

(19)日本国特許庁 ( J P )

# (12) 公開特許公報 ( A )

(11)特許出願公開番号

特開2003 - 55275

(P2003 - 55275A)

(43)公開日 平成15年2月26日 (2003.2.26)

(51) Int. Cl <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-コ-ト* (参考)
C 0 7 C 13/547		C 0 7 C 13/547	3 K 0 0 7
C 0 9 K 11/06	610	C 0 9 K 11/06	4 H 0 0 6
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	B
33/22		33/22	B
			D

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 14数)

(21)出願番号 特願2001 - 245943(P2001 - 245943)

(22)出願日 平成13年8月14日(2001.8.14)

(71)出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(72)発明者 妹尾 章弘

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノ

ン株式会社内

(72)発明者 上野 和則

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノ

ン株式会社内

(74)代理人 100096828

弁理士 渡辺 敬介 (外2名)

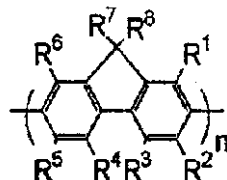
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 オリゴフルオレン化合物および該オリゴフルオレン化合物を用いた有機発光素子

(57)【要約】 (修正有)

【課題】 極めて高効率で高輝度、高寿命の光出力を有する有機発光素子を提供する。

【解決手段】 陽極および陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が下記一般式 [ 1 ] で示される化合物を含有する有機発光素子。



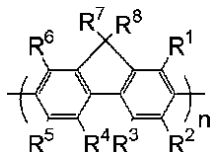
[ 1 ]

(但し一般式 [ 1 ] 中、R<sup>1</sup> ~ R<sup>8</sup>は水素原子、アルキル基、アリール基などを表し、nは2から10の整数を表す。またオリゴ体を形成するユニットは同一であっても異なってもよい。)

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記一般式 [ 1 ] で示されることを特徴とするオリゴフルオレン化合物。

## 【化 1】



(但し、一般式 [ 1 ] 中、 $R^1 \sim R^8$  は水素原子、ハロゲン原子、置換または未置換のアルキル基、置換または未置換のアラルキル基、置換または未置換のシクロアルキル基、置換または未置換のアルケニル基、置換または未置換のシクロアルケニル基、置換または未置換のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換のヘテロ環基、置換または未置換のアミノ基、置換または未置換のカルボニル基、ニトロ基、シアノ基、置換または未置換のエステル基、置換または未置換のカルバモイル基を表し、 $n$  は 2 から 10 の整数を表す。また、オリゴ体を形成するユニットは同一であっても異なってもよい。)

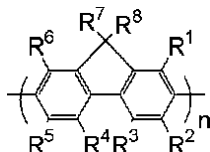
【請求項 2】 絶対分子量が 300 ~ 5000 であることを特徴とする請求項 1 に記載のオリゴフルオレン化合物。

【請求項 3】  $R^1 \sim R^8$  がすべて同一であるフルオレンユニットを繰り返し単位とすることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のオリゴフルオレン化合物。

【請求項 4】  $R^1 \sim R^8$  が異なるフルオレンユニットを繰り返し単位とすることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のオリゴフルオレン化合物。

【請求項 5】 陽極および陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が下記一般式 [ 1 ] で示される化合物を含有することを特徴とする有機発光素子。

## 【化 2】



(但し、一般式 [ 1 ] 中、 $R^1 \sim R^8$  は水素原子、ハロゲン原子、置換または未置換のアルキル基、置換または未置換のアラルキル基、置換または未置換のシクロアルキル基、置換または未置換のアルケニル基、置換または未置換のシクロアルケニル基、置換または未置換のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換のヘテロ環基、置換または未置換のアミノ基、置換または未置換のカルボニル基、ニトロ基、シアノ基、置換または未置換のエステル基、置換または未置換のカルバモイル基を表し、 $n$  は 2 から 10 の整数を表す。ま

た、オリゴ体を形成するユニットは同一であっても異なってもよい。)

【請求項 6】 一般式 [ 1 ] で示される化合物の絶対分子量が 300 ~ 5000 であることを特徴とする請求項 5 に記載の有機発光素子。

【請求項 7】 一般式 [ 1 ] で示される化合物が、 $R^1 \sim R^8$  がすべて同一であるフルオレンユニットを繰り返し単位とすることを特徴とする請求項 5 または 6 に記載の有機発光素子。

【請求項 8】 一般式 [ 1 ] で示される化合物が、 $R^1 \sim R^8$  が異なるフルオレンユニットを繰り返し単位とすることを特徴とする請求項 5 または 6 に記載の有機発光素子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、フルオレン化合物のオリゴ体およびこれを用いた有機発光素子に関し、詳しくは有機化合物を含む薄膜に電界を印加することにより光を放出する素子に関する。

## 【0002】

【従来の技術】有機発光素子は、陽極と陰極間に蛍光性有機化合物を含む薄膜を挟持させて、各電極から電子およびホール(正孔)を注入することにより、蛍光性化合物の励起子を生成させ、この励起子が基底状態にもどる際に放射される光を利用する素子である。

【0003】1987年コダック社の研究( Appl. Phys. Lett. 51, 913 (1987) )では、陽極にITO、陰極にマグネシウム銀の合金をそれぞれ用い、電子輸送材料および発光材料としてアルミニウムキノリノール錯体を用い、ホール輸送材料にトリフェニルアミン誘導体を用いた機能分離型2層構成の素子で、10V程度の印加電圧において1000 cd/m<sup>2</sup>程度の発光が報告されている。関連の特許としては、米国特許4,539,507号、米国特許4,720,432、米国特許4,885,211号等が挙げられる。

【0004】また、蛍光性有機化合物の種類を変えることにより、紫外から赤外までの発光が可能であり、最近では様々な化合物の研究が活発に行われている。例えば、米国特許5,151,629号、米国特許5,409,783号、米国特許5,382,477号、特開平2-247278号公報、特開平3-255190号公報、特開平5-202356号公報、特開平9-202878号公報、特開平9-227576号公報等に記載されている。

【0005】さらに、上記のような低分子材料を用いた有機発光素子の他にも、共役系高分子を用いた有機発光素子が、ケンブリッジ大学のグループ(Nature, 347, 539 (1990) )により報告されている。この報告ではポリフェニレンビニレン(PPV)を塗工系で成膜することにより、単層で発光を確認している。

共役系高分子を用いた有機発光素子の関連特許としては、米国特許5,247,190号、米国特許5,514,878号、米国特許5,672,678号、特開平4-145192号公報、特開平5-247460号公報等が挙げられる。

【0006】このように有機発光素子における最近の進歩は著しく、その特徴は低印加電圧で高輝度、発光波長の多様性、高速応答性、薄型、軽量の発光デバイス化が可能であることから、広汎な用途への可能性を示唆している。

【0007】しかしながら、現状では更なる高輝度の光出力あるいは高変換効率が必要である。また、長時間の使用による経時変化や酸素を含む雰囲気気体や湿気などによる劣化等の耐久性の面で未だ多くの問題がある。さらにはフルカラーディスプレイ等への応用を考えた場合、色純度の良い青、緑、赤の発光が必要となるが、この問題に関してもまだ十分に解決されていない。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような従来技術の問題点を解決するためになされたものであり、極めて高効率で高輝度、高寿命の光出力を有する化合物および有機発光素子を提供することを目的とする。

【0009】また、発光波長に多様性があり、種々の発光色相を呈するとともに極めて耐久性のある化合物および有機発光素子を提供することを目的とする。

【0010】さらには、製造が容易でかつ比較的安価に作成可能な化合物および有機発光素子を提供することを目的とする。

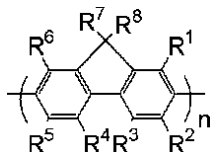
【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上述の課題を解決するために鋭意検討した結果、陽極及び陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が特定の化合物を含有することにより、より高効率で高輝度の光出力を有する有機発光素子を作成することが可能となることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0012】即ち、本発明のオリゴフルオレン化合物は、下記一般式[1]で示されることを特徴とする。

【0013】

【化3】



【0014】(但し、一般式[1]中、 $R^1 \sim R^8$ は水素原子、ハロゲン原子、置換または未置換のアルキル基、置換または未置換のアラルキル基、置換または未置換のシクロアルキル基、置換または未置換のアルケニル基、

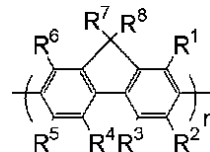
置換または未置換のシクロアルケニル基、置換または未置換のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換のヘテロ環基、置換または未置換のアミノ基、置換または未置換のカルボニル基、ニトロ基、シアノ基、置換または未置換のエステル基、置換または未置換のカルバモイル基を表し、 $n$ は2から10の整数を表す。また、オリゴ体を形成するユニットは同一であっても異なってよい。)

【0015】本発明のオリゴフルオレン化合物は、絶対分子量が300~5000であること、 $R^1 \sim R^8$ がすべて同一であるフルオレンユニットを繰り返し単位とすること、 $R^1 \sim R^8$ が異なるフルオレンユニットを結合した部分を有することを好ましい態様として含むものである。

【0016】また、本発明の有機発光素子は、陽極および陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層のうち少なくとも一層が下記一般式[1]で示される化合物を含有することを特徴とする。

【0017】

【化4】



【0018】(但し、一般式[1]中、 $R^1 \sim R^8$ は水素原子、ハロゲン原子、置換または未置換のアルキル基、置換または未置換のアラルキル基、置換または未置換のシクロアルキル基、置換または未置換のアルケニル基、置換または未置換のシクロアルケニル基、置換または未置換のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基、置換または未置換のヘテロ環基、置換または未置換のアミノ基、置換または未置換のカルボニル基、ニトロ基、シアノ基、置換または未置換のエステル基、置換または未置換のカルバモイル基を表し、 $n$ は2から10の整数を表す。また、オリゴ体を形成するユニットは同一であっても異なってよい。)

【0019】本発明の有機発光素子は、一般式[1]で示される化合物の絶対分子量が300~5000であること、一般式[1]で示される化合物が $R^1 \sim R^8$ がすべて同一であるフルオレンユニットを繰り返し単位とすること、 $R^1 \sim R^8$ が異なるフルオレンユニットを繰り返し単位とすることを好ましい態様として含むものである。

【0020】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。

【0021】まず、本発明の上記一般式[1]で示されるオリゴフルオレン化合物について説明する。

【0022】一般式[1]における置換基 $R^1 \sim R^8$ の具体的な例を以下に示す。

【0023】置換あるいは未置換のアルキル基、アラルキル基としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*iso*-プロピル基、*ter*-ブチル基、オクチル基、2-エチルオクチル基、ドデカン基、ベンジル基、フェネチル基等が挙げられる。

【0024】置換あるいは未置換のシクロアルキル基としては、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロオクチル基、アダマンタニル基、メチルシクロヘキシル基等が挙げられる。

【0025】置換あるいは未置換のアルケニル基としては、ビニル基、アリル基(2-プロペニル基)、1-プロペニル基、*iso*-プロペニル基、2-ブテニル基等が挙げられる。

【0026】置換あるいは未置換のシクロアルケニル基としては、シクロペンテニル基、シクロヘキセニル基、シクロヘキセジエニル基、シクロオクテニル基等が挙げられる。

【0027】置換あるいは未置換のアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、2-エチルオクチルオキシ基、フェノキシ基、4-ブチルフェ

ノキシ基、ベンジルオキシ基等が挙げられる。  
【0028】置換あるいは未置換のアリール基としては、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、*ter*-ブチルフェニル基、4-オクチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ピフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントラニル基、フェナントリル基、ピレニル基等が挙げられる。

【0029】置換あるいは未置換のヘテロ環基としては、ピリジル基、ピピリジル基、メチルピリジル基、チ

エニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、キノリル基、カルバゾリル基、*N*-エチルカルバゾリル基等が挙げられる。  
【0030】置換または未置換のアミノ基としては、メチルアミノ基、エチルアミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、メチルエチルアミノ基、ベンジルアミノ基、メチルベンジルアミノ基、アニリノ基、ジフェニルアミノ基、フェニルトリルアミノ基、ジトリルアミノ基等が挙げられる。

【0031】置換または未置換のカルボニル基としては、アセチル基、プロピオニル基、イソブチリル基、メタクリロイル基、ベンゾイル基、ナフトイル基、アントライル基、トルオイル基等が挙げられる。

【0032】置換あるいは未置換のエステル基としては、メチルエステル基、エチルエステル基、イソプロピルエステル基、フェニルエステル基、フェニルエチルエステル基等が挙げられる。

【0033】置換あるいは未置換のカルバモイル基としては、メチルカルバモイル基、エチルカルバモイル基、イソプロカルバモイル基、フェニルカルバモイル基、フ

エニルエチルカルバモイル基等が挙げられる。

【0034】また、これらの $R^1 \sim R^8$ が有しても良い置換基としては、上記のようなアルキル基、アラルキル基、シクロアルキル基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルコキシ基、アリール基、ヘテロ環基、アミノ基、カルボニル基、エステル基、カルバモイル基、更にはハロゲン、ニトロ基、シアノ基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0035】一般式[1]における $n$ は2から10の整数を表す。 $n$ が1では、膜安定性等の点で好ましくなく、 $n$ が11以上では、単一化合物としての分離が困難になり、安定した性能確保の点で好ましくない。

【0036】また、上記と同様の理由により、絶対分子量が300~5000であることが好ましい。

【0037】また、 $R^1 \sim R^8$ がすべて同一であるフルオレンユニットを繰り返し単位としてもよいし、 $R^1 \sim R^8$ が異なるフルオレンユニットを結合した部分を有ずしてもよい。

【0038】一般式[1]で表される化合物の合成法は特に制限されないが、例えば、パラジウム触媒を用いた *suzuki coupling* 法(例えば *Chem. Rev.* 1995, 95, 2457-2483)、ニッケル触媒を用いた *Yamamoto* 法(例えば *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 51, 2091, 1978)、アリールスズ化合物を用いて合成する方法(例えば *J. Org. Chem.*, 52, 4296, 1987)などの合成法を用いて容易に合成することができる。

【0039】次に、本発明の有機発光素子について図面に沿って説明する。

【0040】図1は本発明の有機発光素子の一例を示す断面図である。図1は基板1上に陽極2、発光層3及び陰極4を順次設けた構成のものである。ここで使用する発光素子はそれ自体でホール輸送能、電子輸送能及び発光性の性能を単一で有している場合や、それぞれの特性を有する化合物を混ぜて使う場合に有用である。

【0041】図2は本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図2は基板1上に陽極2、ホール輸送層5、電子輸送層6及び陰極4を順次設けた構成のものである。この場合、発光物質はホール輸送性かあるいは電子輸送性のいずれかあるいは両方の機能を有している材料をそれぞれの層に用い、発光性の無い単なるホール輸送物質あるいは電子輸送物質と組み合わせて用いる場合に有用である。また、この場合、発光層はホール輸送層5あるいは電子輸送層6のいずれかから成る。

【0042】図3は本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図3は基板1上に陽極2、ホール輸送層5、発光層3、電子輸送層6及び陰極4を順次設けた構成のものである。これはキャリア輸送と発光の

機能を分離したものであり、ホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した化合物と適時組み合わせ用いられ極めて材料選択の自由度が増すとともに、発光波長を異にする種々の化合物が使用できるため、発光色相の多様化が可能になる。さらに、中央の発光層3に各キャリアあるいは励起子を有効に閉じこめて発光効率の向上を図ることも可能になる。

【0043】図4は本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図4は図3に対してホール注入層7を陽極2側に挿入した構成であり、陽極2とホール輸送層5の密着性改善あるいはホールの注入性改善に効果があり、低電圧化に効果的である。

【0044】図5および図6は本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図5および図6は、図3および図4に対してホールあるいは励起子（エキシトン）が陰極側に抜けることを阻害する層（ホール/エキシトンブロッキング層8）を、発光層3、電子輸送層6間に挿入した構成である。イオン化ポテンシャルの非常に高い化合物をホール/エキシトンブロッキング層8として用いる事により、発光効率の向上に効果的な構成である。

【0045】ただし、図1～6はあくまでごく基本的な素子構成であり、本発明の化合物を用いた有機発光素子の構成はこれらに限定されるものではない。例えば、電極と有機層界面に絶縁性層を設ける、接着層あるいは干渉層を設ける、ホール輸送層がイオン化ポテンシャルの異なる2層から構成されるなど多様な層構成をとること

ができる。

【0046】また、図1～6には基板側に陽極から積層していった構成のみを示したが、もちろん基板側に陰極から積層していく構造をとることも可能である。

【0047】本発明に用いられる一般式[1]で示される化合物は、従来の化合物に比べいずれも極めて電荷輸送性、発光性の優れた化合物であり、図1～図6のいずれの形態をも使用することができる。

【0048】特に、本発明の一般式[1]で示される化合物を用いた有機層は、電荷輸送層として有用であり、発光層あるいは発光層ホスト材料としても有用である。

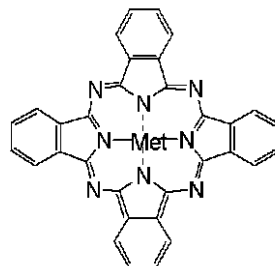
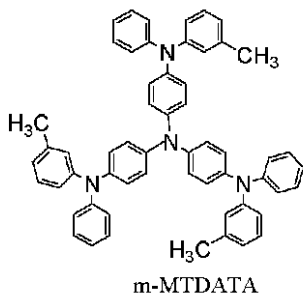
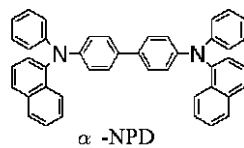
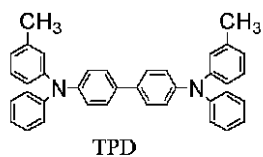
【0049】本発明の有機発光素子においては、一般式[1]で示される化合物を真空蒸着法や溶液塗布法あるいは印刷法により陽極2及び陰極4の間に形成する。その有機層の厚みは10μmより薄く、好ましくは0.5μm以下、より好ましくは0.05～0.5μmの厚みに薄膜化することが好ましい。

【0050】本発明においては、電子輸送、発光層構成成分として前記一般式[1]で示される化合物を用いるものであるが、必要に応じてこれまで知られているホール輸送性化合物、発光性化合物、発光層マトリックス化合物、電子輸送性化合物、電荷輸送性ポリマー材料、発光性ポリマー材料（例えば以下に示される化合物等）を必要に応じて一緒に使用することもできる。但し、もちろんこれらに限定されるものではない。

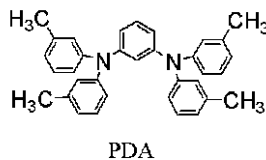
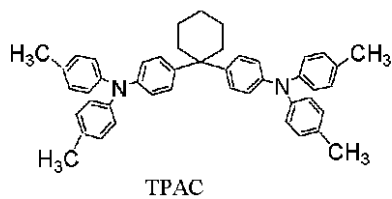
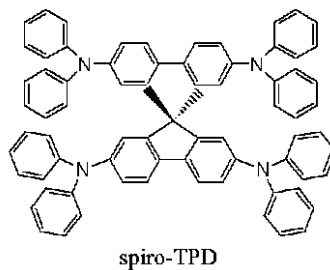
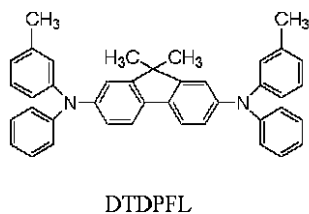
【0051】

【化5】

910  
ホール輸送性化合物



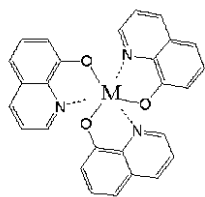
Met-Pc



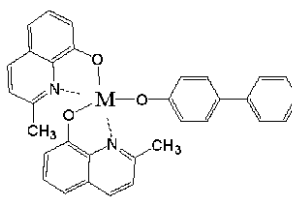
【0052】

【化6】

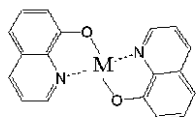
12  
電子輸送性発光材料



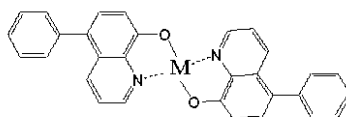
M: Al, Ga



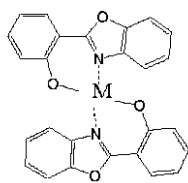
M: Al, Ga



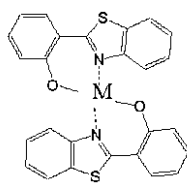
M: Zn, Mg, Be



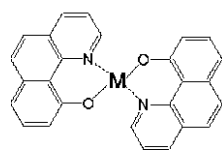
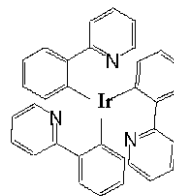
M: Zn, Mg, Be



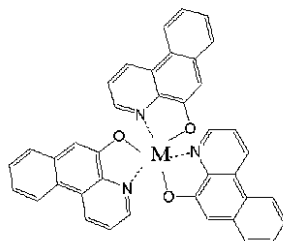
M: Zn, Mg, Be



M: Zn, Mg, Be



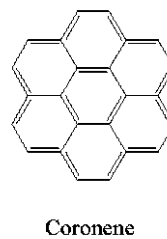
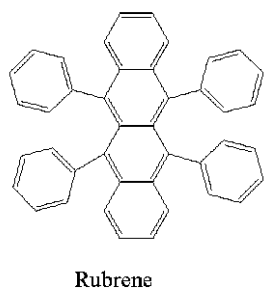
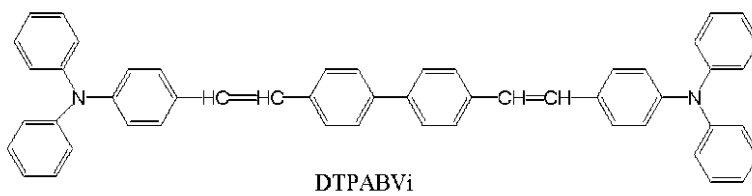
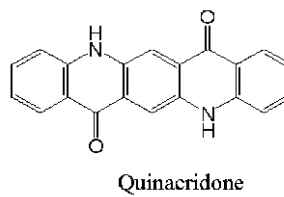
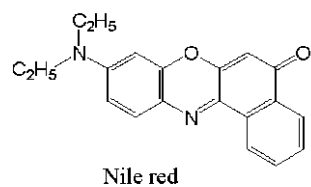
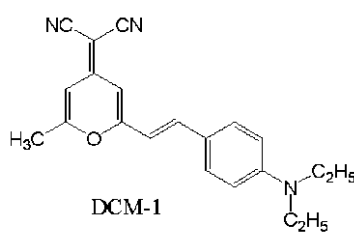
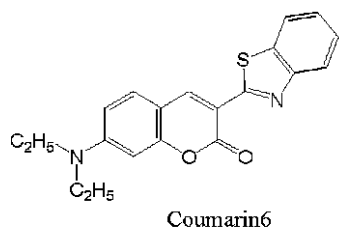
M: Zn, Mg, Be



M: Al, Ga

【0053】

【化7】

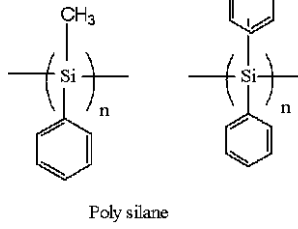
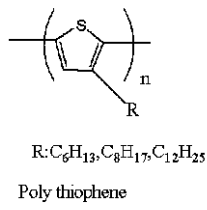
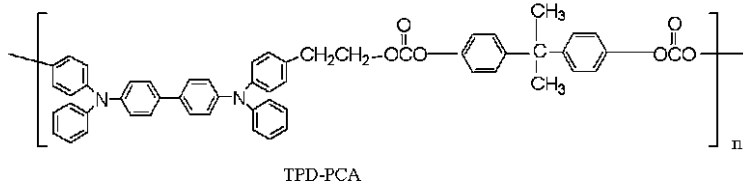
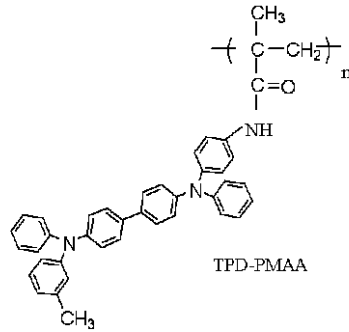
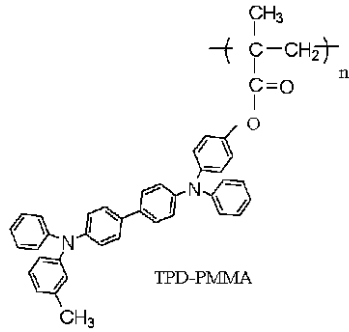
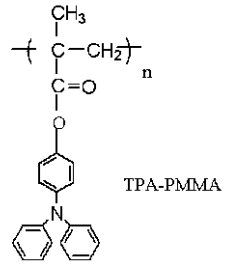
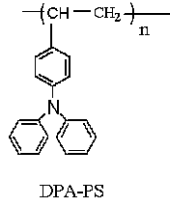
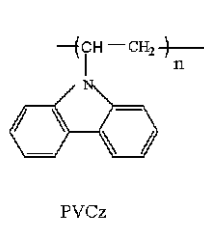


【 0 0 5 4 】

【化 8】

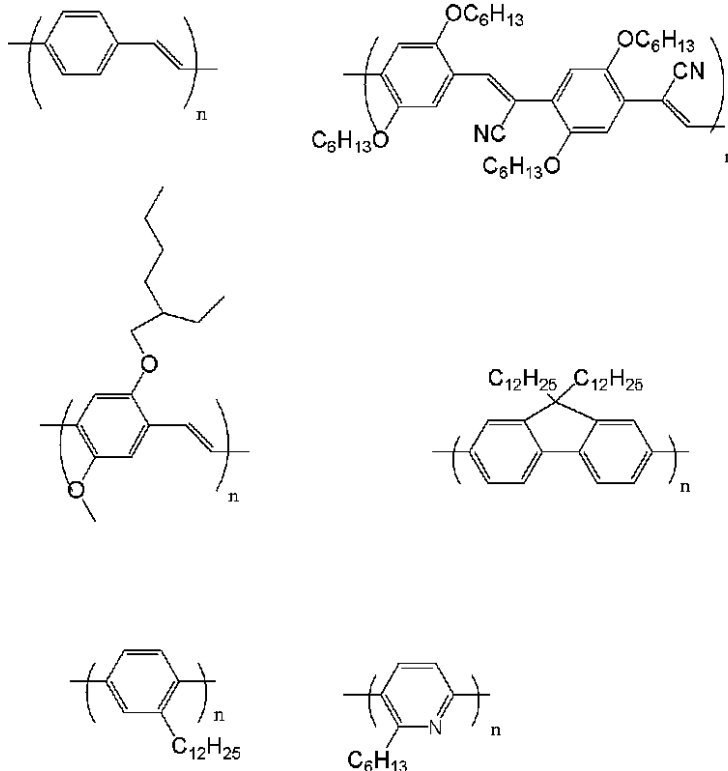


18  
ポリマー系ホール輸送性材料



【0056】

【化10】



【0057】本発明の有機発光素子において、一般式 [1] で示される化合物を含有する層およびその他の有機化合物を含む層は、一般には真空蒸着法あるいは、適当な溶媒に溶解させて塗布法により薄膜を形成する。特に塗布法で成膜する場合は、適当な結着樹脂と組み合わせて膜を形成することもできる。また、オフセット印刷あるいはインクジェット印刷などの印刷法を用いて成膜することも可能である。

【0058】上記結着樹脂としては広範囲な結着性樹脂より選択でき、たとえばポリビニルカルバゾール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリスチレン樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ブチラル樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、ジアリルフタレート樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、ポリスルホン樹脂、尿素樹脂等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、これらは単独または共重合体ポリマーとして1種または2種以上混合してもよい。

【0059】陽極材料としては仕事関数になるべく大きなものがよく、例えば、金、白金、ニッケル、パラジウム、コバルト、セレン、バナジウム等の金属単体あるいはこれらの合金、酸化錫、酸化亜鉛、酸化錫インジウム (ITO)、酸化亜鉛インジウム等の金属酸化物が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン、ポリフェニレンスルフィド等の導電性ポリマーも使用できる。これらの電極物質は単独で用いてもよく、複数併用することもできる。

【0060】一方、陰極材料としては仕事関数の小さなものがよく、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、アルミニウム、インジウム、銀、鉛、錫、クロム等の金属単体あるいは複数の合金として用いることができる。酸化錫インジウム (ITO) 等の金属酸化の利用も可能である。また、陰極は一層構成でもよく、多層構成をとることもできる。

【0061】本発明で用いる基板としては、特に限定するものではないが、金属製基板、セラミックス製基板等の不透明性基板、ガラス、石英、プラスチックシート等の透明性基板が用いられる。また、基板にカラーフィルター膜、蛍光色変換フィルター膜、誘電体反射膜などを用いて発色光をコントロールする事も可能である。

【0062】なお、作成した素子に対して、酸素や水分等との接触を防止する目的で保護層あるいは封止層を設けることもできる。保護層としては、ダイヤモンド薄膜、金属酸化物、金属窒化物等の無機材料膜、フッ素樹脂、ポリパラキシレン、ポリエチレン、シリコーン樹脂、ポリスチレン樹脂等の高分子膜さらには、光硬化性樹脂等が挙げられる。また、ガラス、気体不透過性フィルム、金属などをカバーし、適当な封止樹脂により素子自体をパッケージングすることもできる。

【0063】

【実施例】以下に実施例により本発明をさらに具体的に説明していくが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0064】[実施例1] 図1に示す構造の素子を作成

した。

【0065】基板1としてのガラス基板の上に陽極2としての酸化錫インジウム(ITO)をスパッタ法にて120nmの膜厚で成膜したものを透明導電性支持基板として用いた。これをアセトン、イソプロピルアルコール(IPA)で順次超音波洗浄し、IPAで煮沸洗浄、乾燥をした。さらに、UV/オゾン洗浄したものを透明導電性支持基板として使用した。

【0066】まず、PDOTの水溶液(Baytron PAI バイエル社製)を用いて、透明支持基板上にスピコート法(2000rpm)により厚さ80nmの導電性層を成膜した。

【0067】次に、9,9-ジ-n-プロピルフルオレンの5量体(分子量1243.86)0.10gをp-キシレン1.0gに溶解して溶工液を調整した。この溶工液を用いて、導電性層を成膜した透明支持基板上にスピコート法(2000rpm)により厚さ120nmの有機層膜(発光層3)を製膜した。

【0068】次に、アルミニウムとリチウム(リチウム濃度1原子%)からなる蒸着材料を用いて、先ほどの有機層の上に、真空蒸着法により厚さ150nmの金属層膜(陰極4)を形成した。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度は $1.0 \sim 1.2$ nm/secの条件で成膜した。

【0069】この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、7Vの直流電圧を印加すると $10.8$ mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $145$ cd/m<sup>2</sup>の青色発光が観測された。

【0070】[実施例2]ポリアニリンのトルエン溶液(日東電工社製)を用いて、透明支持基板上にスピコート法(2000rpm)により厚さ100nmの導電性層を成膜し、9,9-ジ-n-オクチルフルオレンの10量体(分子量2756.17)0.10gおよびクマリン6(アルドリッチ社製)1.00mgをp-キシレン1.0gに溶解して溶工液を調整し、この溶工液を用いて、導電性層を成膜した透明支持基板上にスピコート法(2000rpm)により厚さ120nmの有機層膜(発光層3)を製膜した以外は、実施例1と同様にして素子を作製した。

【0071】この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、5Vの直流電圧を印加すると $3.3$ mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $720$ cd/m<sup>2</sup>の緑色発光が観測された。

【0072】[実施例3]図2に示す構造の素子を作成した。

【0073】実施例1と同じ透明導電性支持基板上に-NPDを真空蒸着法により70nmの膜厚で成膜し、ホール輸送層5を形成した。さらに、9,9-ジエチル

フルオレンの6量体(分子量:1323.91)を真空蒸着法により50nmの膜厚で成膜し、電子輸送層6を形成した。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度は $0.2 \sim 0.3$ nm/secの条件で成膜した。

【0074】次に、実施例1と同様にしてAl-Li電極を形成した。

【0075】この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、8Vの直流電圧を印加すると $15.8$ mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $570$ cd/m<sup>2</sup>の緑色発光が観測された。

【0076】また、この素子を窒素雰囲気下において、電流密度 $5.0$ mA/cm<sup>2</sup>に保ち、1000時間電圧を印加したところ、初期輝度 $210$ cd/m<sup>2</sup>から1000時間後輝度 $190$ cd/m<sup>2</sup>と輝度劣化は非常に少なかった。

【0077】[実施例4]図3に示す構造の素子を作成した。

【0078】実施例1と同じ透明導電性支持基板上にTPDを真空蒸着法により70nmの膜厚で成膜しホール輸送層5を形成した。発光層3としては9,9-ジメチルフルオレンの3量体(分子量:567.71)を用い真空蒸着法により30nmの膜厚で成膜した。さらに、アルミニウムトリスキノリノールを真空蒸着法により40nmの膜厚で成膜し電子輸送層6を形成した。各層蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度は $0.2 \sim 0.3$ nm/secの条件で成膜した。

【0079】次に、実施例1と同様にしてAl-Li電極を形成した。

【0080】この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、8Vの直流電圧を印加すると $203$ mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $5700$ cd/m<sup>2</sup>の緑色発光が観測された。

【0081】また、この素子を窒素雰囲気下において、電流密度 $5.0$ mA/cm<sup>2</sup>に保ち、1000時間電圧を印加したところ、初期輝度 $450$ cd/m<sup>2</sup>から1000時間後輝度 $400$ cd/m<sup>2</sup>と輝度劣化は非常に少なかった。

【0082】[実施例5]図3に示す構造の素子を作成した。

【0083】実施例1と同じ透明導電性支持基板上に銅フタロシアニンを真空蒸着法により40nmの膜厚で成膜しホール輸送層5を形成した。発光層3としては9,9-ジフェニルフルオレンの5量体(分子量:1584.03)0.10gおよびDPABVi1.00mgをキシレン1.0gに溶解した溶工液を用いて、スピコート法(2000rpm)により30nmの膜厚で成膜した。さらに、アルミニウムトリスキノリノールを真空蒸着法により50nmの膜厚で成膜し電子輸送層6を

形成した。各層蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$  Pa、成膜速度は $0.2 \sim 0.3$  nm/secの条件で成膜した。

【0084】次に、実施例1と同様にしてAl-Li電極を形成した。

【0085】この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、5Vの直流電圧を印加すると $5.1$  mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $1200$  cd/m<sup>2</sup>の青色発光が観測された。

【0086】また、この素子を窒素雰囲気下において、電流密度 $5.0$  mA/cm<sup>2</sup>に保ち、1000時間電圧を印加したところ、初期輝度 $1170$  cd/m<sup>2</sup>から1000時間後輝度 $900$  cd/m<sup>2</sup>と輝度劣化は非常に少なかった。

【0087】[実施例6]図4に示す構造の素子を作成した。

【0088】実施例1と同じ透明導電性支持基板上に銅フタロシアニン真空蒸着法により30nmの膜厚で成膜し(ホール注入層7)、-NPDを真空蒸着法により40nmの膜厚で成膜しホール輸送層5を形成した。発光層3としては3-オクチル-9,9-ジ(4-メチルフェニル)フルオレンの5量体(分子量:2283.37)を用いスクリーン印刷法により30nmの膜厚で成膜した。さらに、アルミニウムトリスキノリノールを真空蒸着法により50nmの膜厚で成膜し電子輸送層6を形成した。各層蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$  Pa、成膜速度は $0.2 \sim 0.3$  nm/secの条件で成膜した。

【0089】次に、実施例1と同様にしてAl-Li電極を形成した。

【0090】この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、12Vの直流電圧を印加すると $229$  mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $357$  cd/m<sup>2</sup>の緑色発光が観測された。

【0091】また、この素子を窒素雰囲気下において、電流密度 $1.0$  mA/cm<sup>2</sup>に保ち、1000時間電圧を印加したところ、初期輝度 $110$  cd/m<sup>2</sup>から1000時間後輝度 $100$  cd/m<sup>2</sup>と輝度劣化は非常に少なかった。

【0092】[比較例1]実施例1の発光層に用いられる化合物を、9,9-ジオクチルフルオレンのホモポリマー(分子量分布:20000~25000)のものに\*

\*変えた他は実施例1と全く同様にして素子を作成した。

【0093】この様にして得られた素子に、ITO電極を正極、Al-Li電極を負極にして、10Vの直流電圧を印加すると $13.7$  mA/cm<sup>2</sup>の電流密度で電流が流れ、初期輝度 $55$  cd/m<sup>2</sup>の青白色発光が観測された。

【0094】また、この素子を窒素雰囲気下において、電流密度 $5.0$  mA/cm<sup>2</sup>に保ち、1000時間電圧を印加したところ、初期輝度 $30$  cd/m<sup>2</sup>から1000時間後には発光は確認されなかった。

【0095】

【発明の効果】本発明の一般式[1]で示される化合物を用いた有機発光素子は、実施例および比較例から示される通り、低い印加電圧で高輝度な発光が得られ、耐久性にも優れている。

【0096】特に、本発明の一般式[1]で示される化合物を用いた有機層は、電荷輸送化合物、あるいは発光層ホスト材料、さらには、例えば青色を発光する発光層としても有用である。

【0097】さらに、素子の作成も真空蒸着あるいはキャスト法を用いて作成可能であり、比較的安価で大面積の素子を容易に作成できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における有機発光素子の一例を示す断面図である。

【図2】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

【図3】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

【図4】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

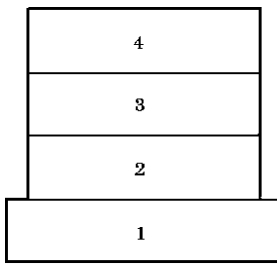
【図5】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

【図6】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

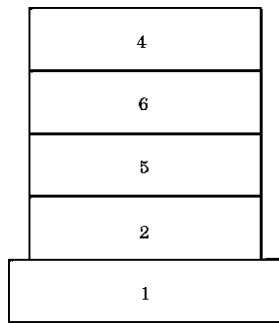
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 ホール輸送層
- 6 電子輸送層
- 7 ホール注入層
- 8 ホール/エキシトンブロッキング層

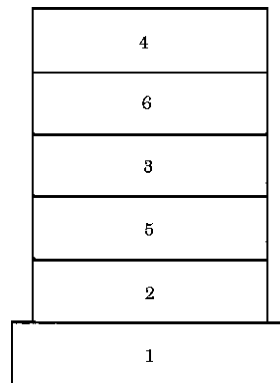
【図1】



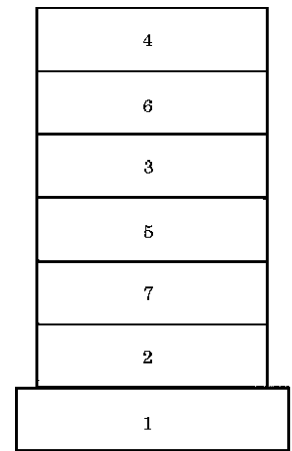
【図2】



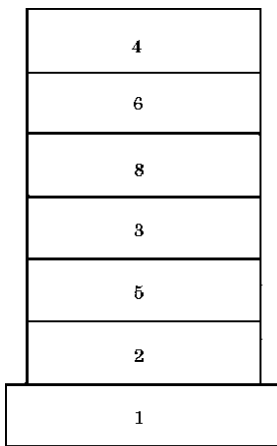
【図3】



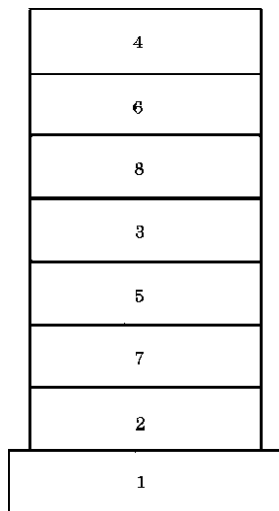
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 幸一  
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
 ノン株式会社内

(72)発明者 田邊 浩  
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
 ノン株式会社内

(72)発明者 川合 達人  
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤ  
 ノン株式会社内

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB04 AB06 AB11  
 AB18 CA01 CB01 DA01 DB03  
 EB00  
 4H006 AA01 AB92

专利名称(译)	使用低聚茚化合物的低聚茚化合物和有机发光器件		
公开(公告)号	<a href="#">JP2003055275A</a>	公开(公告)日	2003-02-26
申请号	JP2001245943	申请日	2001-08-14
[标]申请(专利权)人(译)	佳能株式会社		
申请(专利权)人(译)	佳能公司		
[标]发明人	妹尾章弘 上野和则 鈴木幸一 田邊浩 川合達人		
发明人	妹尾 章弘 上野 和則 鈴木 幸一 田邊 浩 川合 達人		
IPC分类号	H01L51/50 C07C13/547 C09K11/06 H05B33/14 H05B33/22		
FI分类号	C07C13/547 C09K11/06.610 H05B33/14.B H05B33/22.B H05B33/22.D		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB03 3K007/AB04 3K007/AB06 3K007/AB11 3K007/AB18 3K007/CA01 3K007/CB01 3K007/DA01 3K007/DB03 3K007/EB00 4H006/AA01 4H006/AB92 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC02 3K107/CC04 3K107/CC07 3K107/CC21 3K107/CC45 3K107/DD59 3K107/DD71 3K107/DD74 3K107/DD78 3K107/FF18		
其他公开文献	JP4100887B2		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		

摘要(译)

(带更正) 解决的问题: 提供一种有机发光器件, 其具有非常高的效率, 高亮度和长寿命的光输出。 在具有由阳极和阴极组成的至少一对电极以及夹在该对电极之间的包含一种或多种有机化合物的层的有机发光装置中, 在包含有机化合物的层中的至少一层。 是含有下述通式[1]表示的化合物的有机发光元件。(然而, 在通式[1]中, R1至R8表示氢原子, 烷基, 芳基等, 并且n表示2至10的整数。形成低聚物的单元相同。或可能不同。)

