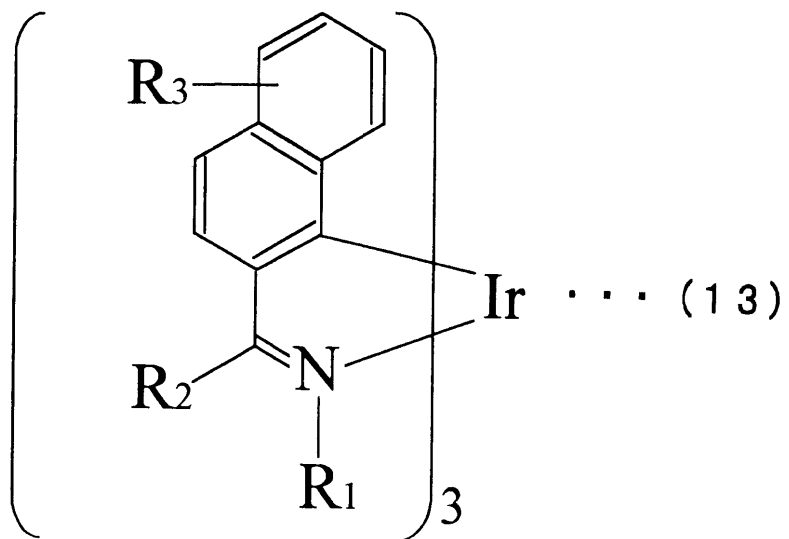
10



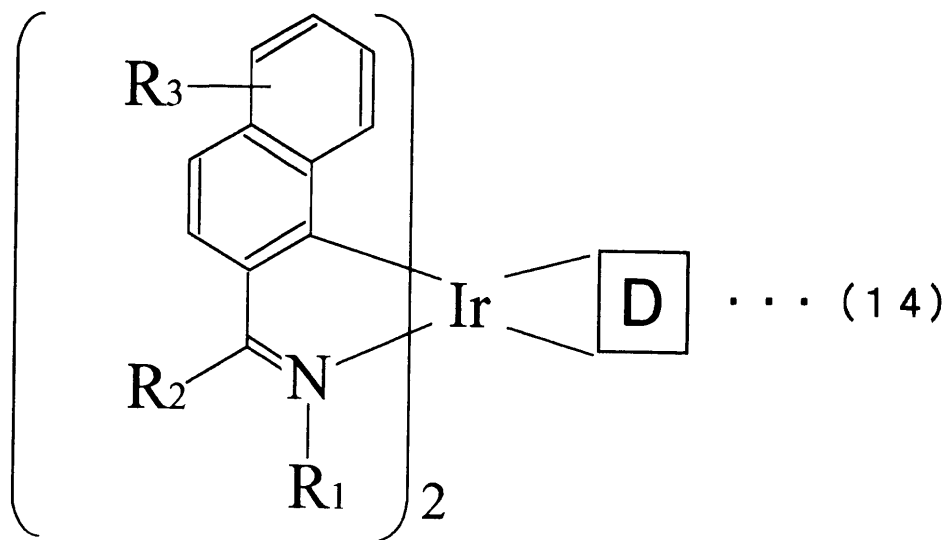
20

30

【 0 0 1 3 】
【 化 1 6 】



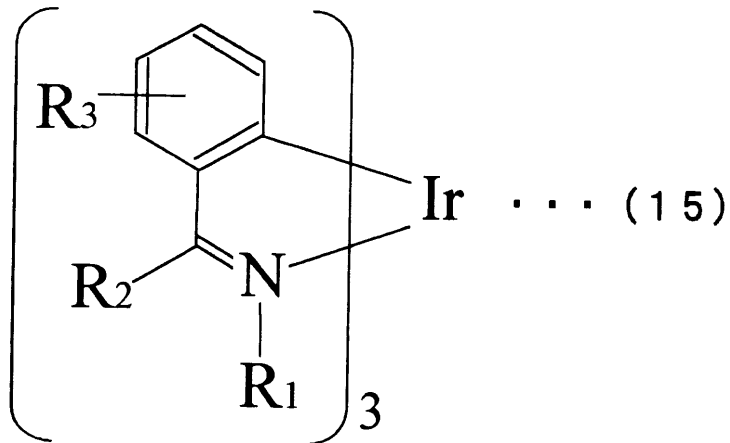
10



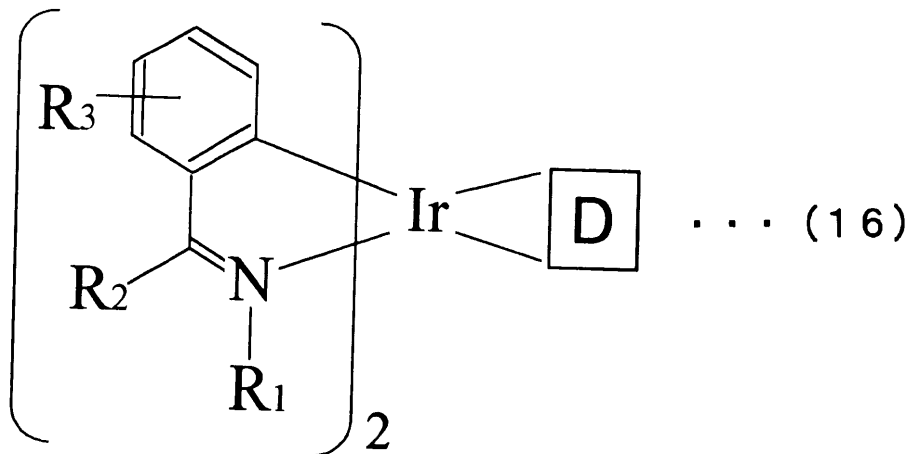
20

30

【 0 0 1 4 】
【 化 1 7 】



10



20

【0015】

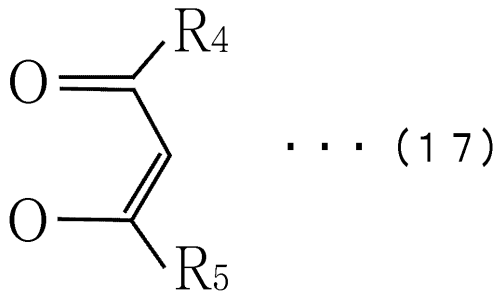
(ここで、 R_1 、 R_2 、及び R_3 は、 H 、 C_nH_{2n+1} (n は1~10の整数であることが好ましく、さらに好ましくは1~5の整数である。)、 $N(C_nH_{2n+1})_2$ (n は1~10の整数であることが好ましく、さらに好ましくは1~5の整数である。)、 $COOC_nH_{2n+1}$ (n は1~10の整数であることが好ましく、さらに好ましくは1~5の整数である。)、 F 、 Cl 、 Br 、 I 、 CN 、置換されてもよいフェニル基、または置換されてもよいナフチル基であり、それぞれが同一であってもよいし、異なってもよい。Dは、以下の一般式(17)または(18)で表される配位子である。且つ、 R_1 、 R_2 のいずれか一方は、 $N(C_nH_{2n+1})_2$ (n は1~10の整数)、 F 、 Cl 、 Br 、 I 、 CN 、置換されてもよいフェニル基、または置換されてもよいナフチル基である。)

30

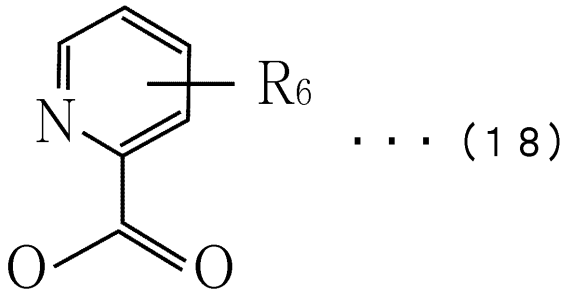
【0016】

【化18】

40



10



20

【0017】

(ここで、 R_4 、 R_5 、及び R_6 は、 H 、 $C_n H_{2n+1}$ (n は1~10の整数であることが好ましく、さらに好ましくは1~5の整数である。)、 $N(C_n H_{2n+1})_2$ (n は1~10の整数であることが好ましく、さらに好ましくは1~5の整数である。)、 $COOC_n H_{2n+1}$ (n は1~10の整数であることが好ましく、さらに好ましくは1~5の整数である。)、 F 、 Cl 、 Br 、 I 、 CN 、 CF_3 、フリル基、チエニル基、置換されてもよいフェニル基、または置換されてもよいナフチル基であり、それぞれが同一であってもよいし、異なってもよい。)

本発明の発光材料は、三重項状態から発光する材料であり、従って発光効率の高い発光材料である。

30

【0018】

一般式(1)、(3)、(5)、(7)、(9)、(11)、(13)、及び(15)で表される発光材料は、*Inorg Chem.* 1991, 30, 1685~1687頁に記載された方法により合成することができる。具体的には、イリジウムアセチルアセトナート($Ir(acac)_3$)に、配位子となる窒素含有化合物を反応させることにより合成することができる。

【0019】

一般式(2)、(4)、(6)、(8)、(10)、(12)、(14)、及び(16)で表される発光材料は、*J. Am. Chem. Soc.* 2001, 123, 4304~4312頁に記載された方法により合成することができる。具体的には、配位子となる窒素含有化合物とイリジウム塩化物とを反応させて、塩素架橋のダイマーを合成し、これを配位子Dと反応させることにより合成することができる。

40

【0020】

本発明の発光材料は、有機EL素子及びECL素子などの発光材料として用いることができる。有機EL素子の発光材料として用いる場合には、発光層にホストとともに含有されるドーパントとして用いることができる。ドーパントとして用いる場合の含有量は、特に限定されるものではないが、0.5重量%以上であることが好ましく、さらに好ましくは0.5~30重量%である。

【0021】

本発明の有機EL素子は、上記本発明の発光材料を発光層に含有することを特徴としてい

50

る。

【0022】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を具体的な実施例により説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

【0023】

(実施例1～14)

ガラス基板の上に、ITOからなる陽極を形成し、この上にホール輸送層、発光層、ホール阻止層、電子輸送層、及び陰極を真空蒸着法により形成し、陽極/ホール輸送層/発光層/ホール阻止層/電子輸送層/陰極の素子構造を有する有機EL素子を作製した。

10

【0024】

陽極として、厚み1000のITO膜を形成した。ホール輸送層として、厚み500のNPBの層を形成した。発光層として、ホストであるCBPに6.5重量%のドーパントを含有させたものを厚み100となるように形成した。ホール阻止層として、厚み100のBCPの層を形成した。電子輸送層として、厚み300のAlqの層を形成した。陰極として、厚み2000のMgInの層を形成した。

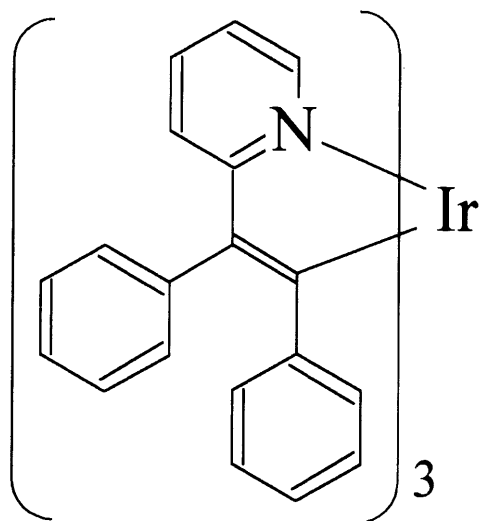
【0025】

発光層に含有させるドーパントとしては、本発明の発光材料である以下の構造を有する化合物1～14を用いた。

【0026】

20

【化19】



30

化合物1

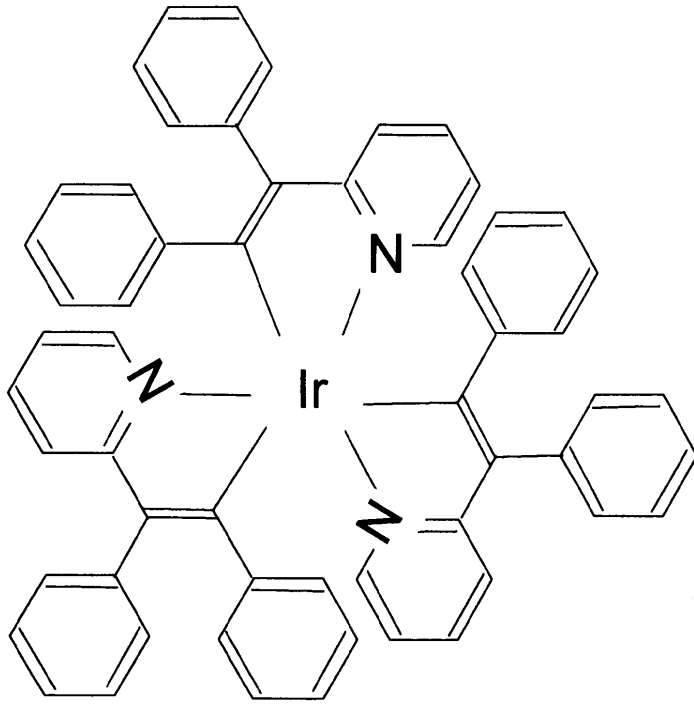
【0027】

化合物1は、以下の構造を有している。

40

【0028】

【化20】

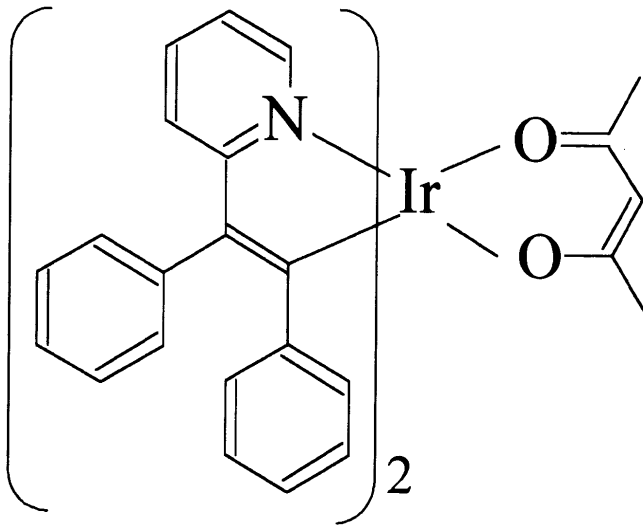


10

20

【 0 0 2 9 】

【 化 2 1 】



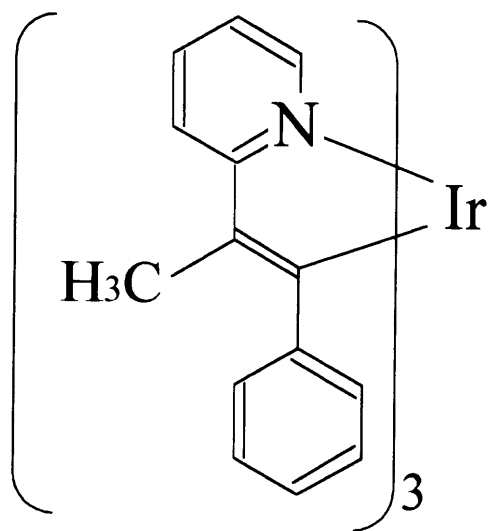
30

化合物2

【 0 0 3 0 】

【 化 2 2 】

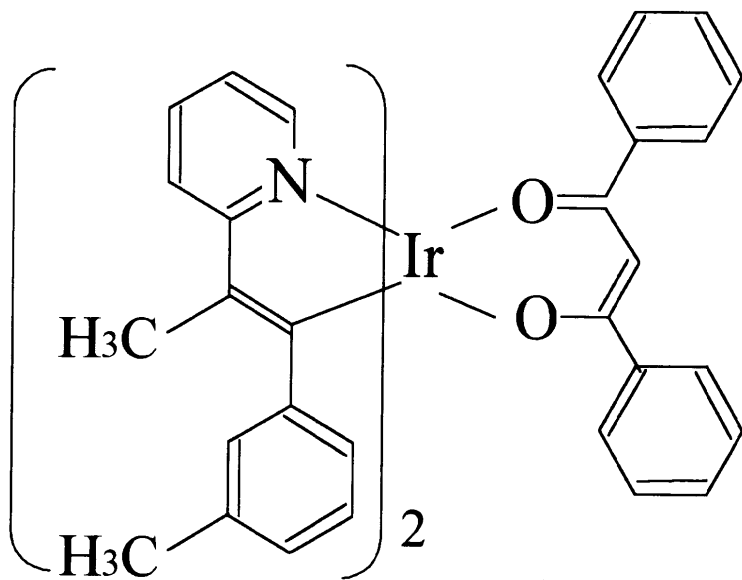
40



化合物3

【0031】

【化23】



化合物4

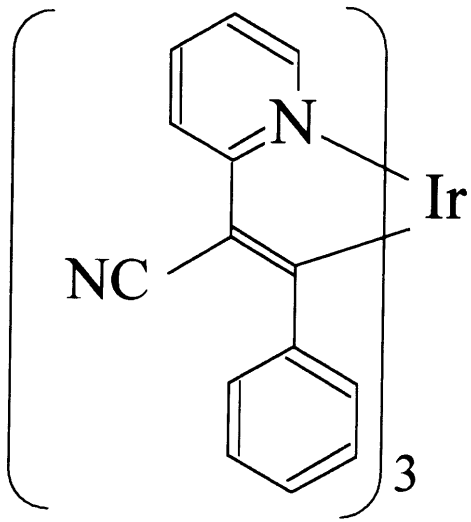
【0032】

【化24】

10

20

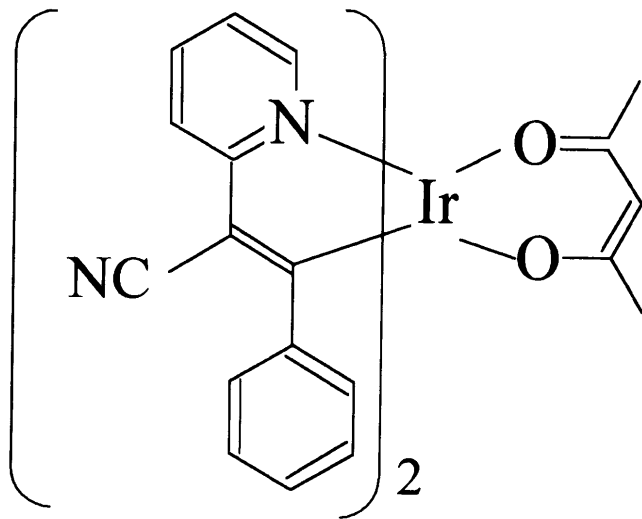
30



化合物5

【0033】

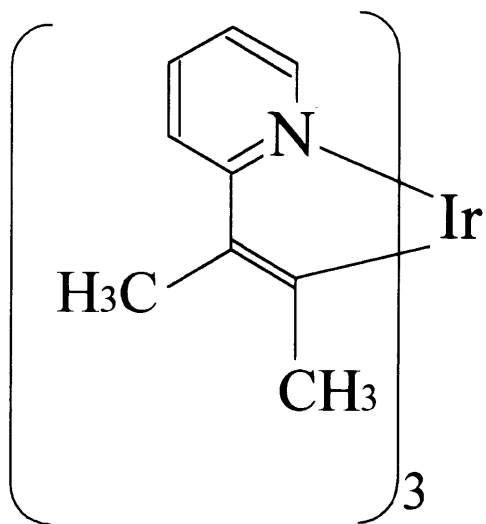
【化25】



化合物6

【0034】

【化26】

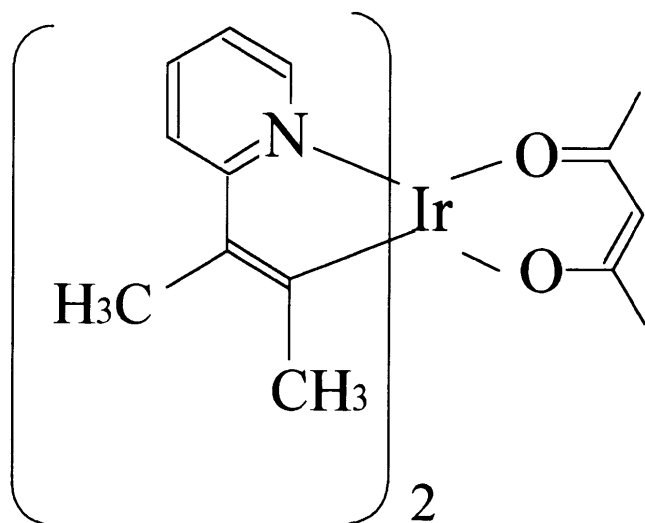


10

化合物7

【0035】

【化27】



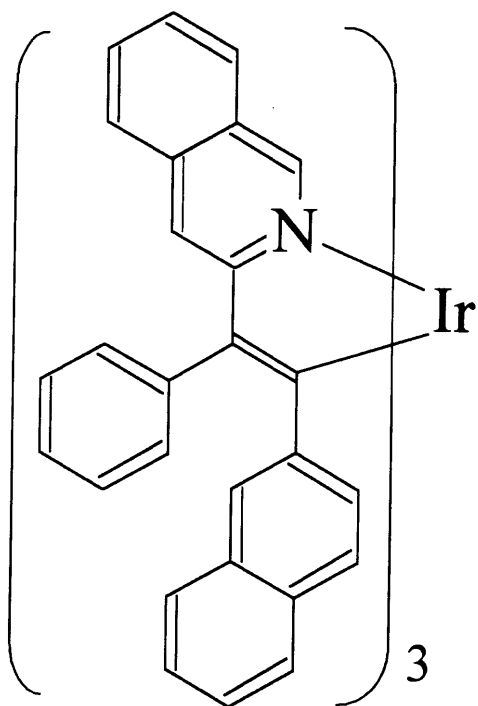
20

30

化合物8

【0036】

【化28】



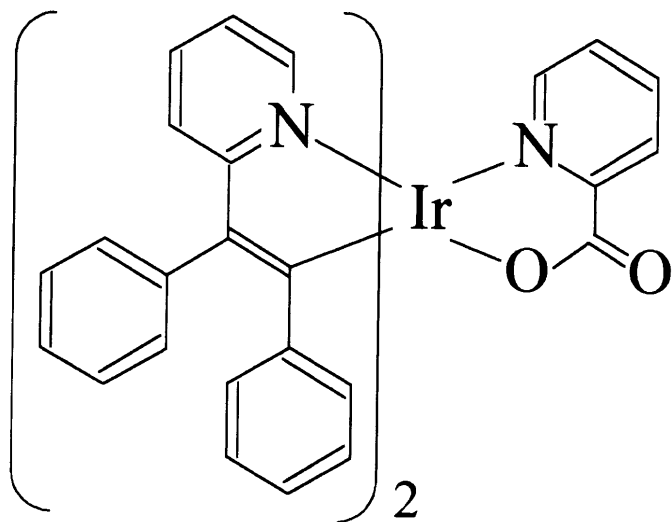
化合物9

10

20

【0037】

【化29】



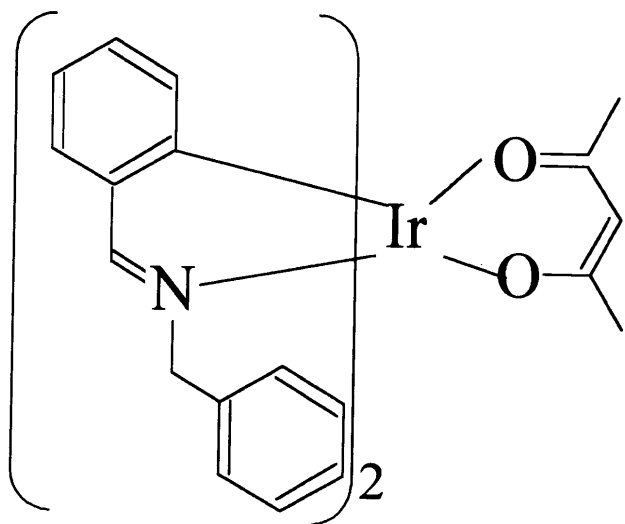
化合物10

30

40

【0038】

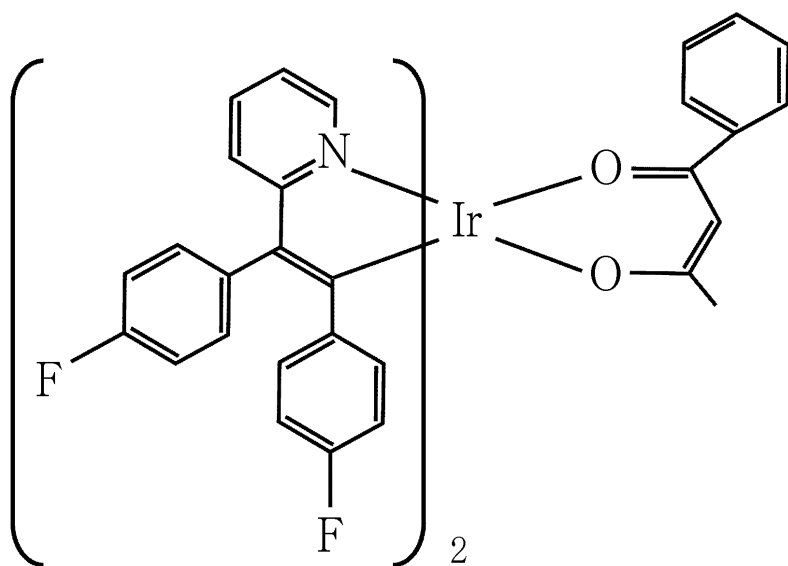
【化30】



化合物11

【0039】

【化31】



化合物12

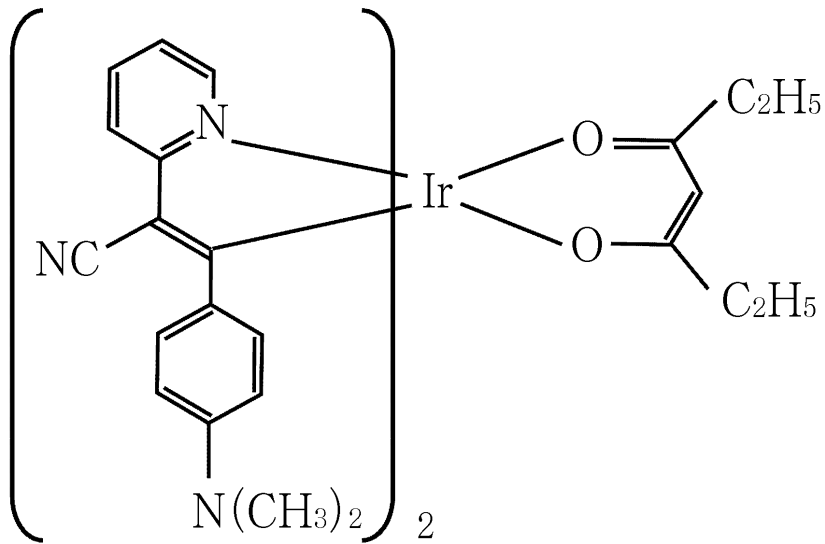
【0040】

【化32】

10

20

30



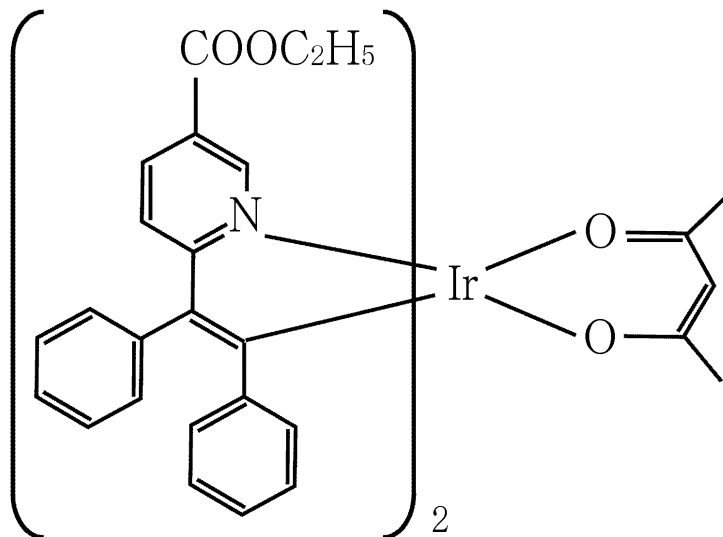
10

化合物13

【0041】

【化33】

20



30

化合物14

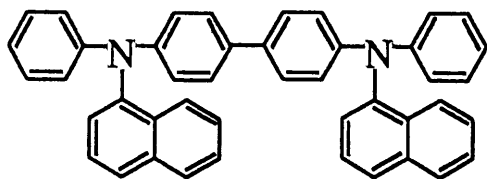
【0042】

ホール輸送層に用いたNPBは、N,N - ジ(ナフタレン - 1 - イル) - N,N - ジフェニル - ベンジジンであり、以下の構造を有する化合物である。

【0043】

【化34】

40



NPB

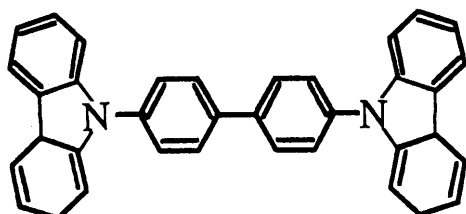
10

【0044】

発光層のホストとして用いたCBPは、4,4'-ビス(カルバゾール-9-イル)-ビフェニルであり、以下の構造を有する化合物である。

【0045】

【化35】



CBP

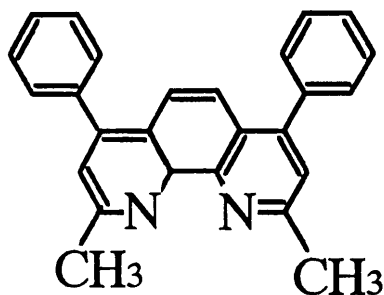
20

【0046】

ホール阻止層に用いたBCPは、2,9-ジメチル-4,7-ジフェニル-1,10-フェナントロリンであり、以下の構造を有する化合物である。

【0047】

【化36】



BCP

30

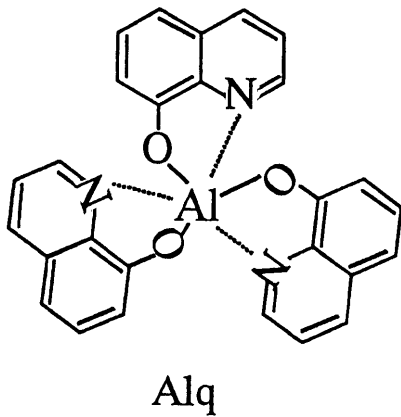
【0048】

電子輸送層に用いたAlqは、トリス(8-ヒドロキシキノリナト)アルミニウムであり、以下の構造を有する化合物である。

【0049】

【化37】

40



10

【 0 0 5 0 】

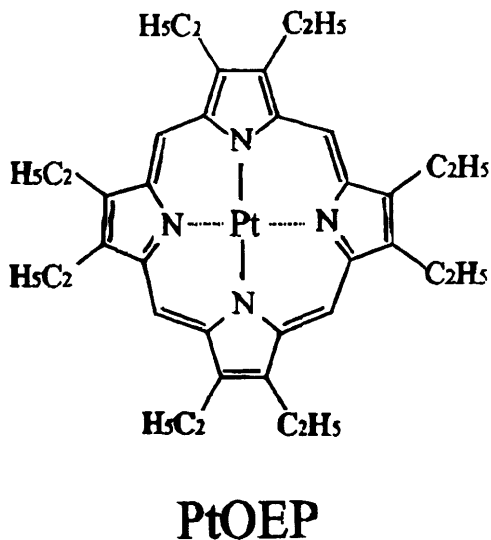
(比較例 1)

発光層に含まれるドーパントとして、従来の発光材料であり、以下の構造を有する 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) を用いる以外は、上記実施例と同様にして有機 EL 素子を作製した。

【 0 0 5 1 】

【 化 3 8 】

20



30

【 0 0 5 2 】

〔 有機 EL 素子の発光特性の評価 〕

以上のようにして作製した実施例 1 ~ 14 及び比較例 1 の有機 EL 素子について、10 mA/cm² の電流を電極に印加し、最高輝度、発光効率、発光波長、及び色度座標を測定した。測定結果を表 1 に示す。なお、表 1 に示すドーパントの濃度は、6.5 重量%である。

40

【 0 0 5 3 】

【 表 1 】

	発光層		最高輝度 (cd/m ²)	発光効率 (cd/A)	発光波長 (nm)	色度座標 (x, y)
	ホスト	ドーパント(濃度)				
実施例1	CBP	化合物1(6.5%)	21,000	10.2	607	0.58,0.42
実施例2	CBP	化合物2(6.5%)	22,000	11	606	0.58,0.42
実施例3	CBP	化合物3(6.5%)	23,000	12	575	0.51,0.47
実施例4	CBP	化合物4(6.5%)	23,100	12	574	0.50,0.47
実施例5	CBP	化合物5(6.5%)	16,900	9.4	630	0.63,0.36
実施例6	CBP	化合物6(6.5%)	15,900	9.3	629	0.63,0.36
実施例7	CBP	化合物7(6.5%)	21,200	10.8	545	0.42,0.47
実施例8	CBP	化合物8(6.5%)	22,000	11.1	543	0.42,0.47
実施例9	CBP	化合物9(6.5%)	12,000	8	648	0.66,0.33
実施例10	CBP	化合物10(6.5%)	17,600	9.6	605	0.58,0.42
実施例11	CBP	化合物11(6.5%)	15,000	9.2	492	0.19,0.28
実施例12	CBP	化合物12(6.5%)	24,000	10.8	589	0.56,0.43
実施例13	CBP	化合物13(6.5%)	15,800	9.2	628	0.63,0.36
実施例14	CBP	化合物14(6.5%)	15,300	9.1	603	0.58,0.42
比較例1	CBP	PI0EP(8%)	1,200	0.8	657	0.68,0.31

【0054】

表1から明らかなように、本発明の発光材料を用いた実施例1～14は、従来の発光材料を用いた比較例1に比べ、発光効率が高くなっていることがわかる。本発明の発光材料は、イリジウム含有有機金属化合物であり、その発光効率が高いことから、三重項状態から発光する材料であると考えられる。

【0055】

(実施例15～18)

発光層にドーパントとして含有させる化合物1の濃度を0.5重量%、3重量%、15重量%、及び30重量%とした以外は、実施例1と同様にして有機EL素子を作製した。

【0056】

作製した有機EL素子について、上記と同様にして、最高輝度、発光効率、発光波長、及び色度座標を測定した。測定結果を表2に示す。なお、表2には、実施例1の結果も併せて示している。

【0057】

【表2】

	発光層		最高輝度 (cd/m ²)	発光効率 (cd/A)	発光波長 (nm)	色度座標 (x, y)
	ホスト	ドーパント(濃度)				
実施例1	CBP	化合物1(6.5%)	21,000	10.2	607	0.58,0.42
実施例15	CBP	化合物1(0.5%)	8,500	10.7	595	0.55,0.45
実施例16	CBP	化合物1(3%)	21,500	10.7	602	0.57,0.43
実施例17	CBP	化合物1(15%)	17,000	9.6	630	0.65,0.35
実施例18	CBP	化合物1(30%)	13,500	10.7	630	0.65,0.35

【0058】

表2から明らかなように、発光層中のドーパントの含有量が、0.5～30重量%の範囲内で、高い発光効率を得られていることがわかる。

【0059】

(実施例19～21)

発光層に含有させるホストとして、TCPB、CTTA、1AZM-Hexを用いた以外は、上記実施例1と同様にして有機EL素子を作製した。

TCPBは、1,3,5-トリス(カルバゾール-9-イル)-ベンゼンであり、以下の構造を有する化合物である。

【0060】

10

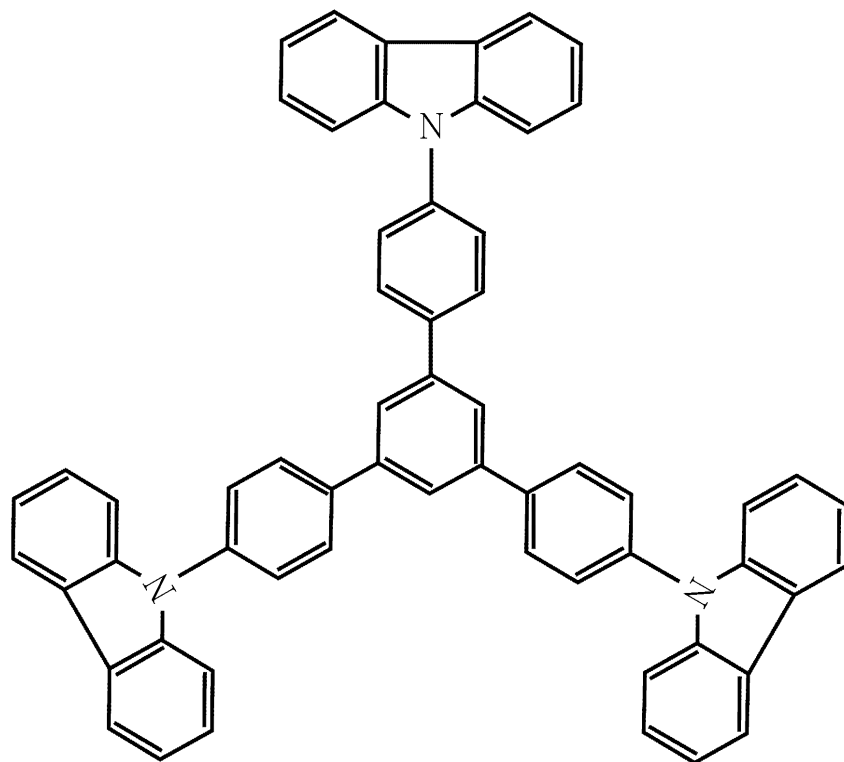
20

30

40

50

【化39】



10

20

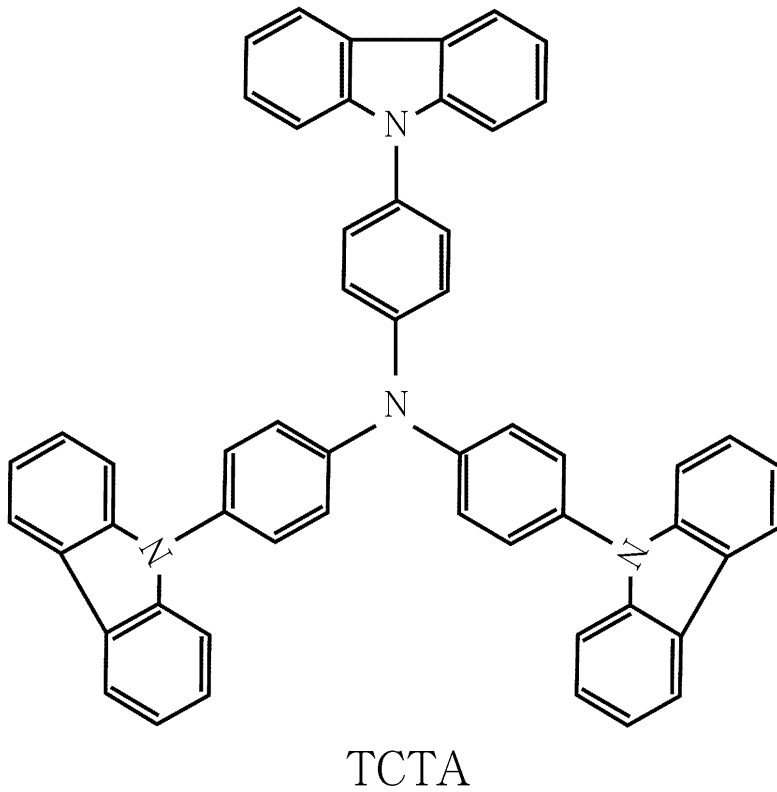
TCPB

【0061】

TCTAは、4,4',4''-トリス(カルバゾール-9-イル)-トリフェニルアミンであり、以下の構造を有する化合物である。

【0062】

【化40】



10

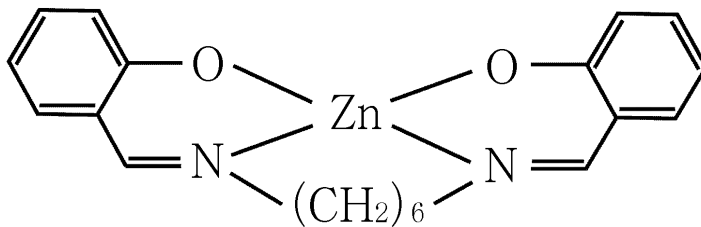
20

【0063】

1AZM-Hexは、(N,N-ジサリシリデン-1,6-ヘキサンジアミン)亜鉛(II)であり、以下の構造を有する化合物である。

【0064】

【化41】



1AZM-Hex

30

【0065】

作製した有機EL素子について、上記と同様にして、最高輝度、発光効率、発光波長、及び色度座標を測定した。測定結果を表3に示す。

40

【0066】

【表3】

	発光層		最高輝度 (cd/m ²)	発光効率 (cd/A)	発光波長 (nm)	色度座標 (x, y)
	ホスト	ドープ剤(濃度)				
実施例19	TCPB	化合物1(6.5%)	22,000	10.3	630	0.65, 0.35
実施例20	TCTA	化合物1(6.5%)	20,000	9.9	630	0.65, 0.35
実施例21	1AZM-Hex	化合物1(6.5%)	21,000	10	630	0.65, 0.35

【0067】

50

表3から明らかのように、発光層に含有させるホストを変えた場合にも、高い発光効率が得られている。

【0068】

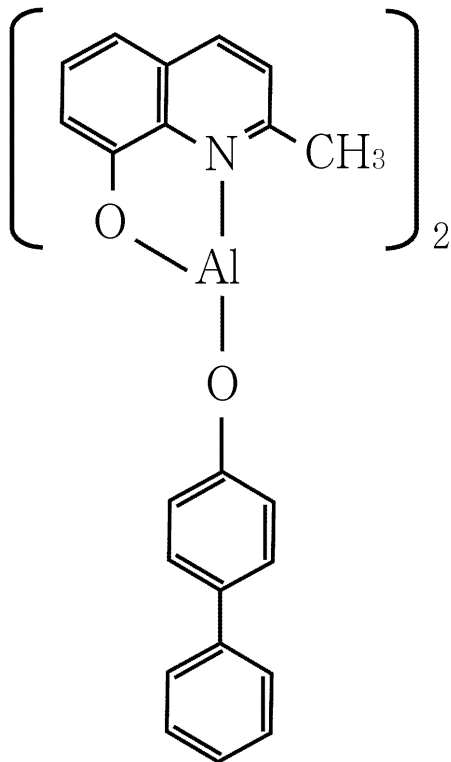
(実施例22～23)

実施例22においては、ホール阻止層をBCPに代えて、BA1qを用いた以外は、上記実施例1と同様にして有機EL素子を作製した。

BA1qは、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(III)であり、以下の構造を有する化合物である。

【0069】

【化42】



BA1q

【0070】

実施例23においては、陰極材料としてMgInに代えて、LiF/Alの2層構造の陰極とした以外は、上記実施例1と同様にして有機EL素子を作製した。

【0071】

作製した有機EL素子について、上記と同様にして、最高輝度、発光効率、発光波長、及び色度座標を測定した。測定結果を表4に示す。

【0072】

【表4】

10

20

30

40

	発光層		ホール 阻止層	電子 輸送層	陰極	最高輝度 (cd/m ²)	発光効率 (cd/A)	発光波長 (nm)	色度座標 (x, y)
	ホスト	ドパント(濃度)							
実施例22	CBP	化合物2 (6.5%)	BAIq	Alq	MgIn	23,500	11	602	0.57, 0.43
実施例23	CBP	化合物1 (6.5%)	BCP	Alq	LiF/Al	35,000	15	602	0.57, 0.43

10

20

30

40

【0073】

表4から明らかなように、ホール阻止層の材料としてBAIqを用いた場合、陰極材料としてLiF/Alを用いた場合にも、高い発光効率を得られている。

50

【 0 0 7 4 】

【 発 明 の 効 果 】

本発明の発光材料を用いることにより、有機EL素子及びEC素子などの発光素子において、発光効率を高めることができる。従って、本発明の発光材料は、携帯機器などの低電圧駆動機器における発光素子に有用なものである。

フロントページの続き

(72)発明者 西村 和樹

大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三洋電機株式会社内

審査官 渡辺 陽子

(56)参考文献 特開2002-234894(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

C09K 11/06

H05B 33/14

CA(STN)

REGISTRY(STN)

专利名称(译)	用于发光元件和有机电致发光元件的发光材料		
公开(公告)号	JP3605083B2	公开(公告)日	2004-12-22
申请号	JP2002051802	申请日	2002-02-27
[标]申请(专利权)人(译)	三洋电机株式会社		
申请(专利权)人(译)	三洋电机株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	三洋电机株式会社		
[标]发明人	滨田 祐次 松末 哲征 西村 和樹		
发明人	滨田 祐次 松末 哲征 西村 和樹		
IPC分类号	H01L51/50 C07F15/00 C09K11/06 H01L51/00 H01L51/30 H05B33/14		
CPC分类号	C09K11/06 C07F15/0033 C09K2211/1003 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 C09K2211/1029 C09K2211/185 H01L51/0059 H01L51/0062 H01L51/0077 H01L51/0081 H01L51/0085 H01L51/5016 Y10S428/917		
FI分类号	C09K11/06.660 H05B33/14.B C07F15/00.E		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB03 3K007/DB03 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC04 3K107/DD53 3K107/DD64 3K107/DD67 3K107/DD69 4H050/AA01 4H050/AA03 4H050/AB91 4H050/WB11 4H050/WB13 4H050/WB21		
审查员(译)	渡边洋子		
其他公开文献	JP2003253256A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：获得用于具有高发光效率的发光元件的新发光材料。

ŽSOLUTION：由通式(1)或(2)表示的发光元件的发光材料[其中R^{SB1}，R^{SB2}和R^{SB3}是H，C_nH_{2n+1} (n是1-10的整数)，N(C_nH_{2n+1} (n是1-10的整数)，COOC_nH_{2n+1} (n是1-10的整数)，F，Cl，Br，I，CN，苯基或萘基等；D是由通式(17)或(18)表示的配体[其中R⁴，R⁵和R⁶各自为H，C_nH_{2n+1} (n为1-10的整数)，F，Cl，Br，I，CN，CF₃，咪唑基，噻吩基，苯基或萘基等。

