

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-48004

(P2005-48004A)

(43) 公開日 平成17年2月24日(2005.2.24)

(51) Int.Cl.⁷

C09K 11/06

C07D 209/82

C07D 209/88

H05B 33/14

F 1

C09K 11/06

C07D 209/82

C07D 209/88

H05B 33/14

6 4 5

テーマコード(参考)

3 K 007

4 C 204

B

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 21 頁)

(21) 出願番号

特願2003-204445(P2003-204445)

(22) 出願日

平成15年7月31日(2003.7.31)

(71) 出願人

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(74) 代理人

100096828

弁理士 渡辺 敏介

(74) 代理人

100110870

弁理士 山口 芳広

(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

(72) 発明者

坪山 明

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

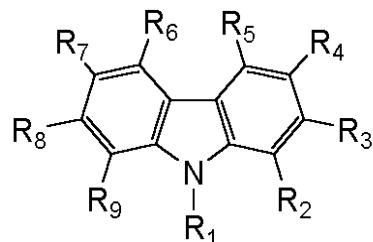
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】有機材料およびそれを用いる有機発光素子

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】熱的に安定な常温燐光発光材料を提供する。

【解決手段】ハロゲン原子または重水素を含む有機芳香族化合物で且つ常温燐光を有する有機材料。該有機材料として下記一般式(I)で示されるカルバゾール化合物が挙げられる。



[I]

10

(式中、R₁はH、アルキル基、アルケニル基、置換、無置換の芳香族または複素環化合物であり、R₁はR₂またはR₉のどちらかまたは両方と縮合環を形成してもよく、その縮合環は芳香環または非芳香環である。R₂～R₉はH、重水素、ハロゲン原子または置換または無置換の芳香族または複素環基である。R₂～R₉は隣接する置換基どうしで縮合環を形成してもよい。)

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

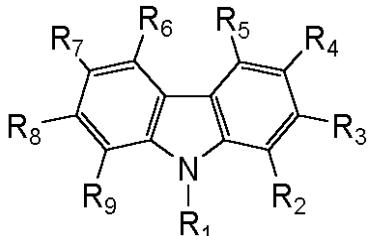
【請求項 1】

ハロゲン原子または重水素を含む有機芳香族化合物で且つ常温発光を有することを特徴とする有機材料。

【請求項 2】

下記一般式 [I] で示されるカルバゾール化合物であることを特徴とする請求項 1 に記載の有機材料。

【化 1】



[I]

10

(式中、R₁ は水素、アルキル基、アルケニル基、置換、無置換の芳香族または置換、無置換の複素環化合物であり、R₁ は R₂ または R₉ のどちらかまたは両方と縮合環を形成してもよく、その縮合環は芳香環または非芳香環である。

R₂ ~ R₉ は水素、重水素、ハロゲン原子、または置換、無置換の芳香族または複素環基である。R₂ ~ R₉ は隣接する置換基どうして縮合環を形成しても良い。)

20

【請求項 3】

陽極及び陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に狭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少なくとも一層が請求項 1 または 2 に記載の有機材料の少なくとも一種を含有することを特徴とする有機発光素子。

【請求項 4】

前記有機材料をドーパントとして有することを特徴とする請求項 3 に記載の有機発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

30

【発明の属する技術分野】

本発明は、新規な有機化合物およびそれを用いた有機発光素子に関する。

【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または発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、蛍光性化合物または発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（非特許文献1）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1000cd/m²程度の発光が報告されている。関連の特許としては、特許文献1～3等が挙げられる。

40

【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、特許文献4～11等に記載されている。

【0005】

近年、発光性化合物を発光材料として用い、三重項状態のエネルギーをEL発光に用いる

50

検討が多くなされている。プリンストン大学のグループにより、イリジウム錯体を発光材料として用いた有機発光素子が、高い発光効率を示すことが報告されている（非特許文献2）。

【0006】

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（非特許文献3）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。

【0007】

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、特許文献12～16等が挙げられる。10

【0008】

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、高速応答性さらに高効率化に向かっている。

【0009】

しかしながら高効率材料としては三重項発光材料であるイリジウム錯体誘導体しか知らない。このイリジウム錯体誘導体は熱的な安定性に問題があり、それに代わり得る三重項発光開材料の開発が求められていたが、常温発光を示す有機化合物の例は極めて少なかった。

【0010】

【特許文献1】

米国特許第4,539,507号明細書

【特許文献2】

米国特許第4,720,432号明細書

【特許文献3】

米国特許第4,885,211号明細書

【特許文献4】

米国特許第5,151,629号明細書

【特許文献5】

米国特許第5,409,783号明細書

【特許文献6】

米国特許第5,382,477号明細書

【特許文献7】

特開平2-247278号公報

【特許文献8】

特開平3-255190号公報

【特許文献9】

特開平5-202356号公報

【特許文献10】

特開平9-202878号公報

【特許文献11】

特開平9-227576号公報

【特許文献12】

米国特許第5,247,190号明細書

【特許文献13】

米国特許第5,514,878号明細書

【特許文献14】

米国特許第5,672,678号明細書

【特許文献15】

特開平4-145192号公報

20

30

40

50

【特許文献 16】

特開平 5 - 247460 号公報

【非特許文献 1】

App l . Phys . Lett . 51 , 913 (1987)

【非特許文献 2】

Nature , 395 , 151 (1998)

【非特許文献 3】

Nature , 347 , 539 (1990)

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、熱的に安定な常温磷光発光材料とそれを用いた有機発光素子を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明の有機材料は、ハロゲン原子または重水素を含む有機芳香族化合物で且つ常温磷光を有することを特徴とする。

【0013】

また、本発明の有機発光素子は、陽極及び陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に狭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少なくとも一層が上記有機材料の少なくとも一種を含有することを特徴とする。

【0014】

【発明の実施の形態】

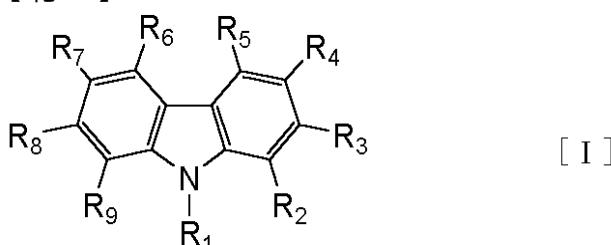
まず、本発明の有機材料について説明する。

【0015】

本発明の有機材料は、ハロゲン原子または重水素を含む有機芳香族化合物で且つ常温磷光を有する三重項発光有機材料であり、特に限定されないが、下記一般式 [I] で示されるカルバゾール化合物は、従来の化合物にない常温磷光を示す有機化合物であり、熱的安定性、バイポーラー性、発光性および耐久性の優れた化合物であり、有機発光素子の有機化合物を含む層、特に、電子輸送層および発光層として有用であり、また真空蒸着法や溶液塗布法などによって形成した層は結晶化などが起こりにくく経時安定性に優れている。

【0016】

【化 2】



【0017】

式中、R₁ は水素、アルキル基、アルケニル基、置換、無置換の芳香族または置換、無置換の複素環化合物であり、R₁ は R₂ または R₉ のどちらかまたは両方と縮合環を形成していくてもよく、その縮合環は必ずしも芳香族化している必要は無い。R₁ の置換基としては水素、重水素、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アラルキル基、アルキルオキシ基、アリールオキシ基などが挙げられる。

また R₁ - R₂ または R₁ - R₉ で縮合する際に形成される環としては 5 員環、6 員環、7 員環等が挙げられ、その環は窒素、酸素、硫黄原子などのヘテロ原子を含んでいても良い。

【0018】

10

20

30

40

50

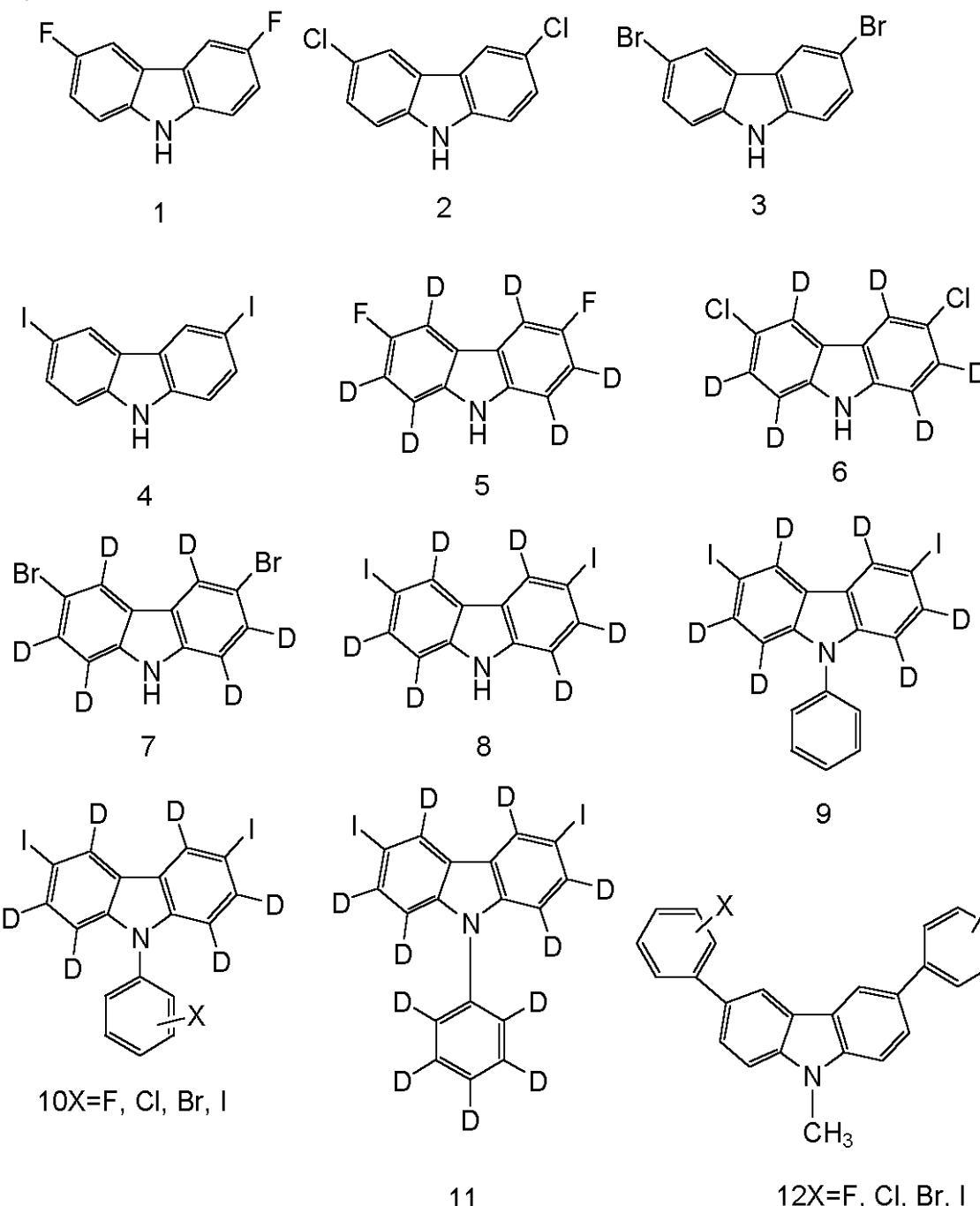
$R_2 \sim R_9$ は水素、重水素、ハロゲン原子（すなわち、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素）、または置換、無置換の芳香族または複素環基である。その置換基としては水素、重水素、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アラルキル基、アルキルオキシ基、アリールオキシ基などが挙げられる。また、 $R_2 - R_3$ ， $R_3 - R_4$ ， $R_4 - R_5$ ， $R_5 - R_6$ ， $R_6 - R_7$ ， $R_7 - R_8$ ， $R_8 - R_9$ で縮合環を形成しても良い。形成される縮合環の置換基としては水素、重水素、ハロゲン原子などが挙げられる。

【0019】

以下に一般式 [I] に示される化合物の具体的な例を示すが、これらに限定されるものではない。

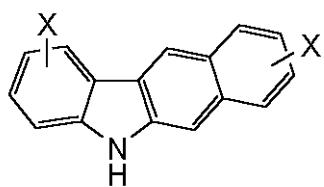
【0020】

【化3】

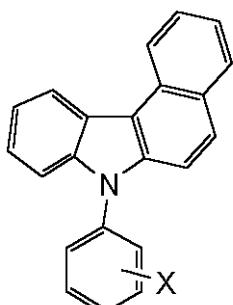


【0021】

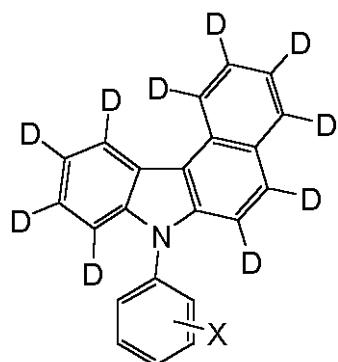
【化4】



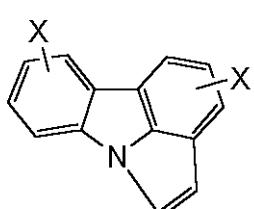
13 X=F, Cl, Br, I



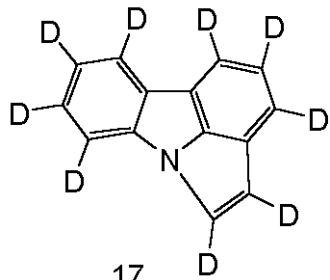
14 X=F, Cl, Br, I



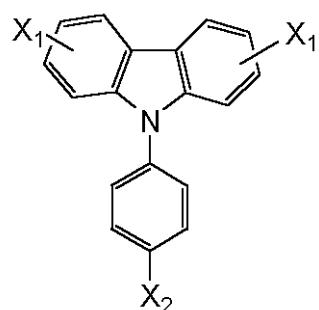
15 X=F, Cl, Br, I, H



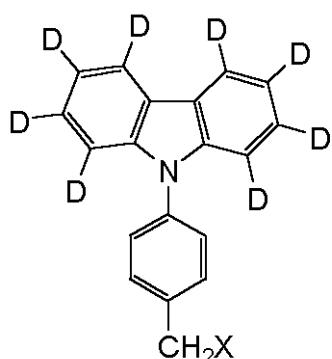
16 X=F, Cl, Br, I



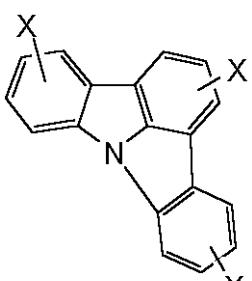
17



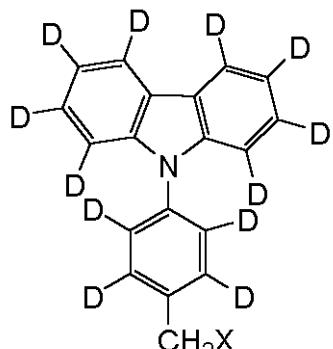
18 X₁=F, Cl, Br, I, H
X₂=F, Cl, Br, I, H
(但し、X₁とX₂ がともにHとなることはない)



19 X=F, Cl, Br, I, H



20 X=F, Cl, Br, I



21 X=F, Cl, Br, I, H

【 0 0 2 2 】

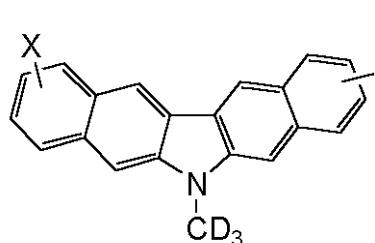
【 化 5 】

10

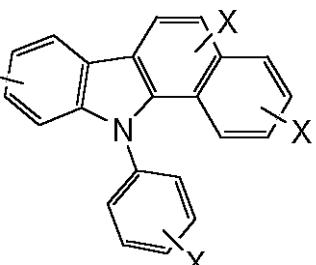
20

30

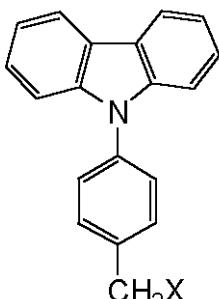
40



22 X=F, Cl, Br, I, H

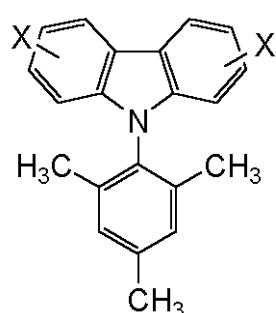


23 X=F, Cl, Br, I

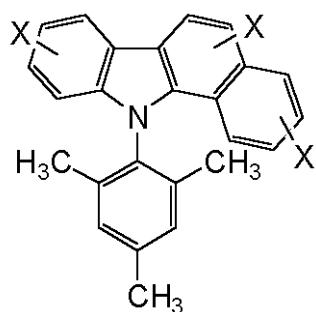


24 X=F, Cl, Br, I

10

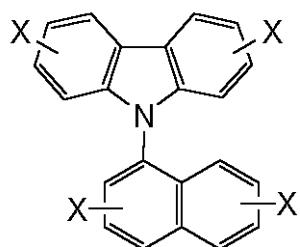


25 X=F, Cl, Br, I

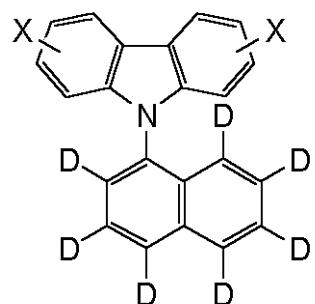


26 X=F, Cl, Br, I

20



27 X=F, Cl, Br, I

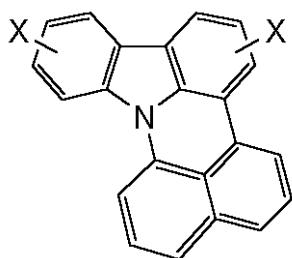


28 X=F, Cl, Br, I, H

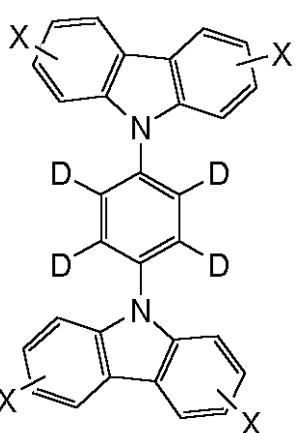
30

【 0 0 2 3 】

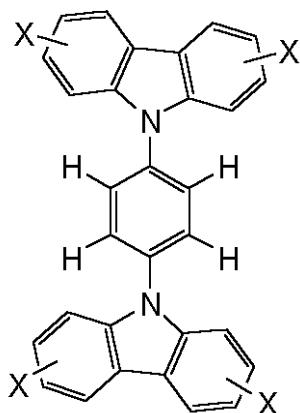
【 化 6 】



29 X=F, Cl, Br, I



30 X=F, Cl, Br, I, H



31 X=F, Cl, Br, I

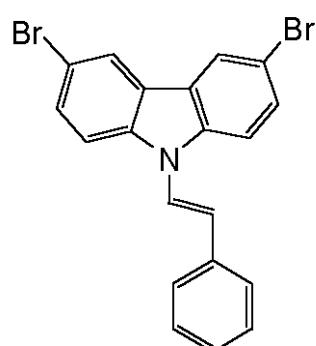
10

20

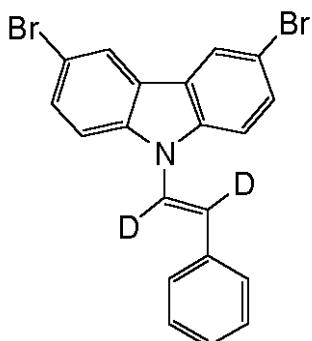
30

40

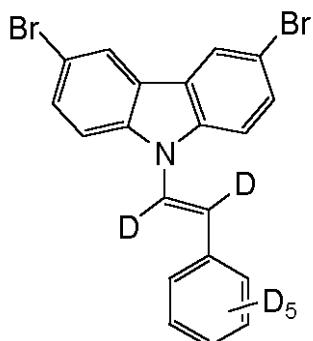
50



32



33



34

【0024】

一般式 [I] で示されるカルバゾール化合物は、一般的に知られている方法で合成でき、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）などの合成法で得ることができる。また、カルバゾール窒素とアリール基とのカップリングはパラジウム触媒と燐を用いる方法で容易に行う事が出来る。

【0025】

次に、本発明の有機発光素子について詳細に説明する。

【0026】

本発明の有機発光素子は、陽極及び陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に狭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少なくとも一層が上記有機材料の少なくとも一種を含有することを特徴とし、上記有機材料をドーパントとして有していてもよい。この場合のドーパント濃度は特に限定されないが、好ましくは 0.5 ~ 50% である。

【0027】

本発明の有機発光素子においては、上記有機材料を真空蒸着法や溶液塗布法により陽極及び陰極の間に形成する。その有機層の厚みは 10 μm より薄く、好ましくは 0.5 μm 以下、より好ましくは 0.01 ~ 0.5 μm の厚みに薄膜化することが好ましい。

【0028】

図 1 ~ 図 6 に本発明の有機発光素子の好ましい例を示す。

【0029】

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、エレクトロン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。

【0030】

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。この場合は発光物質はホール輸送性あるいは電子輸送性のいづ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、発光性の無い单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のいづれかから成る。

【0031】

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。これはキャリヤ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て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に各キャリヤ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。

【0032】

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。

【0033】

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)を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。

【0034】

ただし、図1～図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6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。

【0035】

本発明の有機材料は、従来の化合物に比べ電子輸送性、発光性および耐久性の優れた化合物であり、図1～図6のいづれの形態でも使用することができる。

【0036】

特に、本発明の有機材料用いた有機層は、電子輸送層および発光層として有用であり、また真空蒸着法や溶液塗布法などによって形成した層は結晶化などが起こりにくく経時安定性に優れている。

【0037】

本発明の有機発光素子は、これまで知られているホール輸送性化合物、発光性化合物あるいは電子輸送性化合物などを必要に応じて一緒に使用することもできる。

【0038】

以下にこれらの化合物例を挙げる。

【0039】

【化7】

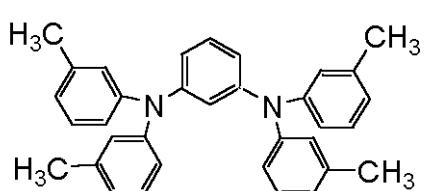
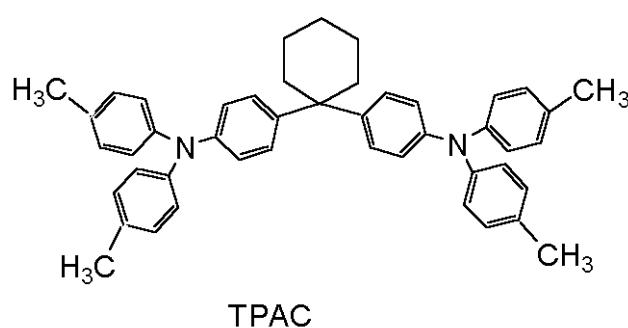
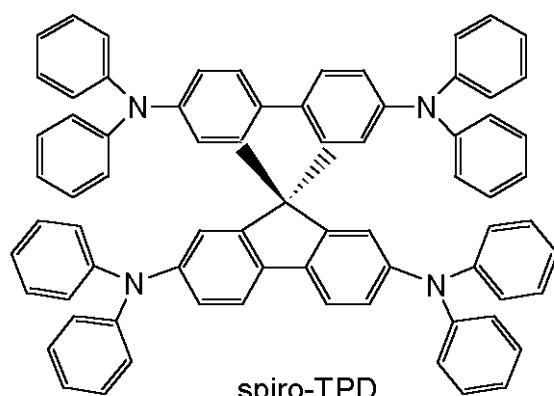
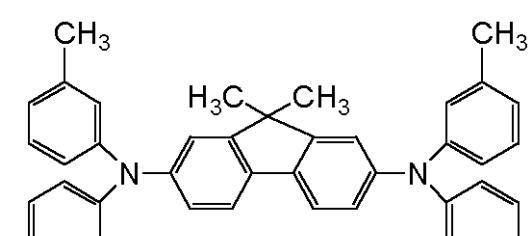
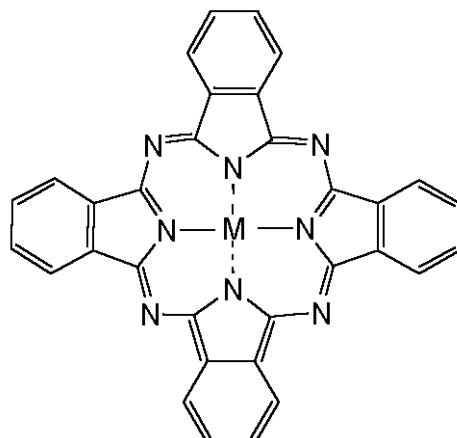
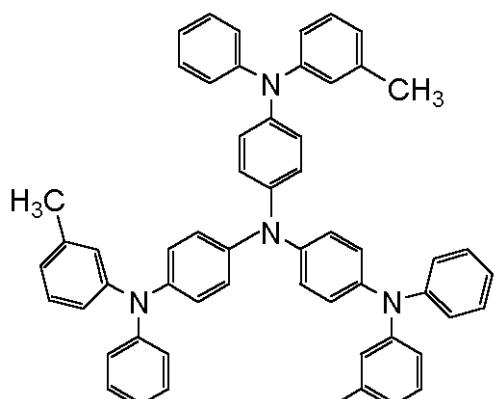
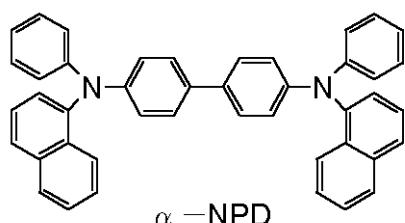
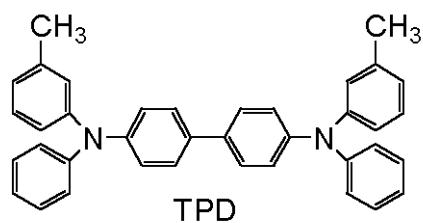
10

20

30

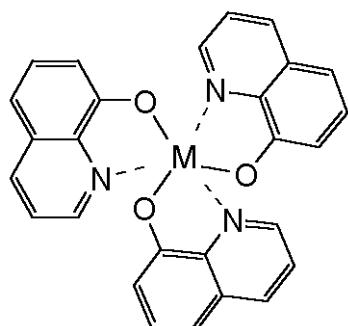
40

ホール輸送性化合物

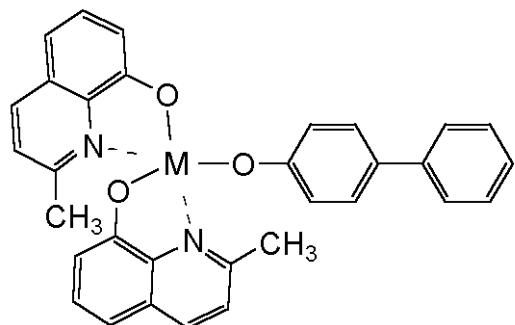


【 0 0 4 0 】
【 化 8 】

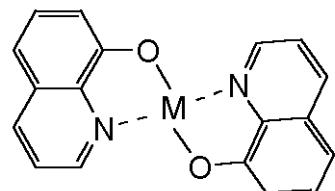
電子輸送性発光材料



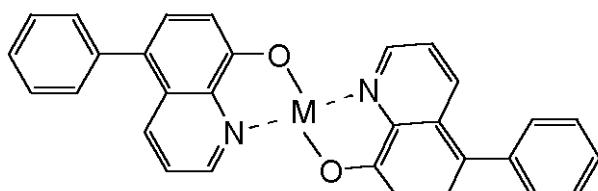
M : Al , Ga



M : Al , Ga



M : Zn , Mg , Be



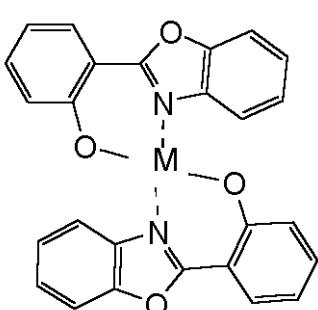
M : Zn , Mg , Be

10

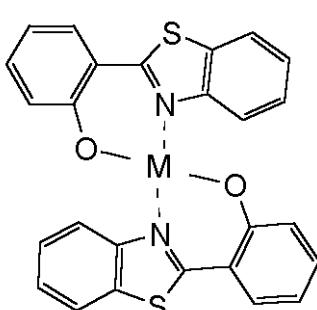
20

30

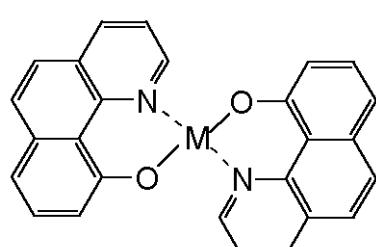
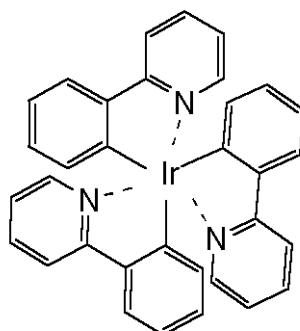
40



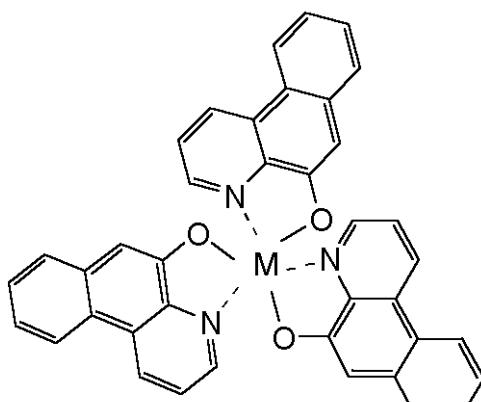
M : Zn , Mg , Be



M : Zn , Mg , Be



M : Zn , Mg , Be

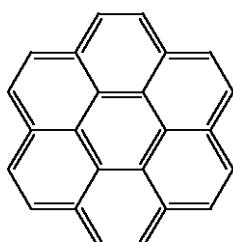
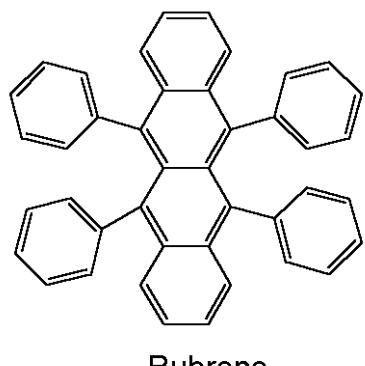
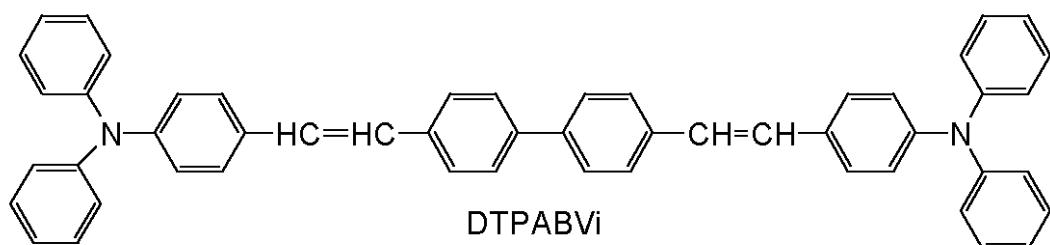
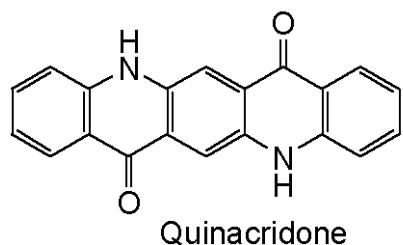
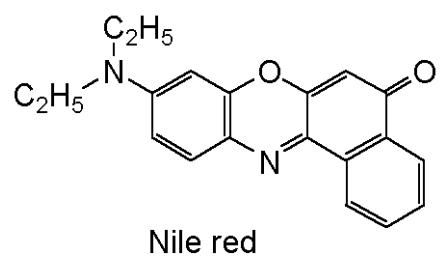
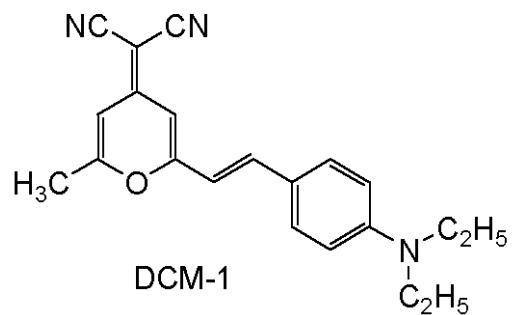
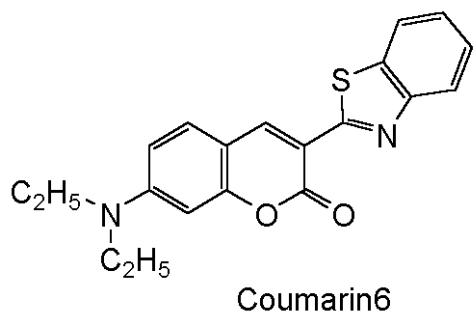


M : Al , Ga

【 0 0 4 1 】

【 化 9 】

発光材料



【 0 0 4 2 】

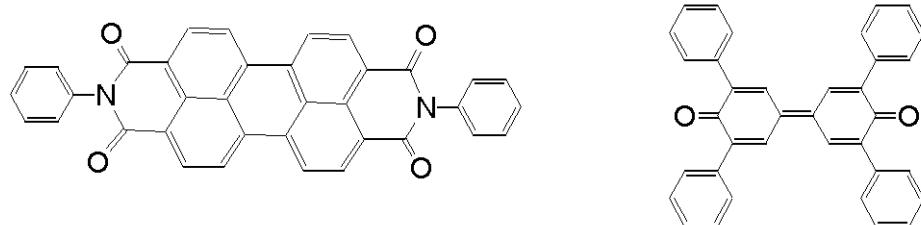
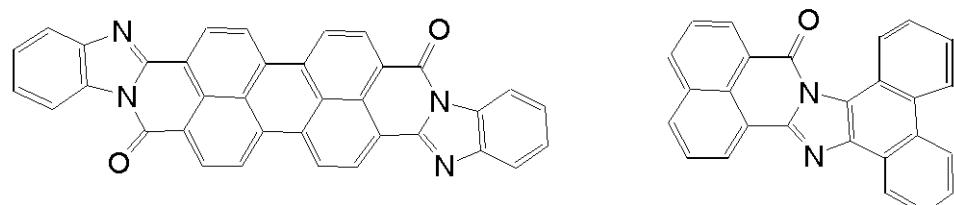
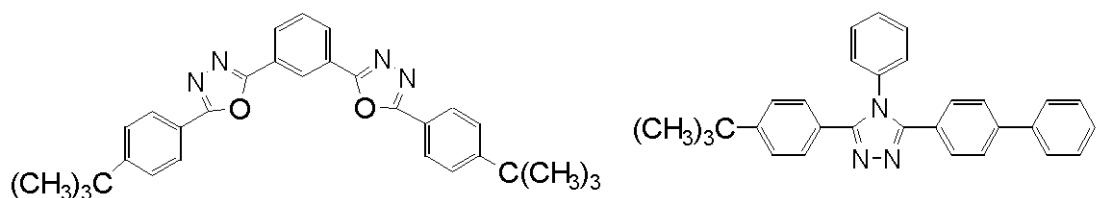
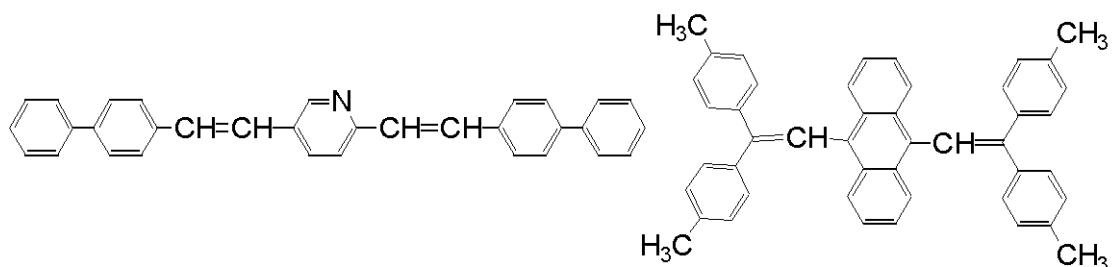
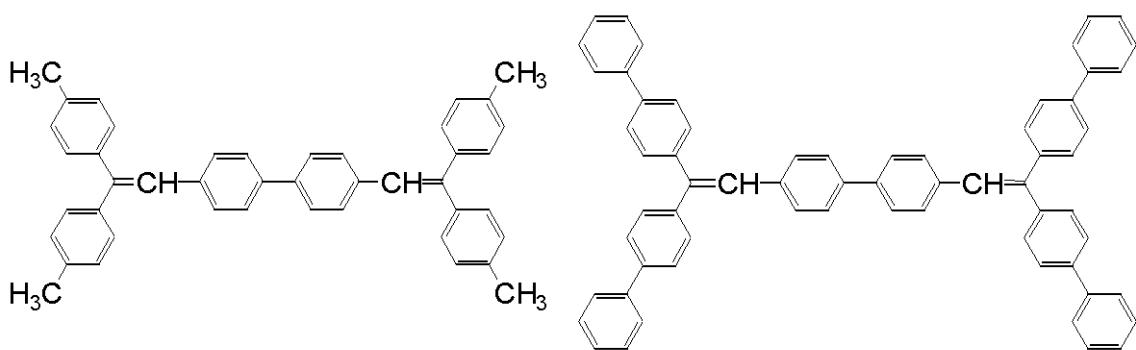
【 化 1 0 】

10

20

30

発光層マトリックス材料および電子輸送材料



【 0 0 4 3 】
【 化 1 1 】

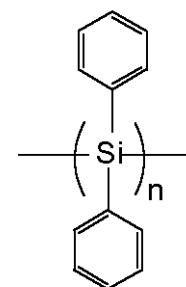
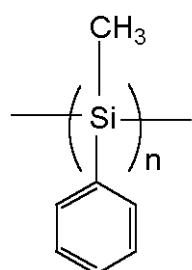
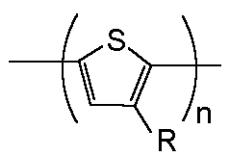
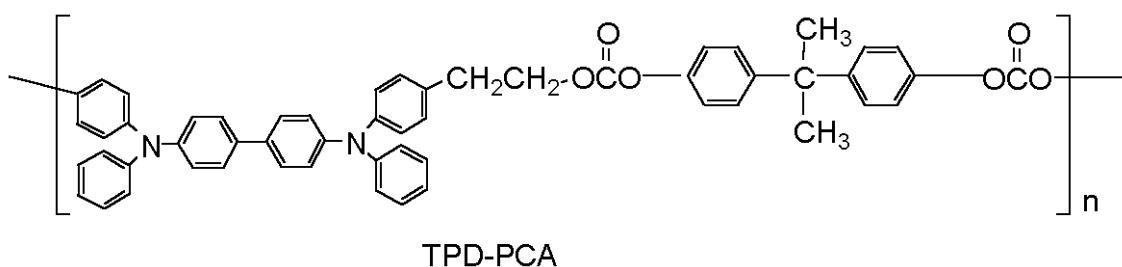
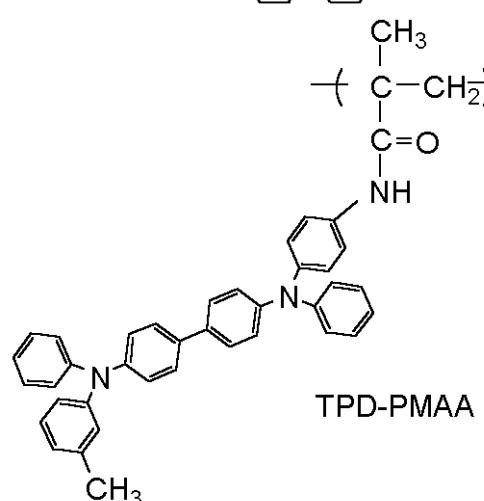
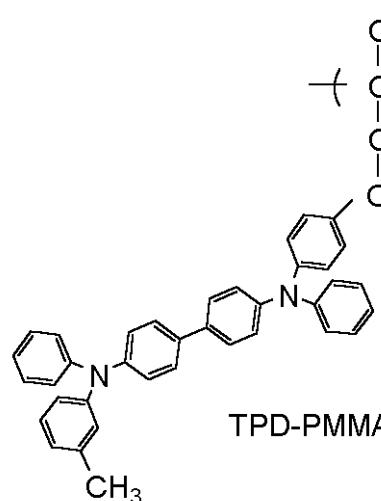
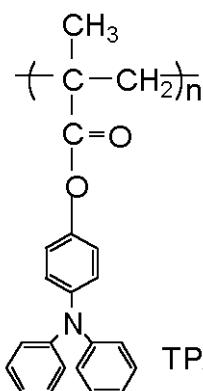
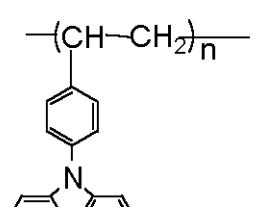
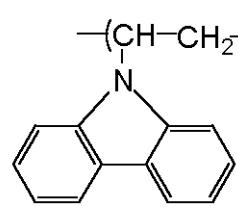
10

20

30

40

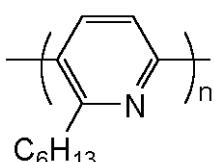
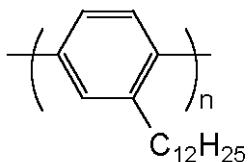
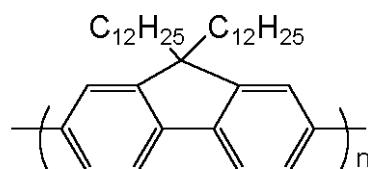
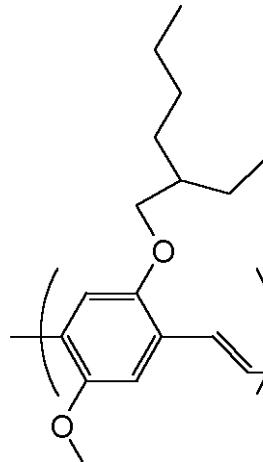
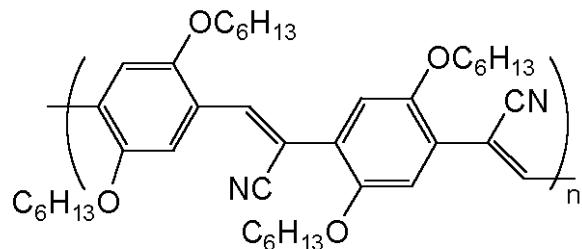
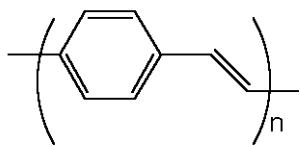
ポリマー系ホール輸送性材料



【 0 0 4 4 】

【 化 1 2 】

ポリマー系発光材料および電荷輸送性材料



【0045】

本発明の有機発光素子において、上記有機材料を含有する層および他の有機化合物を含有する層は、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、適当な接着樹脂と組み合わせて膜を形成することもできる。

【0046】

上記接着樹脂としては広範囲な接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、ブチラール樹脂、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。

【0047】

陽極2材料としては仕事関数が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(I TO), 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。

【0048】

一方、陰極4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、セシウム、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(I

10

20

30

40

50

T O) 等の金属酸化物の利用も可能である。また、陰極 4 は一層構成でもよく、多層構成をとることもできる。

【 0 0 4 9 】

本発明で用いる基板 1 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 1 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。

【 0 0 5 0 】

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。

【 0 0 5 1 】

【 実施例 】

以下、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。

【 0 0 5 2 】

< 実施例 1 > [例示化合物 N o . 3 の合成]

滴下ロート、冷却環、温度計を取り付けた 3 0 0 m l 三口フラスコに四塩化炭素 1 0 0 m l を入れ、次いでカルバゾール 8 3 5 m g (5 m m o l) を溶かし、滴下ロートから臭素 1 . 6 g (1 . 0 m m o l) を溶かした四塩化炭素溶液 3 0 m l を 3 0 分かけて室温下滴下する。滴下終了後、さらに 1 時間攪拌した後、減圧下に溶媒留去し残渣をシリカゲルカラムに付す。トルエン - ヘキサン (1 : 1) 溶出分から例示化合物 N o . 3 を 0 . 9 7 g 得た (収率 7 9 . 1 %) 。

【 0 0 5 3 】

< 実施例 2 > [例示化合物 N o . 2 4 (X = B r) の合成]

窒素気流下、4 - ブロモベンジルブロマイド (アルドリッヂ製) 7 . 5 g (3 0 . 0 m m o l) 、カルバゾール 1 0 . 0 g (6 0 . 0 m m o l) 、tert - ブトキシカリウム 5 . 8 8 g (6 0 . 6 m m o l) を、トルエン 2 0 0 m l に溶解、攪拌し、そこにトリ t e r t - ブチルホスフィン 0 . 2 0 g (1 . 0 m m o l) ビス (ジベンジリデンアセトン) パラジウム 1 5 0 m g を加え、1 1 0 °C に加熱したオイルバス上で約 9 時間、加熱攪拌した。冷却後、反応溶液に水 1 0 0 m l を加え 3 0 分攪拌した。水層と有機層を分離し、さらに水層をトルエンで抽出し、前の有機層とあわせ硫酸マグネシウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、例示化合物 N o . 2 4 (X = B r) を 2 . 2 0 g 得た (収率 1 1 . 1 %) 。

【 0 0 5 4 】

< 実施例 3 > [例示化合物 N o . 1 8 (X ₁ = H , X ₂ = B r) の合成]

4 - ヨードブロモベンゼン (4 . 0 0 g , 1 4 . 1 m m o l) とカルバゾール (1 . 9 7 g , 1 1 . 8 m m o l) と Cu (9 5 m g , 1 . 5 0 m m o l) と炭酸カリウム (1 . 6 3 g , 1 1 . 8 m m o l) を D C スターラーで 1 時間攪拌した後、o - キシレン (1 5 m l) を加えて、1 7 0 度で 1 2 時間加熱還流した。

放冷後、ベンゼン (1 5 0 m l) を加えて 1 2 0 度で 4 時間加熱還流した。放冷後、反応溶液をセライト濾過した後、溶媒を減圧下で留去した。残渣をカラムクロマトグラフィーで単離し、クロロホルムとヘキサンを用いて再結晶して N - (4 - ブロモフェニル) - カルバゾール (2 . 8 7 g , 8 . 9 2 m m o l) を得た。

【 0 0 5 5 】

< 実施例 4 >

図 2 に示す構造の素子を作成した。

10

20

30

40

50

【0056】

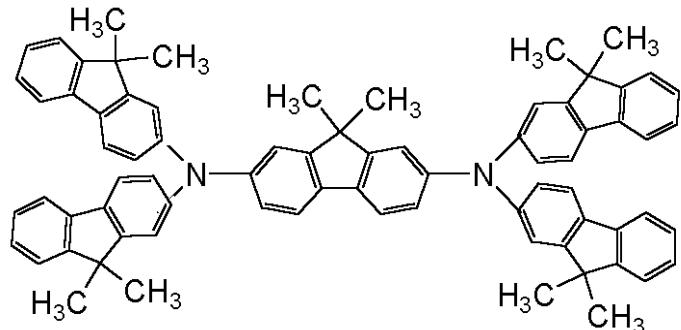
基板1としてのガラス基板上に、陽極2としての酸化錫インジウム(ITO)をスパッタ法にて120nmの膜厚で成膜したものを透明導電性支持基板として用いた。これをアセトン、イソプロピルアルコール(IPA)で順次超音波洗浄し、次いでIPAで煮沸洗浄後乾燥した。さらに、UV/Oゾン洗浄したものを透明導電性支持基板として使用した。

【0057】

透明導電性支持基板上に下記構造式で示される化合物のクロロホルム溶液をスピンドル法により30nmの膜厚で成膜しホール輸送層5を形成した。

【0058】

【化13】



【0059】

さらに例示化合物No.3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 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は0.2~0.3nm/secの条件で成膜した。

【0060】

次に、陰極4として、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、上記有機層の上に真空蒸着法により厚さ50nmの金属層膜を形成し、さらに真空蒸着法により厚さ150nmのアルミニウム層を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は1.0~1.2nm/secの条件で成膜した。

【0061】

さらに、窒素雰囲気中で保護用ガラス板をかぶせ、アクリル樹脂系接着材で封止した。

【0062】

この様にして得られた素子に、ITO電極(陽極2)を正極、Al-Li電極(陰極4)を負極にして、10Vの直流電圧を印加すると12.5mA/cm²の電流密度で電流が素子に流れ、1000cd/m²の輝度で赤色の発光が観測された。

【0063】

さらに、電流密度を10.0mA/cm²に保ち100時間電圧を印加したところ、初期輝度800cd/m²から100時間後600cd/m²と輝度劣化は小さかった。

【0064】

<比較例1>

例示化合物No.3に代えて、下記構造式で示される比較化合物No.1を用いた他は実施例4と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0065】

【化14】

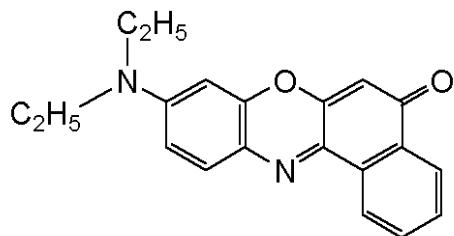
10

20

30

40

比較化合物No. 1



【0066】

10 Vの直流電圧を印加すると 10 mA/cm^2 の電流密度で電流が素子に流れ、 700 cd/m^2 の輝度で赤色の発光が観測された。さらに、電流密度を 12.5 mA/cm^2 に保ち100時間電圧を印加したところ、初期輝度 800 cd/m^2 から100時間後 200 cd/m^2 と輝度劣化が大きかった。

【0067】

<実施例5>

図3に示す構造の素子を作成した。

【0068】

実施例4と同様に、透明導電性支持基板上にホール輸送層5を形成した。

【0069】

さらに例示化合物No. 3を真空蒸着法により 20 nm の膜厚で成膜し発光層3を形成した。蒸着時の真空中度は $1.0 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ 、成膜速度は $0.2 \sim 0.3\text{ nm/sec}$ の条件で成膜した。

【0070】

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 40 nm の膜厚で成膜し電子輸送層6を形成した。蒸着時の真空中度は $1.0 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ 、成膜速度は $0.2 \sim 0.3\text{ nm/sec}$ の条件で成膜した。

【0071】

次に、実施例4と同様にして陰極4を形成し、封止した。

【0072】

この様にして得られた素子に、ITO電極(陽極2)を正極、Al-Li電極(陰極4)を負極にして、8Vの直流電圧を印加すると 15.0 mA/cm^2 の電流密度で電流が素子に流れ、 3200 cd/m^2 の輝度で赤色の発光が観測された。

【0073】

さらに、電流密度を 10.0 mA/cm^2 に保ち100時間電圧を印加したところ、初期輝度 2500 cd/m^2 から100時間後 2170 cd/m^2 と輝度劣化は小さかった。

【0074】

<比較例2>

例示化合物No. 3に代えて、比較化合物No. 1を用いた他は実施例5と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。

【0075】

この素子に8Vの直流電圧を印加すると 12.0 mA/cm^2 の電流密度で電流が素子に流れ、 2000 cd/m^2 の輝度で赤色の発光が観測された。

【0076】

さらに、電流密度を 10.0 mA/cm^2 に保ち100時間電圧を印加したところ、初期輝度 1500 cd/m^2 から100時間後 600 cd/m^2 と輝度劣化が大きかった。

【0077】

【発明の効果】

以上説明のように、本発明の有機材料、特に一般式[I]で示される常温発光性カルバゾール化合物を用いた有機発光素子は、低い印加電圧で高輝度な発光が得られ、耐久性にも

10

20

30

40

50

優れている。

【0078】

さらに、素子の作成も真空蒸着あるいはキャスティング法等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。

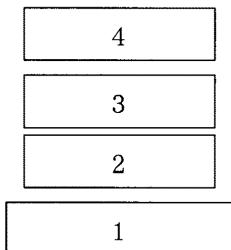
10

【符号の説明】

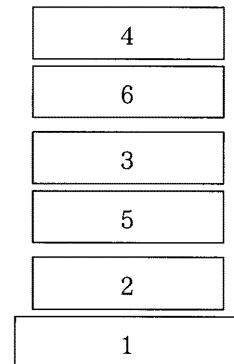
- 1 基板
- 2 陽極
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 ホール輸送層
- 6 電子輸送層
- 7 ホール注入層
- 8 ホール／エキシトンブロッキング層

20

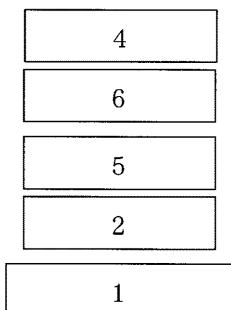
【図1】



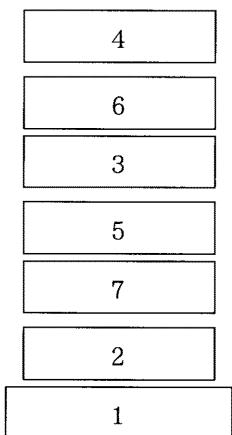
【図3】



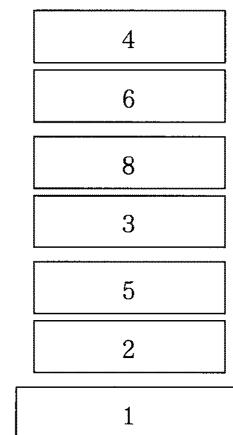
【図2】



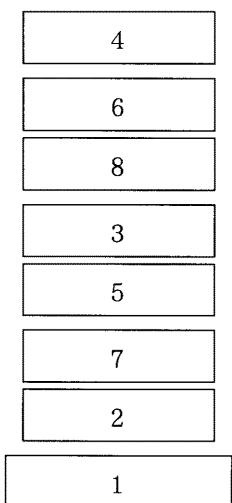
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 山田 直樹
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 叉賀 駿太郎
福岡県大野城市大池2-17-5

(72)発明者 ティーマン ティース
福岡県春日市春日公園2-10 春日公園住宅26-10-3

(72)発明者 石井 努
福岡県春日市1-4-2 春日住宅5-12

F ターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB14 DB03 FA01
4C204 BB05 CB25 DB01 DB28 EB01 EB03 FB01 FB13 FB14 GB01
GB24

专利名称(译)	有机材料和使用其的有机发光装置		
公开(公告)号	JP2005048004A	公开(公告)日	2005-02-24
申请号	JP2003204445	申请日	2003-07-31
[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	上野和則 坪山明 山田直樹 又賀駿太郎 ティーマンティース 石井努		
发明人	上野 和則 坪山 明 山田 直樹 又賀 駿太郎 ティーマン ティース 石井 努		
IPC分类号	H01L51/50 C07D209/82 C07D209/88 C09K11/06 H05B33/14		
FI分类号	C09K11/06.645 C07D209/82 C07D209/88 H05B33/14.B		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB03 3K007/AB14 3K007/DB03 3K007/FA01 4C204/BB05 4C204/CB25 4C204 /DB01 4C204/DB28 4C204/EB01 4C204/EB03 4C204/FB01 4C204/FB13 4C204/FB14 4C204/GB01 4C204/GB24 3K107/AA01 3K107/CC24 3K107/DD59 3K107/DD67 3K107/DD69 3K107/DD74 3K107 /DD78		
代理人(译)	渡辺圭佑 山口 芳広		
其他公开文献	JP4336537B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供一种热稳定的室温磷光材料。解决方案：一种有机材料，它是一种有机芳香化合物，含有卤素原子或氘，并具有室温磷光。有机材料的实例包括由以下通式(I)表示的咔唑化合物。(其中，R1是H，烷基，烯基，取代或未取代的芳族或杂环化合物，并且R1是R2或R9或两者。并且，作为芳香族环或非芳香族环的稠环，R2~R9为H，氘，卤素原子或取代或未取代的芳香族基团或它是一个杂环基。R2至R9可以与相邻的取代基形成稠环。)[选择图]无

