



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105399776 A

(43) 申请公布日 2016. 03. 16

(21) 申请号 201510689620. 5

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所 11038

(22) 申请日 2010. 10. 19

代理人 李英

(30) 优先权数据

(51) Int. Cl.

2009-252168 2009. 11. 02 JP

C07F 15/00(2006. 01)

2010-169870 2010. 07. 28 JP

C09K 11/06(2006. 01)

(62) 分案原申请数据

H01L 51/54(2006. 01)

201080047397. X 2010. 10. 19

(71) 申请人 株式会社半导体能源研究所

地址 日本神奈川

(72) 发明人 井上英子 中川朋香 大泽信晴

濑尾哲史 山田唯

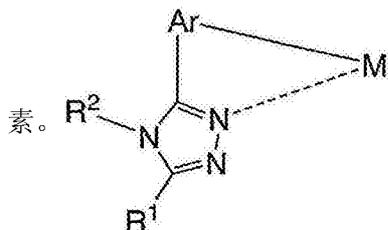
权利要求书4页 说明书93页 附图40页

(54) 发明名称

有机金属配合物、发光元件、显示器件、电子器件和照明器件

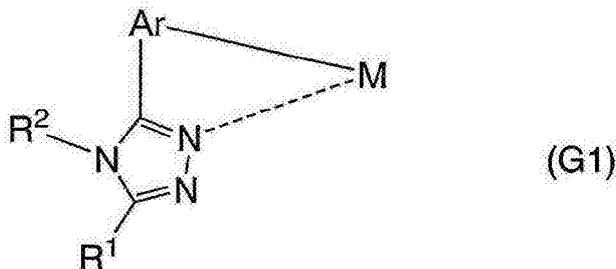
(57) 摘要

本发明提供有机金属配合物、发光元件、显示器件、电子器件和照明器件。本发明提供了可以显示磷光的有机金属配合物。所述新型有机金属配合物之一由通式 (G1) 表示。在通式 (G1) 中, R¹表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基中的任一个。另外, R²表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 6-12 个碳原子的芳基中的任一个。此外, Ar 表示可以具有取代基的具有 6-13 个碳原子的亚芳基。此外, M 表示第 9 族元素或第 10 族元



(G1)

1. 一种有机金属配合物,其包含由通式 (G1) 表示的结构:



其中:

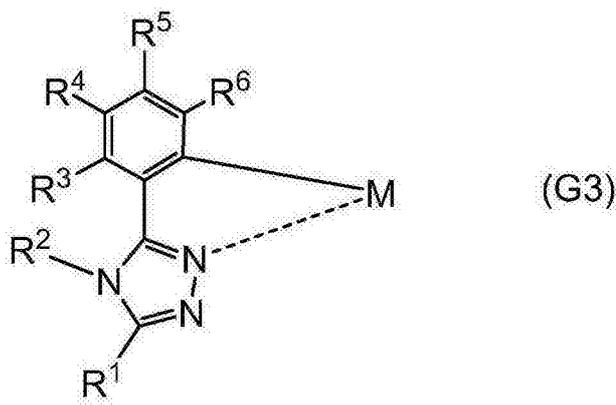
R¹表示具有 5-8 个碳原子的未取代的环烷基或具有 7-10 个碳原子的未取代的芳烷基;

R²表示具有 1-6 个碳原子的烷基、具有 5-8 个碳原子的取代或未取代的环烷基和具有 6-12 个碳原子的取代或未取代的芳基中的任一个;

Ar 表示具有 6-13 个碳原子的取代或未取代的亚芳基;和

M 表示第 9 族元素或第 10 族元素。

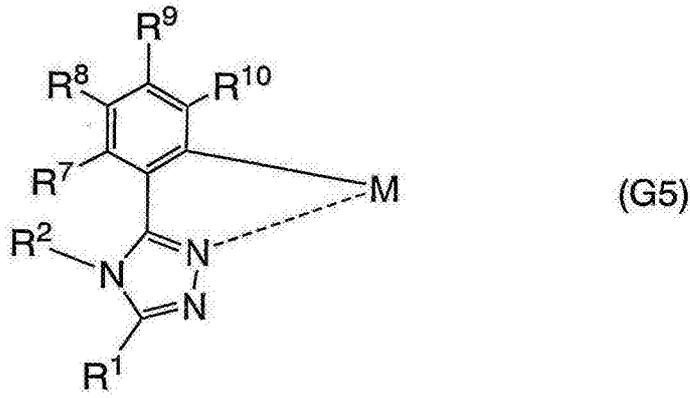
2. 根据权利要求 1 的有机金属配合物,其中所述有机金属配合物包含由通式 (G3) 表示的结构:



其中:

R³-R⁶单独地表示以下的任一个:氢、具有 1-6 个碳原子的烷基、具有 5-8 个碳原子的环烷基、具有 1-4 个碳原子的烷氧基、具有 6-12 个碳原子的芳氧基、具有 1-4 个碳原子的烷基硫基、具有 6-12 个碳原子的芳基硫基、具有 1-4 个碳原子的烷基氨基、具有 6-24 个碳原子的一芳基氨基或二芳基氨基、氰基、卤素基团、具有 1-4 个碳原子的卤代烷基和具有 6-12 个碳原子的芳基。

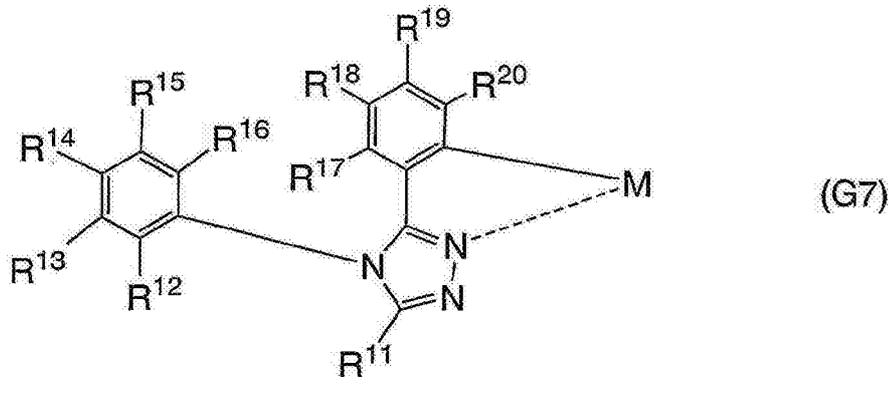
3. 根据权利要求 1 的有机金属配合物,其中所述有机金属配合物包含由通式 (G5) 表示的结构:



其中：

R⁷-R¹⁰单独地表示氢或吸电子基团。

4. 根据权利要求1的有机金属配合物，其中所述有机金属配合物包含由通式 (G7) 表示的结构：



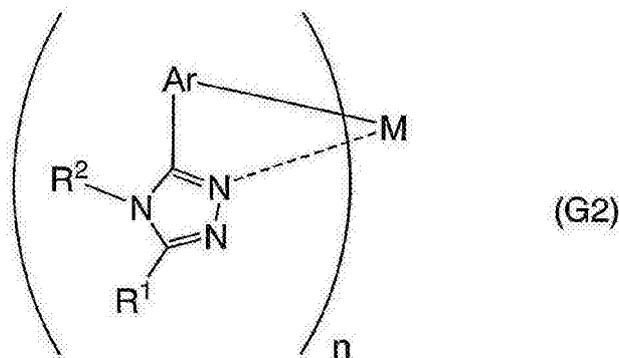
其中：

R¹¹表示具有 5-8 个碳原子的未取代的环烷基或具有 7-10 个碳原子的未取代的芳烷基；

R¹²-R¹⁶单独地表示氢、具有 1-6 个碳原子的烷基、具有 5-8 个碳原子的环烷基、和苯基中的任一个；和

R¹⁷-R²⁰单独地表示氢或吸电子基团。

5. 一种由通式 (G2) 表示的有机金属配合物：



其中：

R¹表示具有 5-8 个碳原子的未取代的环烷基或具有 7-10 个碳原子的未取代的芳烷基；

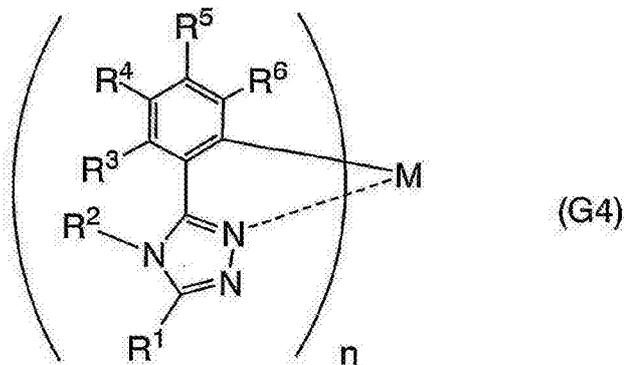
R²表示具有 1-6 个碳原子的烷基、具有 5-8 个碳原子的取代或未取代的环烷基和具有 6-12 个碳原子的取代或未取代的芳基中的任一个；

Ar 表示具有 6-13 个碳原子的取代或未取代的亚芳基；

M 表示第 9 族元素或第 10 族元素；和

当 M 是第 9 族元素时，n = 3，且当 M 是第 10 族元素时，n = 2。

6. 根据权利要求 5 的有机金属配合物，其中所述有机金属配合物由通式 (G4) 表示：

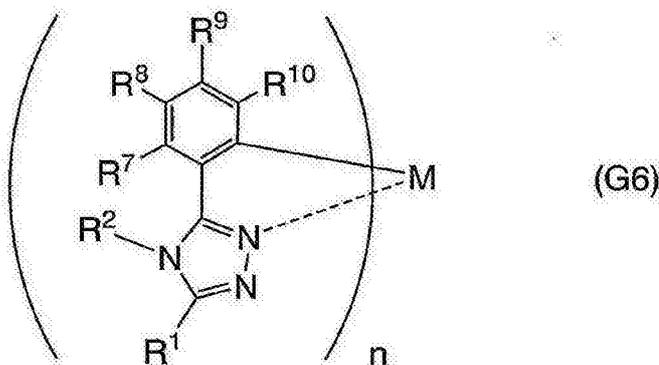


, 和

其中：

R³-R⁶单独地表示以下中的任一个：氢、具有 1-6 个碳原子的烷基、具有 5-8 个碳原子的环烷基、具有 1-4 个碳原子的烷氧基、具有 6-12 个碳原子的芳氧基、具有 1-4 个碳原子的烷基硫基、具有 6-12 个碳原子的芳基硫基、具有 1-4 个碳原子的烷基氨基、具有 6-24 个碳原子的一芳基氨基或二芳基氨基、氰基、卤素基团、具有 1-4 个碳原子的卤代烷基和具有 6-12 个碳原子的芳基。

7. 根据权利要求 5 的有机金属配合物，其中所述有机金属配合物由通式 (G6) 表示：

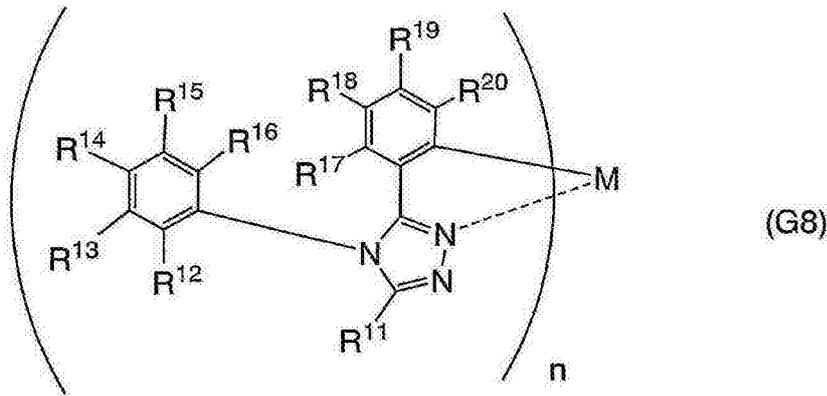


, 和

其中：

R⁷-R¹⁰单独地表示氢或吸电子基团。

8. 根据权利要求 5 的有机金属配合物，其中所述有机金属配合物由通式 (G8) 表示：



, 和

其中：

R^1 表示具有 5-8 个碳原子的未取代的环烷基或具有 7-10 个碳原子的未取代的芳烷基；

R^{12} - R^{16} 单独地表示氢、具有 1-6 个碳原子的烷基、具有 5-8 个碳原子的环烷基、和苯基中的任一个；和

R^{17} - R^{20} 单独地表示氢或吸电子基团。

9. 根据权利要求 3 或 7 的有机金属配合物，其中所述吸电子基团是氰基、氟基、三氟甲基、被氟基取代的苯基或被三氟甲基取代的苯基。

10. 根据权利要求 4 或 8 的有机金属配合物，其中所述吸电子基团是氰基、氟基、三氟甲基、被氟基取代的苯基或被三氟甲基取代的苯基。

11. 根据权利要求 4 或 8 的有机金属配合物，其中 R^{12} - R^{16} 中的每一个是氢。

12. 发光元件，其包含在一对电极之间的根据权利要求 1 或 5 的有机金属配合物。

13. 发光元件，其包含：

在一对电极之间的第一和第二发光单元，

其中所述第一发光单元含有根据权利要求 1 或 5 的有机金属配合物，和

其中所述第二发光单元含有发射比所述有机金属配合物具有更长波长的光的发光材料。

14. 发光元件，其包含：

在一对电极之间的第一至第三发光单元，

其中所述第一发光单元含有根据权利要求 1 或 5 的有机金属配合物，

其中所述第二发光单元含有发射比所述有机金属配合物具有更长波长的光的第一发光材料，和

其中所述第三发光单元含有发射比所述有机金属配合物具有更长波长且比所述第一发光材料具有更短波长的光的第二发光材料。

15. 显示器件，其包含像素部分；

其中所述像素部分包含根据权利要求 12 的发光元件。

16. 电子器件，其包含显示部分；

其中所述显示部分包含根据权利要求 12 的发光元件。

17. 照明器件，其包含根据权利要求 12 的发光元件。

有机金属配合物、发光元件、显示器件、电子器件和照明器件

[0001] 本申请为申请日为2010年10月19日、申请号为201080047397.X、发明名称为“有机金属配合物、发光元件、显示器件、电子器件和照明器件”的中国专利申请的分案申请。

技术领域

[0002] 本说明书中公开的发明涉及可以通过电流激发而发射光的物质。特别地,本发明涉及可以从三重激发态发射光的物质。另外,本发明涉及发光元件、显示器件、电子器件、发光器件和照明器件,其中的每一种中使用任何所述物质。

背景技术

[0003] 发光元件包括在一对电极(阳极和阴极)之间的含发光材料的层(发光层)。已经报道各种有机化合物可以用作发光材料。

[0004] 据说发光元件的发光机理如下:当电压施加在中间插入了发光层的一对电极之间时,从阴极注射的电子和从阳极注射的空穴在发光层的发光中心复合而形成分子激子,并且当分子激子弛豫到基态时释放能量而发射光。已知单重激发态和三重激发态为激发态,并且认为发光可以经由所述激发态中的任一激发态而获得。

[0005] 在这样的发光元件中,因为在三重激发态比在单重激发态产生更多激子,所以可以通过使用能从三重激发态发射光的材料(磷光性材料)来提高发光元件的发射效率。因此,磷光性材料已经被许多次尝试用作发光材料。

[0006] 其中铱(Ir)是中心金属的金属配合物(下文中称为Ir配合物)是发射绿至蓝光的典型磷光性材料(例如,参见专利文献1)。专利文献1中公开的是其中三唑衍生物是配体的Ir配合物。

[0007] [参考文献]

[0008] [专利文献]

[0009] [专利文献1] 日本公开专利申请 No. 2007-137872

发明内容

[0010] 如专利文献1中报道那样,虽然已经开发了发射绿光或蓝光的磷光性材料,但是要求进一步的开发以获得在可靠性、发光特性、成本等优异的磷光性材料。

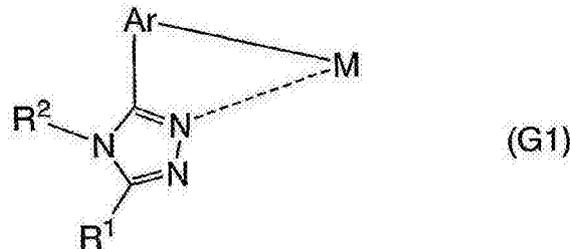
[0011] 鉴于上述问题,本发明实施方式的目的是提供可以显示磷光的新型物质。另一个目的是提供具有高发射效率的新型物质。另一个目的是提供显示具有绿至蓝的波长带的磷光的新型物质。另一个目的是提供其中使用了可以显示磷光的所述新型物质的发光元件、发光器件、照明器件或电子器件。另一个目的是提供具有高发射效率的发光元件、发光器件、照明器件或电子器件。另一个目的是提供其中使用了可以显示具有绿至蓝的波长带的磷光的新型物质的发光元件、发光器件、照明器件或电子器件。另一个目的是提供具有高可靠性的发光元件、发光器件、照明器件或电子器件。另外,另一个目的是提供具有低功耗的

发光元件、发光器件、照明器件或电子器件。

[0012] 发明人发现其中 3-芳基-4H-1,2,4-三唑衍生物是配体的邻位金属化配合物显示具有绿至蓝的波长带的磷光。

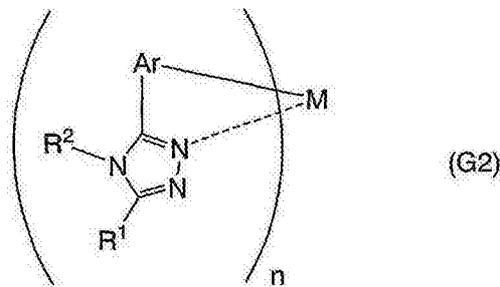
[0013] 本发明的一个实施方式是具有由通式 (G1) 表示的结构有机金属配合物。

[0014]



[0015] 本发明的另一个实施方式是由通式 (G2) 表示的有机金属配合物。

[0016]



[0017] 在通式 (G1) 和 (G2) 中, R^1 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基中的任一个。另外, R^2 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 6-12 个碳原子的芳基中的任一个。此外, Ar 表示可以具有取代基的具有 6-13 个碳原子的亚芳基。此外, M 表示第 9 族元素或第 10 族元素。

[0018] 在通式 (G2) 中, 当 M 是第 9 族元素时, $n = 3$, 当 M 是第 10 族元素时, $n = 2$ 。

[0019] 应指出, R^1 中的具有 1-6 个碳原子的烷基的具体实例包括甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、仲丁基、异丁基、叔丁基和己基。另外, R^1 中的可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基的具体实例包括环戊基、环己基、环庚基、环辛基、1-甲基环己基和 2,6-二甲基环己基。此外, R^1 中的可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基的具体实例包括苄基、苯乙基、3-苯丙基、2,6-二甲基苄基和 1-苯乙基。

[0020] 应指出, R^1 中的烷基优选具有大于或等于 2 个且小于或等于 6 个碳原子, 尤其是大于或等于 3 个且小于或等于 6 个碳原子。具有大于或等于 2 个且小于或等于 6 个碳原子的烷基抑制分子之间的相互作用, 以致升华温度可以降低, 尽管高分子量。结果, 可以提高有机金属配合物的蒸发度。

[0021] 另外, 支链烷基优选用作 R^1 中的烷基。支链烷基抑制有机金属配合物的极性水平, 以致可以提高通过柱层析的纯化方面的收率。此外, 通过使用支链烷基, 可以降低包括有机金属配合物制造的发光元件的驱动电压。

[0022] 因此, 更优选使用异丙基、异丁基、叔丁基或新戊基作为 R^1 中的烷基。

[0023] R^2 的具体实例包括甲基、乙基、丙基、异丙基、叔丁基、己基、环己基、被一个或多个

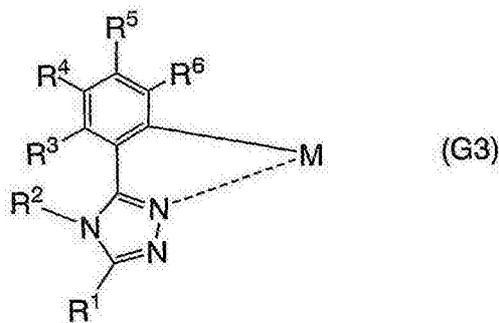
甲基取代的环己基、苯基、联苯基、被一个或多个甲基取代的苯基、被一个或多个乙基取代的苯基、被一个或多个异丙基取代的苯基、被叔丁基取代的苯基、被氟基取代的苯基和被三氟甲基取代的苯基。

[0024] Ar 的具体实例包括亚苯基、被一个或多个烷基取代的亚苯基、被环烷基取代的亚苯基、被烷氧基取代的亚苯基、被芳氧基取代的亚苯基、被烷基硫基取代的亚苯基、被芳基硫基取代的亚苯基、被一烷基氨基或二烷基氨基取代的亚苯基、被一芳基氨基或二芳基氨基取代的亚苯基、被芳基取代的亚苯基、被一个或多个卤素基团取代的亚苯基、被一个或多个卤代烷基取代的亚苯基、联苯基 - 二基、萘 - 二基、苊 - 二基、9,9-二烷基苊 - 二基和 9,9-二芳基苊 - 二基。应指出,在这些具体实例当中,当其中共轭从包括在 Ar 中的苯环延伸的取代基用作 Ar 时(具体来说,当具有大于或等于 10 个碳原子的取代基用作 Ar)时,例如联苯基 - 二基、萘 - 二基、苊 - 二基、9,9-二烷基苊 - 二基或 9,9-二芳基苊 - 二基用作 Ar 时,有机金属配合物的发射光谱可变窄。在其中 Ar 是亚苯基的情况下,呈激发态的电子自旋进入 Ar 和三唑环之间,由此 Ar 和三唑环的碳 - 碳键的伸缩振动引起局部变化,此时发射光。这认为是起源于从光谱中的短波长侧的伸缩振动的第二峰大的原因。相对而言,当 Ar 中的共轭从苯环延伸时,呈激发态的电子自旋更容易进入 Ar。因此,Ar 和三唑环的碳 - 碳键的伸缩振动不引起局部变化,由此第二峰变得更小。因此,在发射光谱中的最短波长侧上的第一峰变大。结果,有机金属配合物的发射波长可更短。另外,有机金属配合物的发射光谱可更窄。

[0025] 铱和铂优选分别用作第 9 族元素和第 10 族元素。鉴于重原子效果,重金属优选用作有机金属配合物的中心金属以更有效地显示磷光。

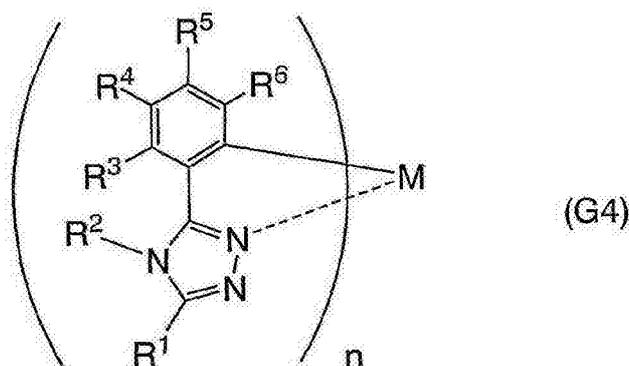
[0026] 本发明的另一个实施方式是具有由通式 (G3) 表示的结构的有机金属配合物。

[0027]



[0028] 本发明的另一个实施方式是由通式 (G4) 表示的有机金属配合物。

[0029]



[0030] 在通式 (G3) 和 (G4) 中, R^1 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基中的任一个。另外, R^2 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 6-12 个碳原子的芳基中的任一个。此外, R^3 - R^6 单独地表示以下基团中的任一个: 氢、具有 1-6 个碳原子的烷基、具有 5-8 个碳原子的环烷基、具有 1-4 个碳原子的烷氧基、具有 6-12 个碳原子的芳氧基、具有 1-4 个碳原子的烷基硫基、具有 6-12 个碳原子的芳基硫基、具有 1-4 个碳原子的烷基氨基、具有 6-24 个碳原子的一芳基氨基或二芳基氨基、氰基、卤素基团、具有 1-4 个碳原子的卤代烷基和具有 6-12 个碳原子的芳基。应指出, 在 R^3 - R^6 中彼此邻接的取代基可以彼此直接地键合形成环结构。此外, M 表示第 9 族元素或第 10 族元素。

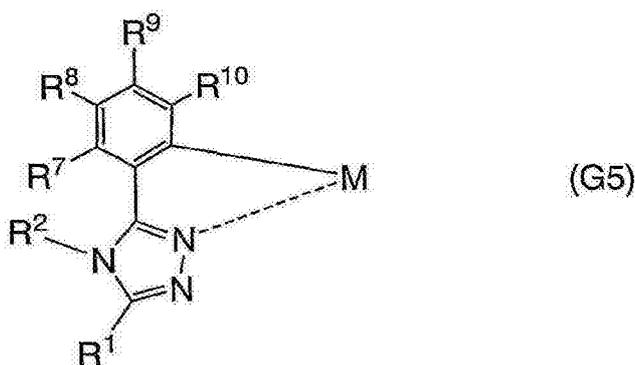
[0031] 在通式 (G4) 中, 当 M 是第 9 族元素时, $n = 3$, 当 M 是第 10 族元素时, $n = 2$ 。

[0032] 应指出, R^1 和 R^2 的具体实例可以与通式 (G1) 和 (G2) 中的那些相同。

[0033] R^3 - R^6 的具体实例单独地包括氢、甲基、乙基、异丙基、叔丁基、己基、环己基、甲氧基、乙氧基、丙氧基、异丙氧基、苯氧基、甲基硫基、苯基硫基、二甲基氨基、二苯基氨基、氟基、氟代甲基、二氟甲基、三氟甲基、氯代甲基、二氯代甲基、溴代甲基、2, 2, 2-三氟乙基、3, 3, 3-三氟丙基、1, 1, 1, 3, 3, 3-六氟异丙基、苯基、被氟基取代的苯基和被三氟甲基取代的苯基。应指出, R^3 - R^6 中至少一个优选是吸电子基团。吸电子基团的具体实例包括氰基、氟基、三氟甲基、被氟基取代的苯基、被三氟甲基取代的苯基。因为 R^3 - R^6 中至少一个是吸电子基团, 所以有机金属配合物的 HOMO 能级减小, 并且能隙相应地增加; 因此, 有机金属配合物的能量被稳定化。结果, 有机金属配合物的发射波长可能更短。由此, 具有吸电子基团的有机金属配合物特别优选作为显示具有蓝光波长带的磷光的材料。

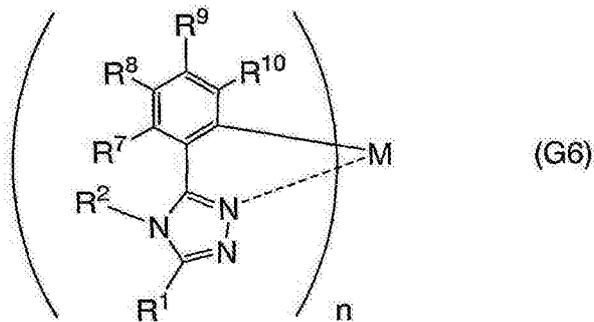
[0034] 优选氢或吸电子基团单独地用于具有由上面通式 (G3) 表示的结构的有机金属配合物中的 R^3 - R^6 , 因为量子收率增加。即, 本发明的另一个实施方式是具有由通式 (G5) 表示的结构的有机金属配合物。

[0035]



[0036] 优选氢或吸电子基团单独地用于具有由上面通式 (G4) 表示的结构的有机金属配合物中的 R^3 - R^6 , 因为量子收率增加。即, 本发明的另一个实施方式是由通式 (G6) 表示的有机金属配合物。

[0037]



[0038] 在通式 (G5) 和 (G6) 中, R^1 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基中的任一个。另外, R^2 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 6-12 个碳原子的芳基中的任一个。此外, R^7 - R^{10} 单独地表示氢或吸电子基团。此外, M 表示第 9 族元素或第 10 族元素。

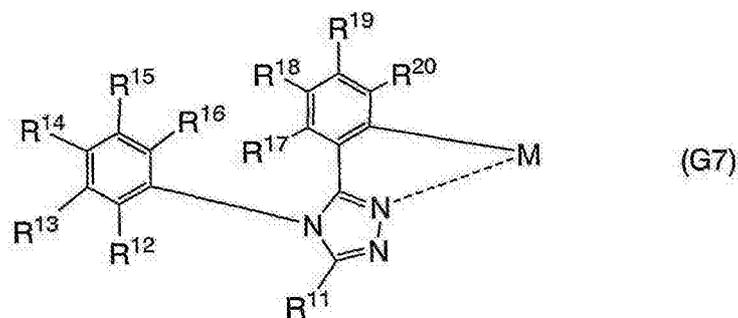
[0039] 在通式 (G6) 中, 当 M 是第 9 族元素时, $n = 3$, 当 M 是第 10 族元素时, $n = 2$ 。

[0040] 应指出, R^7 - R^{10} 中至少一个优选是吸电子基团。因为 R^7 - R^{10} 中至少一个是吸电子基团, 所以有机金属配合物的 HOMO 能级减小, 并且能隙相应地增加; 因此, 有机金属配合物的能量被稳定化。结果, 有机金属配合物的发射波长可能更短。

[0041] 应指出, 通式 (G5) 和 (G6) 中的 R^1 和 R^2 的具体实例可以与通式 (G1) 和 (G2) 中的那些相同。

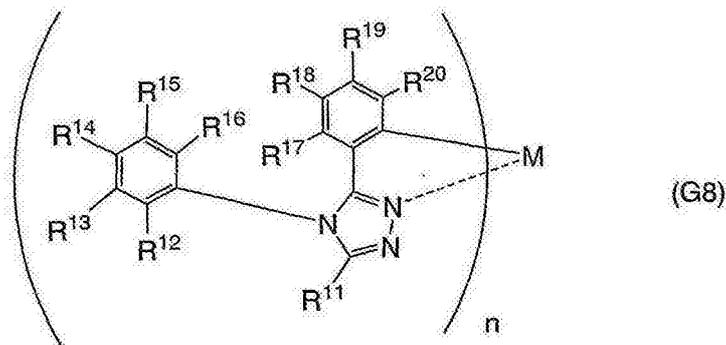
[0042] 苯基优选用于具有由上面通式 (G5) 表示的结构的有机金属配合物中的 R^2 , 因为合成容易。即, 本发明的另一个实施方式是具有由通式 (G7) 表示的结构的有机金属配合物。

[0043]



[0044] 苯基优选用于具有由上面通式 (G6) 表示的有机金属配合物中的 R^2 , 因为合成容易。即, 本发明的另一个实施方式是由通式 (G8) 表示的有机金属配合物。

[0045]



[0046] 在通式 (G7) 和 (G8) 中, R^{11} 表示具有 1-6 个碳原子的烷基或具有 5-8 个碳原子的环烷基。此外, R^{12} - R^{16} 单独地表示氢、具有 1-6 个碳原子的烷基、具有 5-8 个碳原子的环烷基和苯基中的任一个。此外, R^{17} - R^{20} 单独地表示氢或吸电子基团。此外, M 表示第 9 族元素或第 10 族元素。

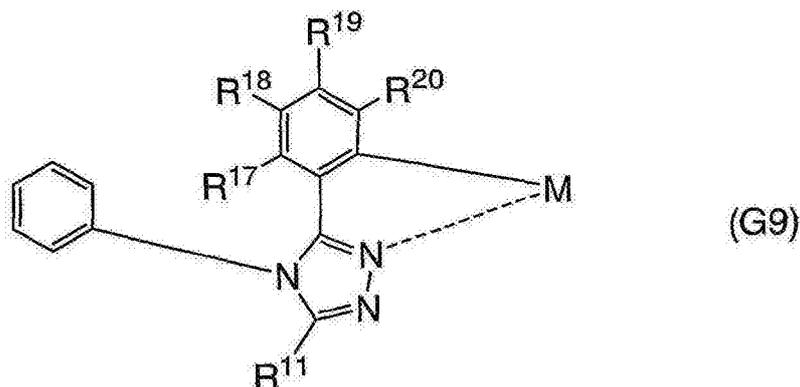
[0047] 在通式 (G8) 中, 当 M 是第 9 族元素时, $n = 3$, 当 M 是第 10 族元素时, $n = 2$ 。

[0048] 应指出, 优选 R^{12} 或 R^{16} , 或 R^{12} 和 R^{16} 具有除氢以外的取代基, 在这种情况下, 三唑环和苯基由于取代基的空间位阻而不变得平坦, 以致有机金属配合物的发射波长可能更短。或者, R^{17} - R^{20} 中至少一个优选是吸电子基团。因为 R^{17} - R^{20} 中至少一个是吸电子基团, 所以有机金属配合物的 HOMO 能级减小, 并且能隙相应地增加; 因此, 有机金属配合物的能量被稳定化。结果, 有机金属配合物的发射波长可能更短。

[0049] 应指出, 通式 (G7) 和 (G8) 中的 R^{11} 的具体实例可以与通式 (G1) 和 (G2) 中的那些相同。另外, R^{12} - R^{16} 的具体实例包括氢、甲基、乙基、异丙基、叔丁基、己基、环己基、苯基等。

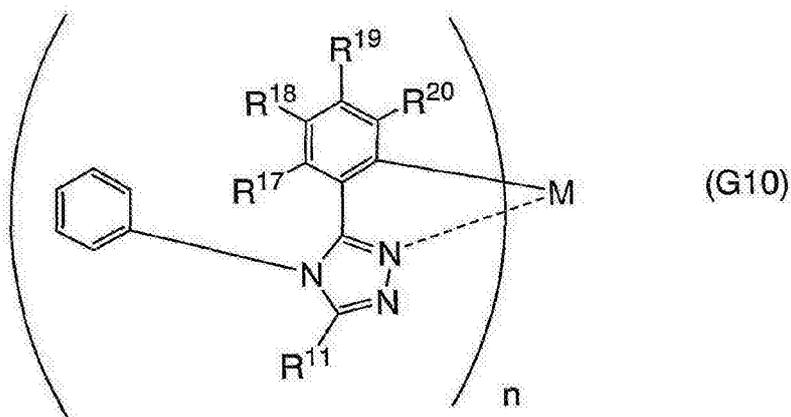
[0050] 在具有由通式 (G7) 表示的其中 R^{12} - R^{16} 中的每一个是氢的结构有机金属配合物中, 其中 R^{11} 是具有 1-6 个碳原子的烷基或具有 5-8 个碳原子的环烷基的有机金属配合物与其中 R^{11} 是氢的有机金属配合物相比是优选的, 因为合成收率显著增加。即, 本发明的另一个实施方式是具有由通式 (G9) 表示的结构有机金属配合物。

[0051]



[0052] 在具有由通式 (G8) 表示的其中 R^{12} - R^{16} 中的每一个是氢的结构有机金属配合物中, 其中 R^{11} 是具有 1-6 个碳原子的烷基或具有 5-8 个碳原子的环烷基的有机金属配合物与其中 R^{11} 是氢的有机金属配合物相比是优选的, 因为合成收率显著增加。即, 本发明的另一个实施方式是由通式 (G10) 表示的有机金属配合物。

[0053]



[0054] 在通式 (G9) 和 (G10) 中, R^{11} 表示具有 1-6 个碳原子的烷基或具有 5-8 个碳原子的环烷基。此外, R^{17} - R^{20} 单独地表示氢或吸电子基团。此外, M 表示第 9 族元素或第 10 族元素。

[0055] 在通式 (G10) 中, 当 M 是第 9 族元素时, $n = 3$, 当 M 是第 10 族元素时, $n = 2$ 。

[0056] 应指出, R^{17} - R^{20} 中至少一个优选是吸电子基团。因为 R^{17} - R^{20} 中至少一个是吸电子基团, 所以有机金属配合物的 HOMO 能级减小, 并且能隙相应地增加; 因此, 有机金属配合物的能量被稳定化。结果, 有机金属配合物的发射波长可能更短。

[0057] 应指出, 通式 (G9) 和 (G10) 中的 R^{11} 的具体实例可以与通式 (G1) 和 (G2) 中的 R^1 的那些相同。

[0058] 在通式 (G5)-(G10) 中, 吸电子基团的实例包括卤素基团、卤代烷基、被卤素基团取代的苯基和被卤代烷基取代的苯基。更具体实例包括氰基、氟基、三氟甲基、被氟基取代的苯基、被三氟甲基取代的苯基; 特别地, 氟基和三氟甲基是优选的。在其中通式 (G5) 和 (G6) 中的 R^7 和 / 或 R^9 , 和通式 (G7)-(G10) 中的 R^{17} 和 / 或 R^{19} 被烷氧基例如甲氧基、乙氧基、丙氧基或异丙氧基取代的情况下, 所述烷氧基可以作为吸电子基团发挥作用。

[0059] 本发明另一个实施方式是包括在一对电极之间的含任何所述有机金属配合物的层的发光元件。含所述有机金属配合物的层可以是发光层。

[0060] 本发明另一个实施方式是发光元件, 其包括在一对电极之间的含任何所述有机金属配合物的第一发光单元和含发射比所述有机金属配合物具有更长波长的光的发光材料的第二发光单元。

[0061] 本发明另一个实施方式是发光元件, 其包括在一对电极之间的含任何所述有机金属配合物的第一发光单元、含发射比所述有机金属配合物具有更长波长的光的第一发光材料的第二发光单元和含发射比所述有机金属配合物具有更长波长且比所述第一发光材料具有更短波长的光的第二发光材料的第三发光单元。

[0062] 本发明另一个实施方式是在像素部分包括任何所述发光元件的显示器件。

[0063] 本发明另一个实施方式是在显示部分包括所述显示器件的电子器件。

[0064] 本发明另一个实施方式是包括任何上述发光元件作为光源的照明器件。

[0065] 在本发明的一个实施方式中, 具有 5-8 个碳原子的环烷基、具有 7-10 个碳原子的芳烷基、具有 6-12 个碳原子的芳基和具有 6-13 个碳原子的亚芳基各自可以具有取代基或不具有取代基。当包括取代基时, 包含在取代基中的碳原子不算作是上述碳原子。例如, 具有取代基的环烷基除包含在取代基中的碳之外还具有大于或等于 5 个且小于或等于 8 个碳原子。

[0066] 在本说明书中, “发光器件” 是指各自具有发光元件的通用器件; 具体来说, 它在它的类别中包括用于显示器件例如电视或移动式电话的背灯, 交通灯, 照明应用例如街灯或街道照明, 照明器件, 可以用于塑料温室的用于培育的照明等。

[0067] 在本说明书中, 表述 “A 和 B 彼此连接” 包括其中 A 和 B 彼此电连接的情况 (即, 其中 A 和 B 彼此用插在其中的另一个元件或另一个电路连接的情况), 其中 A 和 B 彼此功能上连接的情况 (即, 其中 A 和 B 用插在其中的另一个电路功能上连接的情况) 和其中 A 和 B 彼此直接连接的情况 (即, 其中 A 和 B 连接彼此而不用插在其中的另一个元件或另一个电路连接的情况)。

[0068] 采用本发明一个实施方式,可以提供能显示磷光的新型物质或具有高发射效率的新型物质。还可以提供使用所述新型物质的发光元件、发光器件、照明器件和电子器件。还可以提供具有高发射效率的发光元件、发光器件、照明器件或电子器件。还可以提供具有优异的可可靠性的发光元件、发光器件、照明器件或电子器件。还可以提供具有低功耗的发光元件、发光器件、照明器件或电子器件。

附图说明

- [0069] 图 1A 和 1B 是根据本发明实施方式的发光元件的示意图。
- [0070] 图 2A-2D 示出了根据本发明一个实施方式的发光器件的实例。
- [0071] 图 3 示出了根据本发明一个实施方式的发光器件的实例。
- [0072] 图 4A 和 4B 示出了根据本发明一个实施方式的发光器件的实例。
- [0073] 图 5A-5E 示出了根据本发明一个实施方式的电子器件和照明器件的实例。
- [0074] 图 6 示出了根据本发明一个实施方式的照明器件的实例。
- [0075] 图 7 显示 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0076] 图 8 显示 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0077] 图 9 显示 $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0078] 图 10 显示 $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0079] 图 11 显示 $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0080] 图 12 显示 $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0081] 图 13 显示 $[\text{Ir}(\text{MFptz-dmp})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0082] 图 14 显示 $[\text{Ir}(\text{MFptz-dmp})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0083] 图 15 显示发光元件 1 的电流密度 vs. 亮度特征。
- [0084] 图 16 显示发光元件 1 的电压 vs. 亮度特征。
- [0085] 图 17 显示发光元件 1 的亮度 vs. 电流效率特征。
- [0086] 图 18 显示发光元件 1 的发射光谱。
- [0087] 图 19 显示发光元件 2 的电流密度 vs. 亮度特征。
- [0088] 图 20 显示发光元件 2 的电压 vs. 亮度特征。
- [0089] 图 21 显示发光元件 2 的亮度 vs. 电流效率特征。
- [0090] 图 22 显示发光元件 2 的发射光谱。
- [0091] 图 23 显示发光元件 3 的电流密度 vs. 亮度特征。
- [0092] 图 24 显示发光元件 3 的电压 vs. 亮度特征。
- [0093] 图 25 显示发光元件 3 的亮度 vs. 电流效率特征。
- [0094] 图 26 显示发光元件 3 的发射光谱。
- [0095] 图 27 显示是对比实施例的 $[\text{Ir}(\text{taz-tBuP})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0096] 图 28 显示是对比实施例的 $[\text{Ir}(\text{taz-tBuP})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0097] 图 29 显示 $[\text{Ir}(\text{Prptz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0098] 图 30 显示 $[\text{Ir}(\text{Prptz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0099] 图 31 显示 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。

- [0100] 图 32 显示 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0101] 图 33 显示 $[\text{Ir}(\text{EFptz-dmp})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0102] 图 34 显示 $[\text{Ir}(\text{EFptz-dmp})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0103] 图 35 显示 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0104] 图 36 显示 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0105] 图 37 显示 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz-dmp})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0106] 图 38 显示 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz-dmp})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0107] 图 39 显示 $[\text{Ir}(\text{Mntz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0108] 图 40 显示 $[\text{Ir}(\text{Mntz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0109] 图 41 显示 $[\text{Ir}(\text{iPrntz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0110] 图 42 显示 $[\text{Ir}(\text{iPrntz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0111] 图 43 示出了根据本发明实施例的发光元件的结构。
- [0112] 图 44 显示发光元件 4、5 和 10 的电流密度 vs. 亮度特征。
- [0113] 图 45 显示发光元件 4、5 和 10 的电压 vs. 亮度特征。
- [0114] 图 46 显示发光元件 4、5 和 10 的亮度 vs. 功率效率特征。
- [0115] 图 47 显示发光元件 4、5 和 10 的亮度 vs. 电流效率特征。
- [0116] 图 48 显示发光元件 4、5 和 10 的发射光谱。
- [0117] 图 49 显示其中发光元件 4、5 和 10 通过恒定电流驱动而连续发光的连续照明试验结果。
- [0118] 图 50 显示发光元件 6 的电流密度 vs. 亮度特征。
- [0119] 图 51 显示发光元件 6 的电压 vs. 亮度特征。
- [0120] 图 52 显示发光元件 6 的亮度 vs. 电流效率特征。
- [0121] 图 53 显示发光元件 6 的发射光谱。
- [0122] 图 54 显示发光元件 7 的电流密度 vs. 亮度特征。
- [0123] 图 55 显示发光元件 7 的电压 vs. 亮度特征。
- [0124] 图 56 显示发光元件 7 的亮度 vs. 电流效率特征。
- [0125] 图 57 显示发光元件 7 的发射光谱。
- [0126] 图 58 显示发光元件 8 的电流密度 vs. 亮度特征。
- [0127] 图 59 显示发光元件 8 的电压 vs. 亮度特征。
- [0128] 图 60 显示发光元件 8 的亮度 vs. 电流效率特征。
- [0129] 图 61 显示发光元件 8 的发射光谱。
- [0130] 图 62 显示发光元件 9 的电流密度 vs. 亮度特征。
- [0131] 图 63 显示发光元件 9 的电压 vs. 亮度特征。
- [0132] 图 64 显示发光元件 9 的亮度 vs. 电流效率特征。
- [0133] 图 65 显示发光元件 9 的发射光谱。
- [0134] 图 66 显示 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0135] 图 67 显示 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。
- [0136] 图 68 显示 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz-dmp})_3]$ 的 $^1\text{H-NMR}$ 谱图。
- [0137] 图 69 显示 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz-dmp})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。

- [0138] 图 70 显示发光元件 11 的电流密度 vs. 亮度特征。
[0139] 图 71 显示发光元件 11 的电压 vs. 亮度特征。
[0140] 图 72 显示发光元件 11 的亮度 vs. 电流效率特征。
[0141] 图 73 显示发光元件 11 的发射光谱。

具体实施方式

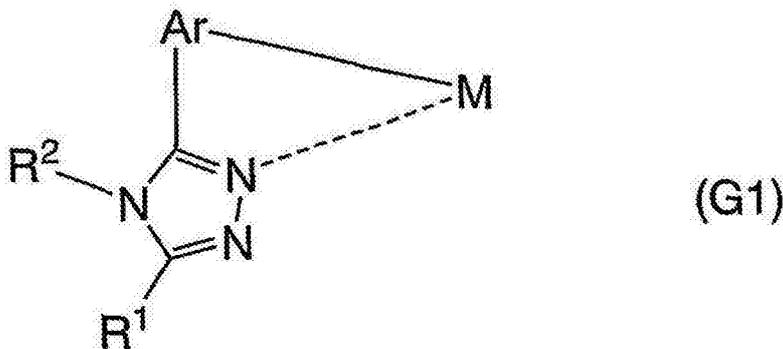
[0142] 将参照附图详细描述本发明实施方式和实施例。应指出本发明不限于以下描述，并且本领域技术人员将容易理解的是，在不脱离本发明的目的和范围的情况下可以按各种方法改进模式和细节。因此，在下面将描述的本发明实施方式和实施例中，相同部分通常由不同附图中的相同参考编号表示。

[0143] 另外，下述实施方式和实施例中的每一个可以与本说明书中描述的任何其它实施方式和实施例组合执行，除非另作说明。

[0144] (实施方式 1)

[0145] 本发明的一个实施方式是具有由通式 (G1) 表示的结构的有机金属配合物。

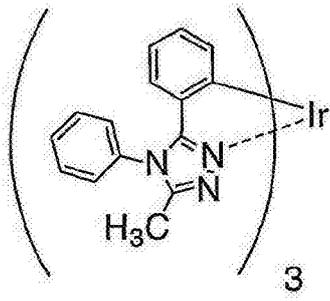
[0146]



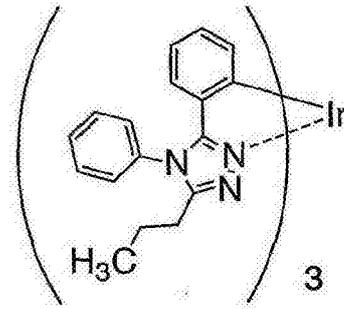
[0147] 在通式 (G1) 中， R^1 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基中的任一个。另外， R^2 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 6-12 个碳原子的芳基中的任一个。此外，Ar 表示可以具有取代基的具有 6-13 个碳原子的亚芳基。此外，M 表示第 9 族元素或第 10 族元素。

[0148] 含由通式 (G1) 表示的结构的有机金属配合物的具体实例可以是由结构式 (100)-(150) 表示的有机金属配合物。应指出，本发明不限于由这些结构式表示的有机金属配合物。

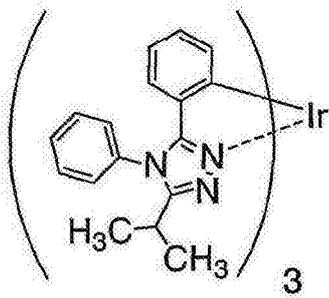
[0149]



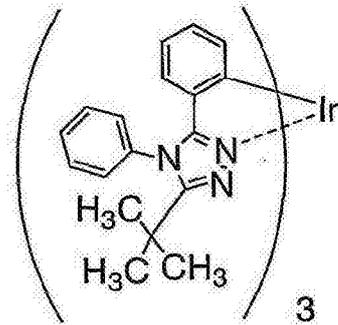
(100)



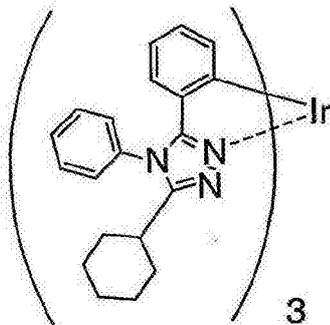
(101)



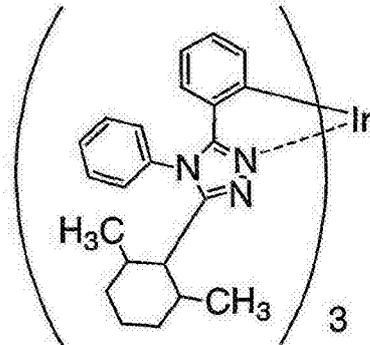
(102)



(103)

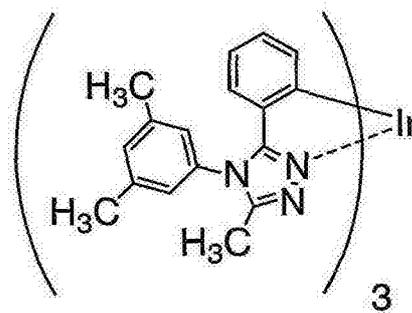
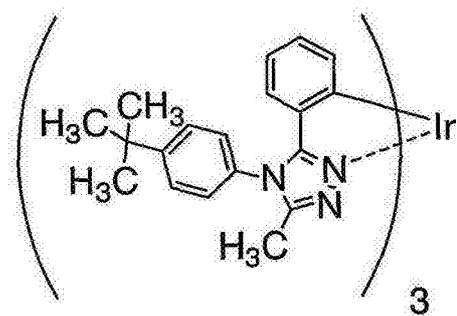
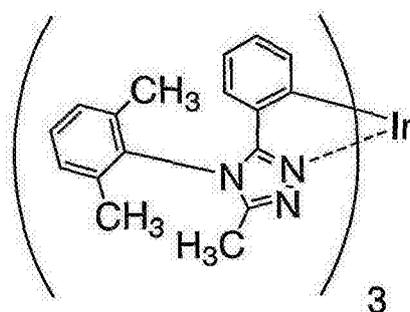
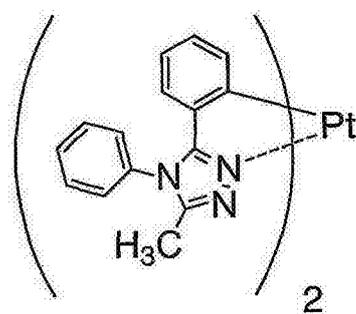
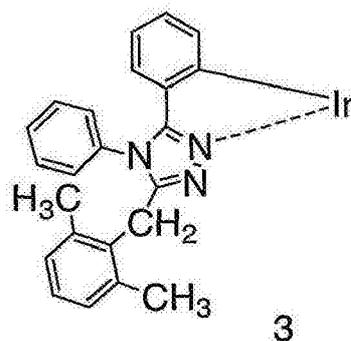
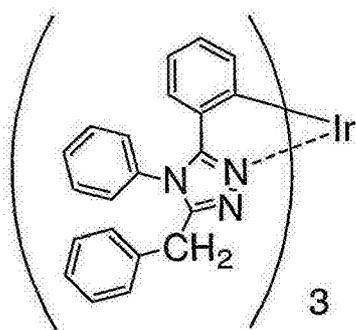


(104)

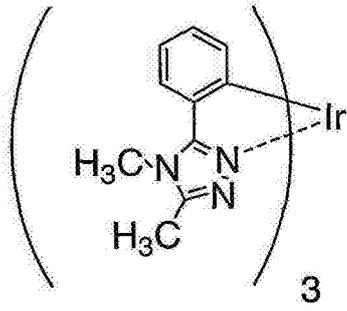


(105)

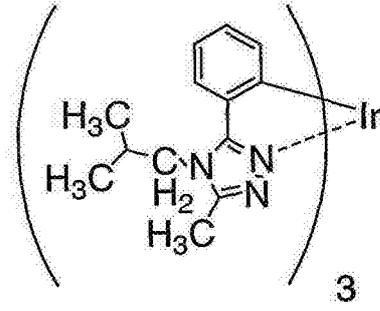
[0150]



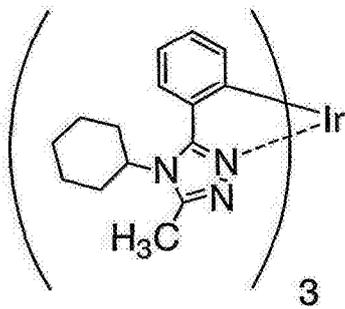
[0151]



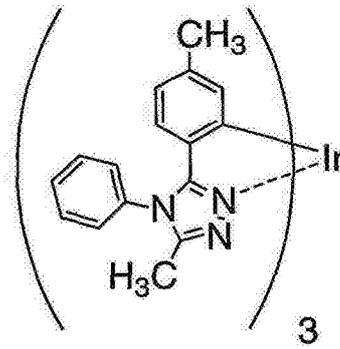
(112)



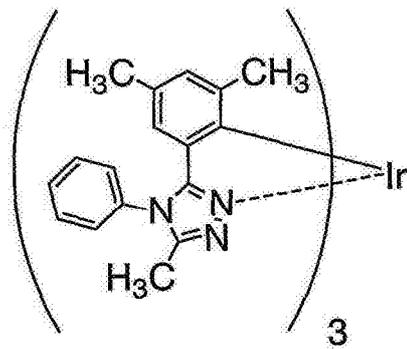
(113)



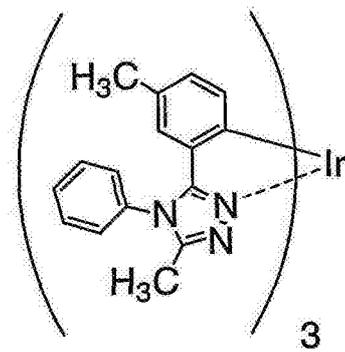
(114)



(115)

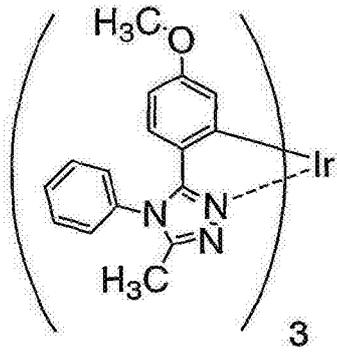


(116)

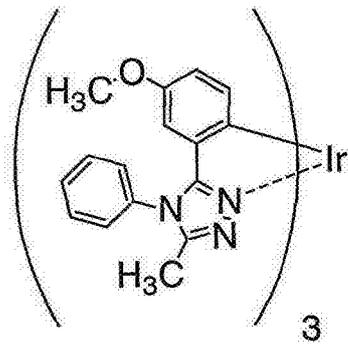


(117)

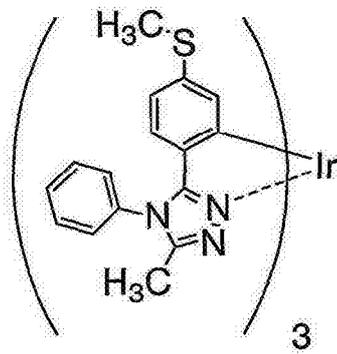
[0152]



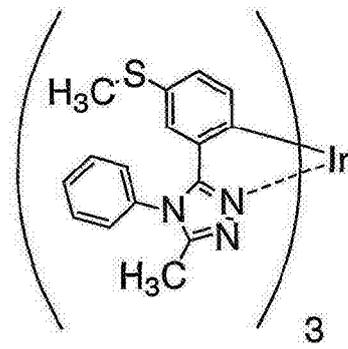
(118)



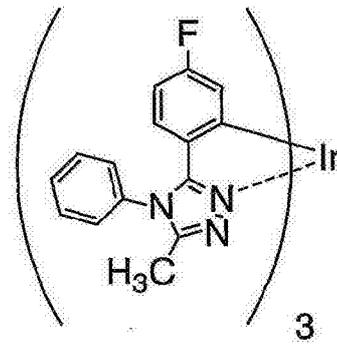
(119)



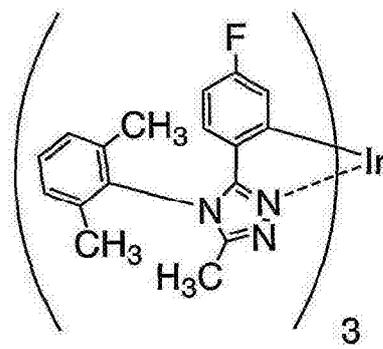
(120)



(121)

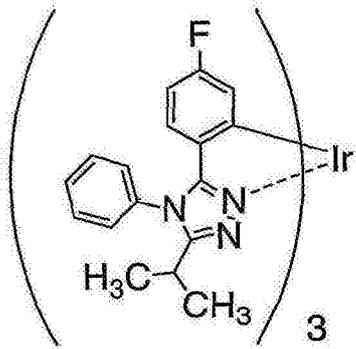


(122)

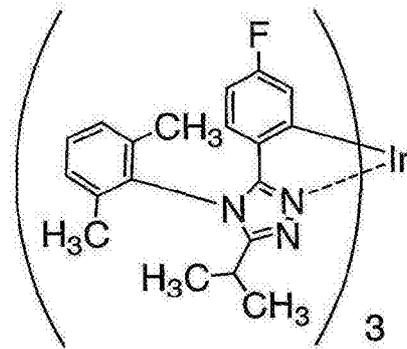


(123)

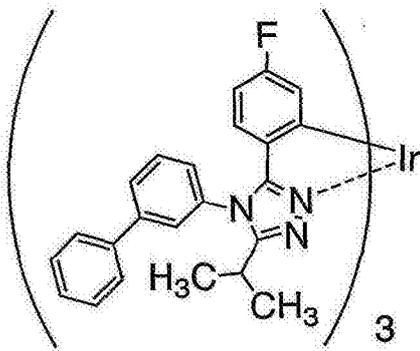
[0153]



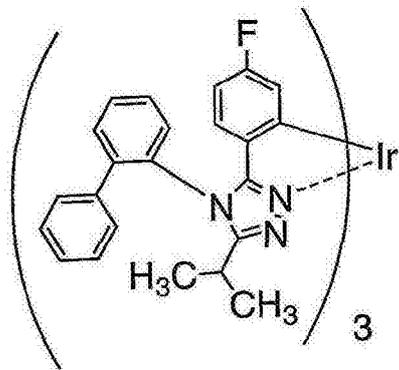
(124)



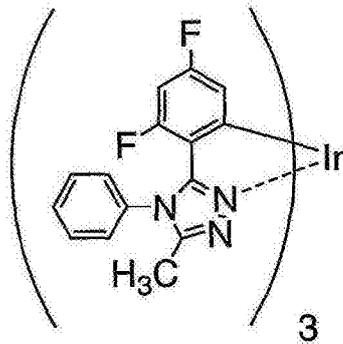
(125)



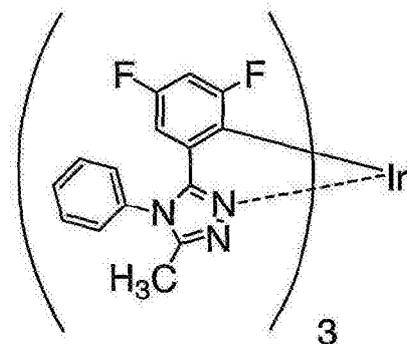
(126)



(127)

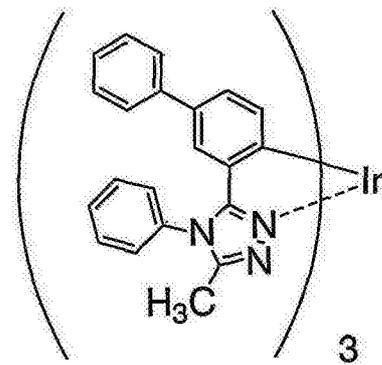
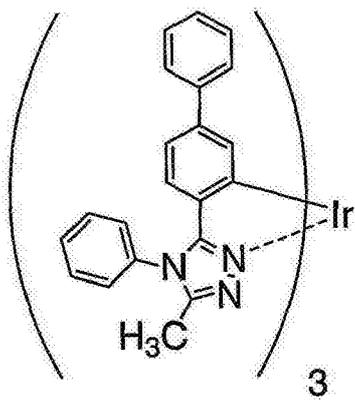
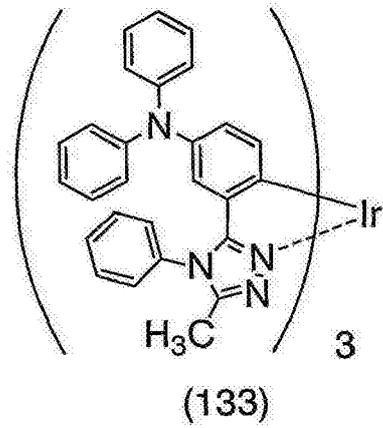
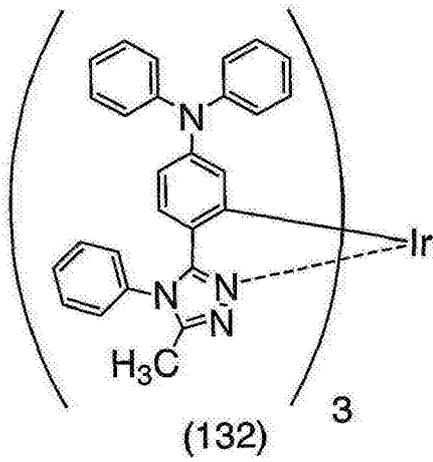
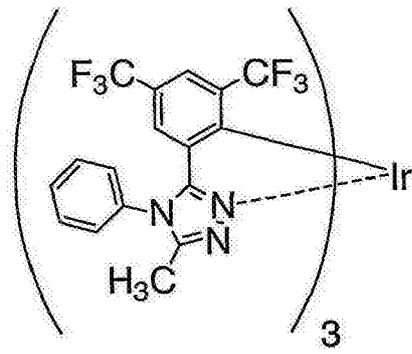
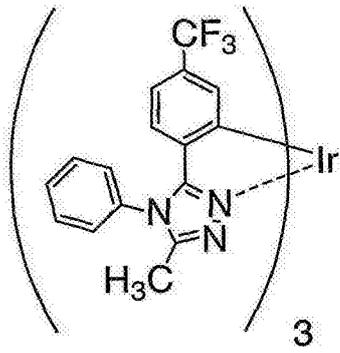


(128)

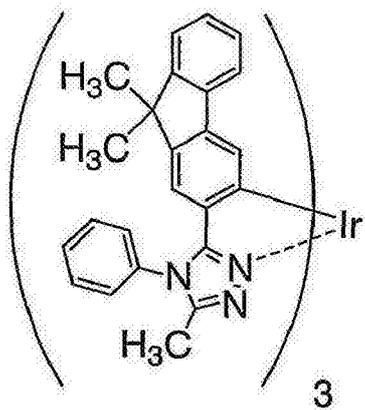


(129)

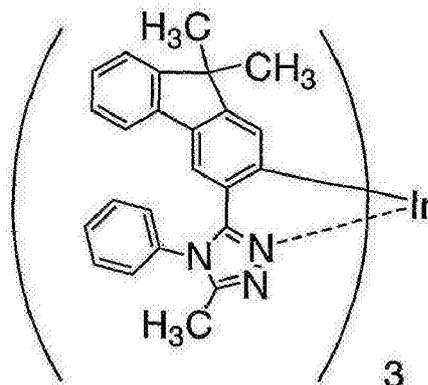
[0154]



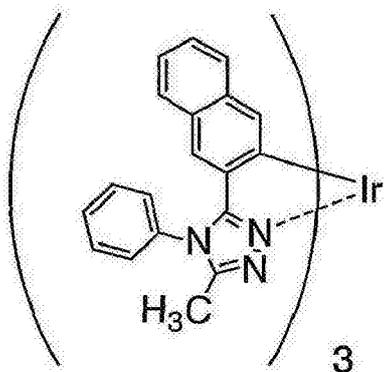
[0155]



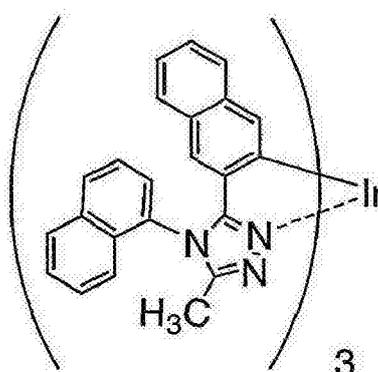
(136)



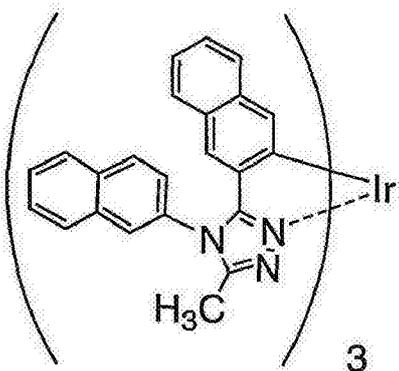
(137)



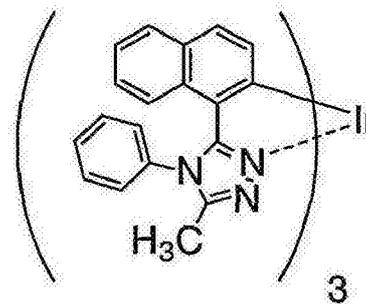
(138)



(139)

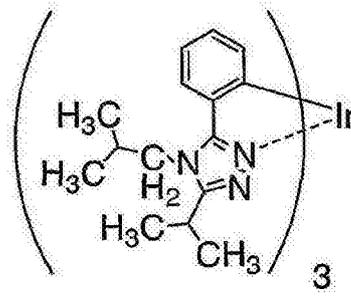
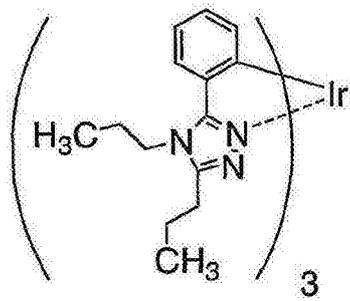
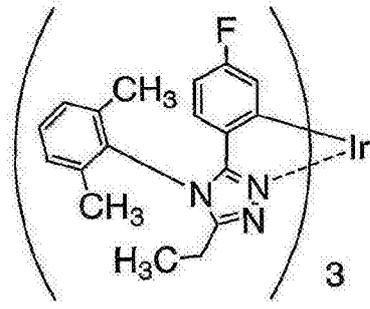
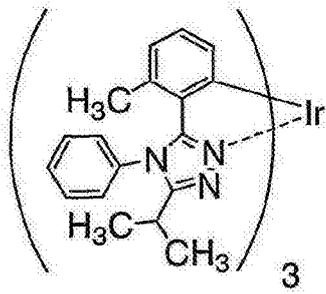
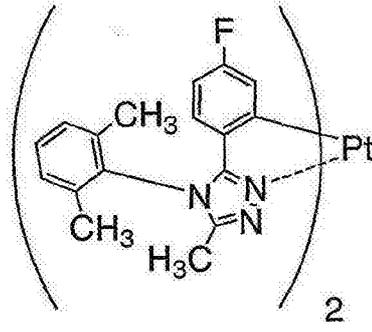
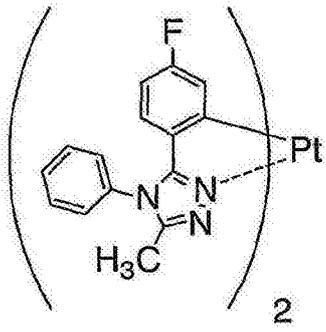


(140)

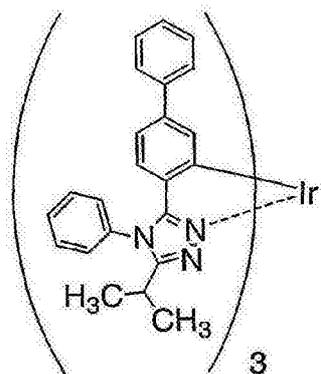


(141)

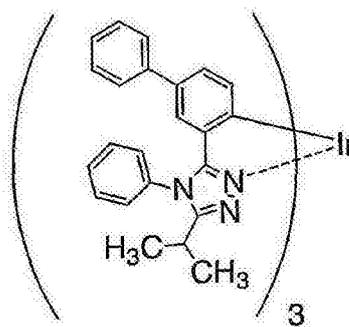
[0156]



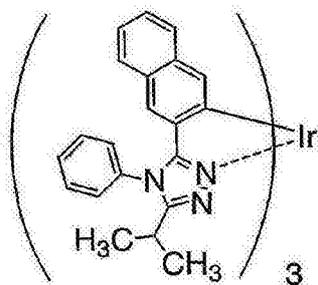
[0157]



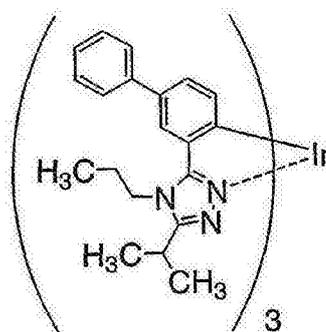
(148)



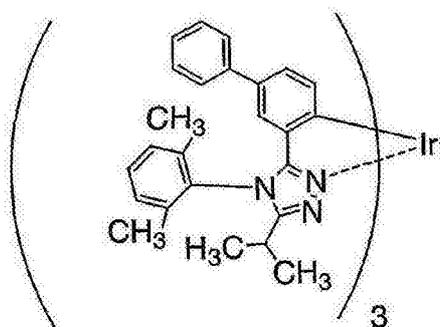
(149)



(150)



(151)



(152)

[0158] 它们中每一个是本发明一个实施方式的上述有机金属配合物是可以显示磷光的新型物质。

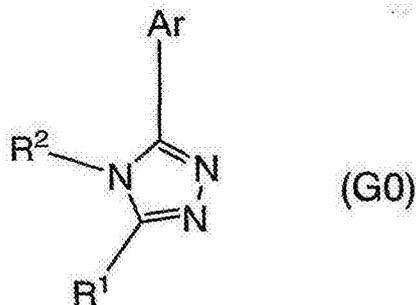
[0159] 接下来,描述具有由通式 (G1) 表示的结构有机金属配合物的合成方法的实例。

[0160] <步骤 1:3-芳基-4H-1,2,4-三唑衍生物的合成方法>

[0161] 首先,因为由下面通式 (G0) 表示的 3-芳基-4H-1,2,4-三唑衍生物是新型物质,所以描述其合成方法的实例。在通式 (G0) 中, R¹表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基中的任一个。另外、R²表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的

环烷基和可以具有取代基的具有 6-12 个碳原子的芳基中的任一个。此外, Ar 表示可以具有取代基的含 6-13 个碳原子的芳基。

[0162]



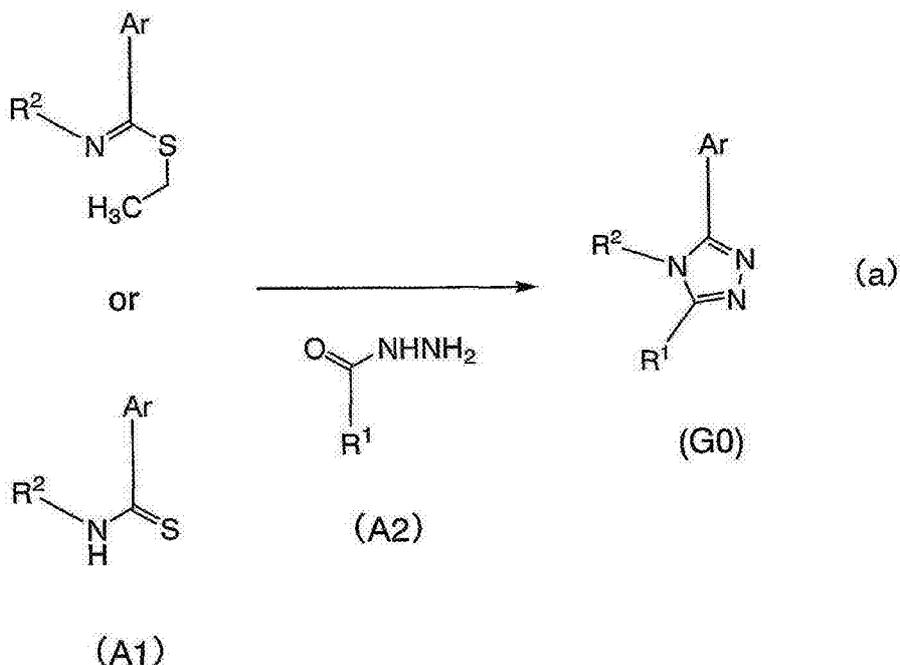
[0163] 应指出, R^1 中的具有 1-6 个碳原子的烷基的具体实例包括甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、仲丁基、异丁基、叔丁基和己基。另外, R^1 中的可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基的具体实例包括环戊基、环己基、环庚基、环辛基、1-甲基环己基和 2,6-二甲基环己基。此外, R^1 中的可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基的具体实例包括苄基、苄乙基、3-苄丙基、2,6-二甲基苄基和 1-苄乙基。

[0164] R^2 的具体实例包括甲基、乙基、丙基、异丙基、叔丁基、己基、环己基、被一个或多个甲基取代的环己基、苄基、联苯基、被一个或多个甲基取代的苄基、被一个或多个乙基取代的苄基、被一个或多个异丙基取代的苄基、被叔丁基取代的苄基、被氟基取代的苄基和被三氟甲基取代的苄基。

[0165] Ar 的具体实例包括亚苯基、被一个或多个烷基取代的亚苯基、被环烷基取代的亚苯基、被烷氧基取代的亚苯基、被芳氧基取代的亚苯基、被烷基硫基取代的亚苯基、被芳基硫基取代的亚苯基、被一烷基氨基或二烷基氨基取代的亚苯基、被一芳基氨基或二芳基氨基取代的亚苯基、被芳基取代的亚苯基、被一个或多个卤素基团取代的亚苯基、被一个或多个卤代烷基取代的亚苯基、联苯基-二基、萘-二基、茱-二基、9,9-二烷基茱-二基和 9,9-二芳基茱-二基。

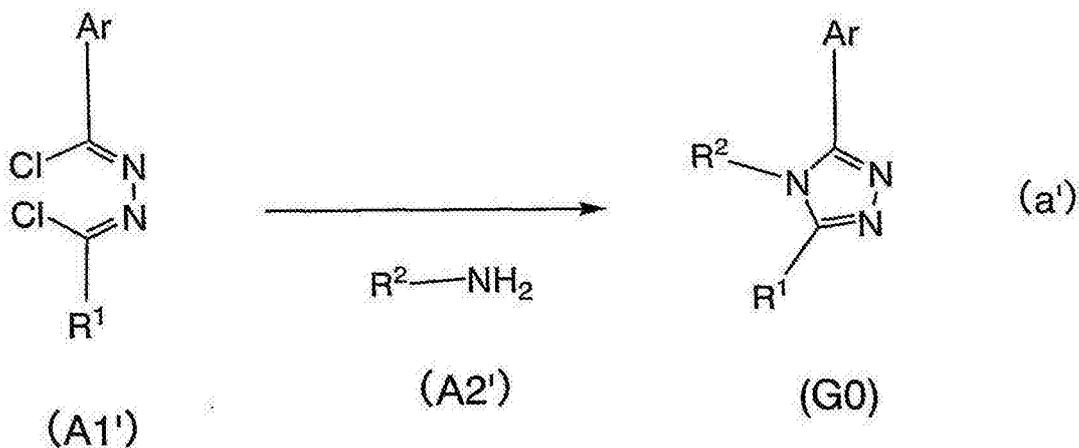
[0166] 如下面示意图 (a) 所示, 通过使含 Ar 的硫醚化合物或含 Ar 的 N-取代的硫代酰胺化合物 (A1) 与烷基酰肼化合物 (A2) 反应, 可以制备 3-芳基-4H-1,2,4-三唑衍生物。应指出, 在示意图 (a) 中, R^1 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基中的任一个。另外, R^2 表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 6-12 个碳原子的芳基中的任一个。此外, Ar 表示可以具有取代基的具有 6-13 个碳原子的亚芳基。

[0167]



[0168] 应指出, 3-芳基-4H-1, 2, 4-三唑衍生物的合成方法不限于示意图 (a)。例如, 有合成方法的另一个实例: 其中使含 R¹和 R²的硫醚化合物或含 R¹和 R²的 N-取代的硫代酰胺化合物与芳基酰肼化合物反应。如下面示意图 (a') 所示, 还有其中使二酰肼化合物 (A1') 和伯胺化合物 (A2') 反应的方法。应指出, 在示意图 (a') 中, R¹表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基中的任一个。另外, R²表示具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 6-12 个碳原子的芳基中的任一个。此外, Ar 表示可以具有取代基的具有 6-13 个碳原子的亚芳基。

[0169]



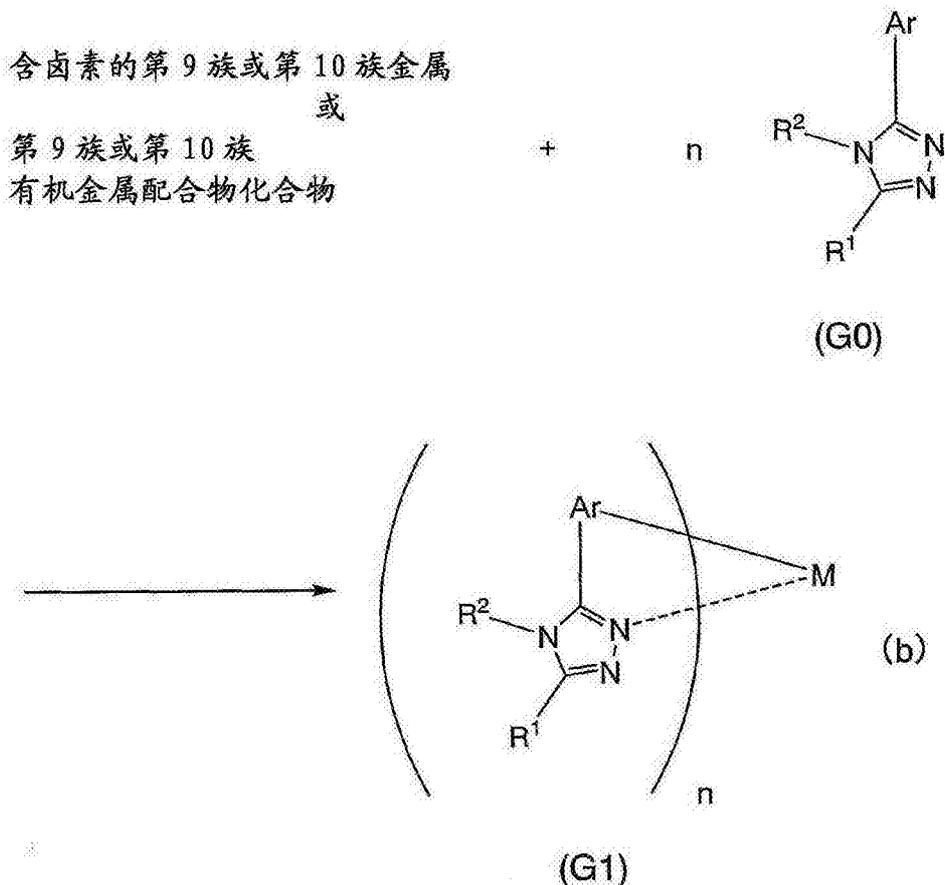
[0170] 以上述方式, 可以通过简单的合成流程合成 3-芳基-4H-1, 2, 4-三唑衍生物。

[0171] <步骤 2: 具有 3-芳基-4H-1, 2, 4-三唑衍生物作为配体的邻位金属化配合物的合成方法>

[0172] 如下面合成示意图 (b) 所示, 可以如下制备具有由通式 (G1) 表示的结构的有机金属配合物: 将可以根据步骤 1 制备的 3-芳基-4H-1, 2, 4-三唑衍生物和含卤素的第 9 族或第 10 族金属化合物 (例如, 氯化铯水合物、氯化铷、氯化铯水合物、六氯铯酸铵或四氯铂

酸钾)或第9族或第10族有机金属配合物化合物(例如,乙酰丙酮配合物或二乙基硫醚配合物)混合,然后加热该混合物。这种加热过程可以在将可以根据步骤1制备的3-芳基-4H-1,2,4-三唑衍生物和含卤素的第9族或第10族金属化合物或第9族或第10族有机金属配合物化合物溶解在醇基溶剂(例如,甘油、乙二醇、2-甲氧基乙醇或2-乙氧基乙醇)中之后进行。应指出,在合成示意图(b)中,M表示第9族或第10族元素。当M是第9族元素时, $n = 3$,当M是第10族元素时, $n = 2$ 。

[0173]



[0174] 因为各种上述化合物(A1)、(A2)、(A1')和(A2')可商购或可以合成,所以可以合成由通式(G0)表示的许多种3-芳基-4H-1,2,4-三唑衍生物。因此,作为本发明一个实施方式的有机金属配合物具有宽的配体变化的特征。通过在发光元件的制造中使用此类具有宽的配体变化的有机金属配合物,可以容易进行发光元件所要求的元件特征的微调。

[0175] (实施方式2)

[0176] 参照图1A描述使用实施方式1中描述的有机金属配合物的发光元件的一个实施方式。

[0177] 发光元件包括一对电极(第一电极102和第二电极104)和插在该对电极之间的EL层103。在这个实施方式中描述的发光元件提供在基材101上。

[0178] 基材101用作发光元件的支撑体。作为基材101,可以使用玻璃基材、塑料基材等。作为基材101,还可以使用具有挠性的基材(挠性基材)或具有曲面的基材。还可以使用除上述基材以外的基材作为基材101,只要它作为发光元件的支撑体发挥作用。

[0179] 第一电极102和第二电极104之一充当阳极和另一个充当阴极。在这个实施方式

中,第一电极 102 用作阳极,第二电极 104 用作阴极;然而,本发明不限于这种结构。

[0180] 优选使用具有高功函数(具体来说,大于或等于 4.0eV)的金属、合金或导电性化合物、它们的混合物等作为用于阳极的材料。具体来说,可以给出氧化铟-氧化锡(ITO:氧化铟锡)、含硅或氧化硅的氧化铟-氧化锡、氧化铟-氧化锌(IZO:氧化铟锌)、含氧化钨和氧化锌的氧化铟(IWZO)等。此外,可以给出金(Au)、铂(Pt)、镍(Ni)、钨(W)、铬(Cr)、钼(Mo)、铁(Fe)、钴(Co)、铜(Cu)、钯(Pd)、金属材料的氮化物(例如氮化钛)等。

[0181] 优选使用具有低功函数(具体来说,小于或等于 3.8eV)的金属、合金或导电性化合物、它们的混合物等作为用于阴极的材料。具体来说,可以给出属于元素周期表第 1 族或第 2 族的元素,即碱金属例如锂(Li)和铯(Cs),和碱土金属例如镁(Mg)、钙(Ca)和锶(Sr)。还可以使用含碱金属或碱土金属的合金(例如, MgAg 或 AlLi)。此外,还可以使用稀土金属例如铕(Eu)或镱(Yb),或含稀土金属的合金。在其中提供与第二电极 104 接触的电子注入层作为 EL 层 103 的一部分的情况下,可以使用各种导电性材料例如 Al、Ag 或 ITO 形成第二电极 104,不管它们的功函数如何。可以通过溅射法、喷墨法、旋涂法等沉积这些导电性材料。

[0182] 虽然 EL 层 103 可以形成具有单层结构,但是它通常形成具有堆叠层结构。对 EL 层 103 的堆叠层结构不存在特别限制。视情况而定,可以将含具有高电子传输性能的物质的层(电子传输层)或含具有高空穴传输性能的物质的层(空穴传输层)、含具有高电子注入性能的物质的层(电子注入层)、含具有高空穴注入性能的物质的层(空穴注入层)、含双极性物质(具有高电子传输和空穴传输性能的物质)的层、含发光材料的层(发光层)等组合。例如,可以视情况而定将空穴注入层、空穴传输层、发光层、电子传输层、电子注入层等组合。图 1A 示出了其中依次堆叠空穴注入层 111、空穴传输层 112、发光层 113 和电子传输层 114 的结构作为在第一电极 102 上形成的 EL 层 103。

[0183] 当电流由于第一电极 102 和第二电极 104 之间产生的电势差而流动,并且空穴和电子在含具有高发光性能的物质的发光层 113 中复合时,发光元件发光。即,在发光层 113 中形成了发光区域。

[0184] 发射光经过第一电极 102 和第二电极 104 中的一个或两个被提取出。因此,第一电极 102 和第二电极 104 中之一或两者是透光电极。当仅第一电极 102 是透光电极时,经过第一电极 102 从基材侧提取光发射。同时,当仅第二电极 104 是透光电极时,经过第二电极 104 从与基材侧相对的侧提取光发射。当第一电极 102 和第二电极 104 都是透光电极时,经过第一电极 102 和第二电极 104 从基材侧和与基材侧的相对的侧两侧提取光发射。

[0185] 例如,作为本发明一个实施方式的由通式(G1)表示的有机金属配合物可以用于发光层 113。在这种情况下,可以用含由通式(G1)表示的有机金属配合物的薄膜形成发光层 113,或可以用其中主体材料掺杂有由通式(G1)表示的有机金属配合物的薄膜形成发光层 113。当用其中主体材料掺杂有有机金属配合物的薄膜形成发光层 113 时,通式(G1)中 R¹中的烷基优选是支链烷基。所述支链烷基由于空间阻碍抑制载流子进入有机金属配合物,并因此具有降低有机金属配合物的载流子俘获性能并由此降低元件驱动电压的效果。因此, R¹中的烷基更优选是异丙基、异丁基、叔丁基或新戊基。

[0186] 为了抑制能量从发光层 113 中产生的激子转移,优选使用能隙大于包含在发光层中的发光材料的能隙或包含在发光层中的发射中心物质的能隙的物质形成与发光层 113

接触的空穴传输层 112 或电子传输层 114, 尤其是与更接近于发光层 113 中的发光区域的侧接触的载流子 (电子或空穴) 传输层。

[0187] 空穴注入层 111 含有具有高空穴注入性能的物质, 并具有帮助空穴从第一电极 102 注射到空穴传输层 112 的功能。通过提供空穴注入层 111, 减轻第一电极 102 和空穴传输层 112 的电离电势之间的差异, 以致容易地注射空穴。优选使用电离电势比包含在空穴传输层 112 中的物质小且电离电势比包含在第一电极 102 中的物质大的物质, 或其中当作为具有 1-2nm 厚度的薄膜提供在空穴传输层 112 和第一电极 102 之间时其能带弯曲的物质形成空穴注入层 111。即, 优选选择空穴注入层 111 的材料以致所述空穴注入层 111 的电离电势比空穴传输层 112 的电离电势较小。具有高空穴注入性能的具体实例包括酞菁 (缩写: H_2Pc)、酞菁基化合物例如铜酞菁 (缩写: $CuPc$)、高分子化合物例如聚 (亚乙二氧基噻吩)/聚 (苯乙烯磺酸盐) 水溶液 (PEDOT/PSS) 等。

[0188] 空穴传输层 112 含有具有高空穴传输性能的物质。应指出, 具有高空穴传输性能的物质是指较电子迁移率具有更高的空穴迁移率并具有大于 100 的空穴迁移率与电子迁移率比值 (空穴迁移率 / 电子迁移率) 的材料。具有大于或等于 $1 \times 10^6 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 的空穴迁移率的物质优选用作具有高空穴传输性能的物质。具有高空穴传输性能的具体实例包括 4, 4'-双 [N-(1-萘基)-N-苯基氨基] 联苯 (缩写: NPB)、4, 4'-双 [N-(3-甲基苯基)-N-苯基氨基] 联苯 (缩写: TPD)、4, 4', 4''-三 (N, N-二苯基氨基) 三苯胺 (缩写: TDATA)、4, 4', 4''-三 [N-(3-甲基苯基)-N-苯基氨基] 三苯胺 (缩写: MTDATA)、4, 4'-双 {N-[4-(N, N-二-间甲苯基氨基) 苯基]-N-苯基氨基} 联苯 (缩写: DNTPD)、1, 3, 5-三 [N, N-二 (间甲苯基) 氨基] 苯 (缩写: m-MTDAB)、4, 4', 4''-三 (N-咔唑基) 三苯胺 (缩写: TCTA)、酞菁 (缩写: H_2Pc)、铜酞菁 (缩写: $CuPc$)、氧钒基酞菁 (缩写: $VOPc$) 等。应指出, 空穴传输层 112 可以具有单层结构或堆叠层结构。

[0189] 电子传输层 114 含有具有高电子传输性能的物质。应指出, 具有高电子传输性能的物质是指较空穴迁移率具有更高的电子迁移率并具有大于 100 的电子迁移率与空穴迁移率比值 (电子迁移率 / 空穴迁移率) 的材料。具有大于或等于 $1 \times 10^6 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 的电子迁移率的物质优选用作具有高电子传输性能的物质。具有高电子传输性能的具体实例包括具有喹啉骨架的金属配合物、具有苯并喹啉骨架的金属配合物、具有噻唑基配体的金属配合物和具有噻唑基配体的金属配合物。具有喹啉骨架的金属配合物的具体实例包括三 (8-羟基喹啉合) 铝 (缩写: Alq)、三 (4-甲基-8-羟基喹啉合) 铝 (缩写: $Almq_3$) 和双 (2-甲基-8-羟基喹啉合) (4-苯基苯酚合) 铝 (缩写: $BAlq$)。具有苯并喹啉骨架的金属配合物的具体实例是双 (10-羟基苯并 [h] 喹啉合) 铍 (缩写: $BeBq_2$)。具有噻唑基配体的金属配合物的具体实例是双 [2-(2-羟苯基) 苯并噻唑合] 锌 (缩写: $Zn(BOX)_2$)。具有噻唑基配体的金属配合物的具体实例是双 [2-(2-羟苯基) 苯并噻唑合] 锌 (缩写: $Zn(BTZ)_2$)。除了所述金属配合物之外, 还可以使用 2-(4-联苯基)-5-(4-叔丁基苯基)-1, 3, 4-噻二唑 (缩写: PBD)、1, 3-双 [5-(对叔丁基苯基)-1, 3, 4-噻二唑-2-基] 苯 (缩写: OXD-7)、3-(4-联苯基)-4-苯基-5-(4-叔丁基苯基)-1, 2, 4-三唑 (缩写: TAZ 01)、4, 7-二苯基--1, 10-菲咯啉 (缩写: BPhen)、浴铜灵 (BCP) 等。上面特别列出的物质主要是具有大于或等于 $10^6 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 的电子迁移率的物质。应指出, 除上述物质以外的任何物质可以用于电

子传输层 114, 只要电子传输性能高于空穴传输性能。此外, 电子传输层 114 可以具有单层结构或堆叠层结构。

[0190] 此外, 可以在发光层 113 和电子传输层 114 之间提供控制电子载流子传输的层。应指出, 控制电子载流子传输的层是通过向上述具有高电子传输性能的材料中添加少量的具有高电子俘获性能的物质而获得的层。通过提供控制电子载流子传输的层, 可以抑制电子载流子的转移, 和调节载流子平衡。此种结构在抑制当电子穿过发光层时引起的问题 (例如元件的短寿命) 方面是非常有效的。

[0191] 另外, 电子注入层可以提供在电子传输层 114 和第二电极 104 之间与第二电极 104 接触。作为电子注入层, 可以使用含具有电子传输性能的物质和碱金属、碱土金属或其化合物例如氟化锂 (LiF)、氟化铯 (CsF) 或氟化钙 (CaF₂) 的层。具体来说, 可以使用含 Alq 和镁 (Mg) 的层。通过提供电子注入层, 电子可以有效地从第二电极 104 注入。

[0192] 各种方法可以用于形成 EL 层 103, 无论干法或湿法。例如, 可以使用真空蒸发法、喷墨法、旋涂法等。当 EL 层 103 具有堆叠层结构时, 那些层的沉积法可以不同或相同。

[0193] 可以通过使用溶胶-凝胶法的湿法, 或使用金属材料糊剂的湿法形成第一电极 102 和第二电极 104。此外, 可以通过干法例如溅射或真空蒸发形成电极。

[0194] (实施方式 3)

[0195] 在这个实施方式中, 参照图 1B 描述其中许多发光单元被堆叠的发光元件的实施方式 (下文中这种发光元件称为“串连发光元件”)。这种串连发光元件是在第一电极和第二电极之间具有多个发光单元的发光元件。可以使用类似于实施方式 2 中描述的 EL 层 103 的结构形成发光单元。即, 实施方式 2 中描述的发光元件具有单一发光单元, 在这个实施方式中描述的发光元件具有多个发光单元。

[0196] 在图 1B 中, 第一发光单元 511 和第二发光单元 512 堆叠在第一电极 501 和第二电极 502 之间。类似于实施方式 2 中描述的那些的电极可以用作第一电极 501 和第二电极 502。或者, 第一发光单元 511 和第二发光单元 512 的结构可以彼此相同或不同, 并且所述结构中的每一个可以类似于实施方式 2 中描述的结构。

[0197] 电荷产生层 513 提供在第一发光单元 511 和第二发光单元 512 之间。电荷产生层 513 含有有机化合物和金属氧化物的复合材料并且当在第一电极 501 和第二电极 502 之间施加电压时具有将电子注射至发光单元的一侧, 并将空穴注射到发光单元另一侧的功能。所述有机化合物和金属氧化物的复合材料因为它具有优异的载流子注射性能及载流子传输性能所以可以实现低电压驱动及低电流驱动。

[0198] 优选使用具有空穴传输性能和具有大于或等于 $10^6 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ 的空穴迁移率的有机化合物作为所述有机化合物。有机化合物的具体实例包括芳族胺化合物、咪唑化合物、芳族烃和聚合物 (低聚物、枝状体、聚合物等)。可以使用属于元素周期表第 4 至第 8 族的金属的氧化物作为金属氧化物; 具体来说, 优选使用氧化钒、氧化铌、氧化钽、氧化铬、氧化钼、氧化钨、氧化锰和氧化镱中的任一种, 因为它们的电子接受性能高。特别地, 氧化钼是特别优选的, 因为它在空气中稳定, 它的吸湿性低, 并且它可以容易处理。

[0199] 电荷产生层 513 可以具有单层结构或堆叠层结构。例如, 可以具有含有机化合物和金属氧化物的复合材料的层和含选自供电子物质和具有高电子传输性能的化合物中的一种化合物的层的堆叠层结构; 或含有机化合物和金属氧化物的复合材料的层的堆叠层结

构,和透明的导电性膜。

[0200] 在这个实施方式中,描述了具有两个发光单元的发光元件;然而,本发明不限于这种结构。即,串连发光元件可以是具有三个或更多发光单元的发光元件。应指出,具有三个或更多发光单元的发光元件包括在发光单元之间的电荷产生层。例如,可以形成具有第一单元和第二单元的发光元件,该第一单元是使用本发明一个实施方式的有机金属配合物形成的,该第二单元是使用比所述有机金属配合物发射更长波长的光(例如,红光)的发光材料形成的。另外,还可以形成具有第一单元、第二单元和第三单元的发光元件,该第一单元是使用本发明一个实施方式的有机金属配合物形成的,该第二单元是使用比所述有机金属配合物发射更长波长的光(例如,红光)的第一发光材料形成的,该第三单元是使用比所述有机金属配合物发射更长波长的光且比所述第一发光材料发射更短波长的光(例如,绿光)的第二发光材料形成的。通过使用这些发光元件,可以获得发白光器件。特别地,本发明一个实施方式的有机金属配合物的发射光谱具有宽峰的特征。因此,通过在串连发光元件中的至少一个发光单元中使用本发明一个实施方式的有机金属配合物,可以容易地提供具有优异的白色再现性(颜色重现性能)的发光器件。

[0201] 通过在一对电极之间安排由电荷产生层分隔的多个发光单元,这一实施方式的串连发光元件可以是在高亮度区域中具有长寿命同时保持电流密度低的元件。

[0202] (实施方式4)

[0203] 在这个实施方式中,描述无源矩阵发光器件和有源矩阵发光器件,它们是借助于上述实施方式中描述的发光元件制造的发光器件的实例。

[0204] 图2A-2D和图3示出了无源矩阵发光器件的实例。

[0205] 在无源矩阵(也称作简单矩阵)发光器件中,以条纹排列(以条纹形式)的多个阳极被提供垂直于以条纹排列的多个阴极。发光层插在每个交叉点处。因此,在所选的阳极(向其施加电压)和所选的阴极的交叉点处的像素发射光。

[0206] 图2A-2C是在密封之前像素部分的俯视图。图2D是沿着图2A-2C中的点划线A-A'取得的剖视图。

[0207] 在基材601上形成绝缘层602作为基础绝缘层。应指出,当不必要时,可以省略绝缘层602。在绝缘层602上按规则间隔以条纹排列多个第一电极603(图2A)。应指出,在这个实施方式中第一电极603中的每一个与实施方式3中的第一电极102对应。

[0208] 另外,在第一电极603上提供对应于像素的具有开口605的隔离物604。所述隔离物604是使用绝缘材料形成的。例如,可以使用聚酰亚胺、丙烯酸类、聚酰胺、聚酰亚胺酰胺、抗蚀剂、光敏性或非光敏性有机材料例如苯并环丁烯或SOG膜例如含烷基的SiO_x膜作为绝缘材料。应指出,对应于像素的开口605充当发光区域(图2B)。

[0209] 在具有开口的隔离物604上,提供多个隔离物606以与第一电极603交叉(图2C)。所述多个隔离物606彼此平行地形成,并且是反锥形的。

[0210] 在第一电极603和隔离物604中的每一个上依次堆叠EL层607和第二电极608(图2D)。应指出,在这个实施方式中的EL层607对应于实施方式3中的EL层103,在这个实施方式中的第二电极608对应于实施方式3中的第二电极104。隔离物604和隔离物606的总高度大于EL层607和第二电极608的总厚度;因此,EL层607和第二电极608被划分为多个区域,如图2D所示。应指出,所述多个被划分的区域是彼此电隔离的。

[0211] 第二电极 608 以条纹形成并沿它们与第一电极 603 交叉的方向延伸。应指出,形成 EL 层 607 的层的一部分和形成第二电极 608 的导电层的一部分在反锥形隔离物 606 上形成;然而,它们与 EL 层 607 和第二电极 608 隔离。

[0212] 另外,必要时,密封材料例如密封罐或玻璃基材可以通过用于密封的粘合剂与基材 601 连接以致发光元件可以布置在密封空间中。因此,可以防止发光元件的退化。可以用填料或干燥惰性气体填充密封空间。此外,干燥剂等优选放在基材和密封材料之间以防止发光元件由于湿气等而退化。干燥剂除去细微量的湿气,因此达到足够的干燥。作为干燥剂,可以使用碱土金属的氧化物例如氧化钙或氧化钡、沸石或硅胶。碱土金属的氧化物通过化学吸附吸收湿气,沸石和硅胶通过物理吸附吸收湿气。

[0213] 图 3 是图 2A-2D 中所示的配备有挠性印刷电路 (FPC) 等的无源矩阵发光器件的俯视图。

[0214] 如图 3 所示,在形成图像显示的像素部分中,扫描线和数据线被安排得彼此交叉以致扫描线和数据线彼此垂直。

[0215] 图 2A-2D 中的第一电极 603 对应于图 3 中的扫描线 703;图 2A-2D 中的第二电极 608 对应于图 3 中的数据线 708;并且反锥形隔离物 606 对应于隔离物 706。图 2D 中的所示的 EL 层 607 插在数据线 708 和扫描线 703 之间,并且由区域 705 指示的交叉点对应于一个像素。

[0216] 扫描线 703 在它们的端部与连接电路 709 电连接,并且该连接电路 709 经由输入端子 710 与 FPC 711b 连接。另外,数据线 708 经由输入端子 712 与 FPC 711a 连接。

[0217] 根据需要可以提供光学膜例如偏振片、圆形偏振片(包括椭圆偏振片)、延迟片(四分之一波片或半波片)或滤色片。此外,除了偏振片或圆形偏振片之外还可以提供抗反射膜。通过提供抗反射膜,可以进行防眩处理,由此反射光可以被表面的粗糙部分散射以致降低反射。

[0218] 虽然图 3 示出了其中驱动器电路没有提供在基材上的实例,但是可以将包括驱动器电路的 IC 芯片安装在基材上。

[0219] 当安装 IC 芯片时,将数据线侧 IC 和扫描线侧 IC(在它们中的每一个中形成了将信号传输给像素部分的驱动器电路)安装在像素部分的边缘(外侧)上。作为安装 IC 芯片的方法,可以使用 COG 法、TCP、电路接合法等。TCP 是安装有 IC 的 TAB 带,并且 TAB 带与元件形成基材上的电路连接以安装 IC。数据线侧 IC 和扫描线侧 IC 可以形成在硅基材、绝缘体(SOI)基材上的硅、玻璃基材、石英基材或塑料基材上。

[0220] 接下来,参照图 4A 和 4B 描述有源矩阵发光器件的实例。图 4A 是显示发光器件的俯视图,图 4B 是沿着图 4A 中的虚线 A-A' 取得的剖视图。这一实施方式的有源矩阵发光器件包括提供在元件基材 801 上的像素部分 802、驱动器电路部分(源侧驱动器电路)803 和驱动器电路部分(栅侧驱动器电路)804。像素部分 802、驱动器电路部分 803 和驱动器电路部分 804 通过密封材料 805 密封在元件基材 801 和密封基材 806 之间。

[0221] 在元件基材 801 上提供用于连接外部输入端子的导线 807,经由该外部输入端子将信号(例如,视频信号、时钟信号、起动信号、复位信号等)或电势从外部传输到驱动器电路部分 803 和驱动器电路部分 804。在此,描述其中提供 FPC 808 作为外部输入端子的实例。应指出,虽然在此仅显示了 FPC,但是印刷电路板(PWB)可以与其连接。在本说明书中,

发光器件在它的类别中包括发光器件本身和其上安装了 FPC 或 PWB 的发光器件。

[0222] 接下来,将参照图 4B 描述有源矩阵发光器件的横截面结构。虽然驱动器电路部分 803、驱动器电路部分 804 和像素部分 802 在元件基材 801 上形成,但是像素部分 802 和作为源侧驱动器电路的驱动器电路部分 803 显示在图 4B 中。

[0223] 在驱动器电路部分 803 中,显示了包括 CMOS 电路的实例,该 CMOS 电路是 n 型沟道 TFT 809 和 p 型沟道 TFT 810 的组合。应指出,可以使用各种类型的电路例如 CMOS 电路、PMOS 电路或 NMOS 电路形成包括在驱动器电路部分中的电路。在这个实施方式中,示出了其中驱动器电路和像素部分形成在同一基材上的驱动器集成类型;然而,本发明不限于这种结构,并且驱动器电路可以在不同于像素部分形成于其上的基材上形成。

[0224] 像素部分 802 具有多个像素,各包括开关 TFT 811、电流控制 TFT 812 和与所述电流控制 TFT 812 的电路(源电极或漏电极)电连接的阳极 813。形成绝缘体 814 以致覆盖阳极 813 的端部。在这个实施方式中,使用正性光敏性丙烯酸系树脂形成绝缘体 814。应指出,对 TFT 例如开关 TFT 811 和电流控制 TFT 812 的结构不存在特别限制。例如,可以使用交错 TFT 或反向-交错 TFT。还可以使用顶栅 TFT 或底栅 TFT。对用于 TFT 的半导体的材料也不存在特别限制,并且可以使用硅或氧化物半导体例如包括铟,镓和锌的氧化物。另外,对用于 TFT 的半导体的结晶度也不存在特别限制,并且可以使用无定形半导体或结晶半导体。

[0225] 发光元件 817 包括阳极 813、EL 层 815 和阴极 816。因为用于发光元件的结构和材料描述在实施方式 2 中,所以在这个实施方式中省略详细描述。应指出,图 4A 和 4B 中的阳极 813、EL 层 815 和阴极 816 分别对应于实施方式 2 中的第一电极 102、EL 层 103 和第二电极 104。虽然没有显示,但是阴极 816 与作为外部输入端子的 FPC 808 电连接。

[0226] 绝缘体 814 提供在阳极 813 的端部。另外,为了让在绝缘体 814 上形成的阴极 816 至少有利地覆盖绝缘体 814,绝缘体 814 优选形成以致具有曲面,该曲面在上端部分或下端部分具有曲度。例如,优选绝缘体 814 的上端部分或下端部分具有曲面,该曲面具有曲率半径(0.2 μm -3 μm)。可以使用有机化合物例如通过光而变得不溶于蚀刻剂的负性光敏性树脂或通过光而变得可溶于蚀刻剂的正性光敏性树脂形成绝缘体 814,或可以使用无机化合物例如氧化硅或氮氧化硅。

[0227] 虽然图 4B 的剖视图仅示出了一个发光元件 817,但是将许多发光元件安排在像素部分 802 中的矩阵中。例如,在像素部分 802 中形成发射三种颜色(R、G 和 B)的光的发光元件,以致可以获得能够全色显示的发光器件。或者,可以通过与滤色器的组合制造能够全色显示的发光器件。

[0228] 在被元件基材 801、密封基材 806 和密封材料 805 包围的空间 818 中形成发光元件 817。可以用稀有气体、氮气或密封材料 805 填充空间 818。

[0229] 优选使用透过尽可能少的湿气和氧气的材料,例如环氧树脂作为密封材料 805。作为密封基材 806,可以使用玻璃基材、石英基材、由 FRP(玻纤增强塑料)形成的塑料基材、PVF(聚氟乙烯)、聚酯、丙烯酸类等。

[0230] 以上述方式可以获得有源矩阵发光器件。

[0231] (实施方式 5)

[0232] 在这个实施方式中,参照图 5A-5E 和图 6 描述电子器件和照明器件的具体实例,它

们中每一个是使用上述实施方式中任一个描述的发光器件制造的。

[0233] 可以应用于本发明的电子器件的实例包括电视机（也称为电视或电视接收机）、计算机的监视器、数字照相机、数字视频摄像机、数字照片框、移动式电话、便携式游戏机、便携式信息终端机、音频再现器、游戏机（例如，pachinko 机或投币式机）、游戏机外壳等。这些电子器件和照明器件的一些具体实例示于图 5A-5E 和图 6 中。

[0234] 图 5A 示出了电视机 9100。在电视机 9100 中，显示部分 9103 结合到外壳 9101 中。使用本发明一个实施方式制造的发光器件可以用于显示部分 9103，以致图像可以显示在显示部分 9103 上。应指出，外壳 9101 在此被站 9105 支撑。

[0235] 可以用外壳 9101 的操作开关或独立的远距离控制器 9110 操作电视机 9100。可以用远距离控制器 9110 的操作键 9109 控制频道和音量以致可以控制显示部分 9103 上显示的图像。另外，远距离控制器 9110 可以配备有从远距离控制器 9110 显示数据输出的显示部分 9107。

[0236] 图 5A 所示的电视机 9100 配备有接收器、调制解调器等。采用接收器，电视机 9100 可以接收通用电视广播。此外，当电视机 9100 通过有线或无线连接经由调制解调器与通信网络连接时，可以进行单向（从发送器到接收器）或双向（发送器和接收器之间或接收器之间）数据通信。

[0237] 因为使用一个实施方式制造的发光器件具有有利的色度，所以在电视机中包括所述发光器件的显示部分 9103 可以显示与常规图像相比具有改进的图像质量的图像。

[0238] 图 5B 示出了计算机，其包括主体 9201、外壳 9202、显示部分 9203、键盘 9204、外端口 9205、定点设备 9206 等。该计算机是将使用本发明一个实施方式制造的发光器件用于显示部分 9203 而制造的。

[0239] 因为使用一个实施方式制造的发光器件具有有利的色度，所以在计算机中包括所述发光器件的显示部分 9203 可以显示与常规图像相比具有改进的图像质量的图像。

[0240] 图 5C 示出了便携式游戏机，其包括与连接管 9303 接合的两个外壳，外壳 9301 和外壳 9302 以致打开和关闭。显示部分 9304 结合到外壳 9301 中，并且显示部分 9305 结合到外壳 9302 中。另外，图 5C 所示的便携式游戏机包括输入装置例如操作键 9309、连接端子 9310、传感器 9311（具有测量力、位移、位置、速度、加速度、角速度、转动频率、距离、光、液体、磁性、温度、化学物质、音响、时间、硬度、电场、电流、电压、电力、辐射、流速、湿度、梯度、振荡、气味或红外线功能的传感器）或麦克风 9312。所述便携式游戏机可以进一步配备有扬声器部分 9306、记录介质插入部分 9307、LED 灯 9308 等。不用说，便携式游戏机的结构不限于上述，并且只要使用上述实施方式中任一个制造的发光器件用于显示部分 9304 和显示部分 9305 中之一或两者就是可接受的。

[0241] 图 5C 所示的便携式游戏机具有读取记录介质中储存的程序或数据以将它显示在显示部分上的功能和通过无线通信与另一个便携式游戏机共享信息的功能。应指出，图 5C 所示了便携式游戏机的功能不限于上述，并且便携式游戏机可以具有各种功能。

[0242] 因为使用一个实施方式制造的发光器件具有有利的色度，所以在便携式游戏机中包括所述发光器件的显示部分（9304 和 9305）可以显示与常规图像相比具有改进的图像质量的图像。

[0243] 图 5E 示出了移动式电话的实例。移动式电话 9500 配备有结合到外壳 9501 中的

显示部分 9502、操作按钮 9503、外接端口 9504、扬声器 9505、麦克风 9506 等。应指出,移动式电话 9500 是将使用本发明一个实施方式制造的发光器件用于显示部分 9502 而制造的。

[0244] 用户可以用它们的手指等接触图 5E 所示的移动式电话 9500 的显示部分 9502 而输入数据、打电话或文字通讯联系。

[0245] 显示部分 9502 主要存在三个屏幕模式。第一模式是主要用于显示图象的显示模式。第二模式是主要用于输入数据例如文本的输入模式。第三模式是其中显示模式和输入模式的双向模式组合的显示和输入模式。

[0246] 例如,在大电话或文字通讯联系的情况下,对于显示部分 9502 选择主要用于输入文字的文本输入模式以致可以输入屏幕上显示的字符。在这种情况下,优选在显示部分 9502 的几乎整个屏幕上显示键盘或数字按钮。

[0247] 通过在移动式电话 9500 内部提供包括检测倾斜的传感器,例如陀螺仪或加速度传感器的检测装置,确定移动式电话 9500 的方向(不论移动式电话 9500 是否水平或垂直放置用于风景模式或肖像模式)以致显示部分 9502 屏幕上的显示可以自动地切换。

[0248] 另外,通过接触显示部分 9502 或操作外壳 9501 的操作按钮 9503 切换屏幕模式。或者,可以根据显示部分 9502 上显示的图像种类切换屏幕模式。例如,当显示在显示部分上的图像信号是活动图像数据信号时,屏幕模式切换到显示模式。当信号是文本数据信号时,屏幕模式切换到输入模式。

[0249] 另外,在输入模式中,当某个时期没有进行通过接触显示部分 9502 的输入时,同时通过显示部分 9502 中的光学传感器检测到信号,则屏幕模式可以被控制以致从输入模式转换到显示模式。

[0250] 显示部分 9502 还可以作为图像传感器发挥作用。例如,通过用手掌或手指接触显示部分 9502 取得掌纹、指印等的图像,由此可以进行个人验证。此外,通过提供在显示部分中发射近红外光的背灯或传感光源,可以取得手指纹理、手掌纹理等的图像。

[0251] 因为使用一个实施方式制造的发光器件具有有利的色度,所以在移动式电话中包括所述发光器件的显示部分 9502 可以显示与常规图像相比具有改进的图像质量的图像。

[0252] 图 5D 示出了桌面照明器件,其包括照明部分 9401、遮光物 9402、可调臂 9403、支撑体 9404、基座 9405 和电源开关 9406。该桌面照明器件是将使用本发明一个实施方式制造的发光器件用于照明部分 9401 而制造的。应指出,照明器件的模式不限于桌面照明器件,但是包括天花板固定照明器件、壁悬挂照明器件、便携式照明器件等。

[0253] 图 6 示出了其中将使用本发明一个实施方式制造的发光器件用于室内照明器件 1001 的实例。因为使用本发明一个实施方式制造的发光器件可以具有大面积,所以所述发光器件可以用作具有大面积的照明设备。另外,上述实施方式中任一个描述的发光器件可以制作得薄,并因此可以用作卷起型照明器件 1002。如图 6 所示,图 5D 所示的桌面照明器件 1003 可以用于配备有室内照明器件 1001 的房间。

[0254] 以上述方式可以使用通过本发明一个实施方式制造的发光器件提供电子器件和照明器件。使用本发明一个实施方式制造的发光器件的应用范围如此宽以致它可以应用于各种领域的电子器件。

[0255] [实施例 1]

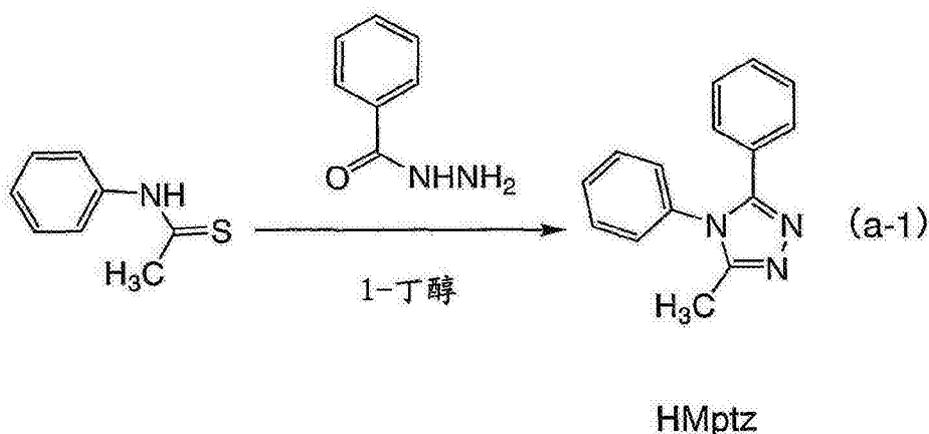
[0256] (合成实施例 1)

[0257] 在实施例 1 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (100) 表示的有机金属配合物三 (5-甲基-3,4-二苯基-4H-1,2,4-三唑合) 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$) 的合成实施例。

[0258] <步骤 1:3-甲基-4,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写:HMptz) 的合成>

[0259] 首先,将 5.04g 硫代乙酰苯胺、5.44g 苯甲酰肼和 50mL1-丁醇装入配备有回流管的圆底烧瓶,并用氩气替换该烧瓶中的空气。让这一反应容器经历微波 (2.45GHz,100W) 辐射 2 小时 45 分钟以便加热。然后,将水添加到这一溶液中并从二氯甲烷萃取有机层。用水洗涤有机层并用硫酸镁干燥。在干燥后,过滤该溶液。蒸馏出这一溶液的溶剂,并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析纯化所得的残余物,以致制备 3-甲基-4,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写:HMptz) (淡黄色粉末,收率:18%)。步骤 1 的合成流程由 (a-1) 所示。

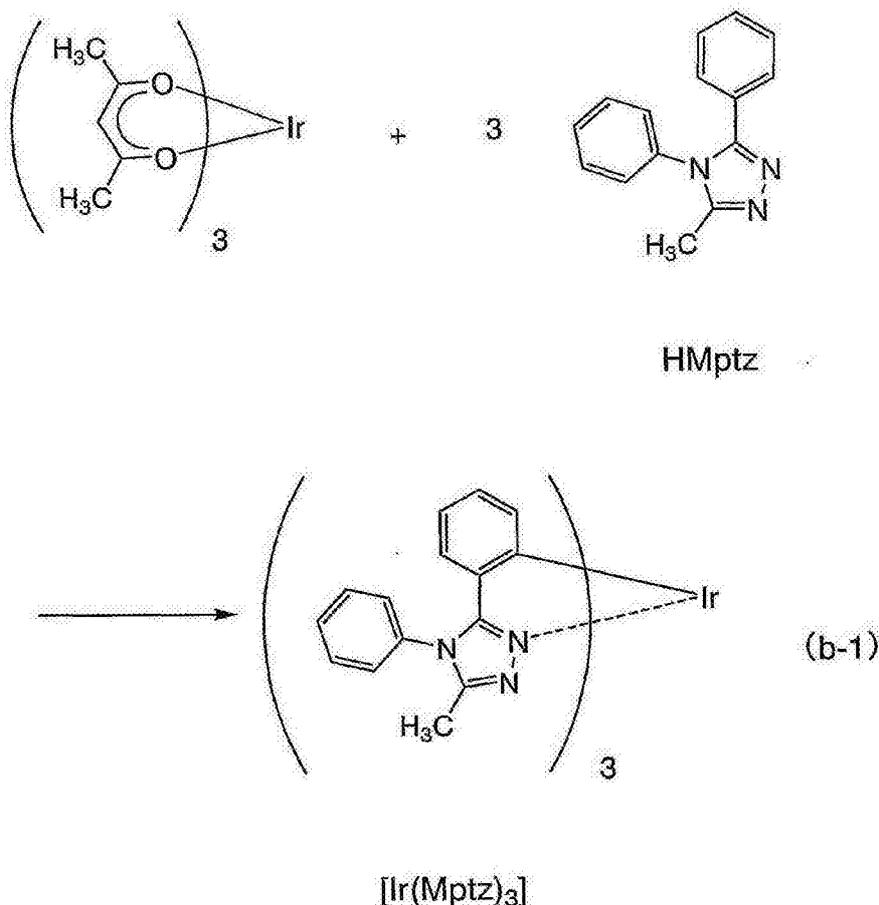
[0260]



[0261] <步骤 2:三 (5-甲基-3,4-二苯基-4H-1,2,4-三唑合) 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$) 的合成>

[0262] 接下来,将 1.40g 上述步骤 1 中制备的配体 HMptz 和 0.58g 三 (乙酰丙酮合) 铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 250℃ 下加热该混合物 17 小时 30 分钟以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。此外,用二氯甲烷和己烷的混合溶剂进行再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ (黄色粉末,收率:22%)。步骤 2 的合成流程由 (b-1) 所示。

[0263]



[0264] 上述步骤2中制备的黄色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图7中。从结果发现在合成实施例1中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式(100)表示的有机金属配合物 [Ir(Mptz)₃]。

[0265] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 2.17 (s, 9H), 6.38 (d, 3H), 6.54 (t, 3H), 6.72 (dt, 3H), 6.87 (dd, 3H), 7.34 (m, 3H), 7.51 (brm, 3H), 7.57 (m, 9H)。

[0266] 接下来, 测量 [Ir(Mptz)₃] 在二氯甲烷溶液中的紫外线-可见光吸收光谱(下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计(由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.106mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计(由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.106mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图8显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图8中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图8中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.106mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0267] 如图8所示, 作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(Mptz)₃] 在 498nm 具有发射峰, 并且从二氯甲烷溶液观察到绿光。

[0268] 用高真空差示型热分析天平(由 Bruker AXS K.K. 制造的 TG-DTA2410SA) 测量作为本发明一个实施方式的所制备的有机金属配合物 [Ir(Mptz)₃] 的升华温度。真空度是 1×10³Pa 并且温度提高速率是 10°C/min, 并且提高含 [Ir(Mptz)₃] 的样品的温度, 由此在

311℃观察到重量减小5%。从结果发现 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 具有有利的升华性能。

[0269] [实施例 2]

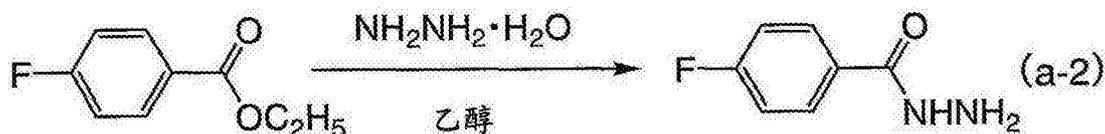
[0270] (合成实施例 2)

[0271] 在实施例 2 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (122) 表示的有机金属配合物三 [3-(4- 氟苯基)-5- 甲基-4- 苯基-4H-1, 2, 4- 三唑合] 铱 (III) (缩写 : $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$) 的合成实施例。

[0272] < 步骤 1 :4- 氟苯甲酰肼的合成 >

[0273] 首先,将 10g 苯甲酸 4- 氟代乙酯和 30mL 乙醇装入 100mL 三颈烧瓶,并搅拌。然后,将 10mL 肼一水合物添加到这种混合溶液中,并在 80℃ 下加热和搅拌 4 小时以便反应。将该反应混合物添加到 100mL 水中,并使固体沉淀。让这种固体经历抽吸过滤并用乙醇和己烷的混合溶剂洗涤,以致制备 4- 氟苯甲酰肼 (白色固体,收率 :83%)。步骤 1 的合成流程由 (a-2) 所示。

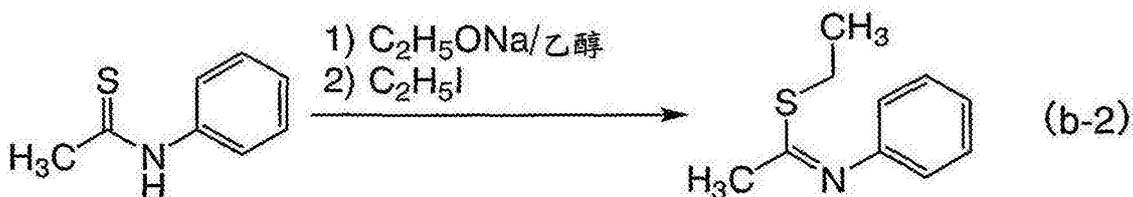
[0274]



[0275] < 步骤 2 :N-[1-(乙基硫烷基) 乙叉基] 苯胺的合成 >

[0276] 接下来,将 4.5g 乙醇钠,9.8g 硫代乙酰苯胺和 50mL 乙醇装入 100mL 三颈烧瓶,并在室温下搅拌 1 小时。然后,将 5.3mL 乙基碘添加到这种混合物中,并在 60℃ 下加热和搅拌 5 小时以便反应。在反应后,在减压下蒸馏出乙醇而获得棕色油质物质。将这种油质物质溶解在二氯甲烷中,并用水然后用碳酸氢钠饱和水溶液洗涤。将无水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。在干燥后让溶液经历重力过滤。浓缩所得的滤液,以致制备 N-[1-(乙基硫烷基) 乙叉基] 苯胺 (棕色固体,收率 :73%)。步骤 2 的合成流程由 (b-2) 所示。

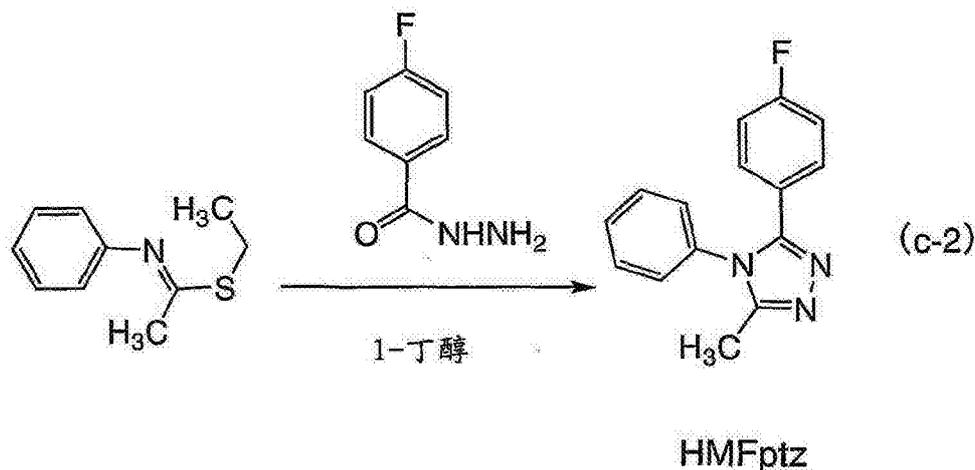
[0277]



[0278] < 步骤 3 :3-(4- 氟苯基)-5- 甲基-4- 苯基-4H-1, 2, 4- 三唑 (缩写 :HMFptz) 的合成 >

[0279] 接下来,将 5.8g 上述步骤 1 中制备的 4- 氟苯甲酰肼、8.5g 上述步骤 2 中制备的 N-[1-(乙基硫烷基) 乙叉基] 苯胺和 40mL 1- 丁醇装入 100mL 三颈烧瓶,并在 120℃ 下加热并回流 11 小时以便反应。浓缩该反应混合物而获得棕色固体。通过硅胶柱层析纯化这种固体。使用乙酸乙酯作为展开溶剂。浓缩所得的级分而获得固体。用乙酸乙酯洗涤获得的固体,以致制备 3-(4- 氟苯基)-5- 甲基-4- 苯基-4H-1, 2, 4- 三唑 (缩写 :HMFptz) (白色固体,收率 :56%)。步骤 3 的合成流程由 (c-2) 所示。

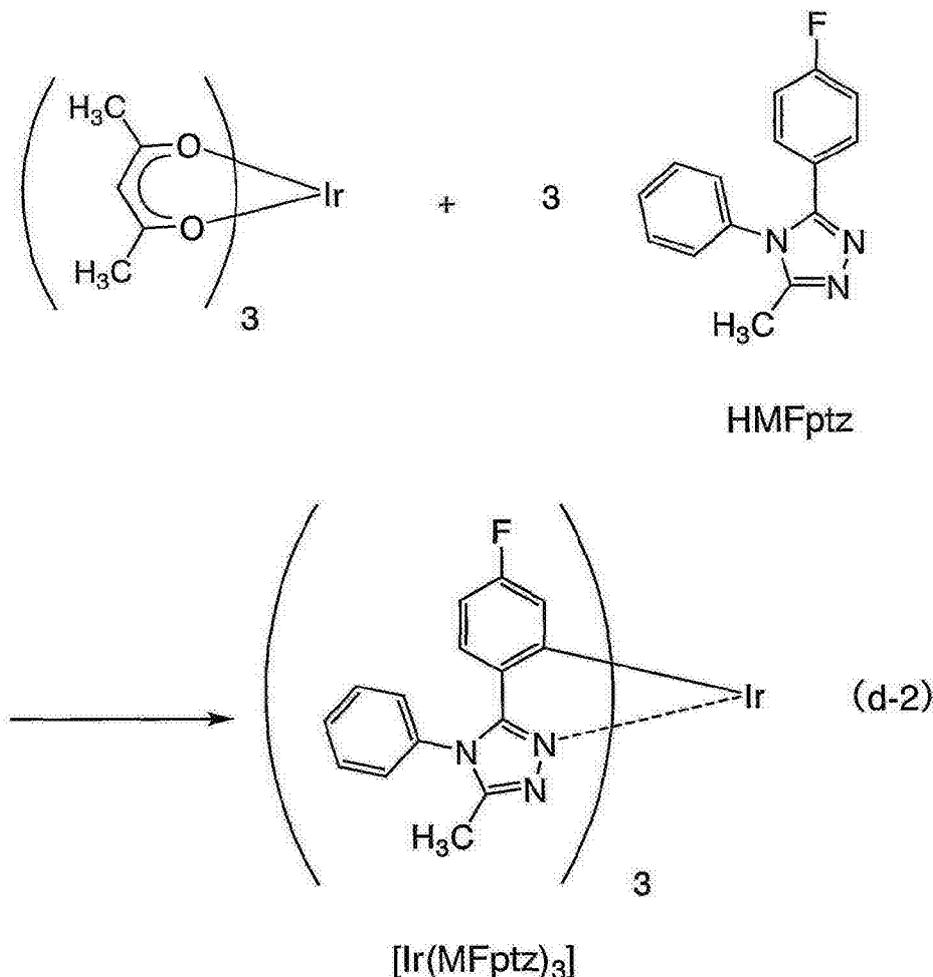
[0280]



[0281] <步骤4:三[3-(4-氟苯基)-5-甲基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合]铱(III)(缩写:[Ir(MFptz)₃])的合成>

[0282] 接下来,将1.92g上述步骤3中制备的配体HMFptz和0.74g三(乙酰丙酮合)铱(III)装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在250℃下加热该混合物30小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。此外,用甲醇溶剂进行再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物[Ir(MFptz)₃](淡黄色粉末,收率:27%)。步骤4的合成流程由(d-2)所示。

[0283]



[0284] 上述步骤4中制备的淡黄色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图9中。从结果发现在合成实施例2中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式(122)表示的有机金属配合物 [Ir(MFptz)₃]。

[0285] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 2.10 (s, 9H), 6.30 (m, 6H), 6.51 (dd, 3H), 7.35 (m, 3H), 7.48 (m, 3H), 7.62 (m, 9H)。

[0286] 接下来,测量 [Ir(MFptz)₃] 在二氯甲烷溶液中的紫外线-可见光吸收光谱(吸收光谱)和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计(由Japan Spectroscopy Corporation制造的V550型)在其中二氯甲烷溶液(0.038mmol/L)装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计(由Hamamatsu Photonics Corporation制造的FS920)在其中将脱气的二氯甲烷溶液(0.23mmol/L)装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图10显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长,纵轴表示吸收强度和发射强度。在图10中,显示了两个实线;细线表示吸收光谱,粗线表示发射光谱。应指出,图10中的吸收光谱是如下获得的结果:从二氯甲烷溶液(0.038mmol/L)在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0287] 如图10所示,作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(MFptz)₃] 在460nm和483nm具有发射峰,并且从二氯甲烷溶液观察到淡蓝光。

[0288] 在实施例2中描述的 [Ir(MFptz)₃] 中,氟基在与实施例1中描述的 [Ir(Mptz)₃] 中的三唑环的第三位键合的苯基的第四位取代氢。实施例1和实施例2中描述的发射光谱

的测量结果表示 $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$ 的两个发射峰的波长比 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 的发射峰的波长短。如上所述,对于与三唑环的第三位键合的苯基具有至少一个吸电子基团(实施例 2 中的氟基)的有机金属配合物与没有吸电子基团的有机金属配合物相比较在短波长侧具有发射峰。

[0289] [实施例 3]

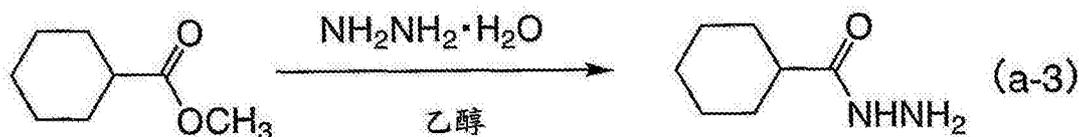
[0290] (合成实施例 3)

[0291] 在实施例 3 中,特别描述了作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (104) 表示的有机金属配合物三 (5- 环己基 -3,4- 二苯基 -4H-1,2,4- 三唑合) 铱 (III) (缩写 : $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$) 的合成实施例。

[0292] < 步骤 1 : 环己酰肼的合成 >

[0293] 首先,将 5.0g 环己烷羧酸甲酯和 50mL 乙醇装入 100mL 三颈烧瓶,并搅拌。然后,将 5mL 肼一水合物添加到这种混合溶液中,并在 80°C 下加热和搅拌 9 小时以便反应。将该反应混合物添加到 100mL 水中,并使白色固体沉淀。将乙酸乙酯添加到这种悬浮液中,由此分离有机层和水层。用饱和盐水洗涤所得的有机层,然后将无水硫酸镁添加到有机层中用于干燥。让所得的混合物经历重力过滤,并浓缩滤液,以致制备环己酰肼(白色固体,收率:58%)。步骤 1 的合成流程由 (a-3) 所示。

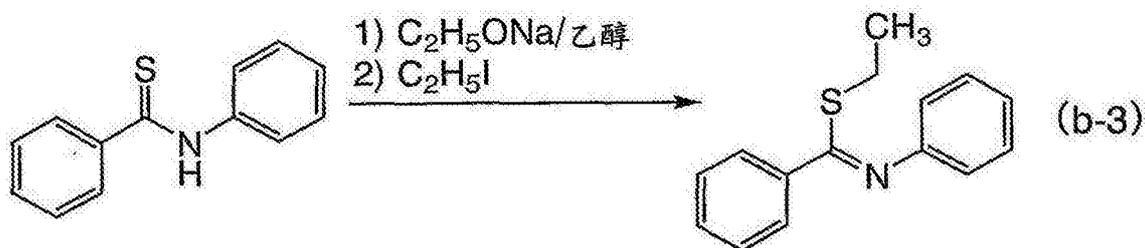
[0294]



[0295] < 步骤 2 : N-[(乙基硫烷基) 苯基甲叉基] 苯胺的合成 >

[0296] 接下来,将 3.2g 乙醇钠,10g N- 苯基硫代苯甲酰胺和 60mL 乙醇装入 300mL 三颈烧瓶,并在室温下搅拌 1 小时。然后,将 3.7mL 乙基碘添加到这种混合物中,并在 60°C 下加热和搅拌 6 小时以便反应。在反应后,在减压下蒸馏出乙醇而获得油质物质。将这种油质物质溶解在二氯甲烷中,并用水然后用碳酸氢钠饱和水溶液洗涤。将无水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。让所得的混合物经历重力过滤,并浓缩滤液,以致制备 N-[(乙基硫烷基) 苯基甲叉基] 苯胺(棕色油质物质,粗收率:110%)。步骤 2 的合成流程由 (b-3) 所示。

[0297]

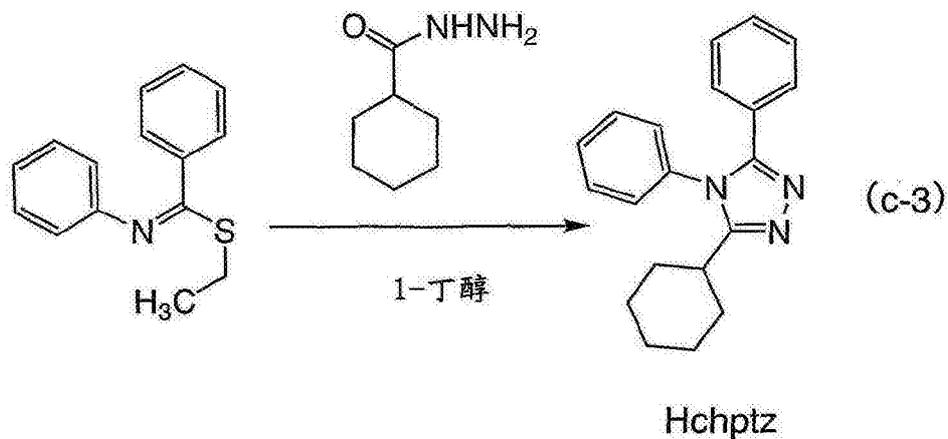


[0298] < 步骤 3 : 3- 环己基 -4,5- 二苯基 -4H-1,2,4- 三唑 (缩写 : Hchptz) 的合成 >

[0299] 接下来,将 1.9g 上述步骤 1 中制备的环己酰肼、3.5g 上述步骤 2 中制备的 N-[(乙基硫烷基) 苯基甲叉基] 苯胺和 40mL 1- 丁醇装入反应容器,并加热并回流 8 小时以便反应。在反应后,在减压下蒸馏出 1- 丁醇而获得固体。用己烷洗涤这一固体。通过硅胶柱层析纯化所得的固体。使用乙酸乙酯作为展开溶剂。浓缩所得的级分而获得白色固体。从氯仿

和己烷的混合溶剂使获得的固体再结晶,以致制备 3-环己基-4,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑(缩写:Hchptz)(白色固体,收率:57%)。步骤3的合成流程由(c-3)所示。

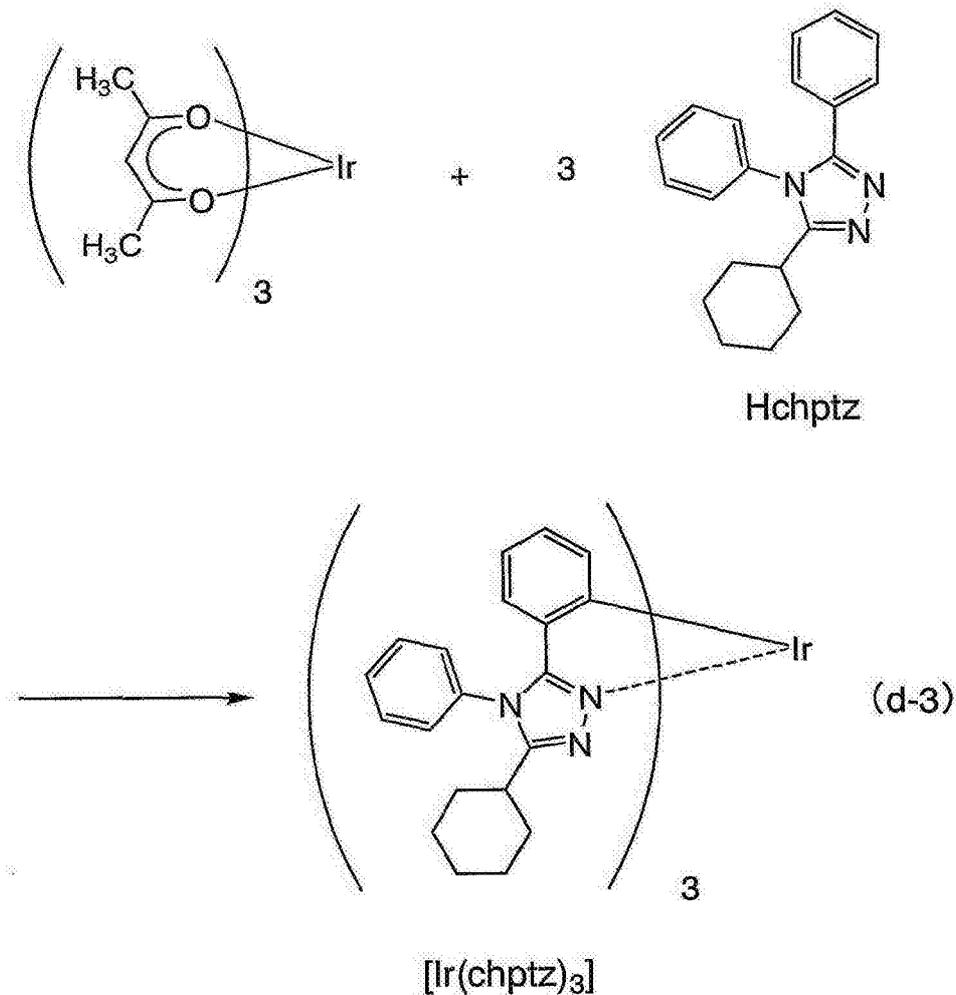
[0300]



[0301] <步骤4:三[5-环己基-3,4-二苯基-4H-1,2,4-三唑合]铱(III)(缩写:[Ir(chptz)₃])的合成>

[0302] 接下来,将0.95g上述步骤3中制备的配体Hchptz和0.31g三(乙酰丙酮合)铱(III)装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在250℃下加热该混合物48小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。此外,用乙醇溶剂进行再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物[Ir(chptz)₃](淡黄色粉末,收率:10%)。步骤4的合成流程由(d-3)所示。

[0303]



[0304] 上述步骤 4 中制备的淡黄色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图 11 中。从结果发现在合成实施例 3 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (104) 表示的有机金属配合物 [Ir(chptz)₃]。

[0305] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 1.04-1.30 (m, 9H), 1.52-1.77 (m, 18H), 6.29 (m, 6H), 6.51 (brs, 3H), 6.84 (m, 3H), 7.34 (m, 3H), 7.50 (m, 3H), 7.61 (m, 9H)。

[0306] 接下来, 测量 [Ir(chptz)₃] 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.10mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.62mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量 发射光谱。图 12 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 12 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 12 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.10mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0307] 如图 12 所示, 作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(chptz)₃] 在 502nm 具有发射峰, 并且从二氯甲烷溶液观察到绿光。

[0308] [实施例 4]

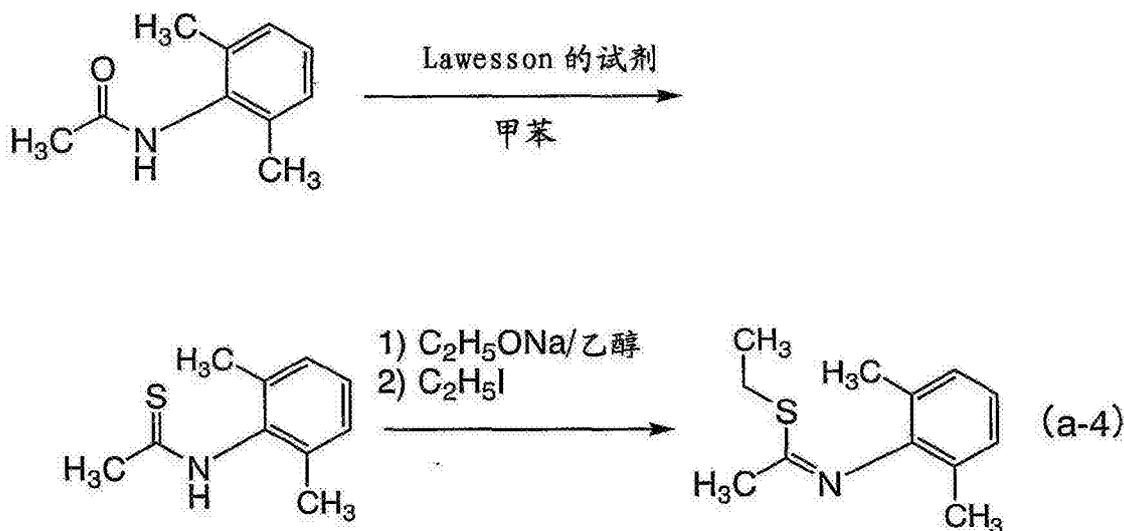
[0309] (合成实施例 4)

[0310] 在实施例 4 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (123) 表示的有机金属配合物三 [4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-5-甲基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写:[Ir(MFptz-dmp)₃]) 的合成实施例。

[0311] <步骤 1:N-[1-(乙基硫烷基)乙叉基]-2,6-二甲基苯胺的合成>

[0312] 首先,将 8.1g 2,6-二甲基乙酰苯胺和 100mL 甲苯装入 200mL 三颈烧瓶,并搅拌以便混合。然后,将 10g 2,4-双(4-甲氧基苯基)-1,3,2,4-二硫代二磷杂环丁烷-2,4-二硫化物(Lawesson 的反应物)添加到这种混合物中,并在 120℃ 下加热和搅拌 2 小时以便反应。浓缩该反应溶液而获得油质物质。通过硅胶柱层析纯化这种油质物质。作为展开溶剂,使用己烷:乙酸乙酯=5:1。浓缩所得的级分,以致制备为棕色油质物质的 N-(2,6-二甲基苯基)硫代乙酰苯胺。将制备的油质物质、3.4g 乙醇钠和 40mL 乙醇装入 100mL 三颈烧瓶,并在室温下搅拌 1 小时。然后,将 4.0mL 乙基碘添加到这种混合物中,并在 60℃ 下加热和搅拌 5 小时以便反应。在反应后,在减压下蒸馏出乙醇而获得棕色油质物质。将这种油质物质溶解在二氯甲烷中,并用水然后用碳酸氢钠饱和水溶液洗涤。在洗涤后,将无水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。让所得的混合物经历重力过滤,并浓缩滤液,以致制备 N-[1-(乙基硫烷基)乙叉基]-2,6-二甲基苯胺(棕色固体,粗收率:76%)。步骤 1 的合成流程由 (a-4) 所示。

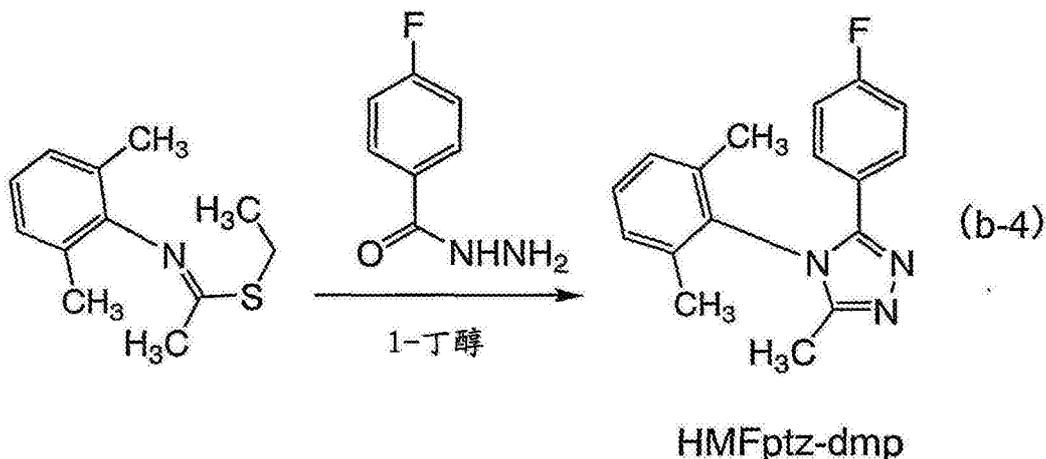
[0313]



[0314] <步骤 2:4-(2,6-二甲基苯基)-5-(4-氟苯基)-3-甲基-4H-1,2,4-三唑(缩写:HMFptz-dmp)的合成>

[0315] 接下来,将 13.2g 上述步骤 1 中制备的 N-[1-(乙基硫烷基)乙叉基]-2,6-二甲基苯胺、20mL 1-丁醇和 5.8g 4-氟苯甲酰肼装入 100mL 三颈烧瓶,并在 130℃ 下加热和搅拌 17 小时。在减压下浓缩反应溶液而获得棕色油质物质。将乙酸乙酯添加到这种油质物质中,由此使固体沉淀。让所得的悬浮液经历抽吸过滤。从乙酸乙酯和己烷的混合溶剂使所得的滤液再结晶,以致制备 4-(2,6-二甲基苯基)-5-(4-氟苯基)-3-甲基-4H-1,2,4-三唑(缩写:HMFptz-dmp)(白色固体,收率:15%)。步骤 2 的合成流程由 (b-4) 所示。

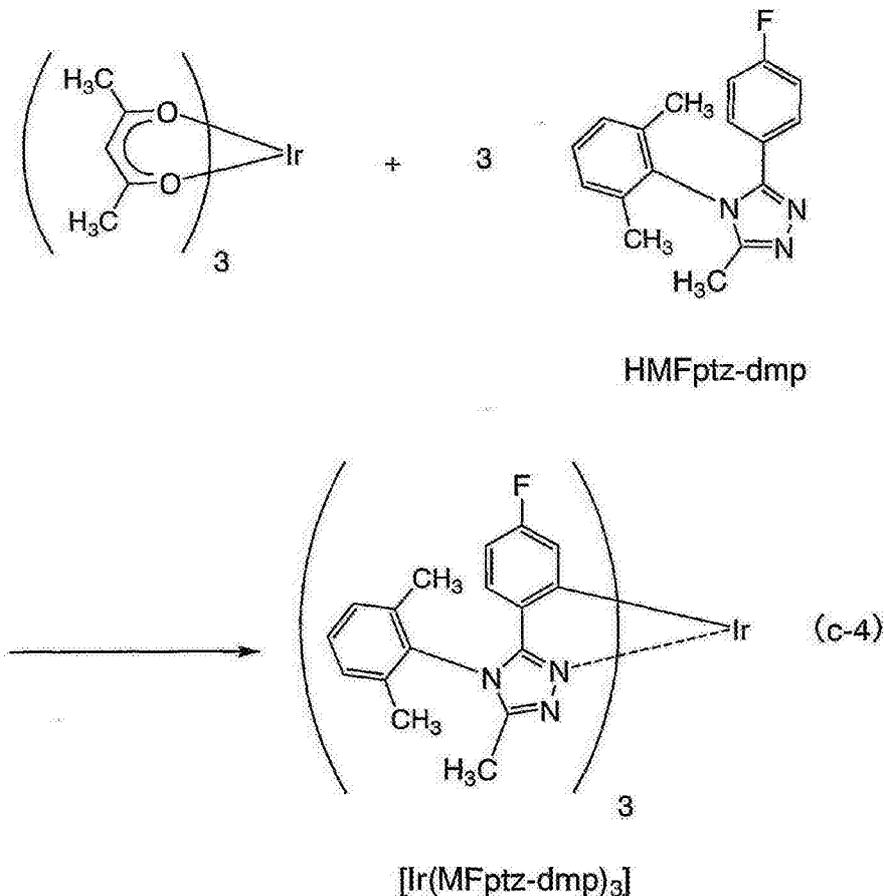
[0316]



[0317] <步骤3:三[4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-5-甲基-4H-1,2,4-三唑合]铱(III)(缩写:[Ir(MFptz-dmp)₃]的合成)>

[0318] 接下来,将1.63g上述步骤2中制备的配体HMFptz-dmp和0.57g三(乙酰丙酮)铱(III)装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在245℃下加热该混合物45小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化两次。此外,用乙酸乙酯溶剂进行再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物[Ir(MFptz-dmp)₃](淡黄色粉末,收率:13%)。步骤3的合成流程由(c-4)所示。

[0319]



[0320] 上述步骤3中制备的淡黄色粉末的通过核磁共振谱(¹H-NMR)的分析结果显示如

下。¹H-NMR 谱图示于图 13 中。从结果发现在合成实施例 4 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (123) 表示的有机金属配合物 [Ir(MFptz-dmp)₃]。

[0321] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 1.94 (s, 9H), 2.09 (s, 9H), 2.14 (s, 9H), 6.33 (m, 6H), 6.69 (dd, 3H), 6.94 (m, 6H), 7.43 (t, 3H)。

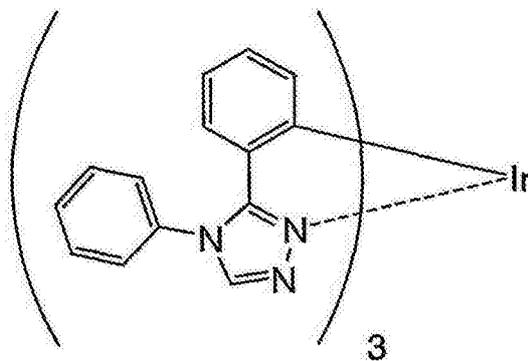
[0322] 接下来, 测量 [Ir(MFptz-dmp)₃] 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.0568mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.341mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 14 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 14 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 14 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.0568mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0323] 如图 14 所示, 作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(MFptz-dmp)₃] 在 448nm 和 476nm 具有发射峰, 并且从二氯甲烷溶液观察到蓝光。

[0324] (对比实施例 1)

[0325] 在对比实施例 1 中, 特别描述由以下结构式表示的三 (3, 4-二苯基-4H-1, 2, 4-三唑合) 铱 (III) (缩写: [Ir(ptz)₃]) 的合成实施例。

[0326]

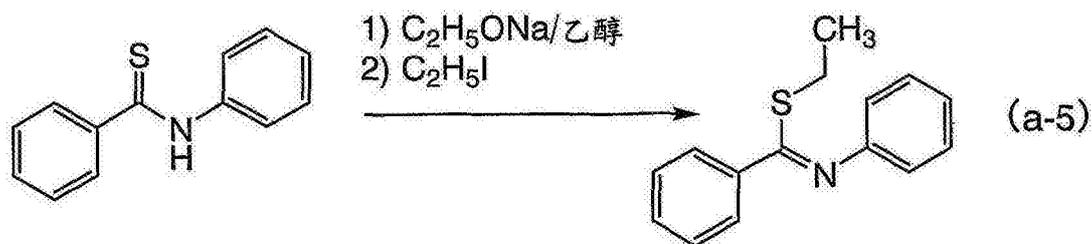


Ir(ptz)₃

[0327] < 步骤 1 :N-[(乙基硫烷基)苯基甲叉基]苯胺的合成 >

[0328] 首先, 将 3.2g 乙醇钠, 10g N-苯基硫代苯甲酰胺和 60mL 乙醇装入 300mL 三颈烧瓶, 并在室温下搅拌这种混合溶液 1 小时。然后, 将 3.7mL 乙基碘添加到这种混合溶液中, 并在 60℃ 下加热和搅拌 6 小时 以便反应。在反应后, 在减压下蒸馏出乙醇而获得棕色油质物质。将这种油质物质溶解在二氯甲烷中, 并用水然后用碳酸氢钠饱和和水溶液洗涤。在洗涤后, 将无水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。让所得的混合物经历重力过滤, 并浓缩滤液, 以致制备 N-[(乙基硫烷基)苯基甲叉基]苯胺 (棕色油质物质, 粗收率: 110%)。步骤 1 的合成流程由 (a-5) 所示。

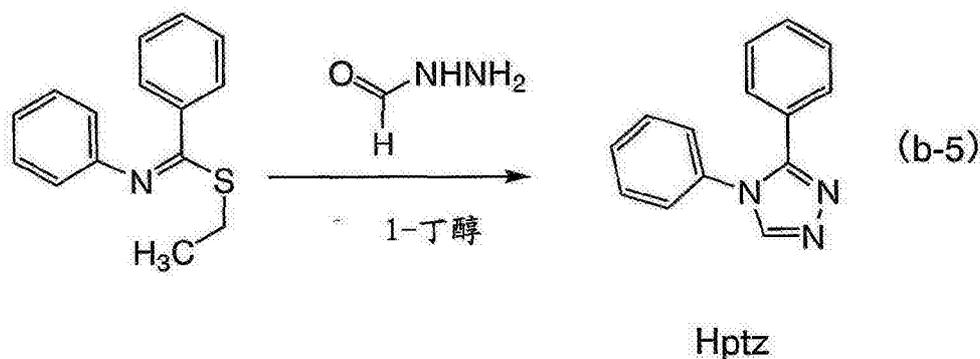
[0329]



[0330] < 步骤 2 : 3, 4- 二苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑 (缩写 :Hptz) 的合成 >

[0331] 接下来, 将 13g 上述步骤 1 中制备的 N-[(乙基硫烷基) 苯基甲叉基] 苯胺、3.1g 甲酰肼和 60mL 1-丁醇装入 200mL 三颈烧瓶, 并在 120℃ 下加热和搅拌这种混合溶液 5 小时以便反应。然后, 通过抽吸过滤除去反应的沉淀物, 并浓缩所得的滤液而获得棕色固体。通过硅胶柱层析纯化这种固体。作为展开溶剂, 首先使用甲苯, 然后使用甲苯 : 乙酸乙酯 = 1:1 的混合溶剂。浓缩所得的级分而获得白色固体。此外, 从乙醇和己烷的混合溶剂使所述固体再结晶, 以致制备 3, 4- 二苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑 (缩写 :Hptz) (白色固体, 收率 :19%)。步骤 2 的合成流程由 (b-5) 所示。

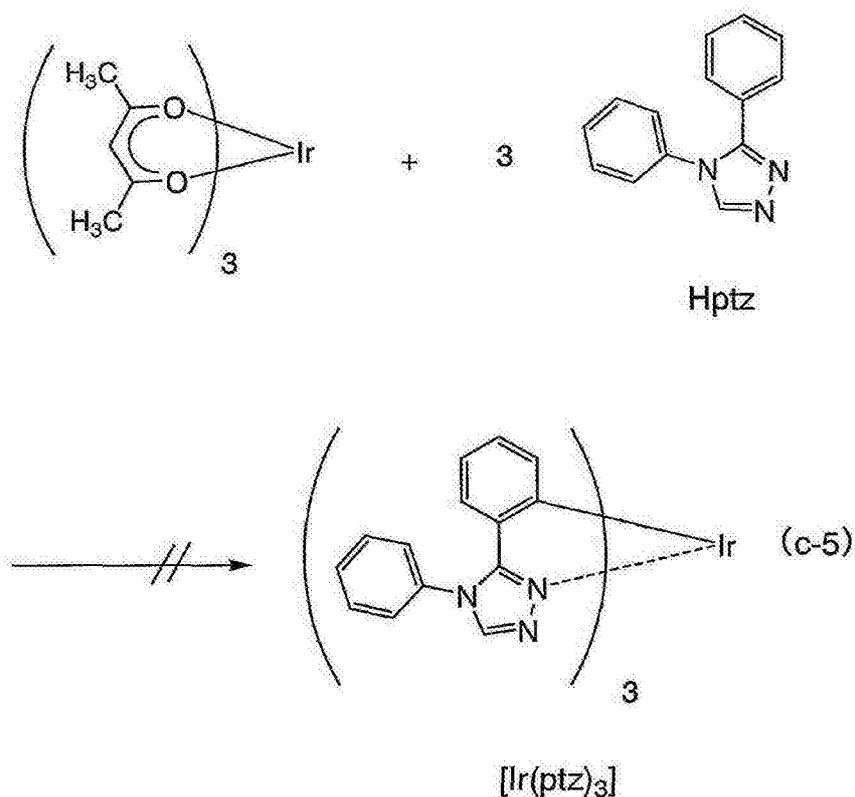
[0332]



[0333] < 步骤 3 : 三 (3, 4- 二苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑合) 铱 (III) (缩写 : $[Ir(ptz)_3]$) 的合成 >

[0334] 接下来, 将 2.10g 上述步骤 2 中制备的配体 Hptz 和 0.93g 三 (乙酰丙酮合) 铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器, 并用氩气替换该反应容器中的空气。然后, 在 250℃ 下加热该混合物 44 小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中, 并过滤溶液。虽然尝试所得的滤液的纯化, 但是没有制备目标铱配合物。步骤 3 的合成流程由 (c-5) 所示。

[0335]

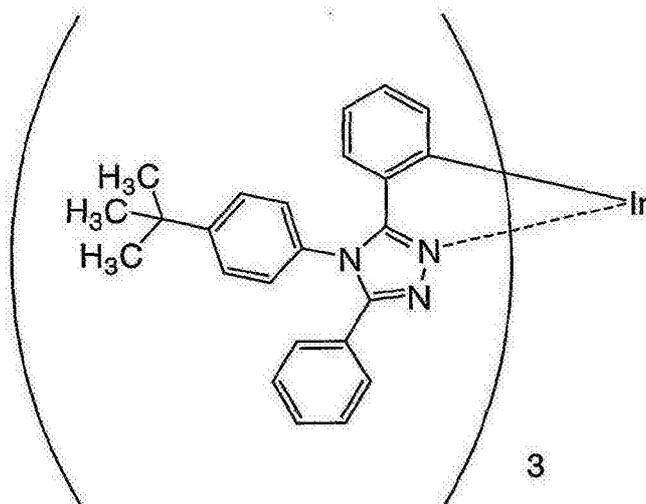


[0336] 如对比实施例 1 所述, $[\text{Ir}(\text{ptz})_3]$ 的合成是困难的。因此, 发现与实施例 1-4 中描述的且它们中每一个是本发明一个实施方式的有机金属配合物相比较, 其中与三唑环的第五位键合的取代基是氢的物质具有极其低收率或不能被合成。即, 在作为本发明一个实施方式的情况, 可以抑制配合物合成中的分解反应; 因此, 合成的收率与 $[\text{Ir}(\text{ptz})_3]$ 相比显著得到改进。

[0337] (对比实施例 2)

[0338] 在对比实施例 2 中, 特别描述由以下结构式表示的三 [4-(4-叔丁基苯基)-3,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{taz-tBuP})_3]$) 的合成实施例。

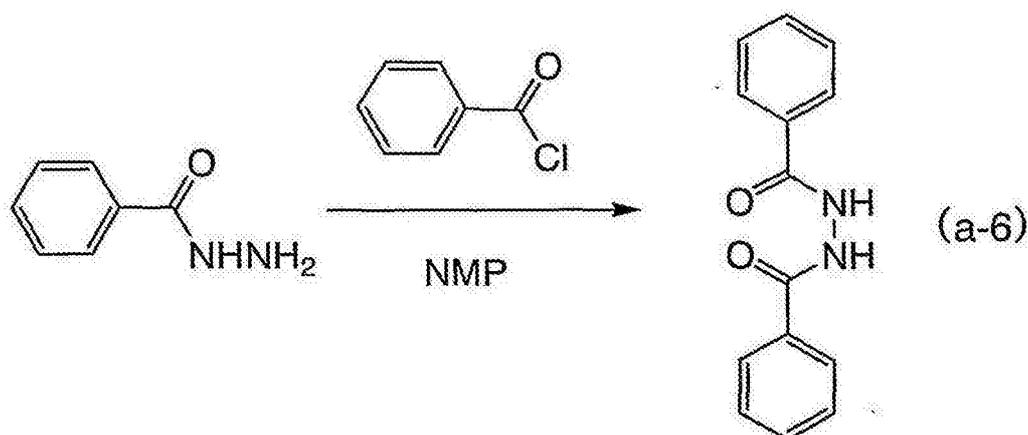
[0339]

[Ir(taz-tBuP)₃]

[0340] < 步骤 1 :N, N' - 二苯甲酰肼的合成 >

[0341] 首先, 将 6.6g 苯甲酰肼和 50mL N-甲基-2-吡咯烷酮 (NMP) 装入 200mL 三颈烧瓶, 并混合。然后, 经由 50mL 滴液漏斗将 5mL 苯甲酰氯和 10mL NMP 的混合溶液滴到上述混合溶液中, 并在室温下搅拌 1 小时以便反应。将该反应混合溶液添加到 250mL 水中, 并使白色固体沉淀。用 1M 盐酸洗涤沉淀的固体并进行抽吸过滤而获得白色固体。用甲醇洗涤获得的固体, 以致制备 N, N' - 二苯甲酰肼 (白色固体, 收率 :65%)。步骤 1 的合成流程由 (a-6) 所示。

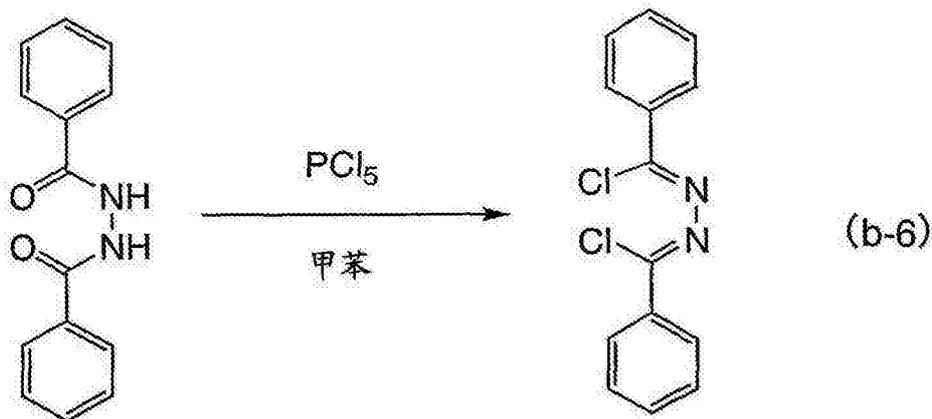
[0342]



[0343] < 步骤 2 :1, 2- 双 [氯 (苯基) 甲叉基] 肼的合成 >

[0344] 接下来, 将 7.5g 上述步骤 1 中制备的 N, N' - 二苯甲酰肼和 100mL 甲苯装入 300mL 三颈烧瓶, 并混合。然后, 将 13g 五氯化磷添加到这种混合溶液中, 并在 110°C 下加热和搅拌 4 小时以便反应。将反应溶液添加到 250mL 水中并搅拌 1 小时。在搅拌后, 分离有机层和水层, 并用水洗涤, 然后用饱和碳酸氢钠水溶液洗涤有机层。在洗涤后, 将无水硫酸镁添加到有机层中用于干燥。让所得的混合物经历重力过滤, 并浓缩滤液而获得固体。用甲醇洗涤这种固体, 以致制备 1, 2- 双 [氯 (苯基) 甲叉基] 肼 (黄色固体, 收率 :82%)。步骤 2 的合成流程由 (b-6) 所示。

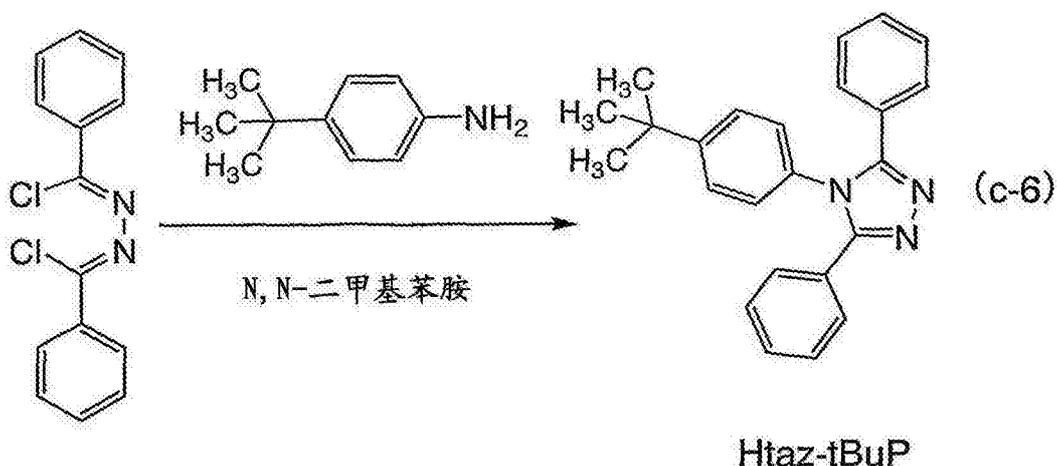
[0345]



[0346] < 步骤 3 :4-(4-叔丁基苯基)-3,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写:Htaz-tBuP) 的合成 >

[0347] 接下来,将 7.0g 上述步骤 2 中制备的 1,2-双[氯(苯基)甲基]肼、3.8g 4-叔丁基苯胺和 100mL N,N-二甲基苯胺装入 200mL 三颈烧瓶,并在 120℃ 下加热和搅拌 6 小时以便反应。将反应溶液添加到 1M 盐酸中并搅拌 30 分钟,使固体沉淀而获得悬浮液。将甲苯添加到这种悬浮液中,并萃取有机层。用水和然后饱和碳酸钠溶液洗涤经萃取的有机层。将脱水硫酸镁添加到有机层中用于干燥,并让这种混合物经历重力过滤。浓缩所得的滤液而获得黄色固体。从己烷和乙醇的混合溶剂使这种固体再结晶,以致制备 4-(4-叔丁基苯基)-3,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写:Htaz-tBuP) (白色固体,收率:54%)。步骤 3 的合成流程由 (c-6) 所示。

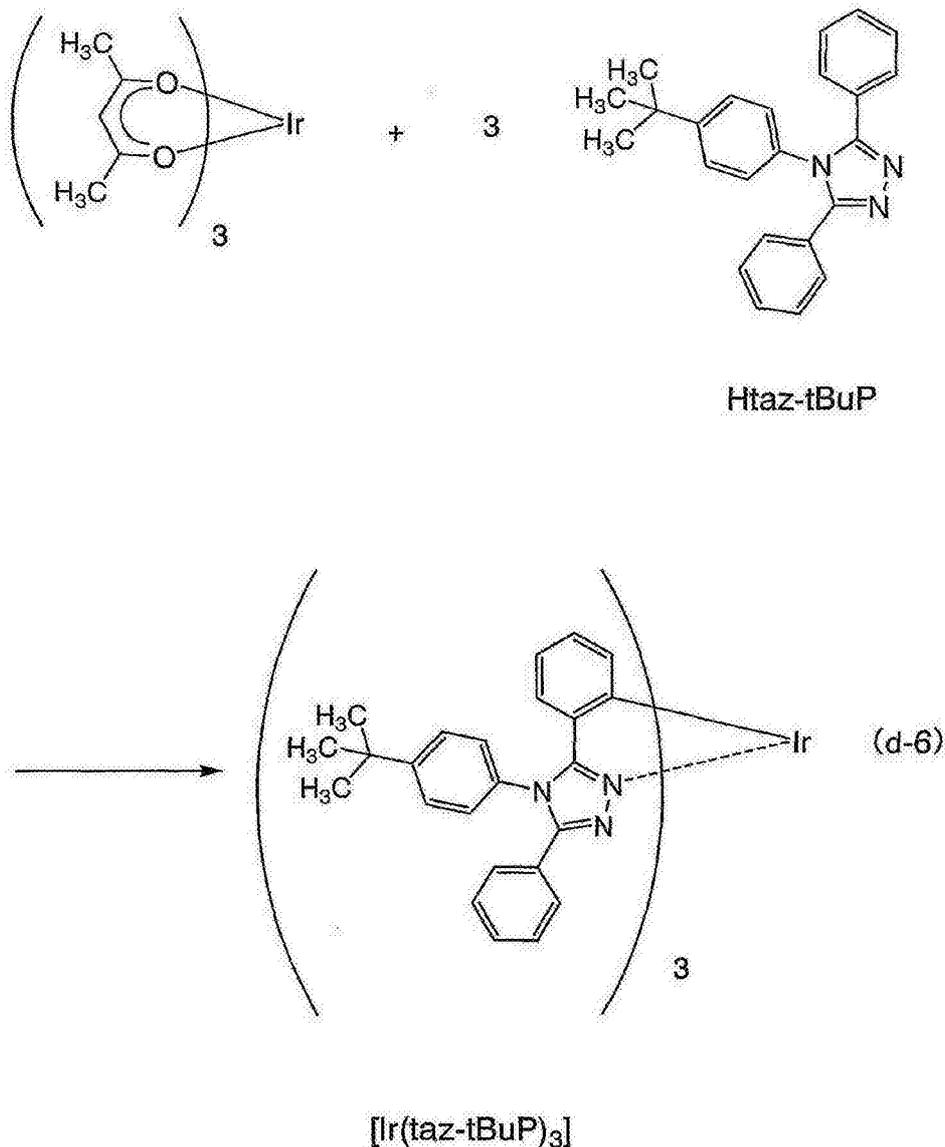
[0348]



[0349] < 步骤 4 :三 [4-(4-叔丁基苯基)-3,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写:[Ir(taz-tBuP)₃]) 的合成 >

[0350] 接下来,将 1.33g 上述步骤 3 中制备的配体 Htaz-tBuP 和 0.37g 三(乙酰丙酮合)铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 250℃ 下加热该混合物 43 小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用二氯甲烷作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。此外,用乙酸乙酯溶剂进行再结晶,以致制备作为本发明对比实施例的有机金属配合物 [Ir(taz-tBuP)₃] (淡黄色粉末,收率:31%)。步骤 4 的合成流程由 (d-6) 所示。

[0351]



[0352] 上述步骤4中制备的黄色粉末的通过核磁共振谱 ($^1\text{H-NMR}$) 的分析结果显示如下。 $^1\text{H-NMR}$ 谱图示于图27中。从结果发现通过对比实施例2所示的合成方法制备 $[\text{Ir}(\text{taz-tBuP})_3]$ 。

[0353] $^1\text{H-NMR}$. δ (CDCl_3): 1.38 (s, 27H), 6.43 (d, 3H), 6.53 (t, 3H), 6.81 (d, 6H), 7.16-7.24 (m, 9H), 7.32 (d, 3H), 7.41 (m, 9H), 7.52 (t, 6H)。

[0354] 接下来, 测量 $[\text{Ir}(\text{taz-tBuP})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的吸收光谱和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.097mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.58mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图28显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图28中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图28中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.58mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

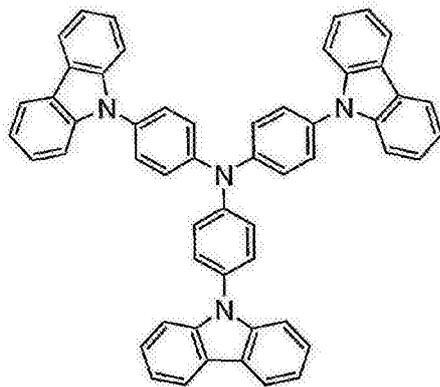
[0355] 如图 28 所示,是本发明对比实施例的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{taz-tBuP})_3]$ 在 511nm 具有发射峰,并且从二氯甲烷溶液观察到绿光。

[0356] 对比实施例 2 中描述的 $[\text{Ir}(\text{taz-tBuP})_3]$ 的发射峰的波长比实施例 1 中描述的 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 和实施例 3 中描述的 $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$ 的长。因此,其中与三唑环的第五位键合的取代基是苯基的物质的发射光谱与其中与三唑环的第五位键合的取代基是甲基或环己基的物质相比较向长波长侧移动。即,作为本发明一个实施方式的其中与三唑环的第五位键合的取代基是具有 1-6 个碳原子的烷基、可以具有取代基的具有 5-8 个碳原子的环烷基和可以具有取代基的具有 7-10 个碳原子的芳烷基的有机金属配合物,与其中与三唑环的第五位键合的取代基是苯基的有机金属配合物相比较,具有在短波长侧上的发射峰。因此,作为本发明一个实施方式的有机金属配合物在制造显示具有蓝光波长带的磷光的材料方面与 $[\text{Ir}(\text{taz-tBuP})_3]$ 相比较是有利的。

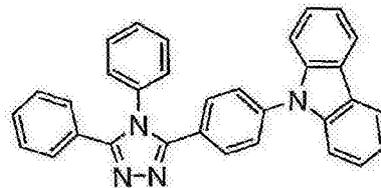
[0357] [实施例 5]

[0358] 在实施例 5 中,描述使用由实施方式 1 中的结构式 (100) 表示的有机金属配合物三(5-甲基-3,4-二苯基-4H-1,2,4-三唑合)铱(III)(缩写: $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$)的发光元件((该发光元件下面称为发光元件 1)。用于实施例 5 的一部分材料的结构式显示如下。

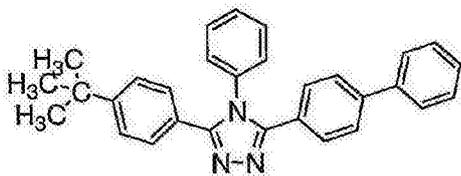
[0359]



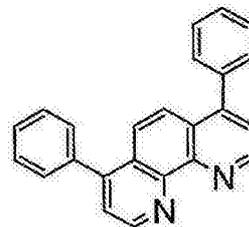
TCTA



CzTAZI



TAZ01



BPhen

[0360] (发光元件 1)

[0361] 首先,在玻璃基材上通过溅射方法沉积含氧化硅的氧化铟锡(缩写:ITSO),以致形成作为阳极发挥作用的第一电极。第一电极的厚度是 110nm,电极面积是 $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ 。

[0362] 接下来,将其上形成了第一电极的玻璃基材固定到提供在真空蒸发设备中的基

材支架上以致其上形成了第一电极的侧向下,并将压力降低到大约 10^{-4} Pa。然后,通过 4,4',4''-三(N-咪唑基)三苯胺(缩写:TCTA)和氧化钼(VI)的共蒸发而形成含有机化合物和无机化合物的复合材料的层。含复合材料的层的厚度是 50nm,并且将 TCTA 和氧化钼的重量比调节到 2:1(= TCTA:氧化钼)。应指出,共蒸发法是指其中在一个处理室中同时使用多个蒸发源进行多种材料的蒸发的蒸发法。

[0363] 接下来,使用电阻加热通过蒸发法在含复合材料的层上形成 10nm 厚的 TCTA 层,以致形成空穴传输层。

[0364] 此外,通过 9-[4-(4,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑-3-基)苯基]-9H-咪唑(缩写:CzTAZ I)和为由实施方式 1 的结构式(100)表示的有机金属配合物的 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 的共蒸发而在空穴传输层上形成 30nm 厚的发光层。在此,将 CzTAZ I 和 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 的重量比调节到 1:0.06(= CzTAZ I: $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$)。

[0365] 然后,在发光层上,使用电阻加热通过蒸发法而形成 10nm 厚的 3-(4-联苯基)-4-苯基-5-(4-叔丁基苯基)-1,2,4-三唑(缩写:TAZ 01)层,然后使用电阻加热通过蒸发法而形成 20nm 厚的 4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(缩写:BPhen)层。以该方式,在发光层上形成了其中使用 TAZ01 形成的层和使用 BPhen 形成的层被堆叠的电子传输层。

[0366] 另外,在电子传输层上形成 1nm 厚的氟化锂层,以致形成电子注入层。

[0367] 最后,使用电阻加热通过蒸发法在电子注入层上形成 200nm 厚的铝层,以致形成作为阴极发挥作用的第二电极。经由上述过程,制造了发光元件 1。

[0368] 图 15 显示了发光元件 1 的电流密度 vs. 亮度特征。图 16 显示了它的电压 vs. 亮度特征。图 17 显示了它的亮度 vs. 电流效率特征。此外,图 18 显示了它在 0.5mA 电流下的发射光谱。从图 18 发现发光元件 1 的光发射来自 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 。发光元件 1 在 $859\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的 CIE 色度坐标是 $(x, y) = (0.24, 0.44)$, 并发射蓝-绿光。从图 17 发现发光元件 1 在 $859\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的电流效率是 $35.1\text{cd}/\text{A}$, 这是极其高的电流效率。从图 16 发现在 $859\text{cd}/\text{m}^2$ 的驱动电压是 5.0V, 并且功率效率是 $22.0\text{lm}/\text{W}$ 。这些结果表明发光元件 1 为获得某个亮度需要低电压,具有低功耗,并且具有极其高的电流效率和功率效率。

[0369] [实施例 6]

[0370] 在实施例 6 中,描述使用由实施方式 1 中的结构式(122)表示的有机金属配合物三[3-(4-氟苯基)-5-甲基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合]铱(III)(缩写: $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$)的发光元件(该发光元件下面称为发光元件 2)。

[0371] (发光元件 2)

[0372] 发光元件 2 的元件结构除发光层之外与发光元件 1 的相同。另外,根据制造发光元件 1 的方法制造发光元件 2。即,在玻璃基材上形成含氧化硅的氧化铟锡层(第一电极)、含通过 TCTA 和氧化钼的共蒸发形成的复合材料的层、TCTA 层(空穴传输层)、发光层、TAZ 01 和 BPhen 的堆叠体(电子传输层)、氟化锂层(电子注入层)和铝层(第二电极)。

[0373] 通过 CzTAZ I 和是由实施方式 1 的结构式(122)表示的有机金属配合物的 $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$ 的共蒸发而形成发光元件 2 的具有 30nm 厚度的发光层。在此,将 CzTAZ I 和 $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$ 的重量比调节到 1:0.06(= CzTAZ I: $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$)。

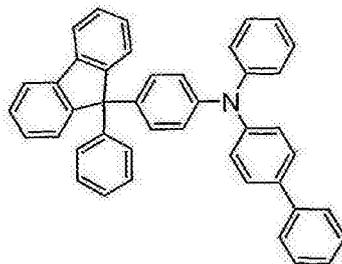
[0374] 图 19 显示了发光元件 2 的电流密度 vs. 亮度特征。图 20 显示了它的电压 vs. 亮度特征。图 21 显示了它的亮度 vs. 电流效率特征。此外,图 22 显示了它在 0.5mA 电流下的

发射光谱。从图 22 发现发光元件 2 的光发射来自 $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$ 。发光元件 2 在 $1050\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的 CIE 色度坐标是 $(x, y) = (0.20, 0.31)$, 并发射淡蓝光。从图 21 发现发光元件 2 在 $1050\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的电流效率是 $10.4\text{cd}/\text{A}$, 这是高电流效率。从图 20 发现在 $1050\text{cd}/\text{m}^2$ 的驱动电压是 5.4V , 并且功率效率是 $6.01\text{lm}/\text{W}$ 。这些结果表明发光元件 2 为获得某个亮度需要低电压, 具有低功耗, 并且具有高电流效率。

[0375] [实施例 7]

[0376] 在实施例 7 中, 描述使用由实施方式 1 中的结构式 (104) 表示的有机金属配合物三 (5- 环己基 -3, 4- 二苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑合) 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$) 的发光元件 (该发光元件下面称为发光元件 3)。用于实施例 7 的一部分材料的结构式显示如下。

[0377]



BPAFLP

[0378] (发光元件 3)

[0379] 首先, 在玻璃基材上通过溅射方法沉积含氧化硅的氧化铟锡, 以致形成作为阳极发挥作用的第一电极。第一电极的厚度是 110nm , 电极面积是 $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ 。

[0380] 接下来, 将其上形成了第一电极的玻璃基材固定到提供在真空蒸发设备中的基材支架上以致其上形成了第一电极的侧向下, 并将压力降低到大约 10^{-4}Pa 。然后, 在第一电极上, 通过 4- 苯基 -4' - (9- 苯基苄 -9- 基) 三苯胺 (缩写: BPAFLP) 和氧化钼 (VI) 的共蒸发而形成含有机化合物和无机化合物的复合材料的层。含复合材料的层的厚度是 50nm , 并且将 BPAFLP 和氧化钼的重量比调节到 $2:1$ (= BPAFLP: 氧化钼)。应指出, 共蒸发法是指其中在一个处理室中同时使用多个蒸发源进行多种材料的蒸发的蒸发法。

[0381] 接下来, 使用电阻加热通过蒸发法在含复合材料的层上形成 10nm 厚的 BPAFLP 层, 以致形成空穴传输层。

[0382] 此外, 通过 CzTAZ I 和是由实施方式 1 的结构式 (104) 表示的有机金属配合物的 $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$ 的共蒸发在空穴传输层上形成 30nm 厚的发光层。在此, 将 CzTAZ I 和 $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$ 的重量比调节到 $1:0.06$ (= CzTAZ I: $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$)。

[0383] 然后, 在发光层上, 使用电阻加热通过蒸发法形成 10nm 厚的 CzTAZ I 层, 然后使用电阻加热通过蒸发法在 CzTAZ I 层上形成 20nm 厚的 BPhen 层。以该方式, 在发光层上形成了其中使用 CzTAZ I 形成的层和使用 BPhen 形成的层被堆叠的电子传输层。

[0384] 另外, 在电子传输层上形成 1nm 厚的氟化锂层, 以致形成电子注入层。

[0385] 最后, 使用电阻加热通过蒸发法在电子注入层上形成 200nm 厚的铝层, 以致形成作为阴极发挥作用的第二电极。经由上述过程, 制造了发光元件 3。

[0386] 图 23 显示了发光元件 3 的电流密度 vs. 亮度特征。图 24 显示了它的电压 vs. 亮度特征。图 25 显示了它的亮度 vs. 电流效率特征。此外, 图 26 显示了它在 0.1mA 电流下

的发射光谱。从图 26 发现发光元件 3 的光发射来自 $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$ 。发光元件 3 在 $956\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的 CIE 色度坐标是 $(x, y) = (0.25, 0.44)$ ，并发射蓝-绿光。从图 25 发现发光元件 3 在 $956\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的电流效率是 $21.5\text{cd}/\text{A}$ ，这是极其高的电流效率。从图 24 发现在 $956\text{cd}/\text{m}^2$ 的驱动电压是 5.4V ，并且功率效率是 $12.5\text{lm}/\text{W}$ 。这些结果表明发光元件 3 为获得某个亮度需要低电压，具有低功耗，并且具有极其高的电流效率和功率效率。

[0387] 应指出，在实施例 5-7 中使用本发明实施方式的有机金属配合物制造的发光元件的详细结构示于表 1 中。

[0388] [表 1]

[0389]

	第一电极	空穴注入层	空穴传输层	发光层
发光元件 1	ITSO	TCTA: MoOx (=2:1)	TCTA	CzTAZ I: $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ (=1:0.06)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm
发光元件 2	ITSO	TCTA: MoOx (=2:1)	TCTA	CzTAZ I: $[\text{Ir}(\text{MFptz})_3]$ (=1:0.06)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm
发光元件 3	ITSO	BPAFLP: MoOx (=2:1)	BPAFLP	CzTAZ I: $[\text{Ir}(\text{chptz})_3]$ (=1:0.06)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm

[0390]

	电子传输层		电子注入层	第二电极
发光元件 1	TAZ 01	BPhen	LiF	Al
	10 nm	20 nm	1nm	200 nm
发光元件 2	TAZ 01	BPhen	LiF	Al
	10 nm	20 nm	1nm	200 nm
发光元件 3	CzTAZ I	BPhen	LiF	Al
	10 nm	20 nm	1nm	200 nm

[0391] [实施例 8]

[0392] (合成实施例 5)

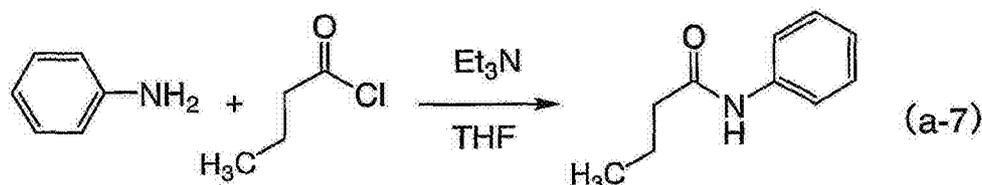
[0393] 在实施例 8 中，特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (101) 表示的有机金属配合物三 (3, 4-二苯基-5-丙基-4H-1, 2, 4-三唑合) 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{Prptz})_3]$) 的合成实施例。

[0394] <步骤 1: N-苯基丁酰胺的合成>

[0395] 首先，将 16g 苯胺、200mL 四氢呋喃 (THF)、26g 三乙胺 (Et₃N) 装入 500mL 三颈烧瓶，并在冰中的冷却下搅拌。然后，经由 100mL 滴液漏斗将 18g 丁酰氯和 50mL THF 的混合溶液滴到上述混合溶液中。在滴入后，搅拌该混合物 2 小时同时将温度提高到室温。在搅

拌后,将该反应混合物添加到 200mL 水中,并在室温下搅拌。将这种混合溶液分离成有机层和水层,并用氯仿萃取该水层。将萃取物和预先得到的有机层合并,并用饱和盐水洗涤。在洗涤后,将无水硫酸镁添加到有机层中用于干燥。让该混合物在干燥后经历重力过滤,并浓缩滤液而获得固体。用氯仿和己烷的混合溶剂洗涤这种固体,以致制备 N- 苯基丁酰胺 (白色固体,收率 :92%)。步骤 1 的合成流程由 (a-7) 所示。

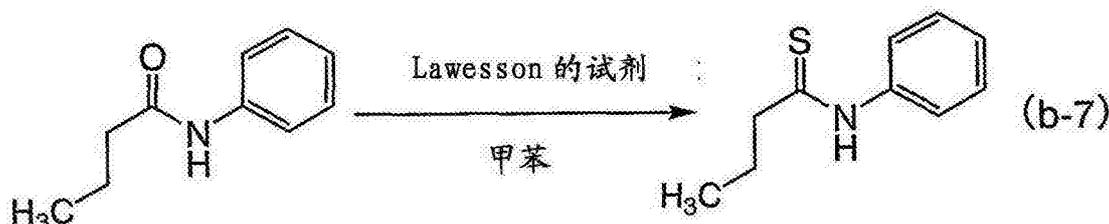
[0396]



[0397] < 步骤 2 :N- 苯基硫代丁酰胺的合成 >

[0398] 接下来,将 15.0g 上述步骤 1 中制备的 N- 苯基丁酰胺和 120mL 甲苯装入 300mL 三颈烧瓶,并混合。然后,将 18.5g 2,4- 双 (4- 甲氧基苯基)-1,3,2,4- 二硫代二磷杂环丁烷-2,4- 二硫化物 (Lawesson 的反应物) 添加到这种混合物中,并在 110℃ 下加热和搅拌 2 小时以便反应。在搅拌后,在减压下浓缩反应溶液而获得固体。通过硅胶柱层析纯化所得的固体。使用甲苯作为展开溶剂。浓缩所得的级分,以致制备 N- 苯基硫代丁酰胺 (橙色油质物质,收率 :89%)。步骤 2 的合成流程由 (b-7) 所示。

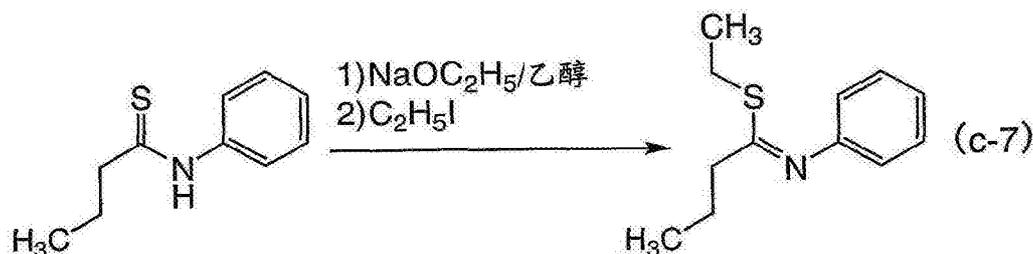
[0399]



[0400] < 步骤 3 :N-[1-(乙基硫烷基) 丁叉基] 苯胺的合成 >

[0401] 接下来,将 14.3g 上述步骤 2 中制备的 N- 苯基硫代丁酰胺和 100mL 乙醇装入 200mL 三颈烧瓶。然后,将 5.57g 乙醇钠添加到这种混合溶液中,并在室温下搅拌 1 小时以便反应。然后,将大约 7mL 乙基碘添加到这种反应混合物中,并在 60℃ 下加热和搅拌 9 小时。在搅拌后,在减压下蒸馏出乙醇而获得油质物质。将获得的油质物质溶解在二氯甲烷中,并用水然后用碳酸氢钠饱和水溶液洗涤。在洗涤后,将无水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。在干燥后,让该混合物经历重力过滤,以致制备 N-[1-(乙基硫烷基) 丁叉基] 苯胺 (棕色油质物质,收率 :64%)。步骤 3 的合成流程由 (c-7) 所示。

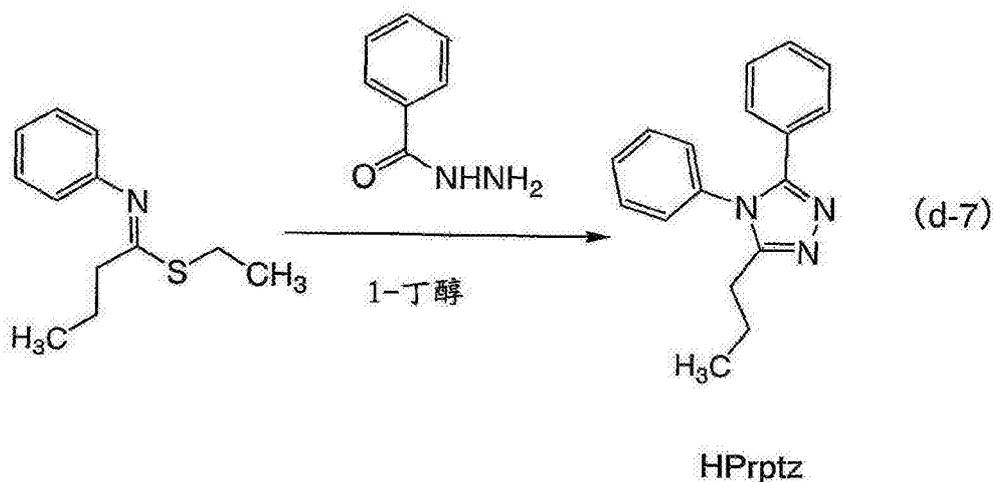
[0402]



[0403] < 步骤 4 :3,4- 二苯基 -5- 丙基 -4H-1,2,4- 三唑 (缩写 :HPrptz) 的合成 >

[0404] 接下来,将 5.40g N-[1-(乙基硫烷基)丁叉基]苯胺、3.19g 苯甲酰肼和 30mL 1-丁醇装入 100mL 三颈烧瓶并在 130°C 下加热和搅拌 12 小时。在搅拌后,在减压下蒸馏出丁醇而获得棕色固体。用乙酸乙酯洗涤这种固体,并进行抽吸过滤而获得固体。通过硅胶柱层析纯化所得的固体。作为展开溶剂,首先使用己烷:乙酸乙酯=1:9,然后使用乙酸乙酯。浓缩所得的级分而获得固体。从己烷和乙酸乙酯的混合溶剂使这种固体再结晶,以致制备 3,4-二苯基-5-丙基-4H-1,2,4-三唑(缩写:HPrtz)(白色固体,收率:28%)。步骤 4 的合成流程由 (d-7) 所示。

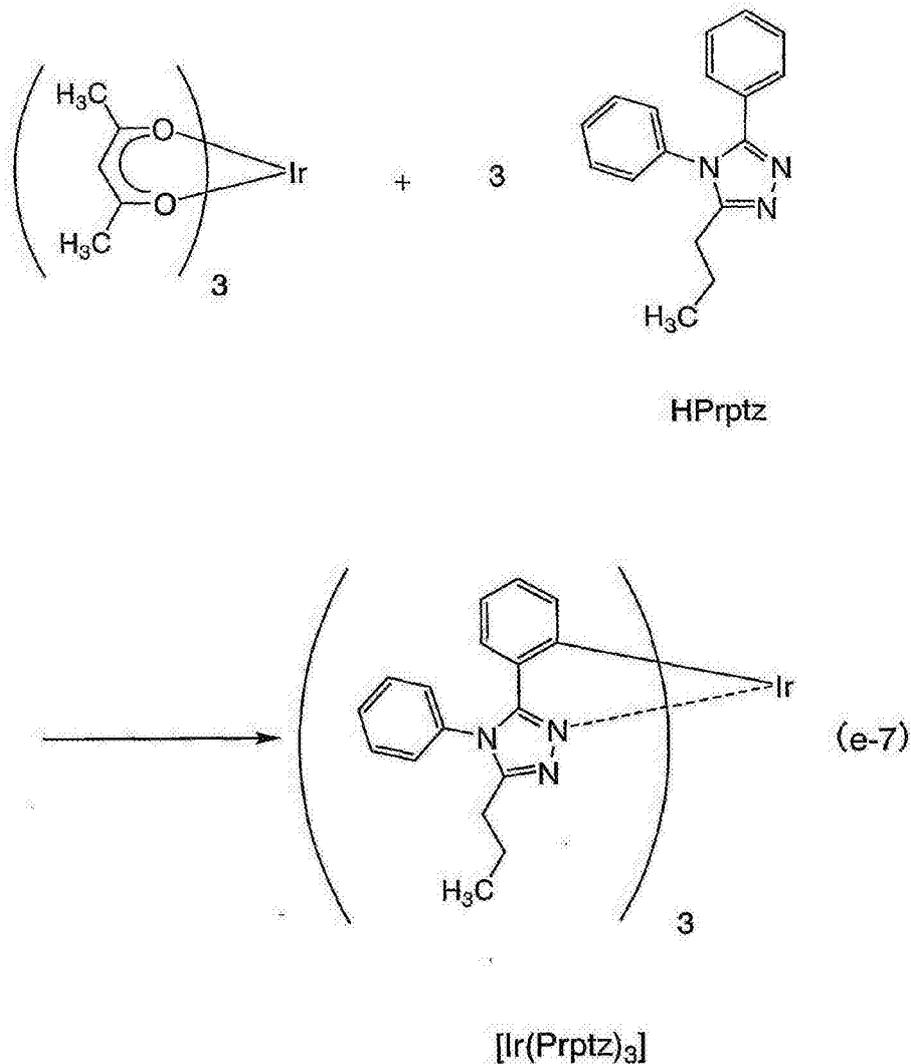
[0405]



[0406] <步骤 5:三(3,4-二苯基-5-丙基-4H-1,2,4-三唑合)铱(III)(缩写:[Ir(Prptz)₃])的合成>

[0407] 接下来,将 1.93g 上述步骤 4 中制备的配体 HPrtz 和 0.72g 三(乙酰丙酮合)铱(III)装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 220°C -240°C 下加热该混合物 71 小时以便反应。通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析纯化该反应物。蒸馏出所得的级分的溶剂,将残余物溶解在乙酸乙酯中,然后经由 Celite(Wako Pure Chemical Industries, Ltd. 的产品,目录号 531-16855)和硅胶进行抽吸过滤。浓缩所得的滤液而获得固体。此外,从乙酸乙酯和己烷的混合溶剂使这种固体再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(Prptz)₃](淡黄色粉末,收率:15%)。步骤 5 的合成流程由 (e-7) 所示。

[0408]



[0409] 上述步骤 5 中制备的淡黄色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图 29 中。从结果发现在合成实施例 5 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (101) 表示的有机金属配合物 [Ir(Prptz)₃]。

[0410] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 0.80–0.85 (t, 9H), 1.54–1.65 (m, 6H), 2.42–2.52 (m, 6H), 6.30 (d, 3H), 6.45–6.49 (m, 3H), 6.70–6.75 (m, 6H), 7.30–7.34 (m, 3H), 7.45–7.48 (m, 3H), 7.56–7.60 (m, 9H)。

[0411] 用高真空差示型差热分析天平 (由 Bruker AXS K.K. 制造的 TG-DTA2410SA) 测量作为本发明一个实施方式的所制备的有机金属配合物 [Ir(Prptz)₃] 的升华温度。真空度是 1×10³Pa 并且温度提高速率是 10°C/min, 并且提高含 [Ir(Prptz)₃] 的样品的温度, 由此在 278°C 观察到重量减小 5%。从结果发现 [Ir(Prptz)₃] 具有有利的升华性能。

[0412] 接下来, 测量 [Ir(Prptz)₃] 在二氯甲烷溶液中的紫外线-可见光吸收光谱 (下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.078mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.078mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 30 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结

果。横轴表示波长,纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 30 中,显示了两个实线;细线表示吸收光谱,粗线表示发射光谱。应指出,图 30 中的吸收光谱是如下获得的结果:从二氯甲烷溶液 (0.078mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0413] 如图 30 所示,作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{Prptz})_3]$ 在 500nm 具有发射峰,并且从二氯甲烷溶液观察到绿光。

[0414] [实施例 9]

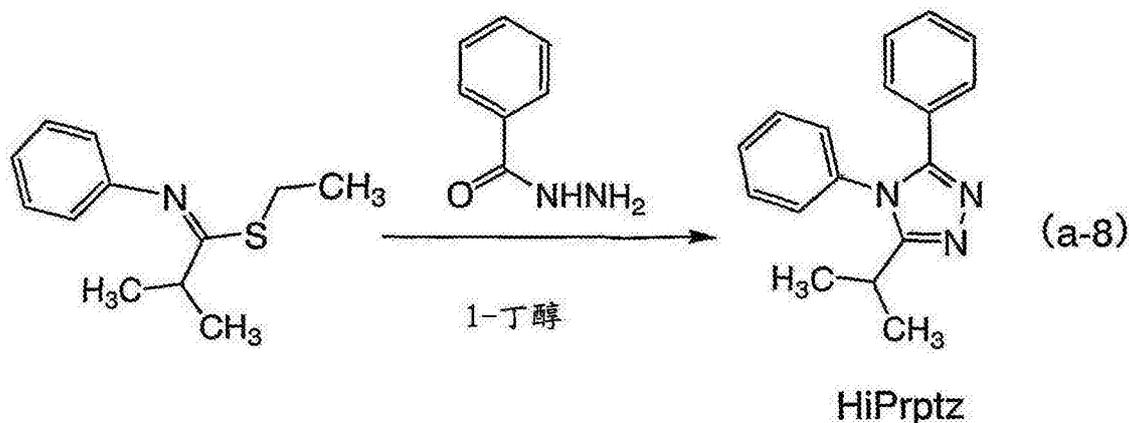
[0415] (合成实施例 6)

[0416] 在实施例 9 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (102) 表示的有机金属配合物三 (5- 异丙基 -3,4- 二苯基 -4H-1,2,4- 三唑合) 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$) 的合成实施例。

[0417] < 步骤 1 :3- 异丙基 -4,5- 二苯基 -4H-1,2,4- 三唑 (缩写: HiPrptz) 的合成 >

[0418] 首先,将 6.1g N-[1-(乙基硫烷基)异丁叉基]苯胺、3.4g 苯甲酰肼和 30mL 1-丁醇装入 200mL 回收烧瓶,并在 130°C 下加热和搅拌 7 小时以便反应。在反应后,在减压下蒸馏出 1-丁醇而获得油质物质。通过硅胶柱层析纯化这种油质物质。作为展开溶剂,首先使用二氯甲烷,然后使用乙酸乙酯。浓缩所得的级分而获得白色固体。从乙醇和己烷的混合溶剂使获得的固体再结晶,以致制备 1.6g 3- 异丙基 -4,5- 二苯基 -4H-1,2,4- 三唑,为白色固体,具有 24% 的收率。步骤 1 的合成流程由 (a-8) 所示。

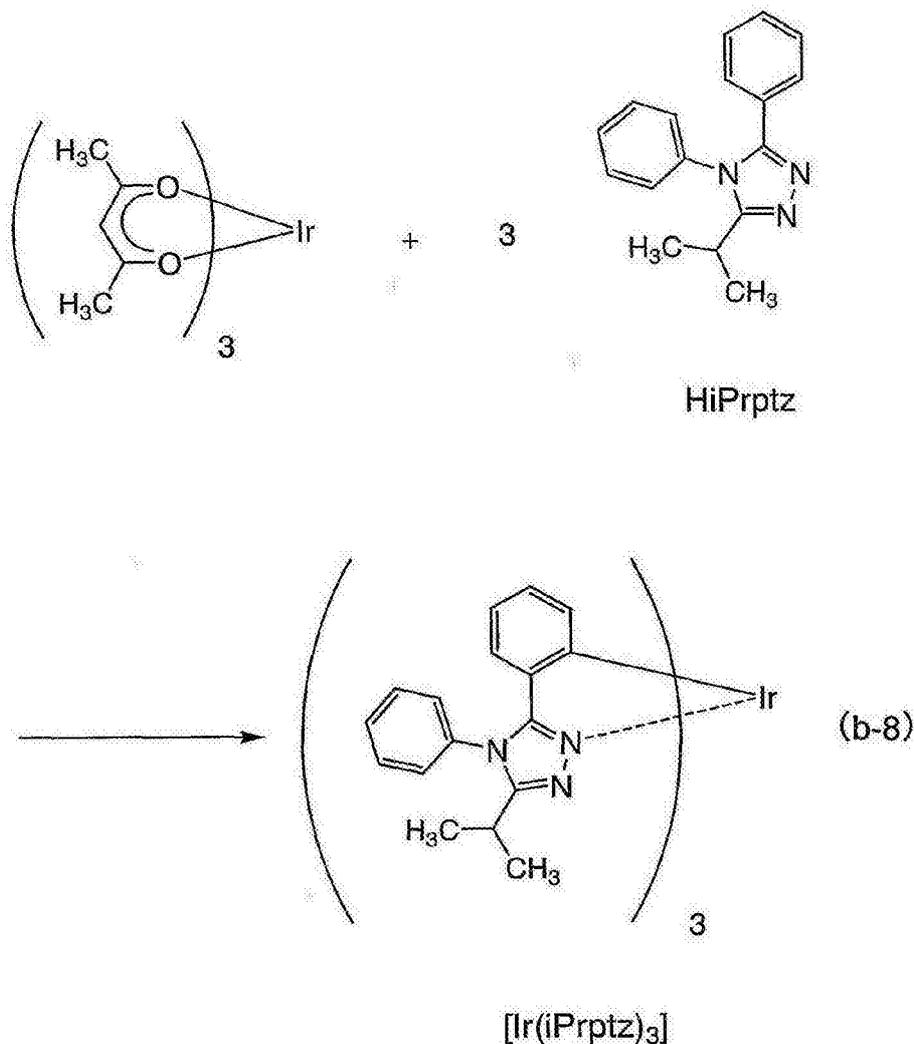
[0419]



[0420] < 步骤 2 :三 (5- 异丙基 -3,4- 二苯基 -4H-1,2,4- 三唑合) 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$) 的合成 >

[0421] 接下来,将 1.56g 上述步骤 1 中制备的配体 HiPrptz 和 0.58g 三 (乙酰丙酮合) 铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 220°C 下加热该混合物 45 小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。此外,蒸馏出所得级分的溶剂并用二氯甲烷和乙醇的混合溶剂进行再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ (黄色粉末,收率:41%)。步骤 2 的合成流程由 (b-8) 所示。如上所述,实施例 9 的目标化合物具有有利的收率。

[0422]



[0423] 上述步骤 2 中制备的黄色粉末的通过核磁共振谱 ($^1\text{H-NMR}$) 的分析结果显示如下。 $^1\text{H-NMR}$ 谱图示于图 31 中。从结果发现在合成实施例 6 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (102) 表示的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 。

[0424] $^1\text{H-NMR}$. δ (CDCl_3): 1. 23 (dt, 24H), 2. 74–2. 83 (m, 3H), 6. 25 (d, 3H), 6. 47 (t, 3H), 6. 78 (t, 3H), 6. 87 (br, 3H), 7. 34–7. 37 (m, 3H), 7. 44–7. 48 (m, 3H), 7. 54–7. 61 (m, 9H)。

[0425] 用高真空差示型差热分析天平 (由 Bruker AXS K. K. 制造的 TG-DTA2410SA) 测量作为本发明一个实施方式的所制备的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 的升华温度。真空度是 $1 \times 10^3 \text{Pa}$ 并且温度提高速率是 $10^\circ\text{C}/\text{min}$, 并且提高含 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 的样品的温度, 由此在 287°C 观察到重量减小 5%。从结果发现 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 具有有利的升华性能。

[0426] 接下来, 测量 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的紫外线 - 可见光吸收光谱 (下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线 - 可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.097mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.097mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 32 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 32 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 32 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷

溶液 (0.097mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0427] 如图 32 所示,作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 在 498nm 具有发射峰,并且从二氯甲烷溶液观察到绿光。

[0428] [实施例 10]

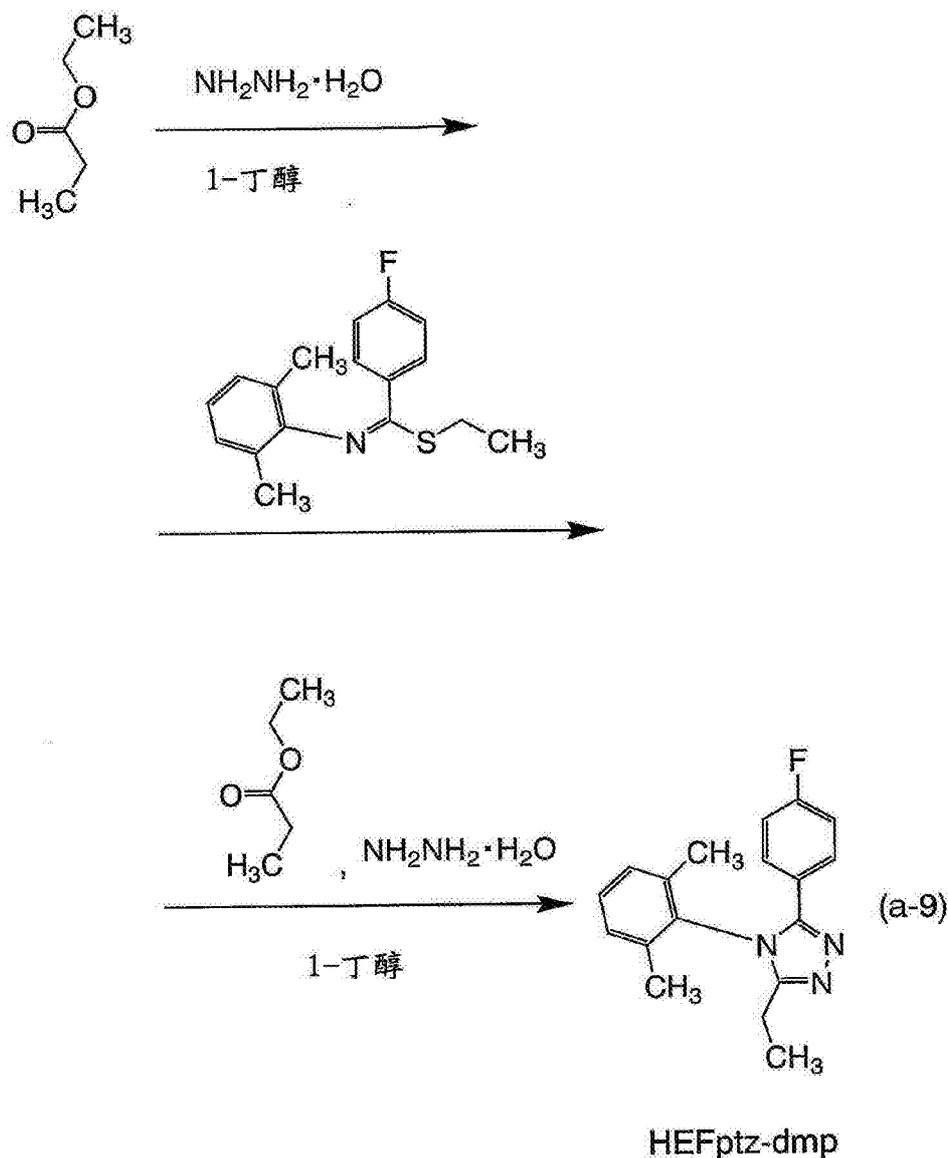
[0429] (合成实施例 7)

[0430] 在实施例 10 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (145) 表示的有机金属配合物三 [4-(2,6-二甲基苯基)-5-乙基-3-(4-氟苯基)-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{EFptz-dmp})_3]$) 的合成实施例。

[0431] < 步骤 1 :4-(2,6-二甲基苯基)-3-乙基-5-(4-氟苯基)-4H-1,2,4-三唑 (缩写: HEFptz-dmp) 的合成 >

[0432] 首先,将 1.80g 丙酸乙酯、10mL 1-丁醇和 0.88g 肼一水合物 ($\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 装入 100mL 三颈烧瓶,并在 80℃ 下加热和搅拌 5 小时以便反应。然后,将 5.0g N-[(乙基硫烷基)(4-氟苯基)甲叉基]-2,6-二甲基苯胺添加到这种混合溶液中,并在 130℃ 下加热和搅拌 22 小时以便反应。此外,将通过在 80℃ 下加热和搅拌 0.90g 丙酸乙酯、5mL 1-丁醇和 0.44g 肼一水合物 3 小时以便反应而获得的溶液添加到上述混合溶液中,并在 130℃ 下加热和搅拌该混合溶液 8 小时以便反应。在反应后,在减压下蒸馏出 1-丁醇。通过硅胶柱层析纯化所得的残余物。使用乙酸乙酯作为展开溶剂。浓缩所得的级分而获得固体。从甲苯和己烷的混合溶剂使这种固体再结晶,以致制备 4-(2,6-二甲基苯基)-3-乙基-5-(4-氟苯基)-4H-1,2,4-三唑 (缩写: HEFptz-dmp) (白色固体,收率:11%)。步骤 1 的合成流程由 (a-9) 所示。

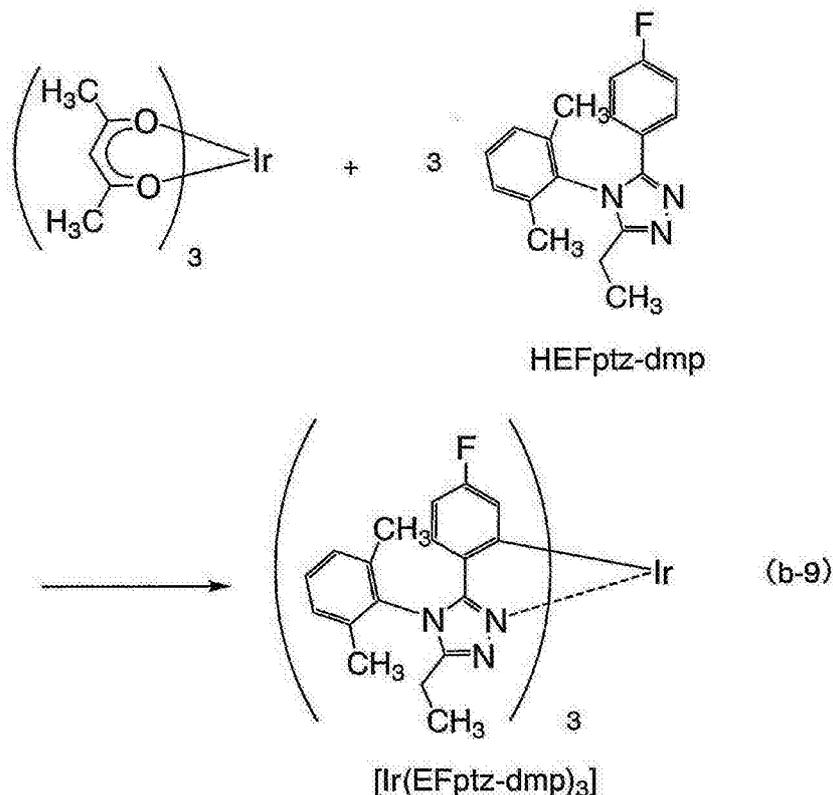
[0433]



[0434] <步骤2:三[4-(2,6-二甲基苯基)-5-乙基-3-(4-氟苯基)-4H-1,2,4-三唑合]铱(III)(缩写:[Ir(EFptz-dmp)₃])的合成>

[0435] 接下来,将 1.35g 上述步骤 1 中制备的配体 HEFptz-dmp 和 0.43g 三(乙酰丙酮合)铱(III)装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 250℃ 下加热该混合物 41 小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。蒸馏出所得的级分的溶剂,并将残余物溶解在乙酸乙酯中,然后经过 Celite 和氧化铝进行抽吸过滤。浓缩所得的滤液而获得固体。此外,从乙酸乙酯使这种固体再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(EFptz-dmp)₃](淡黄色粉末,收率:5%)。步骤 2 的合成流程由 (b-9) 所示。

[0436]



[0437] 上述步骤 2 中制备的淡黄色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图 33 中。从结果发现在合成实施例 7 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (145) 表示的有机金属配合物 [Ir(EFptz-dmp)₃]。

[0438] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 1.17 (t, 9H), 1.90 (s, 9H), 2.11 (s, 9H), 2.24-2.49 (m, 6H), 6.18-6.28 (m, 6H), 6.46 (dd, 3H), 7.28-7.30 (m, 6H), 7.39-7.44 (m, 3H)。

[0439] 接下来, 测量 [Ir(EFptz-dmp)₃] 在二氯甲烷溶液中的紫外线-可见光吸收光谱 (下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.0791mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.0791mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 34 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 34 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 34 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.0791mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0440] 如图 34 所示, 作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(EFptz-dmp)₃] 在 446nm 和 476nm 具有发射峰, 并且从二氯甲烷溶液观察到蓝光。

[0441] [实施例 11]

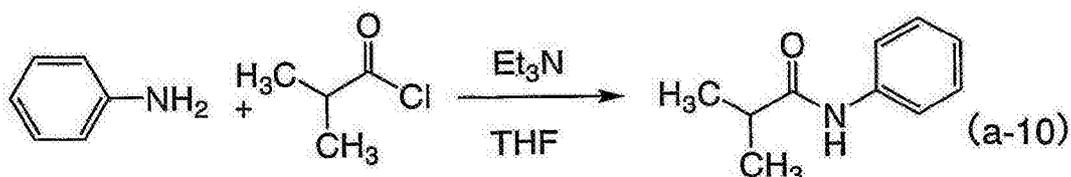
[0442] (合成实施例 8)

[0443] 在实施例 11 中, 特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (124) 表示的有机金属配合物三 [3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写: [Ir(iPrFptz)₃]) 的合成实施例。

[0444] < 步骤 1 :N- 苯基异丁酰胺的合成 >

[0445] 首先,将 26.2g 苯胺、100mL 四氢呋喃 (THF)、56.9g 三乙胺 (Et_3N) 装入 500mL 三颈烧瓶,并混合。然后,在冰中的冷却下,经由 50mL 滴液漏斗将 30g 异丁酰氯和 100mL THF 的混合溶液滴入上述混合溶液中,然后将温度提高到室温并搅拌该溶液 19 小时以便反应。在反应后,让这种混合物经历抽吸过滤而获得滤液。用水,然后用饱和盐水洗涤所得的滤液,并添加无水硫酸镁用于干燥。在干燥后,让该混合物经历重力过滤,并浓缩滤液,以致制备 N- 苯基异丁酰胺 (白色固体,收率 :91%)。步骤 1 的合成流程由 (a-10) 所示。

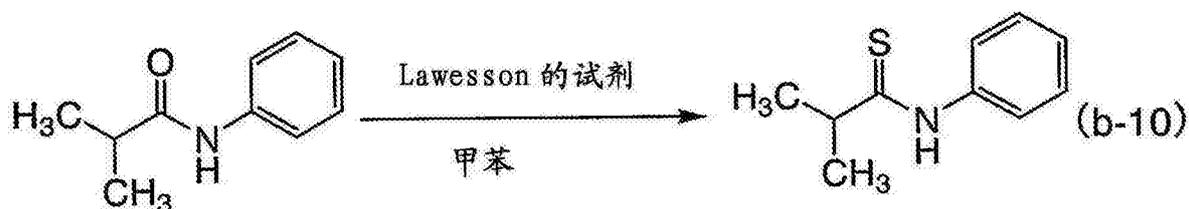
[0446]



[0447] < 步骤 2 :N- 苯基异丁硫酰胺的合成 >

[0448] 接下来,将 15.0g 上述步骤 1 中制备的 N- 苯基异丁酰胺和 120mL 甲苯装入 500mL 三颈烧瓶,将 18.6g 2,4- 双 (4- 甲氧基苯基)-1,3,2,4- 二硫代二磷杂环丁烷-2,4- 二硫化物 (Lawesson 的反应物) 添加到这种混合物中,并在 120℃ 下加热该混合物 10 小时以便反应。在反应后,浓缩该溶液而获得油质物质。通过硅胶柱层析纯化这种油质物质。使用甲苯作为展开溶剂。浓缩所得的级分而获得油质物质。将乙醇添加到这种油质物质中,由此使固体沉淀。让所得的混合物经历抽吸过滤并浓缩滤液,以致制备 N- 苯基异丁硫酰胺 (黄色油质物质,收率 :99%)。步骤 2 的合成流程由 (b-10) 所示。

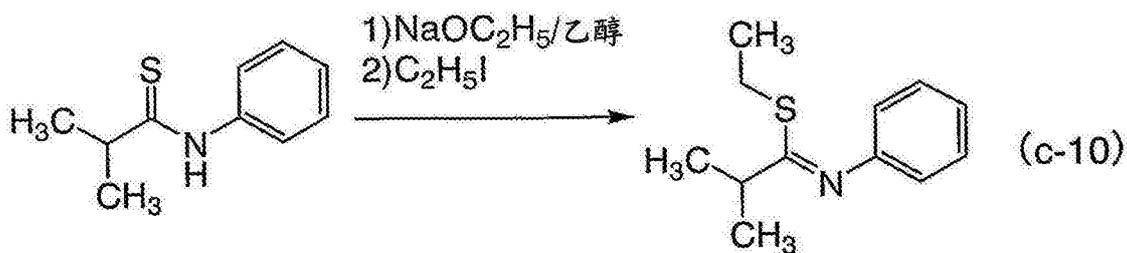
[0449]



[0450] < 步骤 3 :N-[1-(乙基硫烷基) 异丁叉基] 苯胺的合成 >

[0451] 接下来,将 6.19g 乙醇钠和 16.3g 上述步骤 2 中制备的 N- 苯基异丁硫酰胺装入 200mL 三颈烧瓶,添加 50mL 乙醇,并在室温下搅拌该混合物 1 小时以便反应。在反应后,将 7.2mL 乙基碘添加到这种混合物中,并在 60℃ 下加热和搅拌 4 小时以便进一步反应。在反应后,在减压下蒸馏出乙醇而获得棕色油质物质。将这种油质物质溶解在二氯甲烷中,并用水然后碳酸氢钠饱和水溶液洗涤。在洗涤后,将无水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。让这种混合物经历重力过滤,并浓缩所得的滤液,以致制备 N-[1-(乙基硫烷基) 异丁叉基] 苯胺 (棕色油质物质,收率 :88%)。步骤 3 的合成流程由 (c-10) 所示。

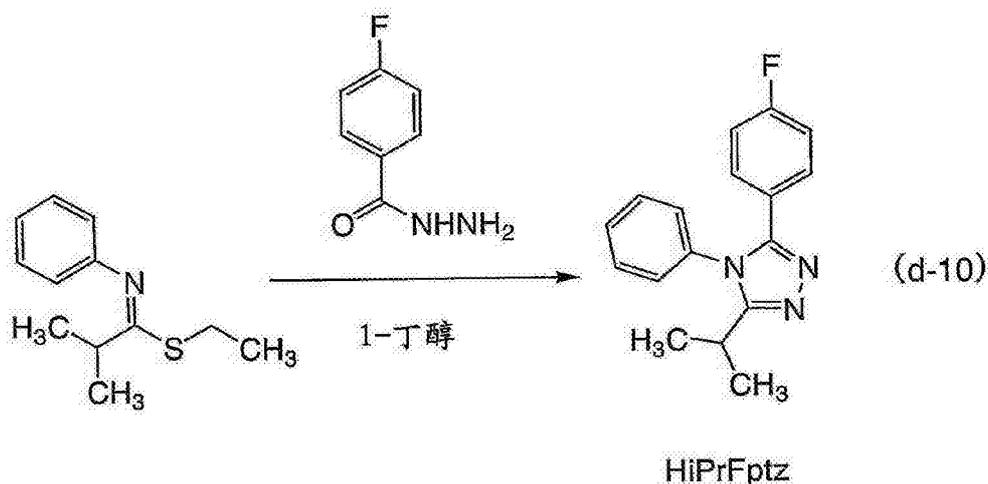
[0452]



[0453] < 步骤 4 : 3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写 : HiPrFptz) 的合成 >

[0454] 接下来, 将 10.0g 上述步骤 3 中制备的 N-[1-(乙基硫烷基)异丁叉基]苯胺、5.0g 4-氟代苯甲酰肼和 20mL 1-丁醇装入 100mL 三颈烧瓶, 并在 130℃ 下加热和搅拌 6 小时以便反应。在反应后, 浓缩该溶液而获得固体。通过硅胶柱层析纯化这种固体。使用甲苯 : 乙酸乙酯 = 3:2 的混合溶剂作为展开溶剂。浓缩所得的级分而获得固体。从甲苯和己烷的混合溶剂使这种固体再结晶, 以致制备 3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写 : HiPrFptz) (白色固体, 收率 : 32%)。步骤 4 的合成流程由 (d-10) 所示。

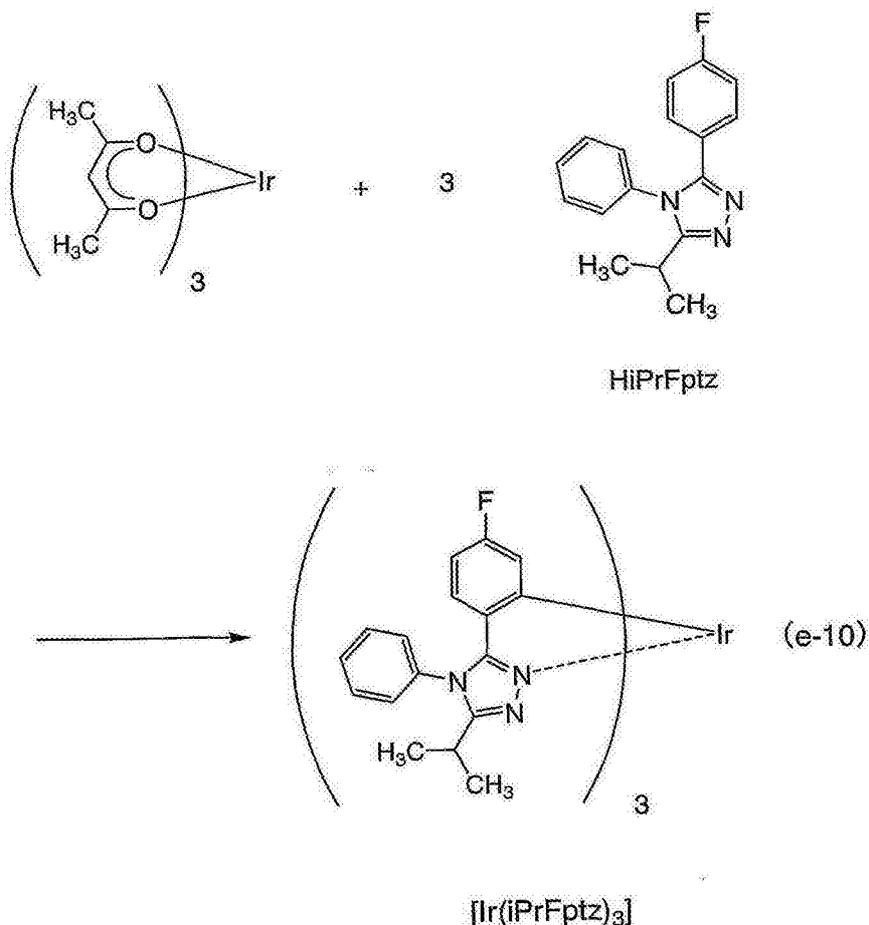
[0455]



[0456] < 步骤 5 : 三 [3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写 : [Ir(iPrFptz)₃]) 的合成 >

[0457] 接下来, 将 4.35g 上述步骤 4 中制备的配体 HiPrFptz 和 1.52g 三(乙酰丙酮合)铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器, 并用氩气替换该反应容器中的空气。然后, 在 250℃ 下加热该混合物 44 小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中, 并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。此外, 蒸馏出所得的级分的溶剂并用甲醇然后己烷洗涤该残余物, 以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(iPrFptz)₃] (淡黄色粉末, 收率 : 63%)。步骤 5 的合成流程由 (e-10) 所示。如上所述, 实施例 11 的目标化合物具有有利的收率。

[0458]



[0459] 上述步骤 5 中制备的淡黄色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图 35 中。从结果发现在合成实施例 8 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (124) 表示的有机金属配合物 [Ir(iPrFptz)₃]。

[0460] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 1.21 (d, 9H), 1.25 (d, 9H), 2.78 (sep, 3H), 6.16-6.28 (m, 4H), 6.58 (dd, 3H), 7.38 (m, 3H), 7.47 (m, 3H), 7.56-7.65 (m, 9H)。

[0461] 接下来, 测量 [Ir(iPrFptz)₃] 在二氯甲烷溶液中的紫外线 - 可见光吸收光谱 (下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线 - 可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.0513mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.308mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 36 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 36 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 36 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.0513mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0462] 如图 36 所示, 作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(iPrFptz)₃] 在 485nm 具有发射峰, 并且从二氯甲烷溶液观察到淡蓝光。

[0463] [实施例 12]

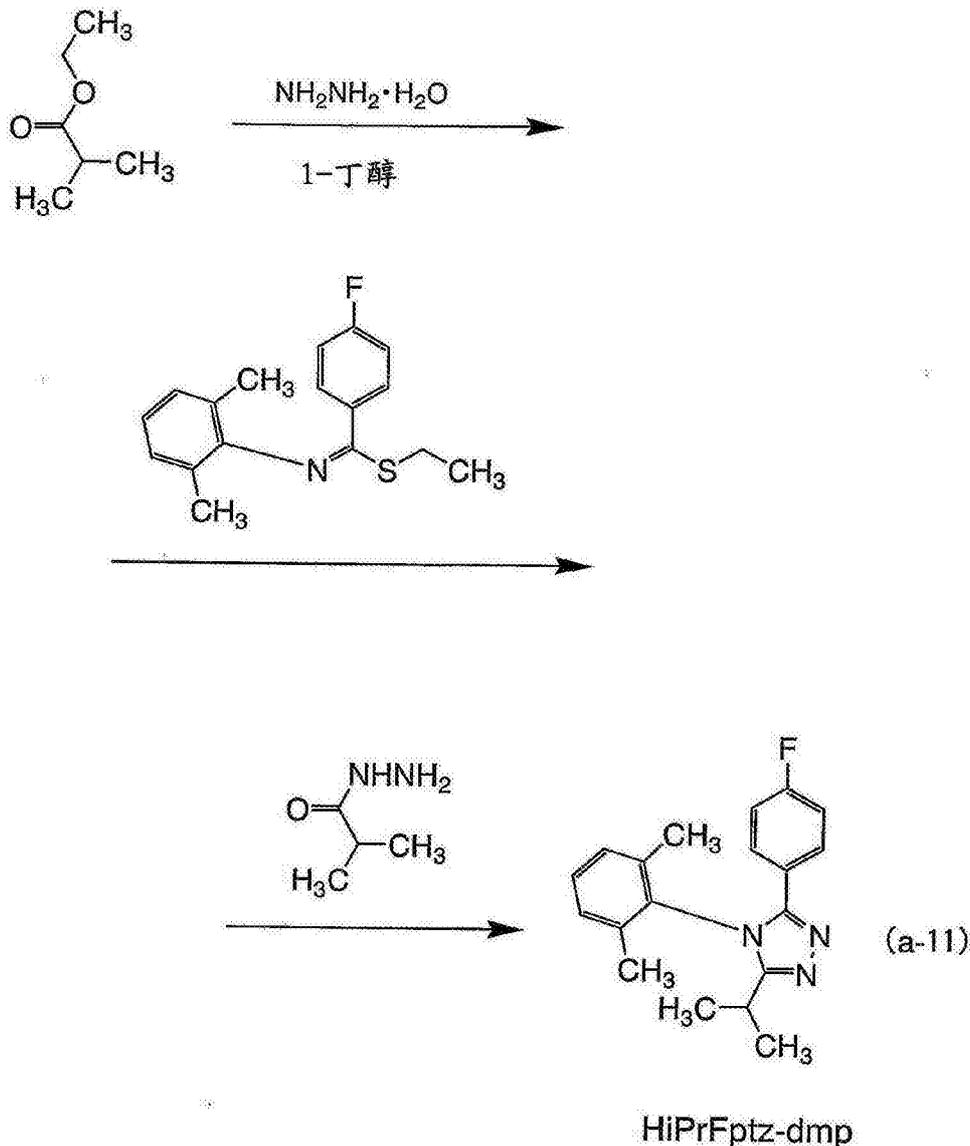
[0464] (合成实施例 9)

[0465] 在实施例 12 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (125) 表示的有机金属配合物三 [4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写:[Ir(iPrFptz-dmp)₃]) 的合成实施例。

[0466] <步骤 1:4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4H-1,2,4-三唑(缩写:HiPrFptz-dmp)的合成>

[0467] 首先,将 2.40g 异丁酸乙酯、10mL 1-丁醇和 1.05g 肼一水合物 (NH₂NH₂·H₂O) 装入 100mL 三颈烧瓶,并在 80℃ 下加热和搅拌 5 小时以便反应。然后,将 5.0g N-[(乙基硫烷基)(4-氟苯基)甲叉基]-2,6-二甲基苯胺添加到这种混合溶液中,并在 130℃ 下加热和搅拌 22 小时以便反应。此外,将 0.96g 异丁酸酐添加到这种混合溶液中,并在 130℃ 下加热和搅拌 15 小时以便反应。在反应后,在减压下蒸馏出 1-丁醇。通过硅胶柱层析纯化所得的残余物。使用乙酸乙酯作为展开溶剂。浓缩所得的级分而获得固体。从甲苯和己烷的混合溶剂使这种固体再结晶,以致制备 4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4H-1,2,4-三唑(缩写:HiPrFptz-dmp)(白色固体,收率:11%)。步骤 1 的合成流程由 (a-11) 所示。

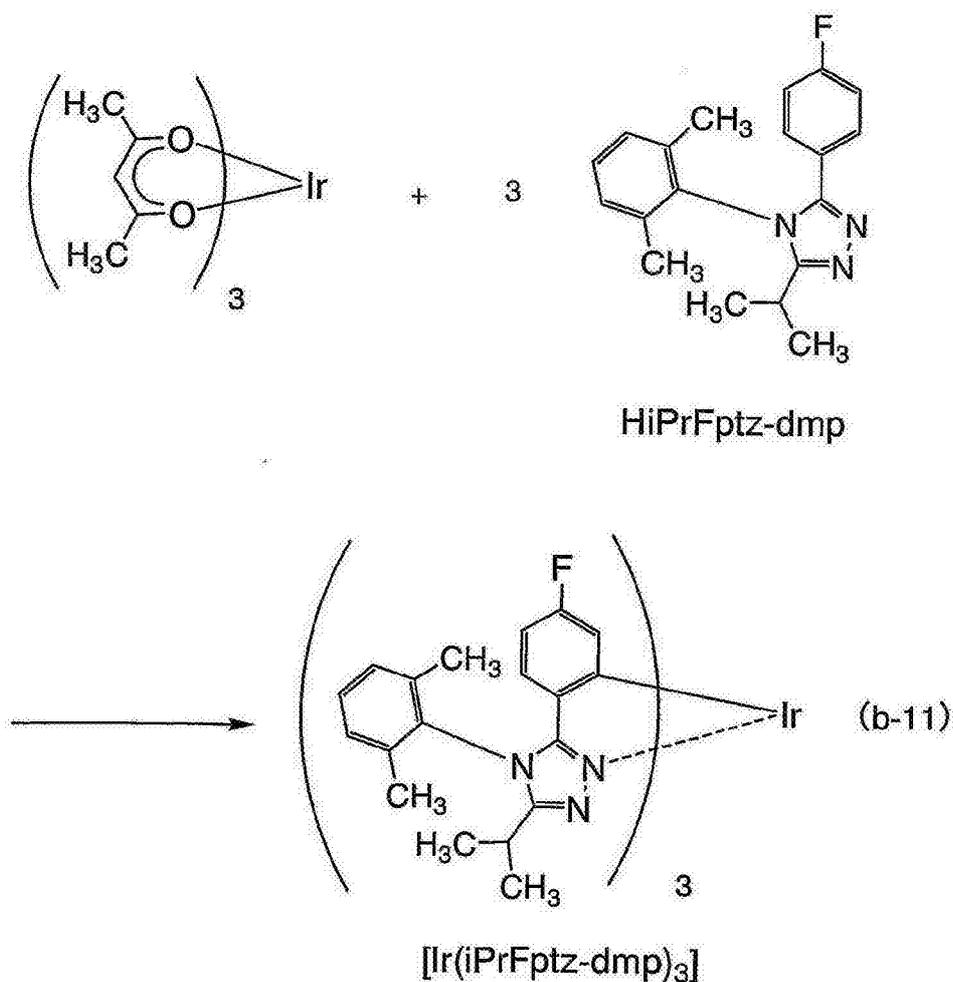
[0468]



[0469] <步骤 2:三 [4-(2, 6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4H-1, 2, 4-三唑合] 铱 (III) (缩写:[Ir(iPrFptz-dmp)₃]) 的合成>

[0470] 接下来,将 1.35g 上述步骤 1 中制备的配体 HiPrFptz-dmp 和 0.43g 三(乙酰丙酮合)铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 250℃ 下加热该混合物 44 小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。蒸馏出所得滤液的溶剂并通过使用二氯甲烷作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。此外,蒸馏出所得的级分的溶剂并从乙酸乙酯使残余物再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(iPrFptz-dmp)₃] (淡黄色粉末,收率:39%)。步骤 2 的合成流程由 (b-11) 所示。如上所述,实施例 12 的目标化合物具有有利的收率。

[0471]



[0472] 上述步骤 2 中制备的淡黄色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图 37 中。从结果发现在合成实施例 9 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (125) 表示的有机金属配合物 [Ir(iPrFptz-dmp)₃]。

[0473] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 1.12 (d, 9H), 1.28 (d, 9H), 1.89 (s, 9H), 2.13 (s, 9H), 2.51-2.60 (m, 3H), 6.14-6.27 (m, 6H), 6.36 (dd, 3H), 7.28-7.31 (m, 6H), 7.40-7.45 (m, 3H)。

[0474] 接下来,测量 [Ir(iPrFptz-dmp)₃] 在二氯甲烷溶液中的紫外线-可见光吸收光谱(下文中,简单地称为吸收光谱)和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计(由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型)在其中二氯甲烷溶液 (0.0738mmol/L)

装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计（由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920）在其中将脱气的二氯甲烷溶液（0.0738mmol/L）装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 38 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长，纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 38 中，显示了两个实线；细线表示吸收光谱，粗线表示发射光谱。应指出，图 38 中的吸收光谱是如下获得的结果：从二氯甲烷溶液（0.0738mmol/L）在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0475] 如图 38 所示，作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz-dmp})_3]$ 在 447nm 和 475nm 具有发射峰，并且从二氯甲烷溶液观察到蓝光。

[0476] [实施例 13]

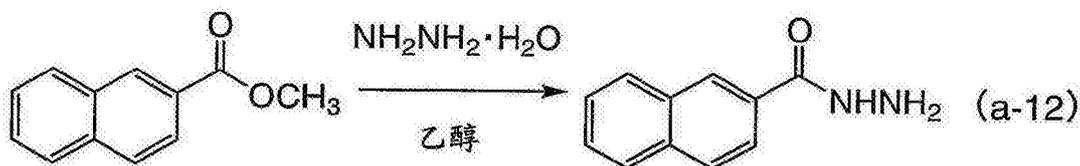
[0477] （合成实施例 10）

[0478] 在实施例 13 中，特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (138) 表示的有机金属配合物三 [5- 甲基 -3-(2- 萘基) -4- 苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑合] 铱 (III) (缩写： $[\text{Ir}(\text{Mntz})_3]$) 的合成实施例。

[0479] < 步骤 1 :2- 萘并酰肼的合成 >

[0480] 首先，将 5.0g 2- 萘甲酸甲酯和 20mL 乙醇装入四颈烧瓶，并搅拌。然后，将 5mL 肼一水合物 ($\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 添加到这种混合物中，并在 80°C 下加热并搅拌 5 小时以便反应。在反应后，将该溶液添加到 100mL 水中，由此使固体沉淀。让所得的悬浮液经历抽吸过滤而获得固体。从氯仿和己烷的混合溶剂使这种固体再结晶，以致以 88% 的收率制备为白色固体的 4.4g 2- 萘并酰肼。步骤 1 的合成流程由 (a-12) 所示。

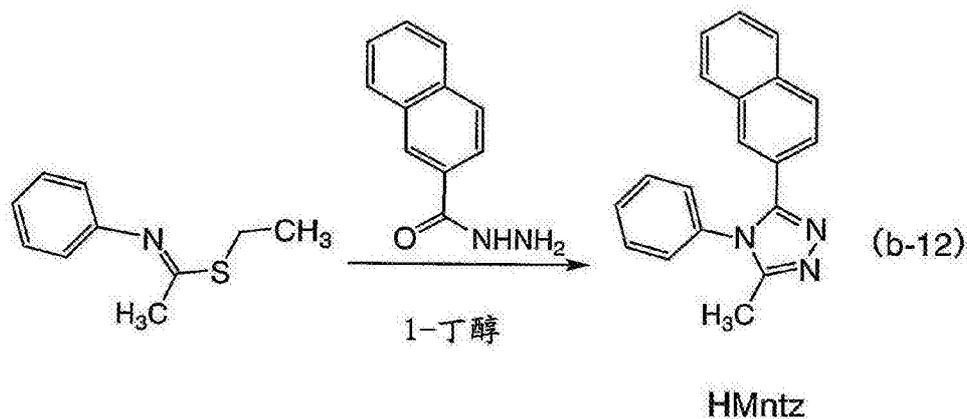
[0481]



[0482] < 步骤 2 :3- 甲基 -5-(2- 萘基) -4- 苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑 (缩写：HMntz) 的合成 >

[0483] 接下来，将 4.0g N-[1-(乙基硫烷基)乙叉基]苯胺、4.1g 上述步骤 1 中制备的 2- 萘并酰肼和 60mL 1- 丁醇装入 100mL 三颈烧瓶，并在 120°C 下加热和搅拌 15 小时以便反应。在反应后，蒸馏出 1- 丁醇而获得棕色油质物质。通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析纯化这种油质物质，以致以 21% 的收率制备为白色固体的 1.3g 3- 甲基 -5-(2- 萘基) -4- 苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑 (缩写：HMntz)。步骤 2 的合成流程由 (b-12) 所示。

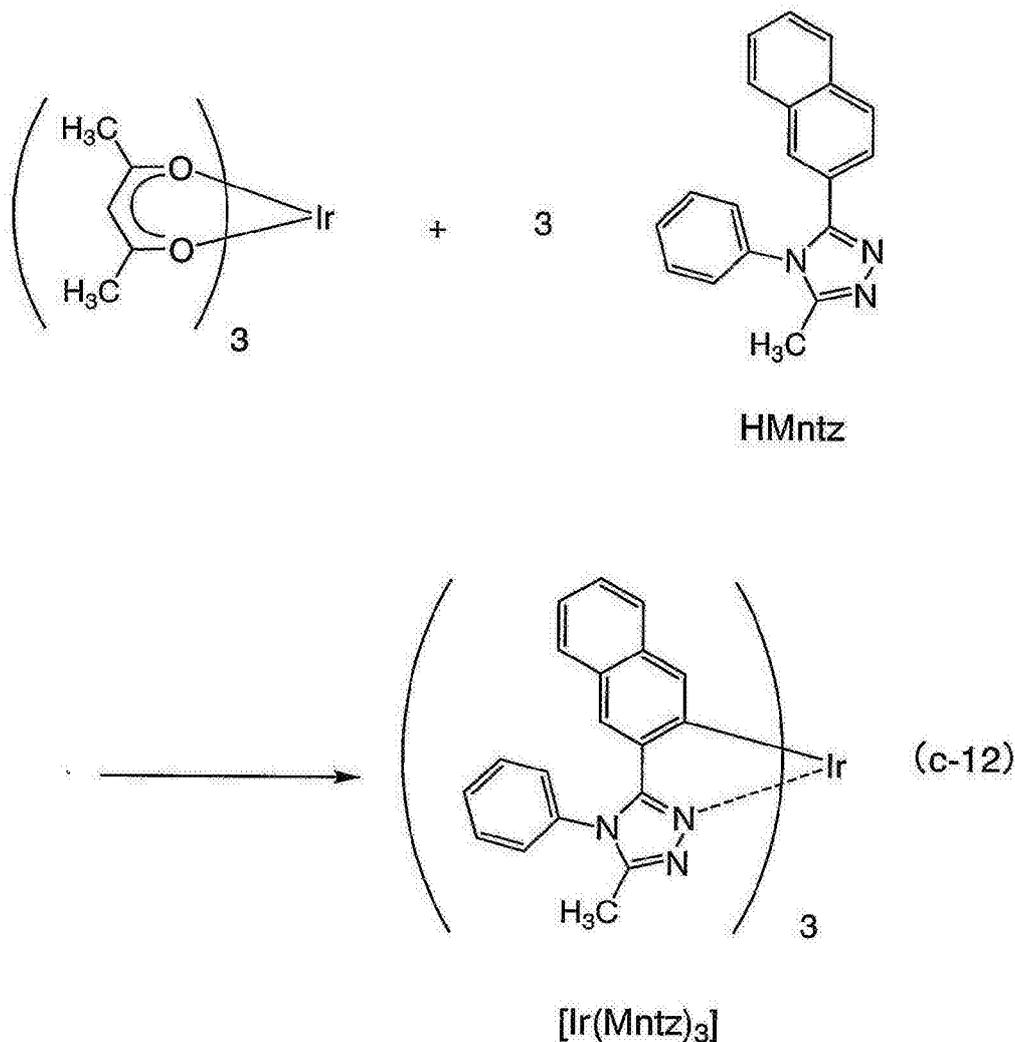
[0484]



[0485] < 步骤 3 : 三 [5- 甲基 -3-(2-萘基)-4- 苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑合] 铱 (III) (缩写 : $[\text{Ir}(\text{Mntz})_3]$) 的合成 >

[0486] 接下来, 将 1.35g 上述步骤 2 中制备的配体 HMntz 和 0.46g 三 (乙酰丙酮合) 铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器, 并用氩气替换该反应容器中的空气。然后, 在 245°C 下加热该混合物 45 小时以便反应。在用二氯甲烷洗涤该反应物后, 借助于索氏萃取器从丙酮溶剂萃取它。浓缩和干燥该萃取物而获得残余物。从二氯甲烷和甲醇的混合溶剂使该残余物再结晶, 以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{Mntz})_3]$ (赭色粉末, 收率 : 9%)。步骤 3 的合成流程由 (c-12) 所示。

[0487]



[0488] 上述步骤 3 中制备的赭色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图 39 中。从结果发现在合成实施例 10 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (138) 表示的有机金属配合物 [Ir(Mntz)₃]。

[0489] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 2.21 (s, 9H), 6.86 (s, 3H), 7.04 (t, 3H), 7.12 (dt, 3H), 7.21-7.29 (m, 9H), 7.38 (d, 3H), 7.58-7.68 (m, 12H)。

[0490] 接下来, 测量 [Ir(Mntz)₃] 在二氯甲烷溶液中的紫外线 - 可见光吸收光谱 (下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线 - 可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.0644mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.387mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 40 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 40 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 40 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.0644mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0491] 如图 40 所示, 作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(Mntz)₃] 在 532nm 和 573nm 具有发射峰, 并且从二氯甲烷溶液观察到黄 - 绿光。

[0492] [实施例 14]

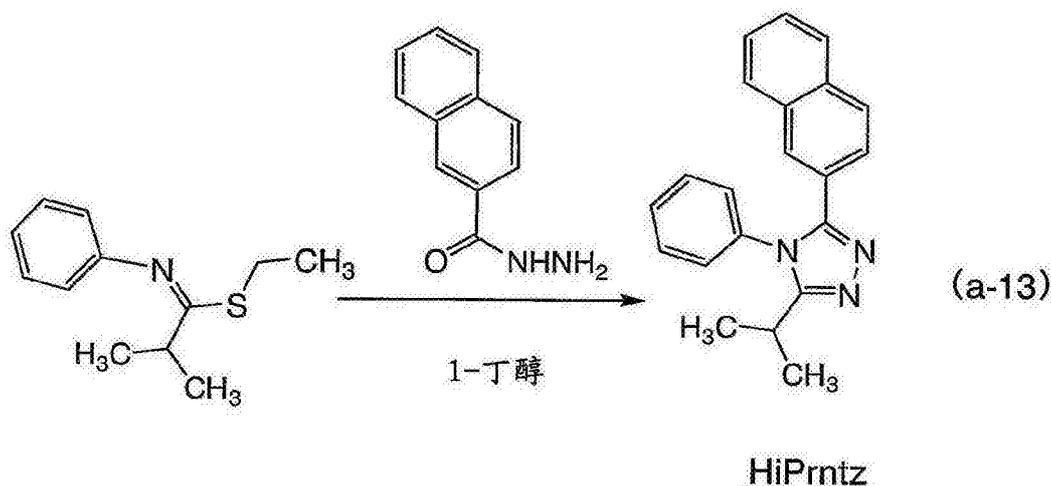
[0493] (合成实施例 11)

[0494] 在实施例 14 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (150) 表示的有机金属配合物三 [5-异丙基-3-(2-萘基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写:[Ir(iPrntz)₃]) 的合成实施例。

[0495] <步骤 1:3-异丙基-5-(2-萘基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑(缩写:HiPrntz)的合成>

[0496] 首先,将 5.7g N-[1-(乙基硫烷基)异丁叉基]苯胺、4.4g 2-萘并酰肼和 40mL 1-丁醇装入 100mL 三颈烧瓶,并在 120℃ 下加热和搅拌 20 小时以便反应。在反应后,蒸馏出 1-丁醇而获得棕色油质物质。将甲苯添加到这种油质物质中,由此使固体沉淀,然后过滤而获得固体。从甲苯使所得的固体再结晶,以致以收率 37% 制备为白色固体的 2.7g 3-异丙基-5-(2-萘基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑(缩写:HiPrntz)。步骤 1 的合成流程由 (a-13) 所示。如上所述,实施例 14 的目标化合物具有有利的收率。

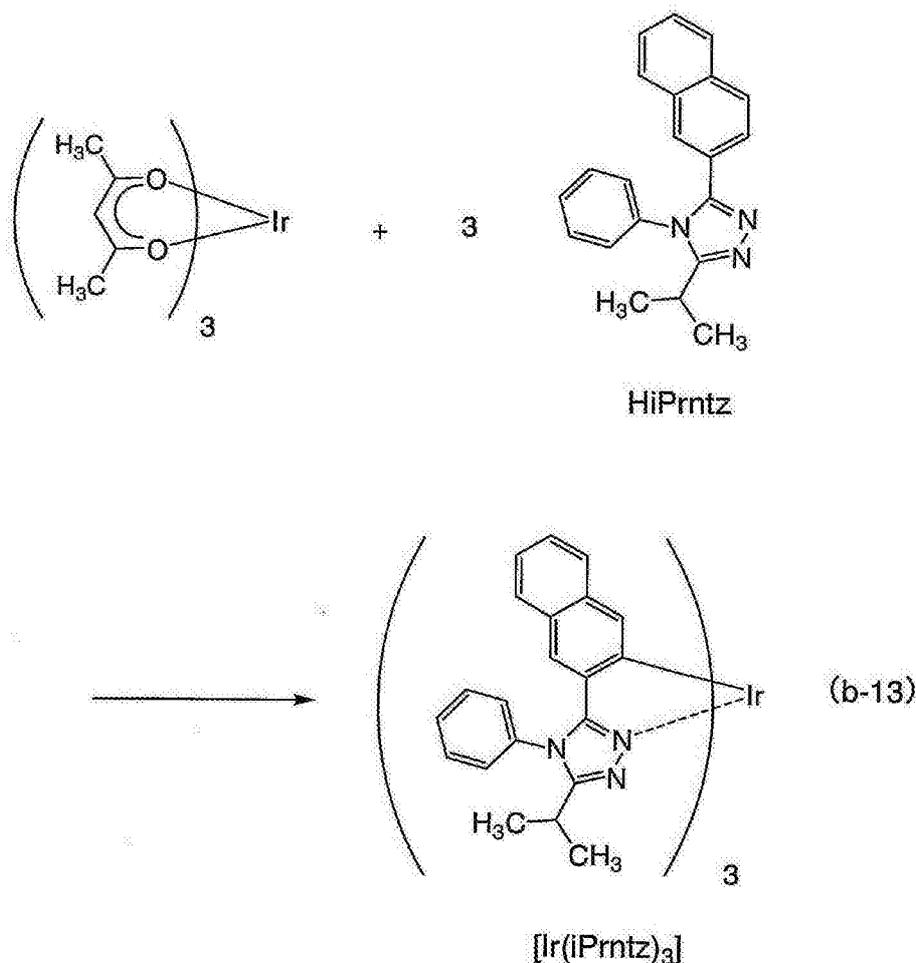
[0497]



[0498] <步骤 2:三 [5-异丙基-3-(2-萘基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写:[Ir(iPrntz)₃]) 的合成>

[0499] 接下来,将 1.56g 上述步骤 1 中制备的配体 HiPrntz 和 0.49g 三(乙酰丙酮合)铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 250℃ 下加热该混合物 47 小时以便反应。将该反应物溶解在二氯甲烷中,然后过滤。浓缩和干燥所得的滤液,并通过使用乙酸乙酯作为展开溶剂的硅胶柱层析纯化两次,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(iPrntz)₃] (黄色粉末,收率:23%)。步骤 2 的合成流程由 (b-13) 所示。

[0500]



[0501] 上述步骤 2 中制备的黄色粉末的通过核磁共振谱 ($^1\text{H-NMR}$) 的分析结果显示如下。 $^1\text{H-NMR}$ 谱图示于图 41 中。从结果发现在合成实施例 11 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (150) 表示的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPrntz})_3]$ 。

[0502] $^1\text{H-NMR}$. δ (CDCl_3): 1.20 (d, 9H), 1.28 (d, 9H), 2.81 (sep, 3H), 6.71 (s, 3H), 7.03 (t, 3H), 7.11 (dt, 3H), 7.19 (d, 3H), 7.30 (d, 3H), 7.39 (m, 6H), 7.56 (m, 3H), 7.61–7.68 (m, 9H)。

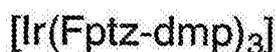
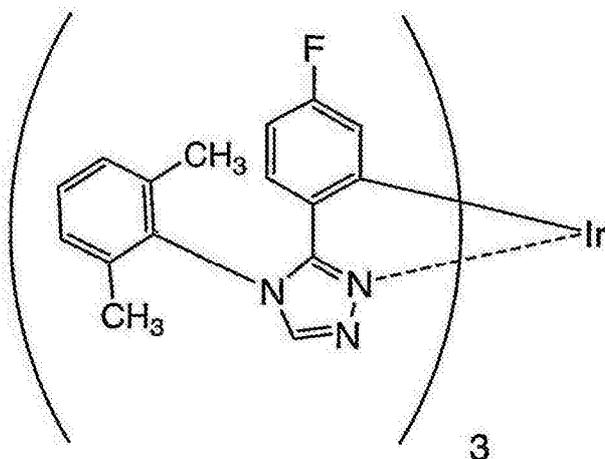
[0503] 接下来, 测量 $[\text{Ir}(\text{iPrntz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的紫外线 - 可见光吸收光谱 (下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线 - 可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.0874 mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.495 mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 42 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 42 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 42 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.0874 mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0504] 如图 42 所示, 作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPrntz})_3]$ 在 535nm 和 575nm 具有发射峰, 并且从二氯甲烷溶液观察到黄 - 绿光。

[0505] (对比实施例 3)

[0506] 在对比实施例 3 中,特别描述由以下结构式表示的三 [4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写:[Ir(Fptz-dmp)₃]) 的合成实施例。

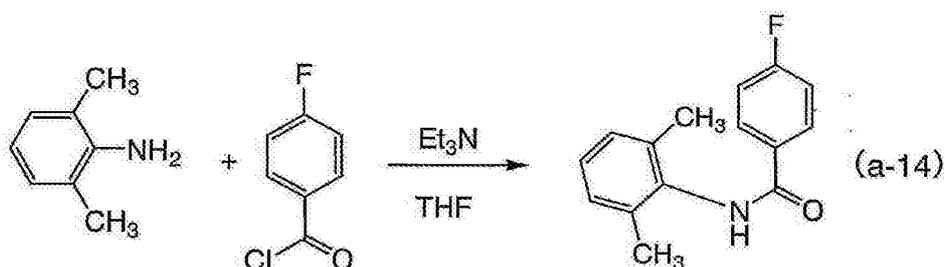
[0507]



[0508] < 步骤 1 :N-(2,6-二甲基苯基)-4-氟苯甲酰胺的合成 >

[0509] 首先,将 18.7g 二甲基苯胺、15.6g 三乙胺和 150mL 四氢呋喃 (THF) 装入 500mL 三颈烧瓶,并搅拌以便混合。在冰中将这种混合溶液冷却,并滴落 24.6g 4-氟苯甲酰氯和 50mL THF 的混合溶液以便混合。将该反应溶液的温度提高到室温,并在室温下搅拌该溶液 2 小时以便反应。在反应后,将这种混合物溶解在氯仿中,并用水然后饱和碳酸氢钠水溶液洗涤。在洗涤后,将脱水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。在干燥后,让该混合物经历重力过滤,并浓缩滤液而获得固体。用己烷洗涤这种固体,以致以 100% 的收率制备为白色固体的 38g N-(2,6-二甲基苯基)-4-氟苯甲酰胺。步骤 1 的合成流程由 (a-14) 所示。

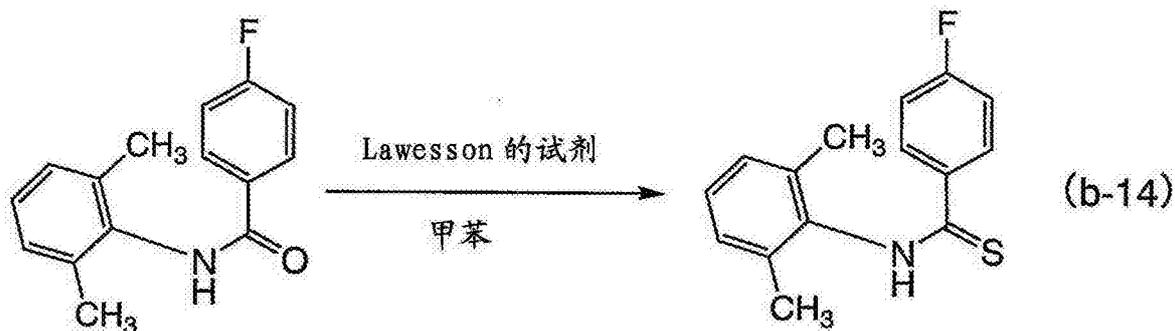
[0510]



[0511] < 步骤 2 :N-(2,6-二甲基苯基)-4-氟代苯甲硫酰胺的合成 >

[0512] 接下来,将 38g 上述步骤 1 中制备的 N-(2,6-二甲基苯基)-4-氟苯甲酰胺和 150mL 甲苯装入 500mL 三颈烧瓶,将 30g 2,4-双(4-甲氧基苯基)-1,3,2,4-二硫代二磷杂环丁烷-2,4-二硫化物 (Lawesson 的反应物) 添加到这种混合物中,并在 130℃ 下加热和搅拌该混合物 3 小时以便反应。在反应后,将该溶液浓缩,由此使黄色固体沉淀。让所得的悬浮液经历抽吸过滤,并用甲苯洗涤所得的固体,以致以 72% 的收率制备为黄色固体的 29g N-(2,6-二甲基苯基)-4-氟代苯甲硫酰胺。步骤 2 的合成流程由 (b-14) 所示。

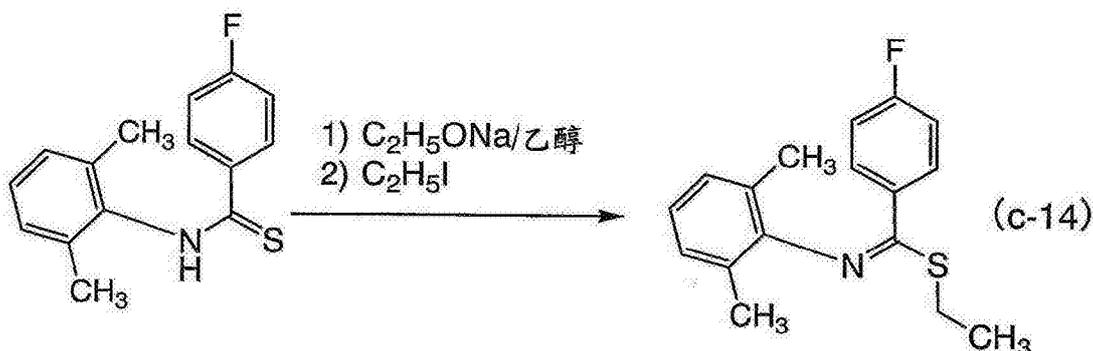
[0513]



[0514] < 步骤 3 :N-[(乙基硫烷基)(4-氟苯基)甲叉基]-2,6-二甲基苯胺的合成 >

[0515] 接下来,将 4.0g 乙醇钠和 1.6g 上述步骤 2 中制备的 N-(2,6-二甲基苯基)-4-氟代苯甲硫酰胺装入 200mL 三颈烧瓶。然后,将 50mL 乙醇添加到这种混合物中,并在室温下搅拌 1 小时以便反应。然后,将 1.0mL 乙基碘添加到这种混合物中,并在 60°C 下加热和搅拌 5 小时以便反应。在反应后,蒸馏出乙醇而获得棕色油质物质。将这种油质物质溶解在二氯甲烷中,并用水然后用碳酸氢钠饱和水溶液洗涤。在洗涤后,将无水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。在干燥后,让该混合物经历重力过滤,并浓缩所得的滤液,以致以 110% 的粗收率制备 18g N-[(乙基硫烷基)(4-氟苯基)甲叉基]-2,6-二甲基苯胺。步骤 3 的合成流程由 (c-14) 所示。

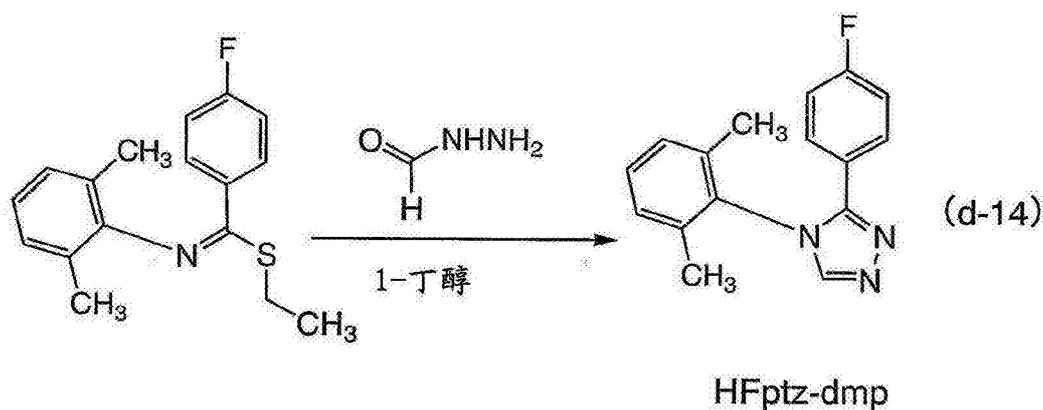
[0516]



[0517] < 步骤 4 :4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-4H-1,2,4-三唑 (缩写: HFptz-dmp) 的合成 >

[0518] 接下来,将 16g 上述步骤 3 中制备的乙基 N-[(乙基硫烷基)(4-氟苯基)甲叉基]-2,6-二甲基苯胺、3.5g 甲酰肼和 40mL 1-丁醇装入 200mL 回收烧瓶,并在 120°C 下加热和搅拌 22 小时以便反应。在反应后,蒸馏出 1-丁醇而获得棕色油质物质。通过硅胶柱层析纯化这种油质物质。作为展开溶剂,首先使用甲苯,然后使用甲苯:乙酸乙酯=1:1 的混合溶剂。浓缩产物级分而获得白色固体。此外,从乙酸乙酯和己烷的混合溶剂使该固体再结晶,以致以 20% 的收率制备为白色固体的 3.0g 4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-4H-1,2,4-三唑 (缩写: HFptz-dmp)。步骤 4 的合成流程由 (d-14) 所示。

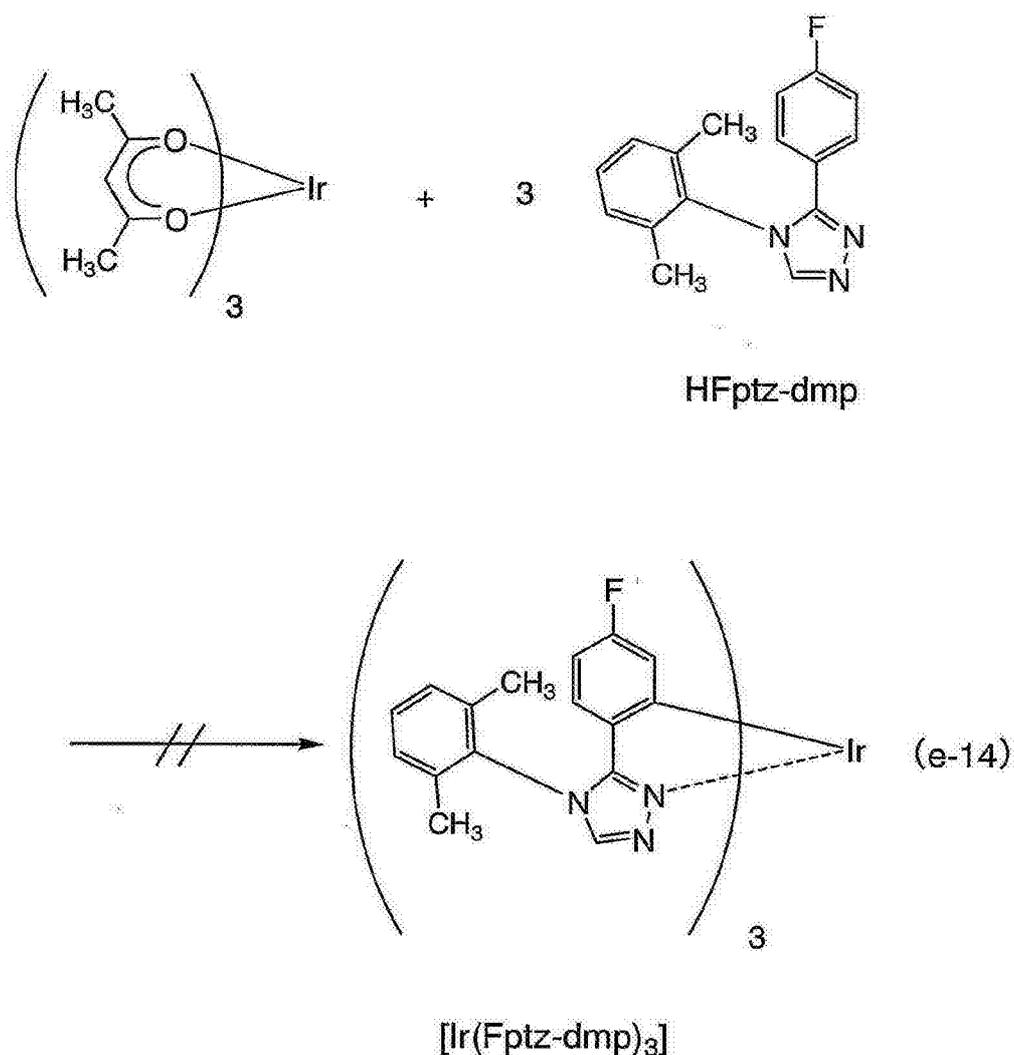
[0519]



[0520] <步骤5:三[4-(2,6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-4H-1,2,4-三唑合]铱(III) (缩写:[Ir(Fptz-dmp)₃])的合成>

[0521] 接下来,将 1.16g 上述步骤4中制备的配体 HFptz-dmp 和 0.42g 三(乙酰丙酮合)铱(III)装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 250℃下加热该混合物 37 小时以便反应。将反应物溶解在二氯甲烷中,并过滤溶液。虽然尝试所得的滤液的纯化,但是没有制备目的铱配合物。步骤5的合成流程由(e-14)所示。

[0522]



[0523] 如对比实施例3所述,[Ir(Fptz-dmp)₃]的合成是困难的。因此,发现与合成实

施例 1-11 中描述的它们中每一个是本发明一个实施方式的有机金属配合物相比较,其中与三唑环的第五位键合的取代基是氢的物质具有极其低收率或不能合成。即,可能抑制作为本发明一个实施方式的有机金属配合物的合成中的分解反应;因此,合成收率与 $[\text{Ir}(\text{Fptz-dmp})_3]$ 相比得到显著改进。

[0524] [实施例 15]

[0525] 描述它们中每一个包括作为本发明一个实施方式的有机金属配合物的发光元件的制造方法和元件特征的测量结果。

[0526] 在实施例 15 中制造的发光元件 4-6 和发光元件 10 的元件结构在图 43 中示出。发光元件 4-6 和发光元件 10 中的每一个包括基材 1100、在其上形成的第一电极 1101 和在第一电极 1101 上形成的第二电极 1102,在第二电极和第一电极之间插入了包括多个层的堆叠体的 EL 层 1103。实施例 15 的发光元件 4-6 和发光元件 10 的 EL 层 1103 具有其中依次堆叠了空穴注入层 1111、空穴传输层 1112、发光层 1113、电子传输层 1114 和电子注入层 1115 的结构。

[0527] 制造的发光元件的详细结构示于表 2 中。应指出,使用本发明一个实施方式的有机金属配合物作为发光元件 4-6 和发光元件 10 中的每一个中的发光材料形成发光层 1113。

[0528] [表 2]

[0529]

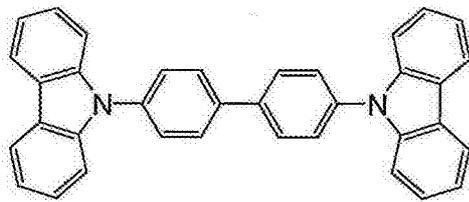
	第一电极	空穴注入层	空穴传输层	发光层	
发光元件 4 (101)	ITSO	CBP: MoO _x (=2:1)	mCP	mCP: [Ir (Prptz) ₃] (=1:0.08)	mDBTBIm-II: [Ir (Prptz) ₃] (=1:0.08)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm	10 nm
发光元件 5 (102)	ITSO	CBP: MoO _x (=2:1)	mCP	mCP: [Ir (iPrptz) ₃] (=1:0.08)	mDBTBIm-II: [Ir (iPrptz) ₃] (=1:0.08)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm	10 nm
发光元件 6 (124)	ITSO	CBP: MoO _x (=2:1)	mCP	mCP: [Ir (iPrFptz) ₃] (=1:0.08)	mDBTBIm-II: [Ir (iPrFptz) ₃] (=1:0.08)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm	10 nm
发光元件 10 (100)	ITSO	CBP: MoO _x (=2:1)	mCP	mCP: [Ir (Mptz) ₃] (=1:0.08)	mDBTBIm-II: [Ir (Mptz) ₃] (=1:0.08)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm	10 nm

[0530]

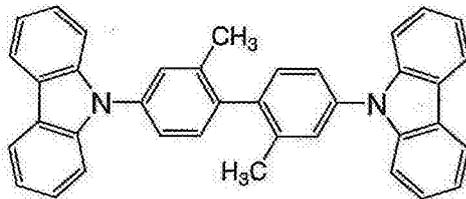
	电子传输层	电子注入层	第二电极
发光元件 4 (101)	BPhen	LiF	Al
	15 nm	1nm	200 nm
发光元件 5 (102)	BPhen	LiF	Al
	15 nm	1nm	200 nm
发光元件 6 (124)	BPhen	LiF	Al
	15 nm	1nm	200 nm
发光元件 10 (100)	BPhen	LiF	Al
	15 nm	1nm	200 nm

[0531] 用于实施例 15 的有机化合物的部分的结构式显示如下。

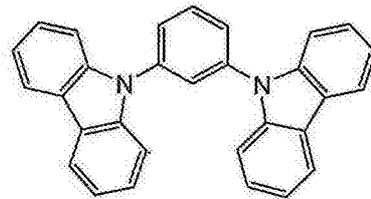
[0532]



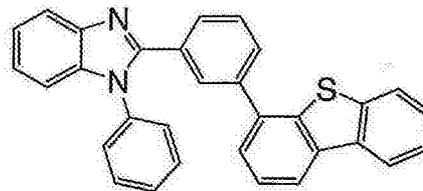
CBP



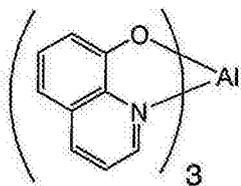
dmCBP



mCP



mDBTBIm-II



Alq₃

[0533] (发光元件 4 的制造)

[0534] 接下来,描述制造发光元件 4 的方法。应指出,发光元件 4 的发光层含有作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 的结构式 (101) 表示的有机金属配合物三(3,4-二苯基-5-丙基-4H-1,2,4-三唑合)铱(III)(缩写:[Ir(Prptz)₃])作为发光材料。

[0535] 首先,在玻璃基材 1100 上通过溅射法沉积含氧化硅的氧化铟锡(缩写:ITSO),以致形成作为阳极发挥作用的的第一电极 1101。第一电极 1101 的厚度是 110nm,电极面积是

2mm×2mm。

[0536] 接下来,将其上形成了第一电极 1101 的玻璃基材 1100 固定到提供在真空蒸发设备中的基材支架上以致其上形成了第一电极 1101 的侧向下,并将压力降低到大约 10^{-4} Pa。

[0537] 接下来,在第一电极 1101 上形成空穴注入层 1111。然后,使用通过 4,4'-二(N-咔唑基)联苯(缩写:CBP)和氧化钼(VI)的共蒸发形成的含有机化合物和无机化合物的复合材料的层形成空穴注入层 1111。含复合材料的层的厚度是 50nm,并且将 CBP 和氧化钼的重量比调节到 2:1(=CBP:氧化钼)。应指出,共蒸发法是指其中在一个处理室中同时使用多个蒸发源进行多种材料的蒸发的蒸发法。

[0538] 接下来,在空穴注入层 1111 上形成空穴传输层 1112。使用电阻加热通过蒸发法而形成作为空穴传输层 1112 的 10nm 厚的 1,3-双(N-咔唑基)苯(缩写:mCP)层。

[0539] 接下来,在空穴传输层 1112 上形成发光层 1113。通过 mCP 和 $[\text{Ir}(\text{Prptz})_3]$ 的共蒸发形成具有 30nm 厚度的发光层 1113。调节蒸发速率以致 mCP 和 $[\text{Ir}(\text{Prptz})_3]$ 的重量比是 1:0.08(=mCP: $[\text{Ir}(\text{Prptz})_3]$)。

[0540] 接下来,在发光层 1113 上形成电子传输层 1114。形成作为电子传输层 1114 的 15nm 厚的 4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(缩写:BPhen)层。

[0541] 然后,在电子传输层 1114 上形成电子注入层 1115。蒸发 1nm 厚的氟化锂(LiF)层为电子注入层 1115。

[0542] 最后,在电子注入层 1115 上形成第二电极 1102。蒸发 200nm 厚的铝层为第二电极 1102;因此,制造了发光元件 4。

[0543] 在手套箱中在氮气气氛下进行密封以致所得的发光元件 4 没有暴露于空气中,然后测量发光元件 4 的操作特征。应指出,在室温下进行测量(在保持在 25°C 下的气氛中)。

[0544] (发光元件 5 的制造)

[0545] 接下来,描述制造发光元件 5 的方法。应指出,发光元件 5 的发光层含有作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 的结构式 (102) 表示的有机金属配合物三(5-异丙基-3,4-二苯基-4H-1,2,4-三唑合)铱(III)(缩写: $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$)作为发光材料。

[0546] 可以使用除发光层 1113 的结构之外与发光元件 4 相同的材料、方法和条件形成发光元件 5。具体来说,形成第一电极 1101、空穴注入层 1111、空穴传输层 1112、电子传输层 1114、电子注入层 1115 和第二电极 1102 的材料和方法可以是相同的。因此,对于除发光层 1113 的结构和制造方法以外的细节可以参考(发光元件 4 的制造)中的上述描述。

[0547] 应指出,通过 mCP 和 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 的共蒸发在空穴传输层 1112 上形成发光元件 5 的 30nm 厚度的发光层 1113。调节蒸发速率以致 mCP 和 $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$ 的重量比是 1:0.08(=mCP: $[\text{Ir}(\text{iPrptz})_3]$)。

[0548] 在手套箱中在氮气气氛下进行密封以致所得的发光元件 5 没有暴露于空气中,然后测量发光元件 5 的操作特征。应指出,在室温下进行测量(在保持在 25°C 下的气氛中)。

[0549] (发光元件 6 的制造)

[0550] 接下来,描述制造发光元件 6 的方法。应指出,发光元件 6 的发光层含有作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 的结构式 (124) 表示的有机金属配合物三[3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合]铱(III)(缩写: $[\text{Ir}(\text{iPrFptz})_3]$)作为发光材料。

[0551] 可以使用除发光层 1113 的结构之外与发光元件 4 相同的材料、方法和条件形成发光元件 6。具体来说,形成第一电极 1101、空穴注入层 1111、空穴传输层 1112、电子传输层 1114、电子注入层 1115 和第二电极 1102 的材料和方法可以是相同的。因此,对于除发光层 1113 的结构和制造方法以外的细节可以参考(发光元件 4 的制造)中的上述描述。

[0552] 应指出,通过 mCP 和 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz})_3]$ 的共蒸发在空穴传输层 1112 上形成发光元件 6 的 30nm 厚度的发光层 1113。调节蒸发速率以致 mCP 和 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz})_3]$ 的重量比是 1:0.08(= mCP: $[\text{Ir}(\text{iPrFptz})_3]$)。

[0553] 在手套箱中在氮气气氛下进行密封以致所得的发光元件 6 没有暴露于空气中,然后测量发光元件 6 的操作特征。应指出,在室温下进行测量(在保持在 25°C 下的气氛中)。

[0554] (发光元件 10 的制造)

[0555] 接下来,描述制造发光元件 10 的方法。应指出,发光元件 10 的发光层含有作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 的结构式 (100) 表示的有机金属配合物三(5-甲基-3,4-二苯基-4H-1,2,4-三唑合)铱(III)(缩写: $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$)作为发光材料。

[0556] 可以使用除发光层 1113 的结构之外与发光元件 4 相同的材料、方法和条件形成发光元件 10。具体来说,形成第一电极 1101、空穴注入层 1111、空穴传输层 1112、电子传输层 1114、电子注入层 1115 和第二电极 1102 的材料和方法可以是相同的。因此,对于除发光层 1113 的结构和制造方法以外的细节可以参考(发光元件 4 的制造)中的上述描述。

[0557] 应指出,通过 mCP 和 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 的共蒸发在空穴传输层 1112 上形成发光元件 10 的 30nm 厚度的发光层 1113。调节蒸发速率以致 mCP 和 $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$ 的重量比是 1:0.08(= mCP: $[\text{Ir}(\text{Mptz})_3]$)。

[0558] 在手套箱中在氮气气氛下进行密封以致所得的发光元件 10 没有暴露于空气中,然后测量发光元件 10 的操作特征。应指出,在室温下进行测量(在保持在 25°C 下的气氛中)。

[0559] (评价结果)

[0560] 图 44 显示了发光元件 4、发光元件 5 和发光元件 10 的电流密度 vs. 亮度特征。图 45 显示了它们的电压 vs. 亮度特征。图 46 显示了它们的亮度 vs. 功率效率特征。图 47 显示了它们的亮度 vs. 电流效率特征。另外,图 48 显示了它们在 0.1mA 电流下的发射光谱,图 49 显示了当将初始亮度设置到大约 300cd/m²时它们的归一化亮度的时间依赖性。

[0561] 图 50 显示了发光元件 6 的电流密度 vs. 亮度特征。图 51 显示了它的电压 vs. 亮度特征。图 52 显示了它的亮度 vs. 电流效率特征。另外,图 53 显示了它在 0.1mA 电流下的发射光谱。

[0562] 发光元件 4 在 428cd/m²的亮度下的 CIE 色度坐标是 (x = 0.22, y = 0.40),并发射蓝-绿光。另外,在 428cd/m²亮度下,电流效率是 35.0cd/A,电压是 5.7V,电流密度是 1.2mA/cm²。此外,发光元件 4 甚至在 230 小时后仍保持初始亮度的 66%,因此是长寿命发光元件。

[0563] 发光元件 5 在 597cd/m²的亮度下的 CIE 色度坐标是 (x = 0.22, y = 0.40),并发射蓝-绿光。另外,在 597cd/m²亮度下,电流效率是 35.7cd/A,电压是 5.4V,电流密度是 1.7mA/cm²。此外,发光元件 5 甚至在 230 小时后仍保持初始亮度的 71%,因此是长寿命发光元件。

[0564] 发光元件 6 在 $464\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的 CIE 色度座标是 ($x = 0.19$, $y = 0.28$), 并发射蓝光。另外, 在 $464\text{cd}/\text{m}^2$ 亮度下, 电流效率是 $21.0\text{cd}/\text{A}$, 电压是 5.4V , 电流密度是 $2.2\text{mA}/\text{cm}^2$ 。

[0565] 发光元件 10 在 $460\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的 CIE 色度座标是 ($x = 0.22$, $y = 0.41$), 并发射蓝-绿光。另外, 在 $460\text{cd}/\text{m}^2$ 亮度下, 电流效率是 $35.0\text{cd}/\text{A}$, 电压是 6.3V , 电流密度是 $1.3\text{mA}/\text{cm}^2$ 。此外, 发光元件 10 甚至在 230 小时后仍保持初始亮度的 70%, 因此是长寿命发光元件。

[0566] 这些测量结果表明发光元件 4 具有极其高的电流效率。另外, 发现发光元件 5 对于获得某个亮度需要低电压, 具有低功耗, 并具有极其高的电流效率。此外, 发现发光元件 6 对于获得某个亮度需要低电压, 具有低功耗, 并具有极其高的电流效率。还发现发光元件 10 具有极其高的电流效率。

[0567] [实施例 16]

[0568] 描述包括作为本发明一个实施方式的有机金属配合物的发光元件的结构、制造方法和元件特征的测量结果。

[0569] 在实施例 16 中制造的发光元件 7 的元件结构显示在图 43 中。发光元件 7 包括基材 1100、在其上形成的第一电极 1101 和在第一电极 1101 上形成的第二电极 1102, 在第一电极和第二电极之间插入了包括多个层的堆叠体的 EL 层 1103。实施例 16 的发光元件 7 的 EL 层 1103 具有其中空穴注入层 1111、空穴传输层 1112、发光层 1113、电子传输层 1114 和电子注入层 1115 依次堆叠的结构。应指出, 电子传输层 1114 具有其中第一电子传输层、第二电子传输层和第三电子传输层堆叠的结构。

[0570] 制造的发光元件的详细结构示于表 3 中。应指出, 使用本发明一个实施方式的有机金属配合物作为发光元件 7 中的发光材料形成发光层 1113。

[0571] [表 3]

[0572]

	第一电极	空穴注入层	空穴传输层	发光层
发光元件 7 (125)	ITO	CBP: MoOx (-2:1)	dmCBP	dmCBP: [Ir(iPrFptz-dmp) ₃] (-1:0.08)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm

[0573]

发光元件 7 (125)	电子传输层			电子注入层	第二电极
	mDBTBIm-II	Alq ₃	BPhen	LiF	Al
	10 nm	10 nm	20 nm	1nm	200 nm

[0574] (发光元件 7 的制造)

[0575] 接下来, 描述制造发光元件 7 的方法。应指出, 发光元件 7 的发光层含有作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 的结构式 (125) 表示的有机金属配合物三 [4-(2, 6-二甲基苯基)-3-(4-氟苯基)-5-异丙基-4H-1, 2, 4-三唑合] 铱 (III) (缩写: [Ir(iPrFptz-dmp)₃]) 作为发光材料。

[0576] 首先,在玻璃基材 1100 上通过溅射法沉积含氧化硅的氧化铟锡(缩写:ITSO),以致形成作为阳极发挥作用的第一电极 1101。第一电极 1101 的厚度是 110nm,电极面积是 $2\text{mm} \times 2\text{mm}$ 。

[0577] 接下来,将其上形成了第一电极 1101 的玻璃基材 1100 固定到提供在真空蒸发设备中的基材支架上以致其上形成了第一电极 1101 的侧向下,并将压力降低到大约 10^{-4}Pa 。

[0578] 接下来,在第一电极 1101 上形成空穴注入层 1111。然后,使用通过 4,4'-二(N-咔唑基)联苯(缩写:CBP)和氧化钼(VI)的共蒸发形成的含有机化合物和无机化合物的复合材料的层形成空穴注入层 1111。含复合材料的层的厚度是 50nm,并且将 CBP 和氧化钼的重量比调节到 2:1(=CBP:氧化钼)。应指出,共蒸发法是指其中在一个处理室中同时使用多个蒸发源进行多种材料的蒸发的蒸发法。

[0579] 接下来,在空穴注入层 1111 上形成空穴传输层 1112。使用电阻加热通过蒸发法形成空穴传输层 1112 的 10nm 厚的 4,4'-双(9-咔唑)-2,2'-二甲基联苯(缩写:dmCBP)层。

[0580] 接下来,在空穴传输层 1112 上形成发光层 1113。通过 dmCBP 和 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz-dmp})_3]$ 的共蒸发形成具有 30nm 厚度的发光层 1113。调节蒸发速率以致 dmCBP 和 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz-dmp})_3]$ 的重量比是 1:0.08(=dmCBP: $[\text{Ir}(\text{iPrFptz-dmp})_3]$)。

[0581] 接下来,在发光层 1113 上形成电子传输层 1114。形成有三个层的电子传输层 1114:第一电子传输层、第二电子传输层和第三电子传输层。使用 2-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯基]-1-苯基-1H-苯并咪唑(缩写:mDBTBI-m-II)形成具有 10nm 厚度的第一电子传输层,在第一电子传输层上使用三(8-羟基喹啉合)铝(III)(缩写:Alq)形成具有 10nm 厚度的第二电子传输层,在第二电子传输层上使用 4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(缩写:BPhen)形成具有 20nm 厚度的第三电子传输层。

[0582] 然后,在电子传输层 1114 上形成电子注入层 1115。蒸发 1nm 厚的氟化锂(LiF)层为电子注入层 1115。

[0583] 最后,在电子注入层 1115 上形成第二电极 1102。蒸发 200nm 厚的铝层为第二电极 1102;因此,制造了发光元件 7。

[0584] 在手套箱中在氮气气氛下进行密封以致所得的发光元件 7 没有暴露于空气中,然后测量发光元件 7 的操作特征。应指出,在室温下进行测量(在保持在 25°C 下的气氛中)。

[0585] (评价结果)

[0586] 接下来,图 54 显示了发光元件 7 的电流密度 vs. 亮度特征。图 55 显示了它的电压 vs. 亮度特征。图 56 显示了它的亮度 vs. 电流效率特征。另外,图 57 显示了它在 0.1mA 电流下的发射光谱。

[0587] 发光元件 7 在 $876\text{cd}/\text{m}^2$ 亮度下的 CIE 色度座标是 ($x = 0.18, y = 0.22$),并且发射具有极高色纯度的蓝光。另外,在 $876\text{cd}/\text{m}^2$ 亮度下,电流效率是 $19.7\text{cd}/\text{A}$,电压是 7.2V,电流密度是 $4.45\text{mA}/\text{cm}^2$ 。

[0588] 这些测量结果表明发光元件 7 发射具有极高色纯度的蓝光并具有极高的电流效率。

[0589] [实施例 17]

[0590] 描述它们中每一个包括作为本发明一个实施方式的有机金属配合物的发光元件

的制造方法和单元特征的测量结果。

[0591] 在实施例 17 中制造的发光元件 8 和 9 的元件结构显示在图 43 中。发光元件 8 和 9 中的每一个包括基材 1100、在其上形成的第一电极 1101 和在第一电极 1101 上形成的第二电极 1102,在第二电极和第一电极之间插入了包括多个层的堆叠体的 EL 层 1103。实施例 17 的发光元件 8 和 9 的 EL 层 1103 具有其中空穴注入层 1111、空穴传输层 1112、发光层 1113、电子传输层 1114 和电子注入层 1115 依次堆叠的结构。应指出,发光层 1113 具有其中堆叠了第一发光层和第二发光层的结构,电子传输层 1114 具有其中堆叠了第一电子传输层和第二电子传输层的结构。

[0592] 制造的发光元件的详细结构示于表 4 中。应指出,使用本发明一个实施方式的有机金属配合物作为发光元件 8 和 9 中的每一个中的发光材料形成发光层 1113。

[0593] [表 4]

[0594]

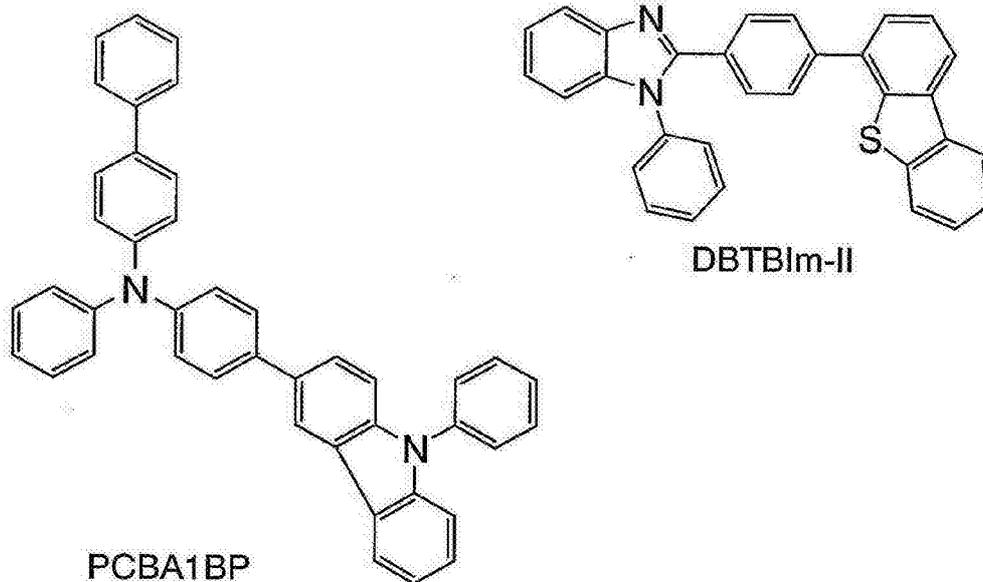
	第一电极	空穴注入层	空穴传输层	发光层	
发光元件 8 (138)	ITSO	BPAFLP: MoOx (=2:1)	BPAFLP	DBTBI _m -II: PCBA1BP: [Ir (Mntz) ₃] (=1: 0.25: 0.08)	DBTBI _m -II: [Ir (Mntz) ₃] (=1: 0.08)
	110 nm	50 nm	10 nm	20 nm	20 nm
发光元件 9 (150)	ITSO	BPAFLP: MoOx (=2:1)	BPAFLP	DBTBI _m -II: PCBA1BP: [Ir (iPrntz) ₃] (=1: 0.25: 0.08)	DBTBI _m -II: [Ir (iPrntz) ₃] (=1: 0.08)
	110 nm	50 nm	10 nm	20 nm	10 nm

[0595]

	电子传输层		电子注入层	第二电极
发光元件 8 (138)	DBTBI _m -II	BPhen	LiF	Al
	15 nm	15 nm	1nm	200 nm
发光元件 9 (150)	DBTBI _m -II	BPhen	LiF	Al
	10 nm	15 nm	1nm	200 nm

[0596] 用于实施例 17 的有机化合物的部分的结构式显示如下。

[0597]



[0598] (发光元件 8 的制造)

[0599] 接下来,描述制造发光元件 8 的方法。应指出,发光元件 8 的发光层含有作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 的结构式 (138) 表示的有机金属配合物三 [5-甲基-3-(2-萘基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写:[Ir(Mntz)₃]) 作为发光材料。

[0600] 首先,在玻璃基材 1100 上通过溅射法沉积含氧化硅的氧化铟锡 (缩写:ITSO),以致形成作为阳极发挥作用的第一电极 1101。第一电极 1101 的厚度是 110nm,电极面积是 2mm×2mm。

[0601] 接下来,将其上形成了第一电极 1101 的玻璃基材 1100 固定到提供在真空蒸发设备中的基材支架上以致其上形成了第一电极 1101 的侧向下,并将压力降低到大约 10⁻⁴Pa。

[0602] 接下来,在第一电极 1101 上形成空穴注入层 1111。使用通过 BPAFLP 和氧化钼 (VI) 的共蒸发形成的含有机化合物和无机化合物的复合材料的层形成空穴注入层 1111。含复合材料的层的厚度是 50nm,并且将 BPAFLP 和氧化钼的重量比调节到 2:1 (=BPAFLP:氧化钼)。应指出,共蒸发法是指其中在一个处理室中同时使用多个蒸发源进行多种材料的蒸发的蒸发法。

[0603] 接下来,在空穴注入层 1111 上形成空穴传输层 1112。使用电阻加热通过蒸发法形成空穴传输层 1112 的 10nm 厚的 BPAFLP 层。

[0604] 接下来,在空穴传输层 1112 上形成发光层 1113。用第一发光层和第二发光层形成发光层 1113。应指出,通过 2-[4-(二苯并噻吩-4-基)苯基]-1-苯基-1H-苯并咪唑 (缩写:DBTBIIm-II)、4-苯基-4'-(9-苯基-9H-吡唑-3-基)三苯胺 (缩写:PCBA1BP) 和 [Ir(Mntz)₃] 的共蒸发形成具有 20nm 的厚度的第一发光层。调节蒸发速率以致 DBTBIIm-II、PCBA1BP 和 [Ir(Mntz)₃] 的重量比是 1:0.25:0.08 (=DBTBIIm-II:PCBA1BP:[Ir(Mntz)₃])。

[0605] 在第一发光层上通过 DBTBIIm-II 和 [Ir(Mntz)₃] 的共蒸发形成 20nm 厚度的第二发光层。调节蒸发速率以致 DBTBIIm-II 和 [Ir(Mntz)₃] 的重量比是 1:0.08 (=DBTBIIm-II:[Ir(Mntz)₃])。

[0606] 接下来,在发光层 1113 上形成电子传输层 1114。用第一电子传输层和第二电子传

输层形成电子传输层 1114。使用 DBTBIIm-II 形成具有 15nm 厚度的第一电子传输层,使用 4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(缩写:BPhen)在第一电子传输层上形成具有 15nm 厚度的第二电子传输层。

[0607] 然后,在电子传输层 1114 上形成电子注入层 1115。蒸发 1nm 厚的氟化锂(LiF)层为电子注入层 1115。

[0608] 最后,在电子注入层 1115 上形成第二电极 1102。蒸发 200nm 厚的铝层为第二电极 1102;因此,制造了发光元件 8。

[0609] 在手套箱中在氮气气氛下进行密封以致所得的发光元件 8 没有暴露于空气中,然后测量发光元件 8 的操作特征。应指出,在室温下进行测量(在保持在 25°C 下的气氛中)。

[0610] (发光元件 9 的制造)

[0611] 接下来,描述制造发光元件 9 的方法。应指出,发光元件 9 的发光层含有作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 的结构式 (150) 表示的有机金属配合物三[5-异丙基-3-(2-萘基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合]铱(III)(缩写:[Ir(iPrntz)₃])作为发光材料。

[0612] 可以使用除发光层 1113 的结构之外与发光元件 8 相同的材料、方法和条件形成发光元件 9。具体来说,形成第一电极 1101、空穴注入层 1111、空穴传输层 1112、电子传输层 1114、电子注入层 1115 和第二电极 1102 的材料和方法可以是相同的。因此,对于除发光层 1113 的结构和制造方法以外的细节可以参考(发光元件 8 的制造)中的上述描述。

[0613] 应指出,用第一发光层和第二发光层形成发光元件 9 的发光层 1113。应指出,通过 2-[4-(二苯并噻吩-4-基)苯基]-1-苯基-1H-苯并咪唑(缩写:DBTBIIm-II)、4-苯基-4'-(9-苯基-9H-咔唑-3-基)三苯胺(缩写:PCBA1BP)和 [Ir(iPrntz)₃] 的共蒸发在空穴传输层 1112 上形成具有 20nm 的厚度的第一发光层。调节蒸发速率以致 DBTBIIm-II、PCBA1BP 和 [Ir(iPrntz)₃] 的重量比是 1:0.25:0.08(= DBTBIIm-II:PCBA1BP:[Ir(iPrntz)₃])。

[0614] 在第一发光层上通过 DBTBIIm-II 和 [Ir(iPrntz)₃] 的共蒸发形成 10nm 厚度的第二发光层。调节蒸发速率以致 DBTBIIm-II 和 [Ir(iPrntz)₃] 的重量比是 1:0.08(= DBTBIIm-II:[Ir(iPrntz)₃])。

[0615] 在手套箱中在氮气气氛下进行密封以致所得的发光元件 9 没有暴露于空气中,然后测量发光元件 9 的操作特征。应指出,在室温下进行测量(在保持在 25°C 下的气氛中)。

[0616] (评价结果)

[0617] 图 58 显示了发光元件 8 的电流密度 vs. 亮度特征。图 59 显示了它的电压 vs. 亮度特征。图 60 显示了它的亮度 vs. 电流效率特征。另外,图 61 显示了它在 0.1mA 电流下的发射光谱。

[0618] 发光元件 8 在 972cd/m² 的亮度下的 CIE 色度坐标是 (x = 0.43, y = 0.55), 并发射黄绿光。另外,在 972cd/m² 亮度下,电流效率是 38.7cd/A,电压是 5.0V,电流密度是 2.5mA/cm²。

[0619] 这些测量结果表明发光元件 8 具有极其高的电流效率。

[0620] 接下来,图 62 显示了发光元件 9 的电流密度 vs. 亮度特征。图 63 显示了它的电压 vs. 亮度特征。图 64 显示了它的亮度 vs. 电流效率特征。另外,图 65 显示了它在 0.1mA

电流下的发射光谱。

[0621] 发光元件 9 在 $980\text{cd}/\text{m}^2$ 的亮度下的 CIE 色度坐标是 ($x = 0.42, y = 0.57$), 并发射黄绿光。另外, 在 $980\text{cd}/\text{m}^2$ 亮度下, 电流效率是 $52.5\text{cd}/\text{A}$, 电压是 3.8V , 电流密度是 $1.87\text{mA}/\text{cm}^2$ 。

[0622] 这些测量结果表明发光元件 9 获得某个亮度需要低电压, 具有低功耗, 并且具有极其高的电流效率。

[0623] [实施例 18]

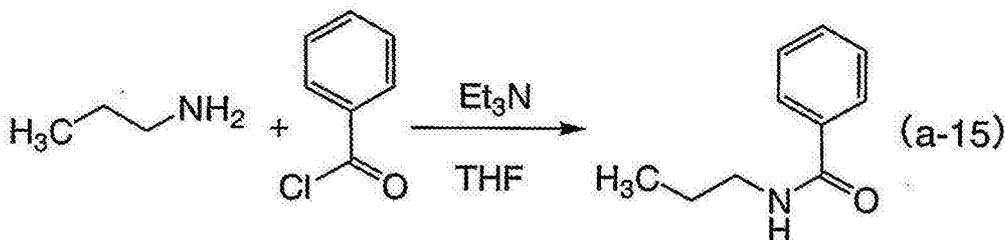
[0624] (合成实施例 12)

[0625] 在实施例 18 中, 特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (146) 表示的有机金属配合物三 [3- 苯基 -4, 5- 二丙基 -4H-1, 2, 4- 三唑合) 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{Prptz}-\text{Pr})_3]$) 的合成实施例。

[0626] < 步骤 1 :N- 丙基苯甲酰胺的合成 >

[0627] 首先, 将 10g 丙胺、 26g 三乙胺和 200mL 四氢呋喃 (THF) 装入 500mL 三颈烧瓶, 并搅拌。在冰中将这种混合溶液冷却, 并滴入 24g 苯甲酰氯和 50mL THF 的混合溶液, 然后将温度提高到室温并搅拌该混合物 2 小时。在搅拌后, 将氯仿添加到这种混合物中, 用水, 然后用饱和碳酸氢钠水溶液洗涤该混合物, 并添加无水硫酸镁用于干燥。让该混合物在干燥后经历重力过滤, 并浓缩滤液而获得固体。用己烷洗涤这种固体, 以致以 92% 的收率制备为白色固体的 25g N- 丙基苯甲酰胺。步骤 1 的合成流程由 (a-15) 所示。

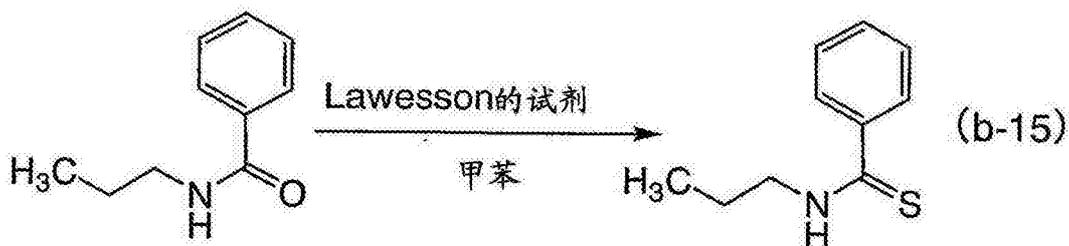
[0628]



[0629] < 步骤 2 :N- 丙基苯甲硫酰胺的合成 >

[0630] 接下来, 将 15g 上述步骤 1 中制备的 N- 丙基苯甲酰胺、 19g 2, 4- 双 (4- 甲氧基苯基) -1, 3, 2, 4- 二硫代二磷杂环丁烷 -2, 4- 二硫化物 (Lawesson 的反应物) 和 100mL 甲苯装入 300mL 三颈烧瓶, 并在 120°C 下加热并回流该混合物 5 小时以便反应。从反应溶液蒸馏出甲苯而获得黄色油质物质。通过硅胶柱层析纯化这种油质物质。使用甲苯作为展开溶剂。浓缩从所得的级分通过薄层层析 (TLC) 显示一个点的级分, 以致制备为黄色油质物质的 5.8g N- 丙基苯甲硫酰胺。此外, 浓缩其它级分而获得固体和油质物质的混合物。将这种混合物溶解在乙醇中并让该溶液经历抽吸过滤以除去不溶性物质。浓缩所得的滤液, 以致制备为黄色油质物质的 10.8g N- 丙基苯甲硫酰胺。总收率是 100% 。步骤 2 的合成流程由 (b-15) 所示。

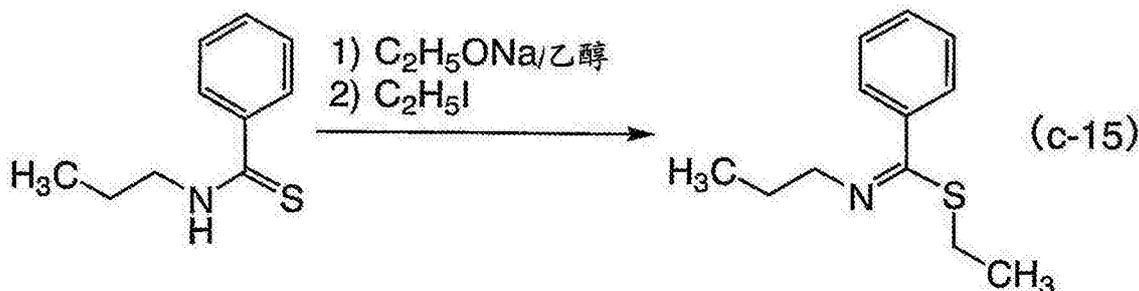
[0631]



[0632] < 步骤 3 :N-[(乙基硫烷基)苯基甲叉基]丙胺的合成 >

[0633] 接下来,将 2.3g 乙醇钠和 5.8g 上述步骤 2 中制备的 N-丙基苯甲硫酰胺装入 200mL 回收烧瓶,添加 50mL 乙醇,并在室温下搅拌该混合物 1 小时。在搅拌后,将 3.0mL 乙基碘添加到这种混合物中,并在 60°C 下加热和搅拌 5 小时。在搅拌后,蒸馏出乙醇而获得棕色油质物质。将这种油质物质溶解在二氯甲烷中,并用水然后用碳酸氢钠饱和水溶液洗涤。在洗涤后,将无水硫酸镁添加到所得的有机层中用于干燥。让这种混合物经历重力过滤,并浓缩所得的滤液,以致以 88% 的收率制备为橙色油质物质的 5.9g N-[(乙基硫烷基)苯基甲叉基]丙胺。步骤 3 的合成流程由 (c-15) 所示。

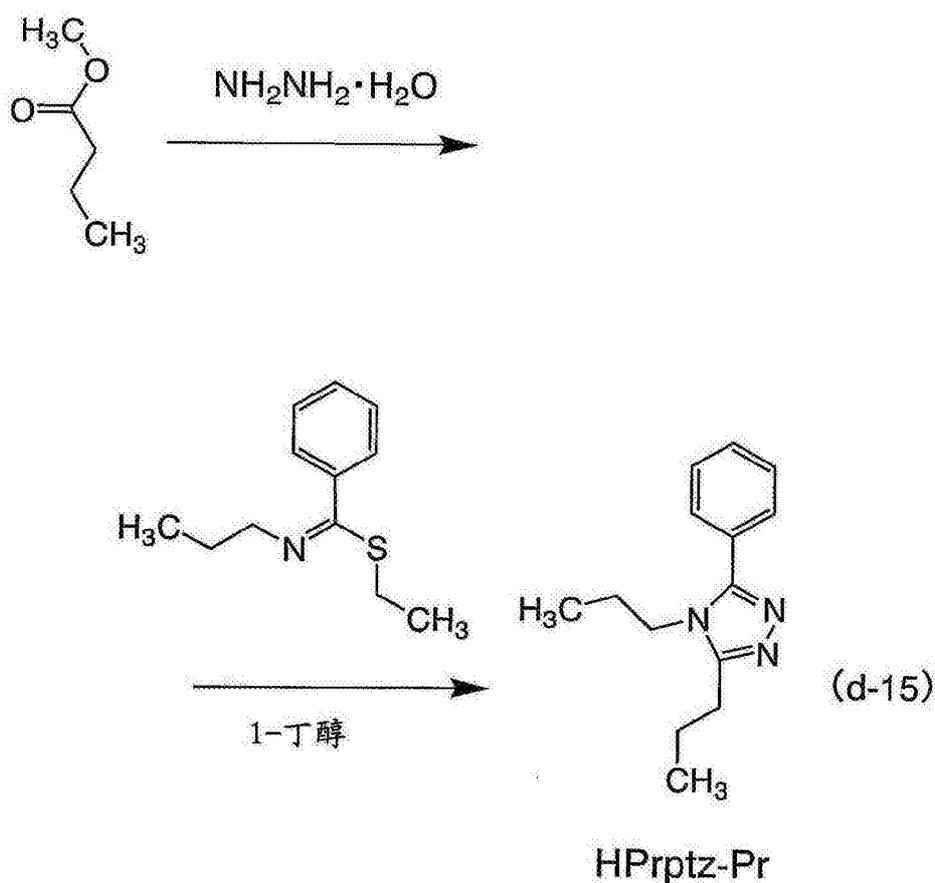
[0634]



[0635] < 步骤 4 :3-苯基-4,5-二丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写: HPrptz-Pr) 的合成 >

[0636] 接下来,将 2.6g 丁酸甲酯和 0.83mL 胍一水合物装入 100mL 圆底烧瓶,并用氩气替换烧瓶中的空气。使用微波合成系统 (Discover, 由 CEM Corporation 制备) 以微波 (2.45GHz, 100W) 辐射这一反应容器 以便加热到 90°C 保持 1 小时,并使该混合物反应。接下来,将 5.9g 上述步骤 3 中制备的 N-[(乙基硫烷基)苯基甲叉基]丙胺和 20mL 1-丁醇装入这种反应溶液,并在 130°C 下加热并回流 10 小时。在回流后,蒸馏出 1-丁醇而获得残余物。用少量的乙酸乙酯洗涤这种残余物,并进行抽吸过滤。通过硅胶柱层析纯化所得的滤液。使用乙酸乙酯作为展开溶剂。浓缩所得的级分,以致制备 3-苯基-4,5-二丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写: HPrptz-Pr) (黄色油质物质,收率:35%)。步骤 4 的合成流程由 (d-15) 所示。

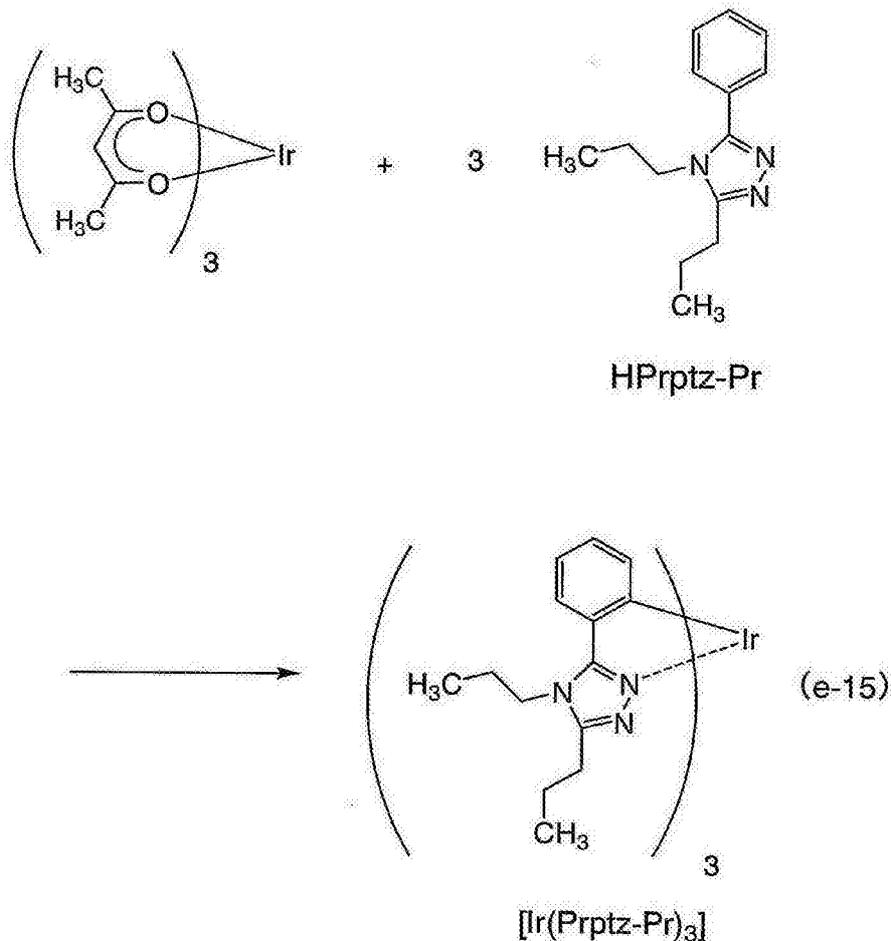
[0637]



[0638] < 步骤 5: 三 [3- 苯基 -4,5- 二丙基 -4H-1,2,4- 三唑合] 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{Prptz-Pr})_3]$) 的合成 >

[0639] 接下来,将 0.91g 上述步骤 4 中制备的配体 HPrptz-Pr 和 0.39g 三 (乙酰丙酮合) 铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 200℃ 下加热该混合物 41 小时以便反应。将该反应物溶解在二氯甲烷中,并经由其中堆叠了 Celite 和硅胶的助滤器过滤这一溶液。蒸馏出所得的滤液的溶剂并通过使用氯仿: 乙酸乙酯 (20:1(v/v)) 作为展开溶剂的硅胶柱层析进行纯化。蒸馏出所得的级分的溶剂,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPrFptz})_3]$ (淡黄色粉末,收率: 6%)。步骤 5 的合成流程由 (e-15) 所示。

[0640]



[0641] 上述步骤 5 中制备的淡黄色粉末的通过核磁共振谱 ($^1\text{H-NMR}$) 的分析结果显示如下。从结果发现在合成实施例 12 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (146) 表示的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{Prptz-Pr})_3]$ 。

[0642] $^1\text{H-NMR}$. δ (CDCl_3): 0.98 (t, 9H), 1.05 (t, 9H), 1.78-1.98 (m, 12H), 2.75 (t, 6H), 4.05 (t, 6H), 7.26-7.38 (m, 9H), 8.06 (d, 3H).

[0643] [实施例 19]

[0644] (合成实施例 13)

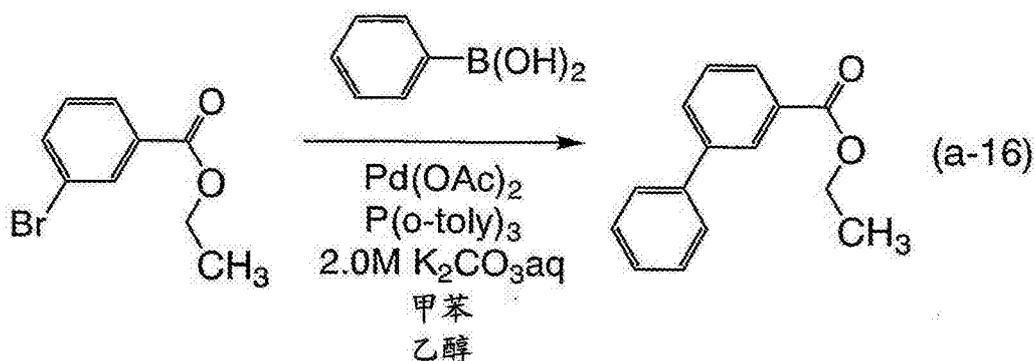
[0645] 在实施例 19 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (149) 表示的有机金属配合物三 [3-(5- 联苯)-5- 异丙基 -4- 苯基 -4H-1, 2, 4- 三唑合] 铱 (III) (缩写: $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$) 的合成实施例。

[0646] < 步骤 1: 苯甲酸 3- 苯乙酯的合成 >

[0647] 首先,将 7.98g 苯基硼酸、15g 苯甲酸 3- 溴代甲酯、0.265g 三(邻甲苯基)膦、200mL 甲苯、30mL 乙醇和 65mL 碳酸钾的 2.0M 水溶液装入 500mL 三颈烧瓶,并用氮气替换该烧瓶中的空气。然后,将 0.147g 乙酸钯 (II) ($\text{Pd}(\text{OAc})_2$) 添加到这种混合溶液中,并在 80°C 下加热和搅拌 5 小时。在某个时间后,用甲苯萃取这种混合物的水层。将萃取物和有机层合并,用碳酸氢钠的饱和水溶液,然后饱和盐水洗涤。将无水硫酸镁添加到有机层中用于干燥,并让所得的混合物经历重力过滤而获得滤液。浓缩这种滤液而获得油质物质。使用硅胶柱层析纯化获得的油质物质。作为展开溶剂,首先使用己烷,然后使用己烷: 乙酸乙酯 = 9:1 的混合溶剂。浓缩所得的级分,以致制备苯甲酸 3- 苯乙酯 (无色的油质物质, 收率:

88%)。步骤 1 的合成流程由 (a-16) 所示。

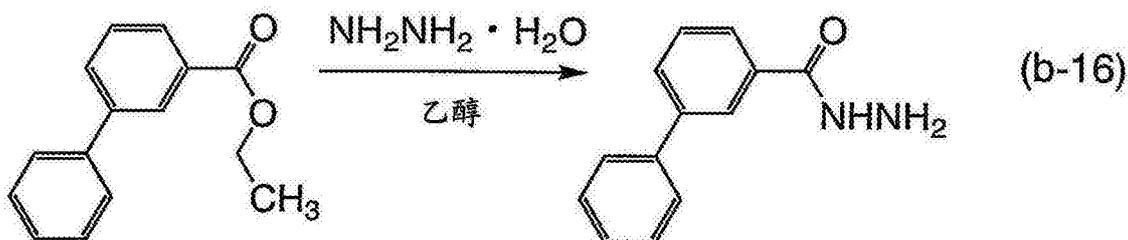
[0648]



[0649] < 步骤 2 : 联苯 -3- 羧酸酰肼的合成 >

[0650] 接下来, 将 13.1g 上述步骤 1 中制备的苯甲酸 3- 苯乙酯和 80mL 乙醇装入 200mL 三颈烧瓶。然后, 将 15mL 肼一水合物添加到这种混合溶液中, 并在 80℃ 下加热和搅拌 5 小时。在预定时间后, 将该反应溶液冷却到室温, 由此使固体沉淀。将所得的混合物添加到 200mL 水中并进行抽吸过滤而获得固体。用己烷洗涤这种固体, 以致制备联苯 -3- 羧酸酰肼 (白色固体, 收率 : 91%)。步骤 2 的合成流程由 (b-16) 所示。

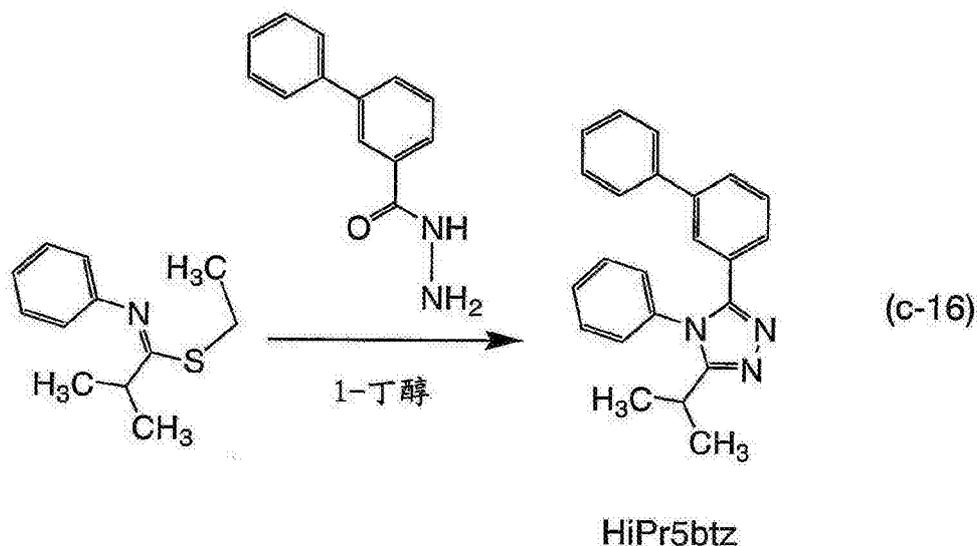
[0651]



[0652] < 步骤 3 : 3-(3-联苯基)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写 : HiPr5btz) 的合成 >

[0653] 接下来, 将 5.0g N-[1-(乙基硫烷基)异丁叉基]苯胺、4.60g 上述步骤 2 中制备的联苯基 -3- 羧酸酰肼和 30mL 1-丁醇装入 100mL 三颈烧瓶, 并在 130℃ 下加热和搅拌 15 小时。在搅拌后, 浓缩反应溶液而获得固体。通过硅胶柱层析纯化这种固体。使用乙酸乙酯作为展开溶剂。浓缩所得的级分而获得油质物质。从乙醇和己烷的混合溶剂使这种油质物质再结晶, 以致制备 3-(3-联苯基)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑 (缩写 : HiPr5btz) (白色固体, 收率 : 19%)。步骤 3 的合成流程由 (c-16) 所示。

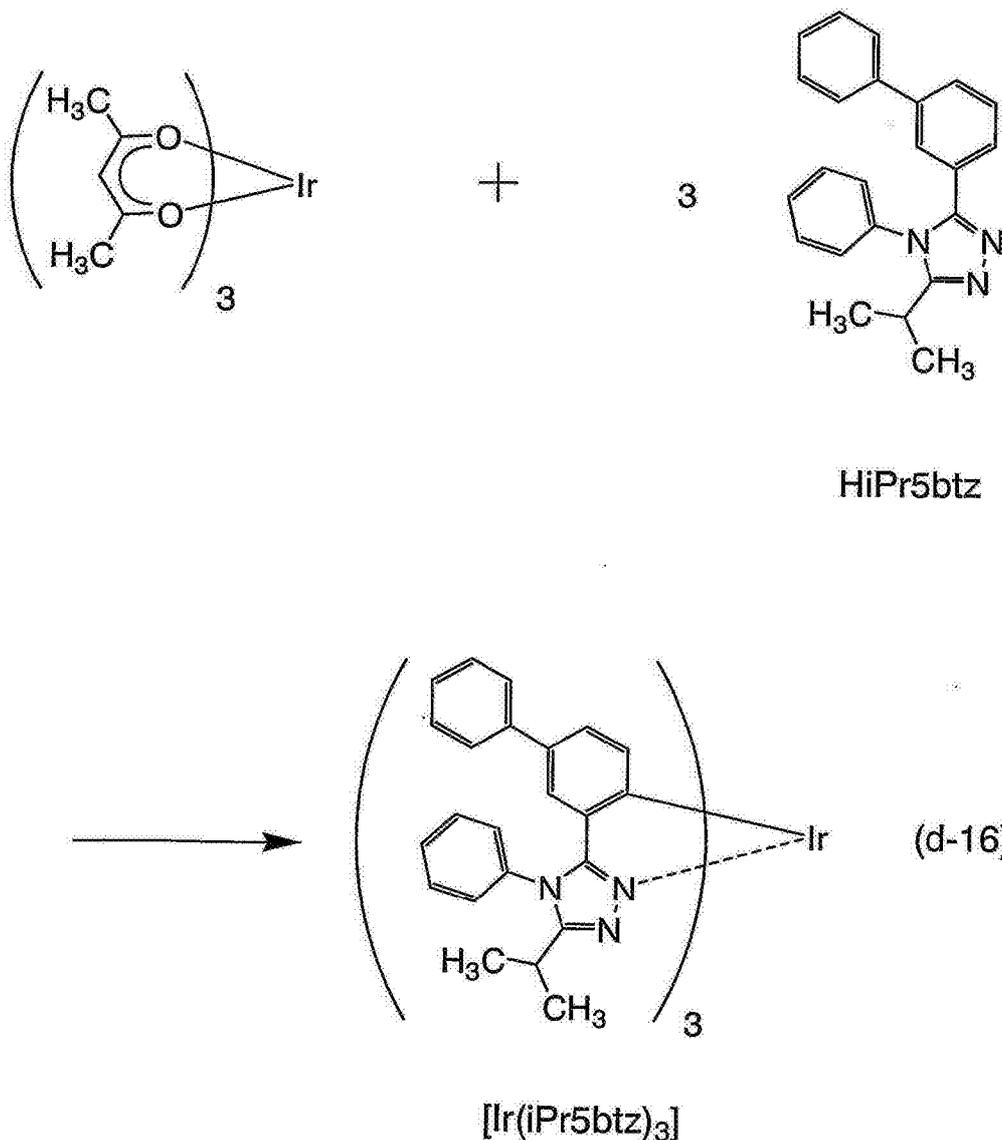
[0654]



[0655] < 步骤 4 : 三 [3-(5-联苯)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱 (III) (缩写 : $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$) 的合成 >

[0656] 接下来, 将 1.41g 上述步骤 3 中制备的配体 HiPr5btz 和 0.41g 三(乙酰丙酮合)铱 (III) 装入配备有三通旋塞的反应容器, 并用氩气替换该反应容器中的空气。首先, 在 220℃ 下加热该混合物 49 小时, 然后在 250℃ 下加热 20 小时以便反应。将所得的反应混合物溶解在二氯甲烷中并通过硅胶柱层析纯化。使用二氯甲烷 : 乙酸乙酯 = 5:1 的混合溶剂作为展开溶剂。浓缩所得的级分而获得固体。从乙酸乙酯和己烷的混合溶剂使这种固体再结晶, 以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ (淡黄色粉末, 收率 : 8%)。步骤 4 的合成流程由 (d-16) 所示。

[0657]



[0658] 上述步骤 4 中制备的黄色粉末的通过核磁共振谱 ($^1\text{H-NMR}$) 的分析结果显示如下。 $^1\text{H-NMR}$ 谱图示于图 66 中。从结果发现在合成实施例 13 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (149) 表示的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ 。

[0659] $^1\text{H-NMR}$. δ (CD_2Cl_2): 1. 27-1. 32 (m, 18H), 2. 93 (sep, 3H), 6. 53 (d, 3H), 6. 95-7. 05 (m, 6H), 7. 13-7. 27 (m, 15H), 7. 43-7. 46 (m, 3H), 7. 54-7. 56 (m, 3H), 7. 57-7. 70 (m, 9H)。

[0660] 接下来, 测量 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ 在二氯甲烷溶液中的紫外线 - 可见光吸收光谱 (下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线 - 可见光分光光度计 (由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0. 041mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计 (由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0. 082mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 67 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 67 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 67 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0. 041mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0661] 如图 67 所示,作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ 在 500nm 具有发射峰,并且从二氯甲烷溶液观察到绿光。

[0662] [实施例 20]

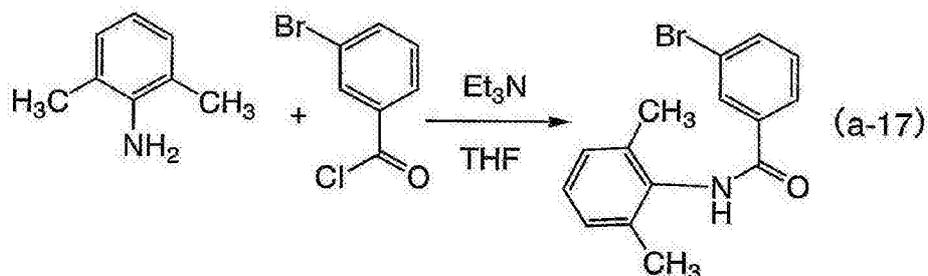
[0663] (合成实施例 14)

[0664] 在实施例 20 中,特别描述作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (152) 表示的有机金属配合物三 [3-(5- 联苯基)-5- 异丙基-4-(2,6- 二甲基苯基)-4H-1,2,4- 三唑合] 铱 (III) (缩写 : $[\text{Ir}(\text{iPr5btz-dmp})_3]$) 的合成实施例。

[0665] < 步骤 1 :N-(2,6- 二甲基苯基)-3- 溴代苯甲酰胺的合成 >

[0666] 首先,将 13.8g 2,6- 二甲基苯胺、17.3g 三乙胺和 150mL 四氢呋喃 (THF) 装入 500mL 三颈烧瓶,并搅拌。在冰中将这种混合溶液冷却,并经由滴液漏斗滴入 25g 3- 溴代苯甲酰氯和 30mL THF 的混合溶液,然后将温度提高到室温并搅拌该混合物 24 小时。在搅拌后,将氯仿添加到这种混合物中,用水然后饱和盐水洗涤该混合物,并添加无水硫酸 镁用于干燥。让该混合物在干燥后经历重力过滤,并浓缩滤液而获得固体。用己烷洗涤这种固体,以致以 53% 的收率制备作为白色固体的 N-(2,6- 二甲基苯基)-3- 溴代苯甲酰胺。步骤 1 的合成流程由 (a-17) 所示。

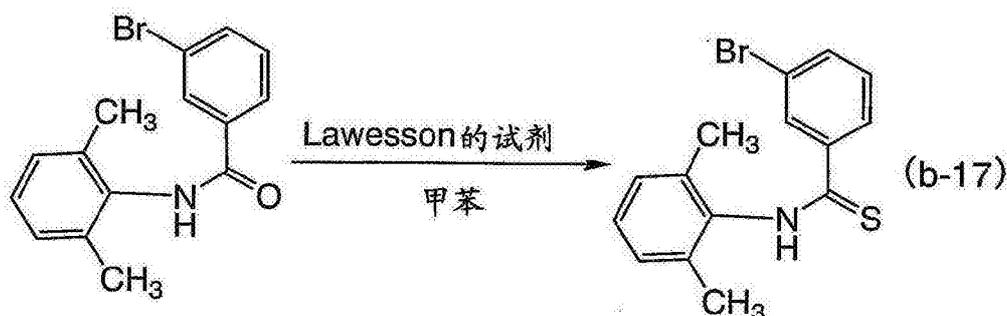
[0667]



[0668] < 步骤 2 :N-(2,6- 二甲基苯基)-3- 溴代苯甲硫酰胺的合成 >

[0669] 接下来,将 13.8g 上述步骤 1 中制备的 N-(2,6- 二甲基苯基)-3- 溴代苯甲酰胺、19g 2,4- 双(4- 甲氧基苯基)-1,3,2,4- 二硫代二磷杂环丁烷-2,4- 二硫化物 (Lawesson 的反应物) 和 100mL 甲苯装入 300mL 三颈烧瓶,并在 110°C 下加热和回流该混合物 3.5 小时以便反应。从反应溶液蒸馏出甲苯而获得黄色油质物质。通过硅胶柱层析纯化这种油质物质。作为展开溶剂,使用甲苯 : 己烷 = 4:1 (v/v)。浓缩所得的级分而获得固体。用甲苯和己烷的混合溶剂洗涤这种固体,以致以 86% 的收率制备作为黄色固体的 N-(2,6- 二甲基苯基)-3- 溴代苯甲硫酰胺。步骤 2 的合成流程由 (b-17) 所示。

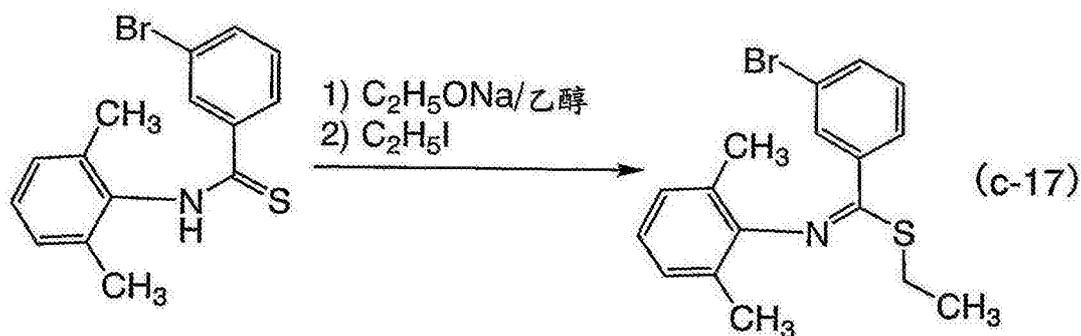
[0670]



[0671] < 步骤 3 :N-[(3- 溴苯基)(乙基硫烷基) 甲基]-2,6- 二甲基苯胺的合成 >

[0672] 接下来,将 2.66g 乙醇钠和 12.5g 上述步骤 2 中制备的 N-(2,6-二甲基苯基)-3-溴代苯甲硫酰胺装入 200mL 回收烧瓶,添加 30mL 乙醇,并在室温下搅拌该混合物 1 小时。在搅拌后,将 5mL 乙基碘添加到这种混合物中并在 60℃ 下再搅拌 10 小时。在搅拌后,蒸馏出乙醇而获得残余物。将这种残余物溶解在二氯甲烷中,并用水然后饱和碳酸氢钠水溶液洗涤,并进一步用饱和盐水洗涤,并添加无水硫酸镁用于干燥。让这种混合物经历重力过滤,并浓缩所得的滤液,以致以 85% 的收率制备作为棕色油质物质的 N-[(3-溴苯基)(乙基硫烷基)甲叉基]-2,6-二甲基苯胺。步骤 3 的合成流程由 (c-17) 所示。

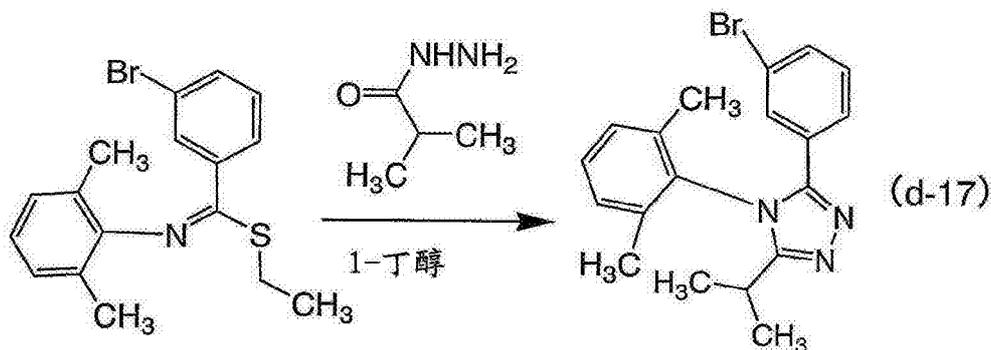
[0673]



[0674] <步骤 4 :3-(3-溴苯基)-5-异丙基-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑的合成>

[0675] 接下来,将 11.6g 上述步骤 3 中制备的 N-[(3-溴苯基)(乙基硫烷基)甲叉基]-2,6-二甲基苯胺和 50mL 1-丁醇装入 100mL 三颈烧瓶并搅拌。此外,将 2.72g 异丁酸酰肼添加到这种混合溶液中,并在 130℃ 下加热和回流 14 小时。然后,进一步添加 1.36g 异丁酰肼,并在 130℃ 下加热和回流 12.5 小时。在回流后,蒸馏出 1-丁醇而获得残余物。通过硅胶柱层析纯化这种残余物。使用乙酸乙酯作为展开溶剂。冷凝所得的级分而获得固体。从乙酸乙酯和己烷的混合溶剂使这种固体再结晶,以致制备 3-(3-溴苯基)-5-异丙基-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑(白色粉末,收率:16%)。步骤 4 的合成流程由 (d-17) 所示。

[0676]

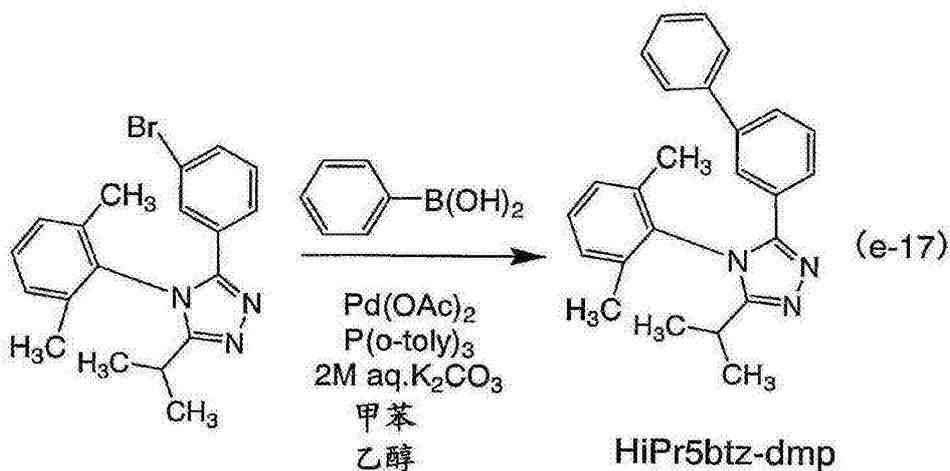


[0677] <步骤 5 :3-(3-联苯基)-5-异丙基-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑(缩写:HiPr5btz-dmp)的合成>

[0678] 接下来,将 1.97g 上述步骤 4 中制备的 3-(3-溴苯基)-5-异丙基-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑、0.650g 苯基硼酸、0.048g 三(邻甲苯基)膦、15mL 甲苯、3mL 乙醇和 5.3mL 2.0M 碳酸钾水溶液装入 100mL 三颈烧瓶并用氮气替换该烧瓶中的空气。然后,

将 0.012g 乙酸钯 (II) 添加到这种混合溶液中,并在 80℃ 下加热和搅拌 6 小时以便反应。在反应后,将这种混合物分离成有机层和水层,并用甲苯萃取该水层。将萃取物和此前所得的有机层合并,并用饱和碳酸氢钠水溶液然后饱和盐水洗涤,并添加无水硫酸镁用于干燥。在干燥后,让所得的混合物经历重力过滤而获得滤液。浓缩这种滤液而获得油质物质。通过硅胶柱层析纯化获得的油质物质。作为展开溶剂,使用己烷:乙酸乙酯=1:1(v/v)。浓缩所得的级分,以致制备 3-(3-联苯基)-5-异丙基-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑(缩写:HiPr5btz-dmp)(白色粉末,收率:85%)。步骤 5 的合成流程由 (e-17) 所示。

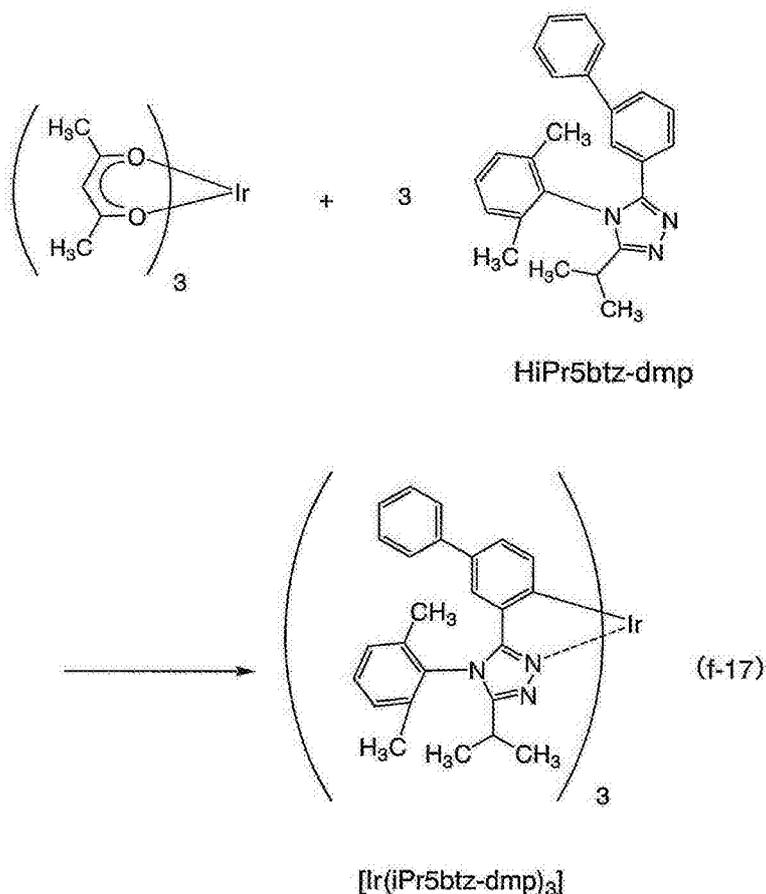
[0679]



[0680] <步骤 6:三[3-(5-联苯基)-5-异丙基-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑合]铱(III)(缩写:[Ir(iPr5btz-dmp)₃])的合成>

[0681] 此外,将 0.55g 上述步骤 5 中制备的配体 HiPr5btz-dmp 和 0.15g 三(乙酰丙酮合)铱(III)装入配备有三通旋塞的反应容器,并用氩气替换该反应容器中的空气。然后,在 250℃ 下加热该混合物 43.5 小时以便反应。将该反应物溶解在二氯甲烷中,并通过使用二氯甲烷:乙酸乙酯=10:1(v/v)作为展开溶剂的硅胶柱层析纯化。蒸馏出所得的级分的溶剂并用乙酸乙酯和己烷的混合溶剂洗涤所得的固体。然后,用乙醇和己烷的混合溶剂进行再结晶,以致制备作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(iPr5btz-dmp)₃](黄色粉末,收率:0.2%)。步骤 6 的合成流程由 (f-17) 所示。

[0682]



[0683] 上述步骤 6 中制备的黄色粉末的通过核磁共振谱 (¹H-NMR) 的分析结果显示如下。¹H-NMR 谱图示于图 68 中。从结果发现在合成实施例 14 中制备了作为本发明一个实施方式的由结构式 (152) 表示的有机金属配合物 [Ir(iPr5btz-dmp)₃]。

[0684] ¹H-NMR. δ (CDCl₃): 1.16 (d, 9H), 1.33 (d, 9H), 1.97 (s, 9H), 2.20 (s, 9H), 2.67–2.74 (m, 3H), 6.54 (s, 3H), 7.04–7.11 (m, 12H), 7.23–7.37 (m, 15H), 7.46 (t, 3H)。

[0685] 接下来, 测量 [Ir(iPr5btz-dmp)₃] 在二氯甲烷溶液中的紫外线-可见光吸收光谱(下文中, 简单地称为吸收光谱) 和发射光谱。借助于紫外线-可见光分光光度计(由 Japan Spectroscopy Corporation 制造的 V550 型) 在其中二氯甲烷溶液 (0.059mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量吸收光谱。借助于荧光分光光度计(由 Hamamatsu Photonics Corporation 制造的 FS920) 在其中将脱气的二氯甲烷溶液 (0.059mmol/L) 装入在室温下的石英槽中的状态下测量发射光谱。图 69 显示了吸收光谱和发射光谱的测量结果。横轴表示波长, 纵轴表示吸收强度和发射强度。在图 69 中, 显示了两个实线; 细线表示吸收光谱, 粗线表示发射光谱。应指出, 图 69 中的吸收光谱是如下获得的结果: 从二氯甲烷溶液 (0.059mmol/L) 在石英槽中测量的吸收光谱扣除仅将二氯甲烷装入石英槽的吸收光谱。

[0686] 如图 69 所示, 作为本发明一个实施方式的有机金属配合物 [Ir(iPr5btz-dmp)₃] 在 477nm 和 509nm 具有发射峰, 并且从二氯甲烷溶液观察到绿光。

[0687] [实施例 21]

[0688] 描述包括作为本发明一个实施方式的有机金属配合物的发光元件的结构、制造方法和元件特征的测量结果。

[0689] 在实施例 21 中制造的发光元件 11 的元件结构显示在图 43 中。发光元件 11 包括基材 1100、在其上形成的第一电极 1101 和在第一电极 1101 上形成的第二电极 1102,在第一电极和第二电极之间插入了包括多个层的堆叠体的 EL 层 1103。实施例 21 的发光元件 11 的 EL 层 1103 具有其中空穴注入层 1111、空穴传输层 1112、发光层 1113、电子传输层 1114 和电子注入层 1115 依次堆叠的结构。应指出,发光层 1113 具有其中堆叠了第一发光层和第二发光层的结构。

[0690] 制造的发光元件的详细结构示于表 5 中。应指出,使用本发明一个实施方式的有机金属配合物作为发光元件 11 中的发光材料而形成发光层 1113。

[0691] [表 5]

[0692]

	第一电极	空穴注入层	空穴传输层	发光层	
发光元件 11 (149)	ITSO	CBP: MoO _x (=2:1)	mCP	mCP: [Ir(iPr5btz) ₃] (=1:0.08)	mDBTBI _m -II: [Ir(iPr5btz) ₃] (=1:0.08)
	110 nm	50 nm	10 nm	30 nm	10 nm

[0693]

	电子传输层	电子注入层	第二电极
发光元件 11 (149)	BPhen	LiF	Al
	15 nm	1nm	200 nm

[0694] (发光元件 11 的制造)

[0695] 接下来,描述制造发光元件 11 的方法。应指出,发光元件 11 的发光层含有作为本发明一个实施方式的由实施方式 1 中的结构式 (149) 表示的有机金属配合物三 [3-(5-联苯)-5-异丙基-4-苯基-4H-1,2,4-三唑合] 铱(III) (缩写:[Ir(iPr5btz)₃]) 作为发光材料。

[0696] 首先,在玻璃基材 1100 上通过溅射法沉积含氧化硅的氧化铟锡(缩写:ITSO),以致形成作为阳极发挥作用的第一电极 1101。第一电极 1101 的厚度是 110nm,电极面积是 2mm×2mm。

[0697] 接下来,将其上形成了第一电极 1101 的玻璃基材 1100 固定到提供在真空蒸发设备中的基材支架上以致其上形成了第一电极 1101 的侧向下,并将压力降低到大约 10⁻⁴Pa。

[0698] 接下来,在第一电极 1101 上形成空穴注入层 1111。使用通过 4,4'-二(N-咔唑基)联苯(缩写:CBP)和氧化钼(VI)的共蒸发而形成的含有机化合物和无机化合物的复合材料的层来形成空穴注入层 1111。含复合材料的层的厚度是 50nm,并且将 CBP 和氧化钼的重量比调节到 2:1(=CBP:氧化钼)。

[0699] 接下来,在空穴注入层 1111 上形成空穴传输层 1112。使用电阻加热通过蒸发法形成作为空穴传输层 1112 的 10nm 厚的 1,3-双(N-咔唑基)苯(缩写:mCP)层。

[0700] 接下来,在空穴传输层 1112 上形成发光层 1113。按以致通过 mCP 和 [Ir(iPr5btz)₃] 的共蒸发而形成 30nm 厚的膜和通过 2-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯

基]-1-苯基-1H-苯并咪唑(缩写:mDBTBIIm-II)和 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ 的共蒸发而形成10nm厚的膜的方式形成发光层1113。调节蒸发速率以致mCP和 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ 的重量比是1:0.08(= $\text{mCP}:[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$)。调节蒸发速率以致mDBTBIIm-II和 $[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$ 的重量比是1:0.08(= $\text{mDBTBIIm-II}:[\text{Ir}(\text{iPr5btz})_3]$)。

[0701] 接下来,在发光层1113上形成电子传输层1114。使用电阻加热通过蒸发法形成作为电子传输层1114的20nm厚的4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(缩写:BPhen)层。

[0702] 然后,在电子传输层1114上形成电子注入层1115。蒸发1nm厚的氟化锂(LiF)层作为电子注入层1115。

[0703] 最后,在电子注入层1115上形成第二电极1102。蒸发200nm厚的铝层作为第二电极1102;因此,制造了发光元件11。

[0704] 在手套箱中在氮气气氛下进行密封以致所得的发光元件11没有暴露于大气中,然后测量这种发光元件的操作特征。应指出,在室温下进行测量(在保持在25°C下的气氛中)。

[0705] (评价结果)

[0706] 接下来,图70显示了发光元件11的电流密度 vs. 亮度特征。图71显示了它的电压 vs. 亮度特征。图72显示了它的亮度 vs. 电流效率特征。图73显示了它在0.1mA电流下的发射光谱。

[0707] 发光元件11在696cd/m²的亮度下的CIE色度座标是(x = 0.22, y = 0.45)。另外,在696cd/m²亮度下,电流效率是43.9cd/A,电压是6.0V,电流密度是1.58mA/cm²。

[0708] 这些测量结果表明发光元件11具有极其高的电流效率。

[0709] 本申请基于在2009年11月2日向日本专利局提交的日本专利申请序列号2009-252168,和在2010年7月28日向日本专利局提交的日本专利申请序列号2010-169870,它们的全部内容在此引入供参考。

[0710] 附图标记的说明

[0711] 101:基材,102:第一电极,103:EL层,104:第二电极,111:空穴注入层,112:空穴传输层;113:发光层,114:电子传输层,501:第一电极,502:第二电极,511:第一发光单元,512:第二发光单元,513:电荷产生层,601:基材,603:第一电极,607:EL层,608:第二电极,801:基材,806:基材,815:EL层,1100:基材,1101:第一电极,1102:第二电极,1103:EL层,1111:空穴注入层,1112:空穴传输层;1113:发光层,1114:电子传输层,1115:电子注入层。

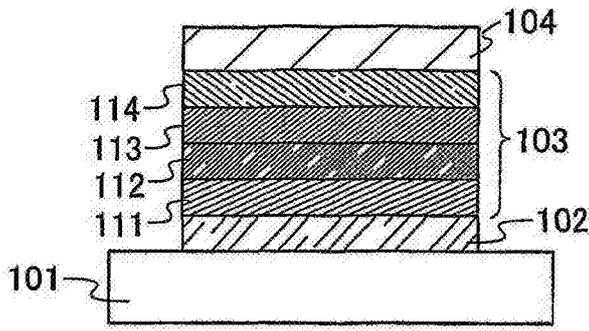


图 1A

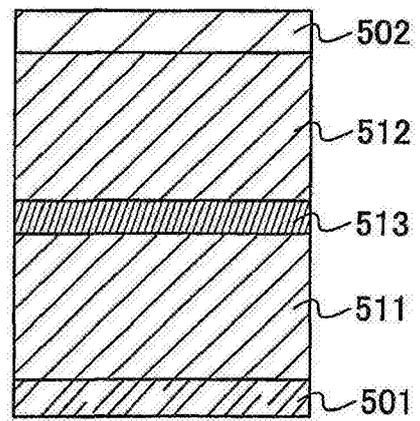


图 1B

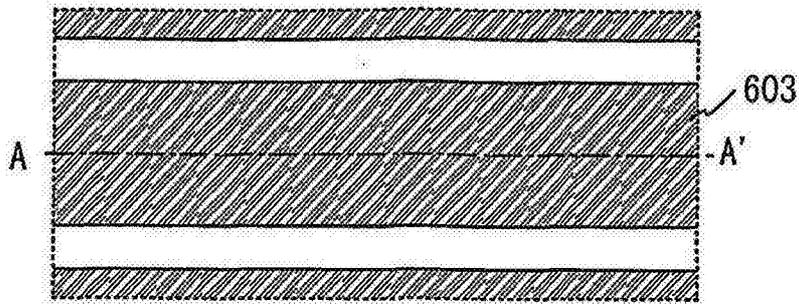


图 2A

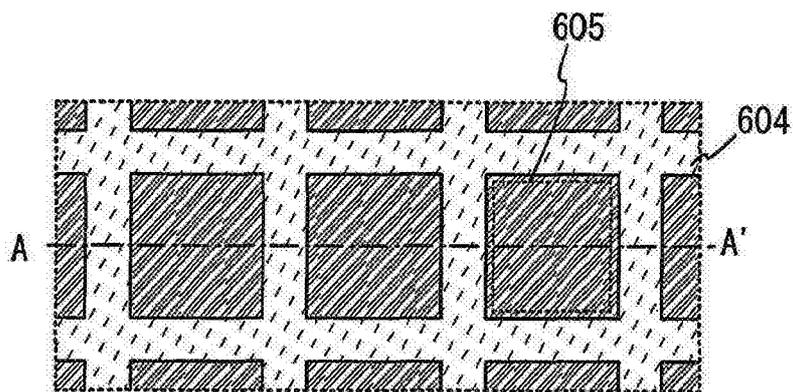


图 2B

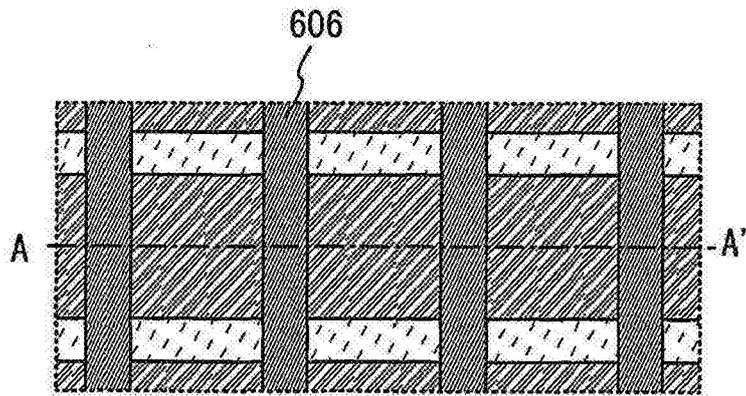


图 2C

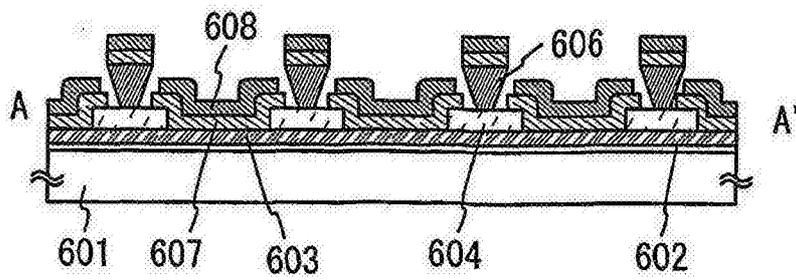


图 2D

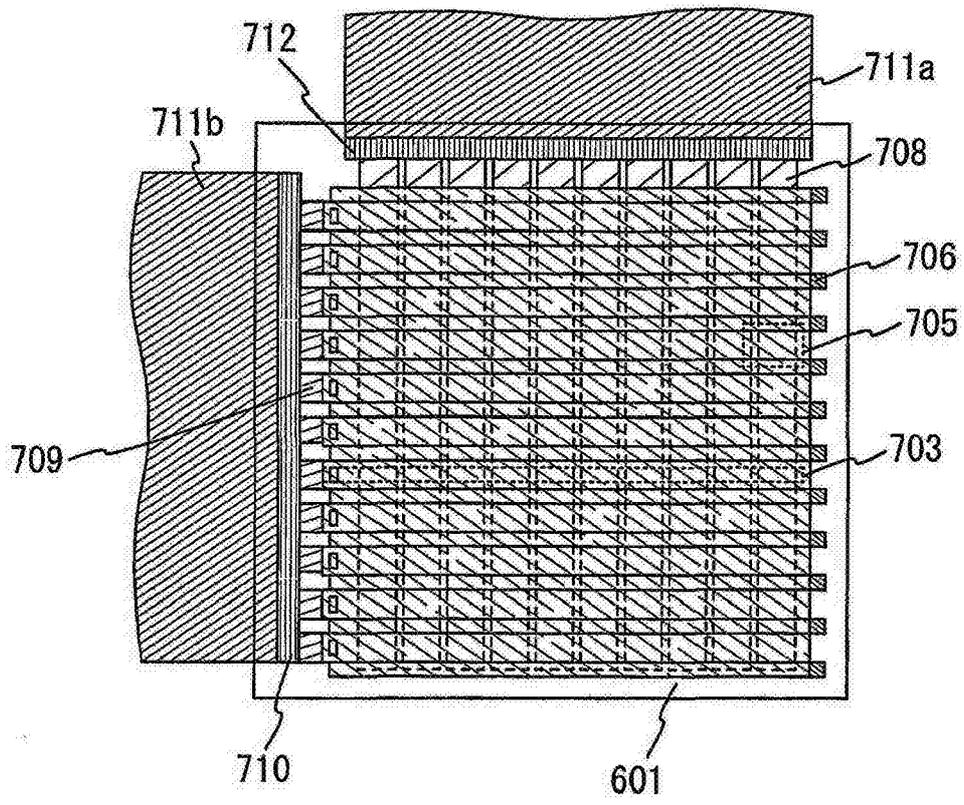


图 3

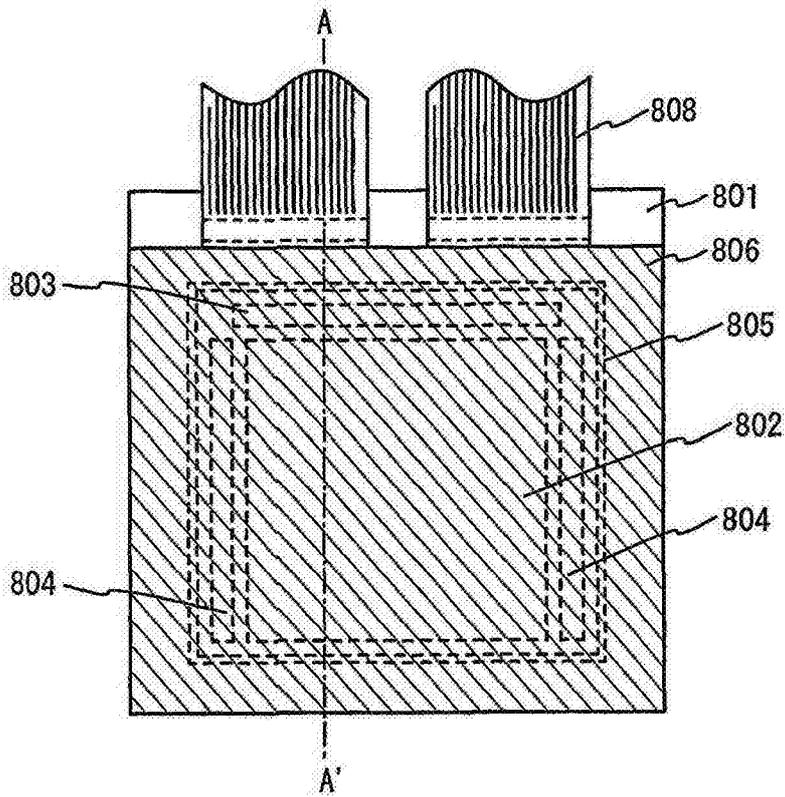


图 4A

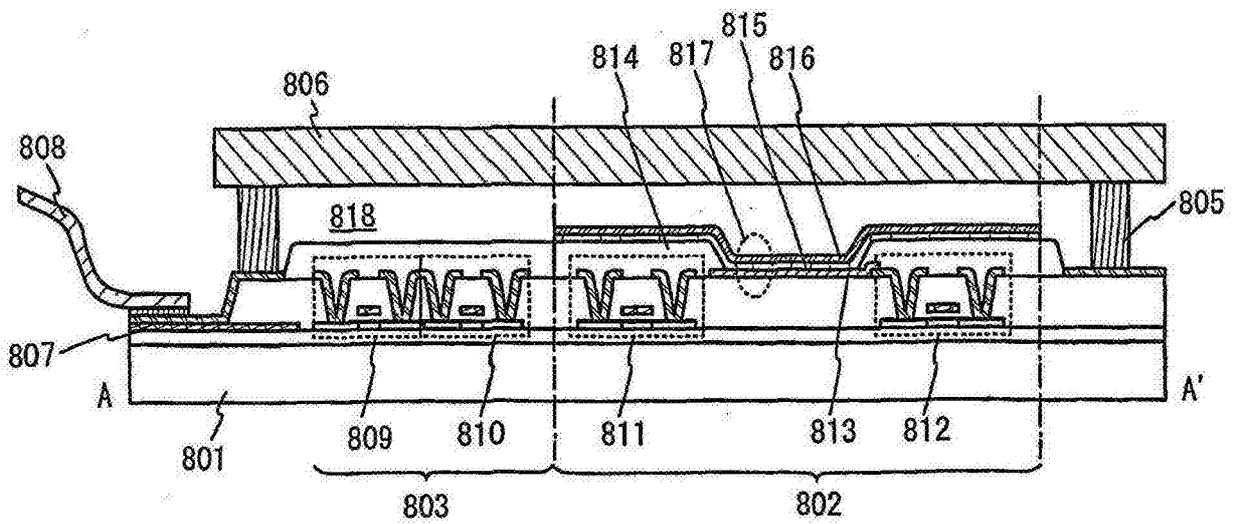


图 4B

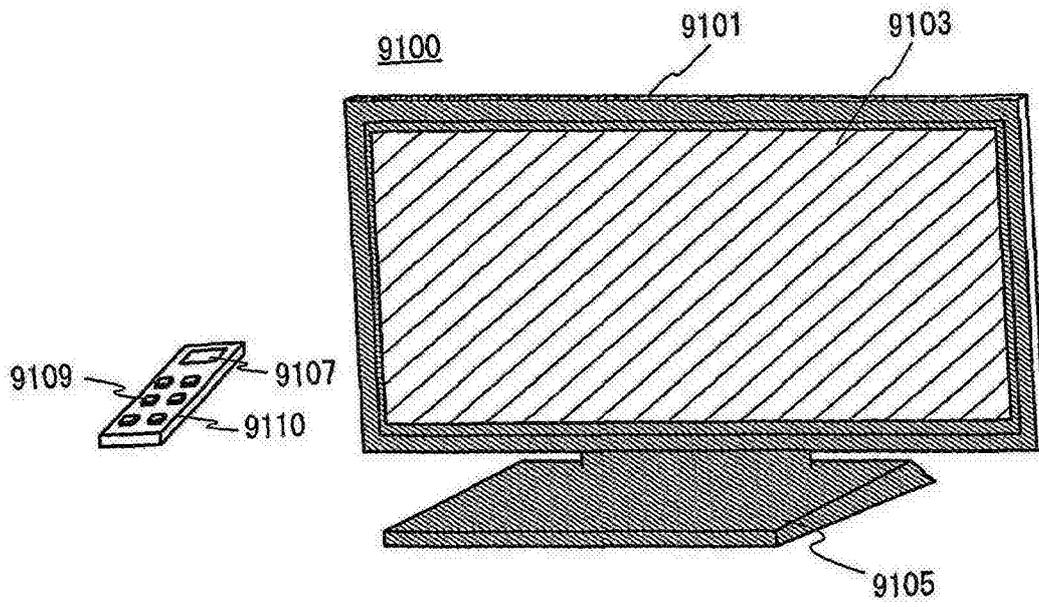


图 5A

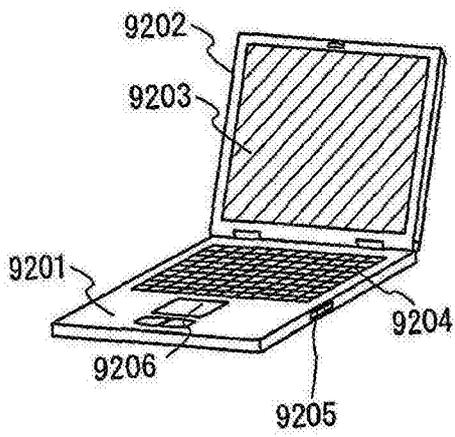


图 5B

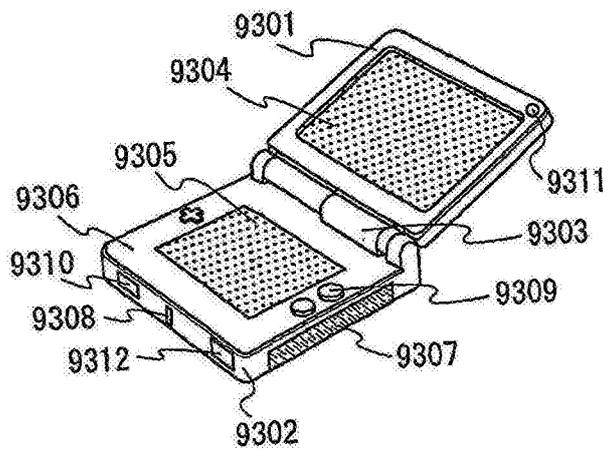


图 5C

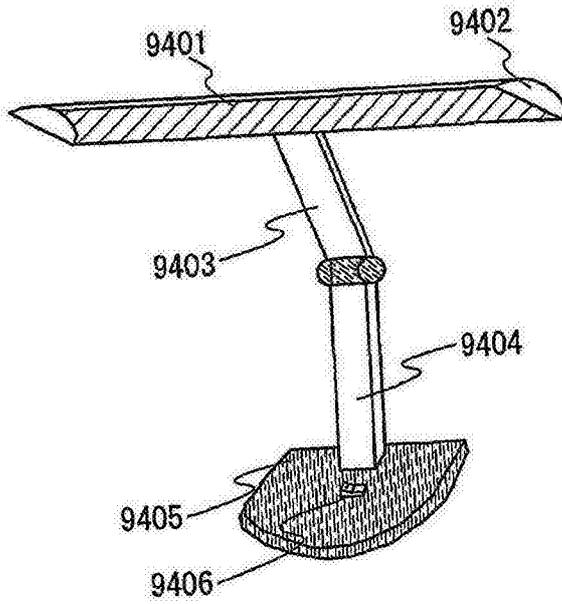


图 5D

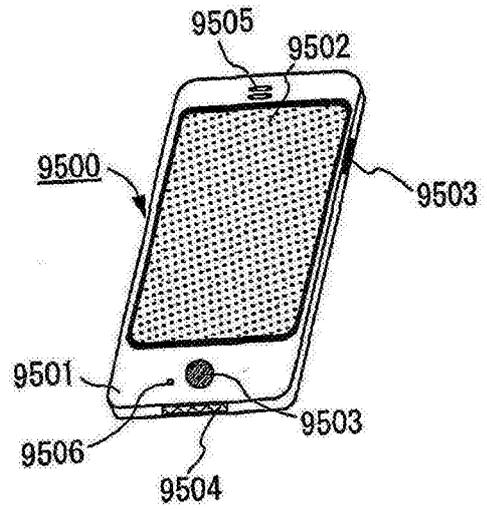


图 5E

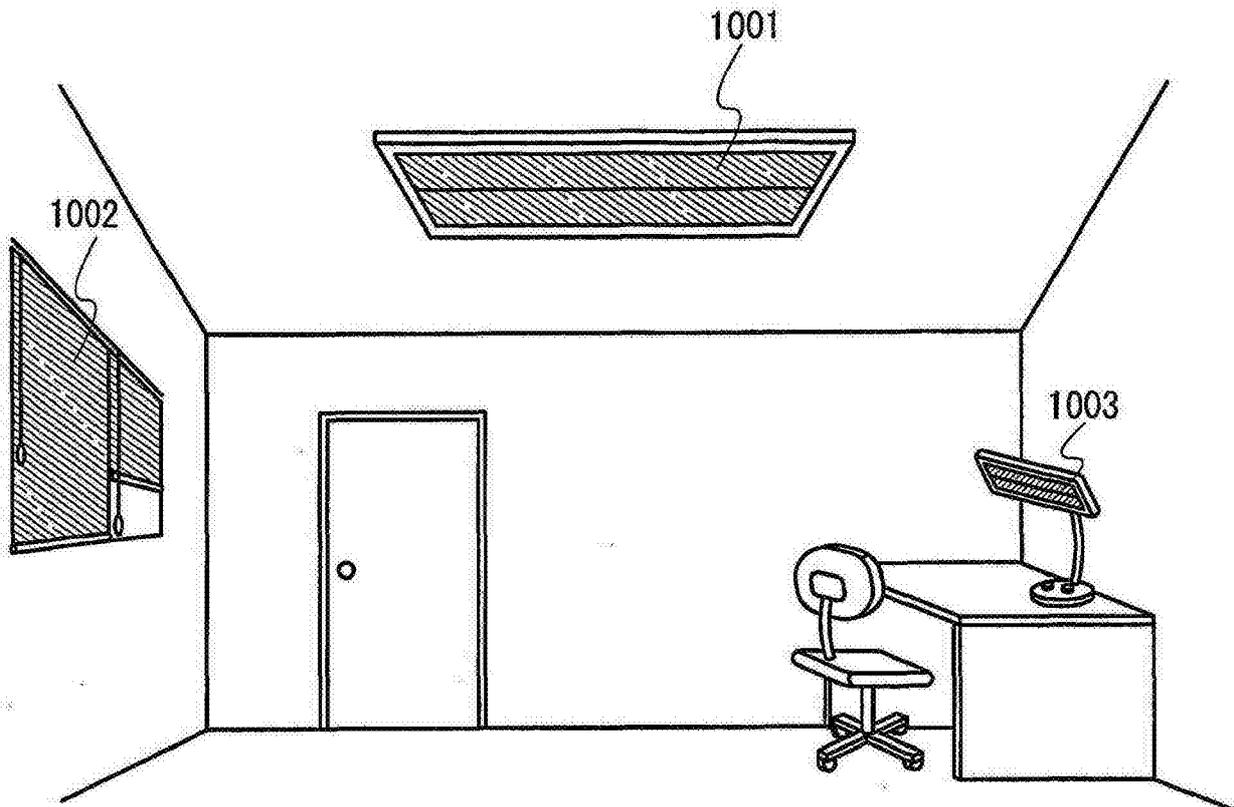


图 6

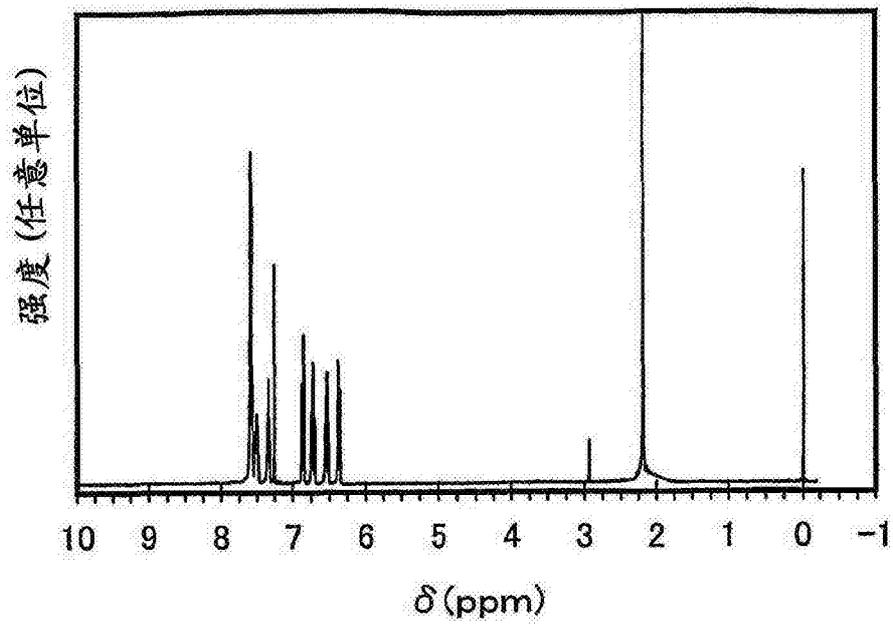


图 7

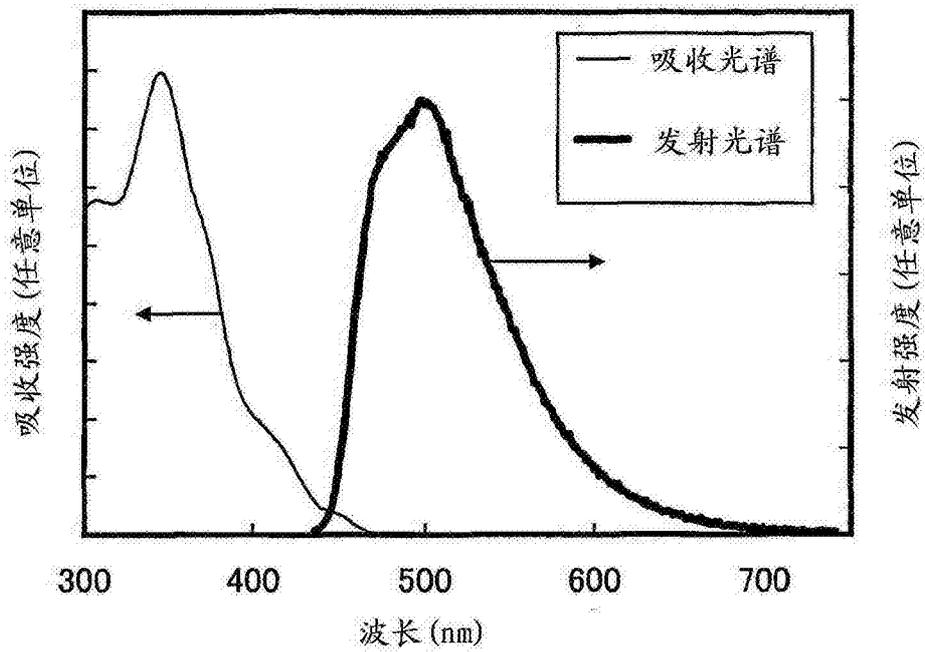


图 8

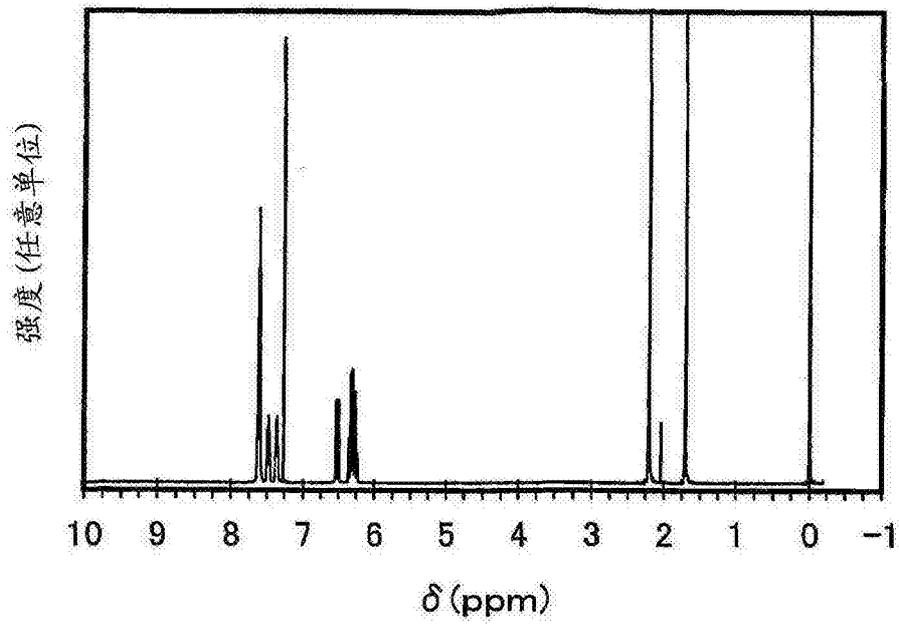


图 9

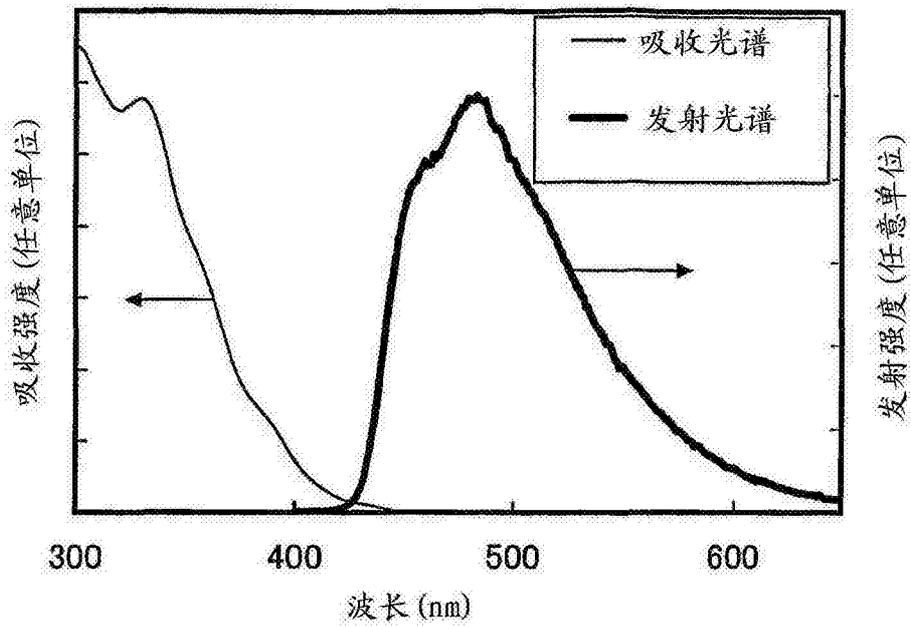


图 10

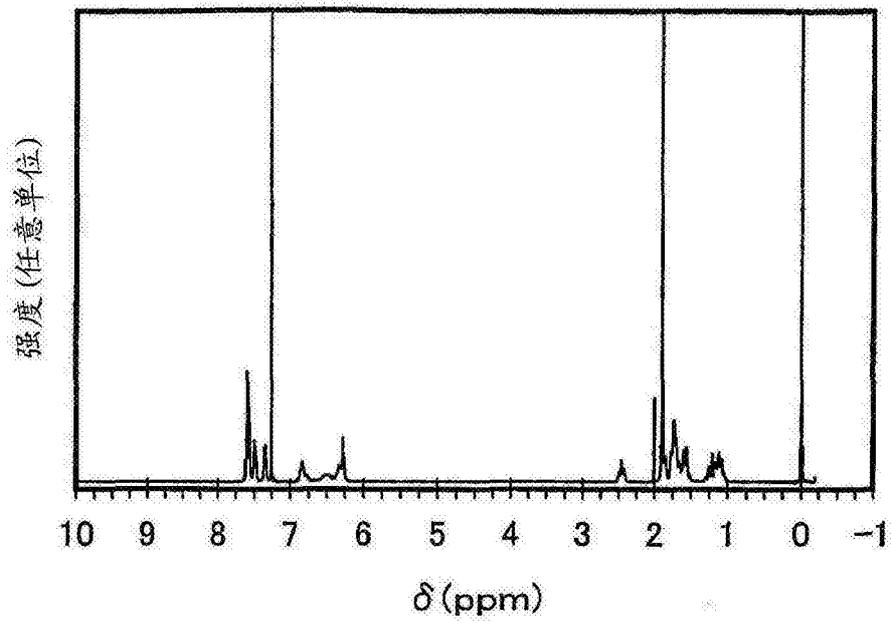


图 11

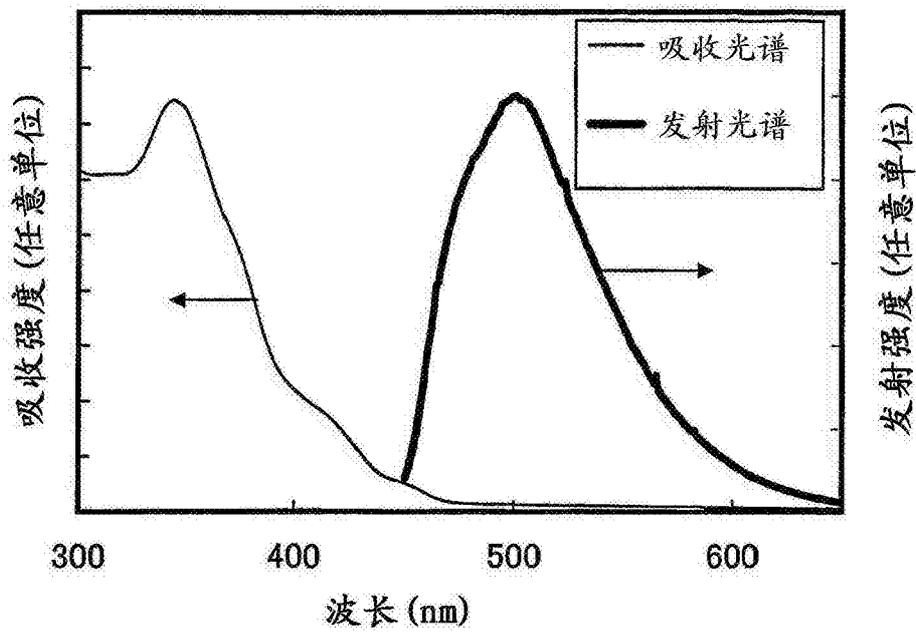


图 12

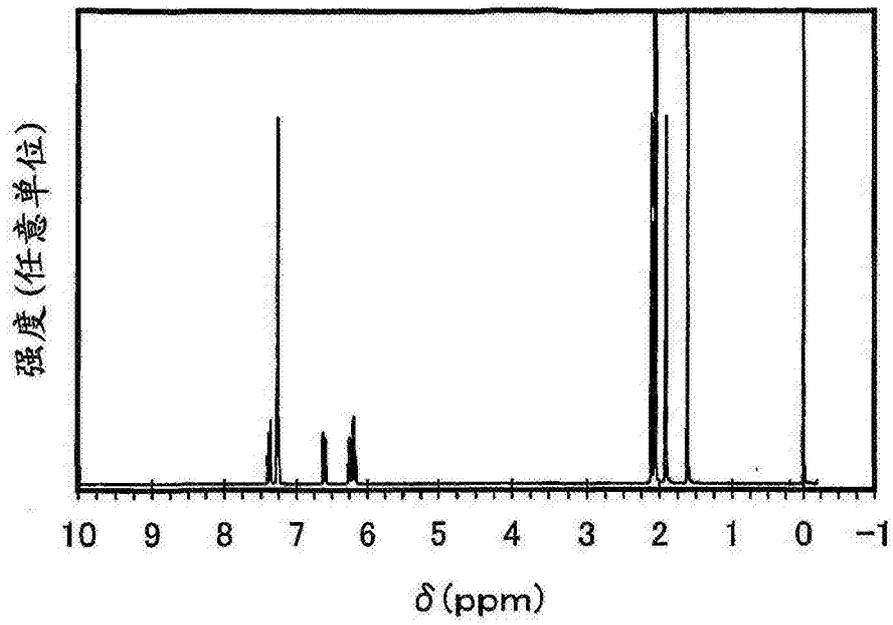


图 13

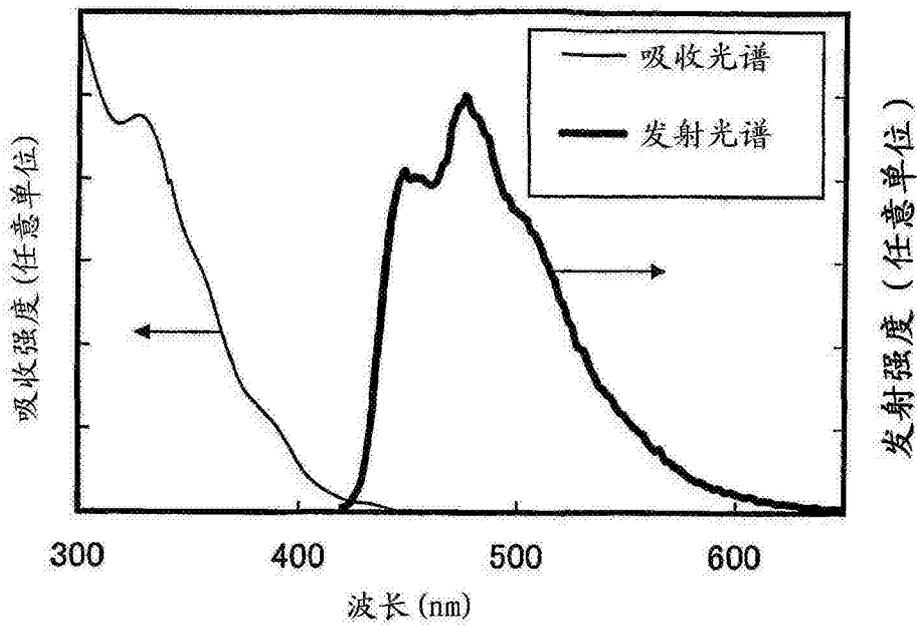


图 14

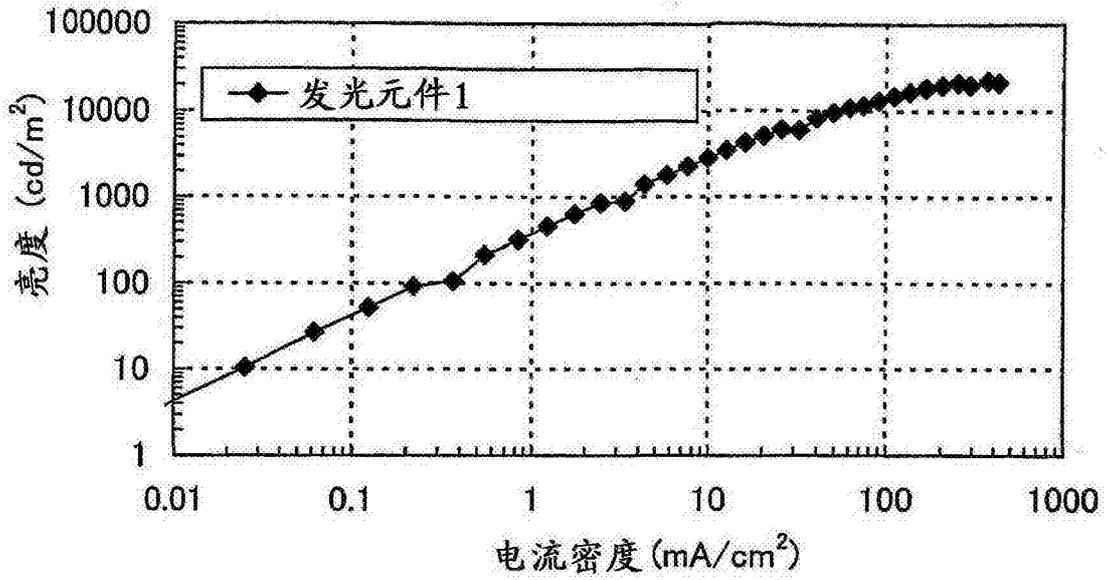


图 15

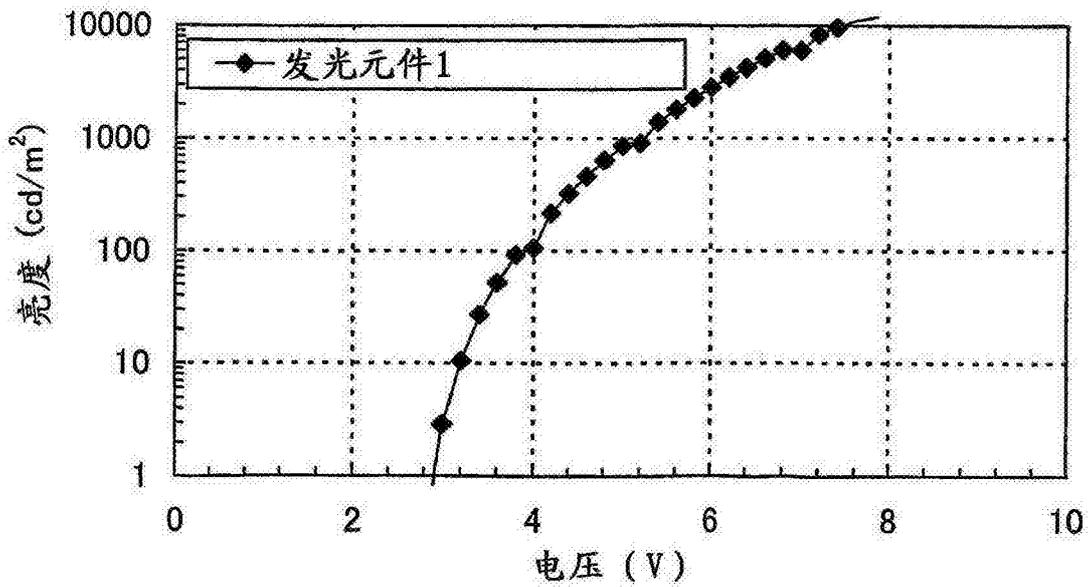


图 16

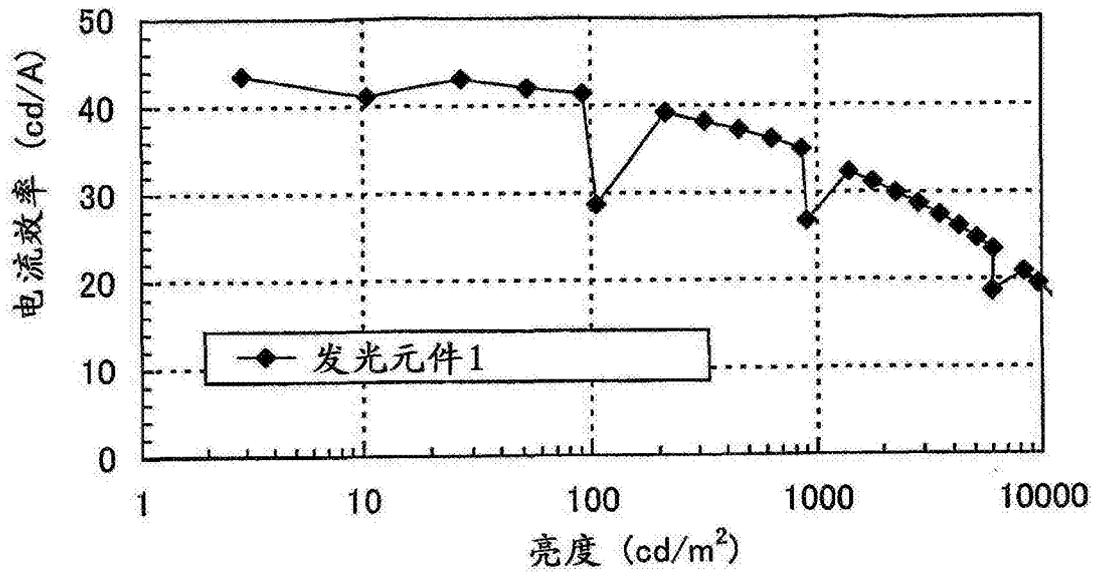


图 17

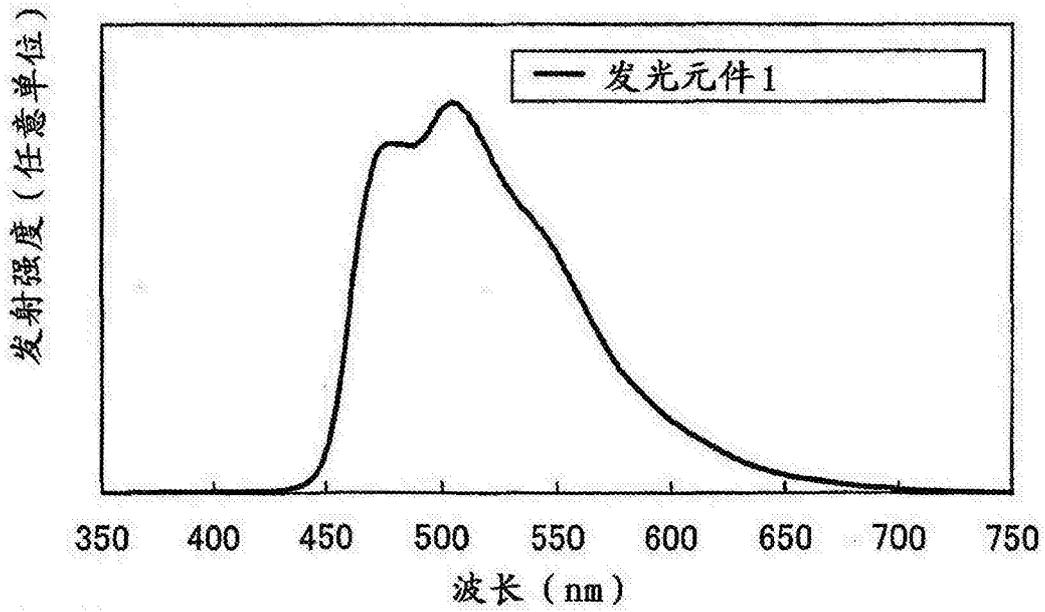


图 18

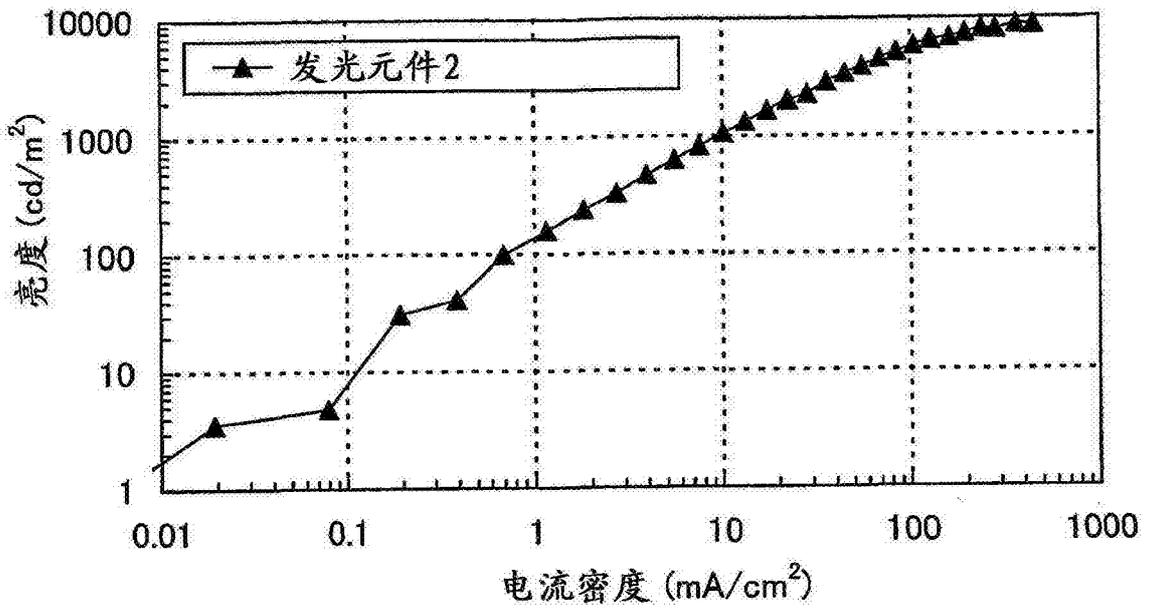


图 19

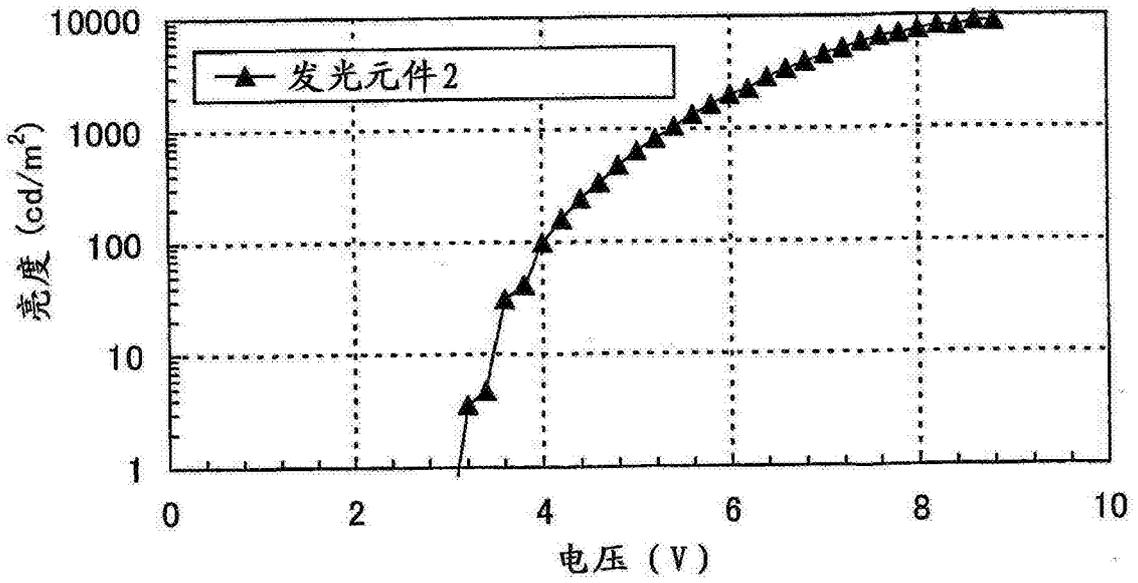


图 20

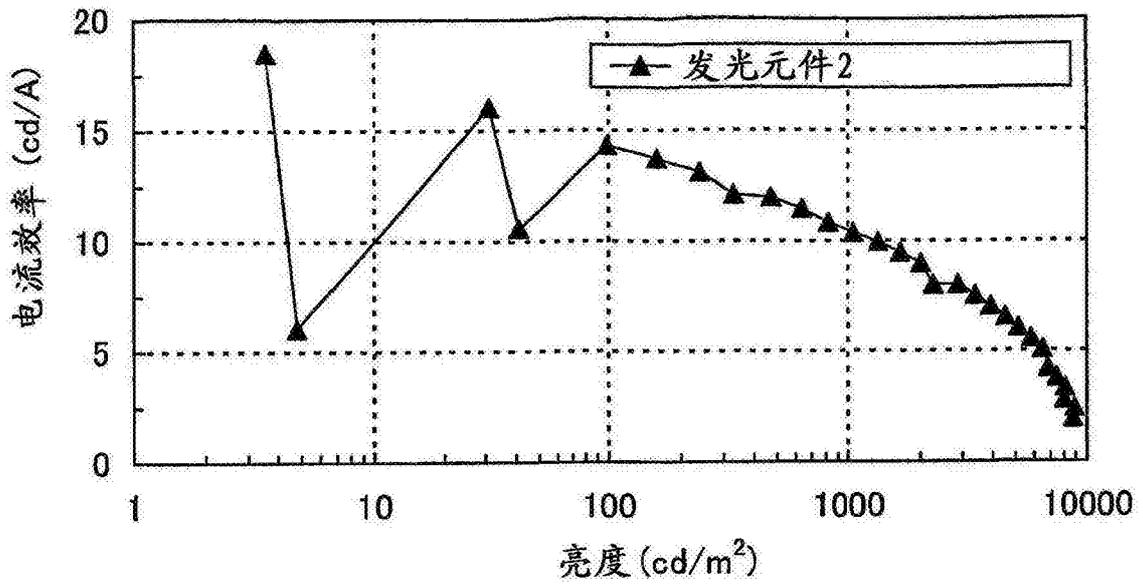


图 21

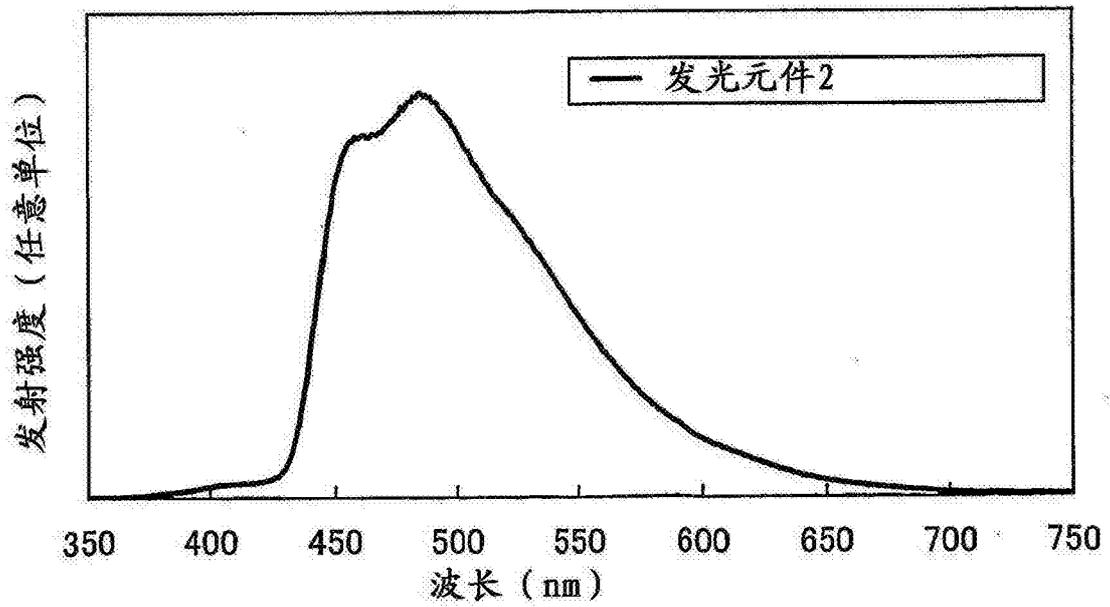


图 22

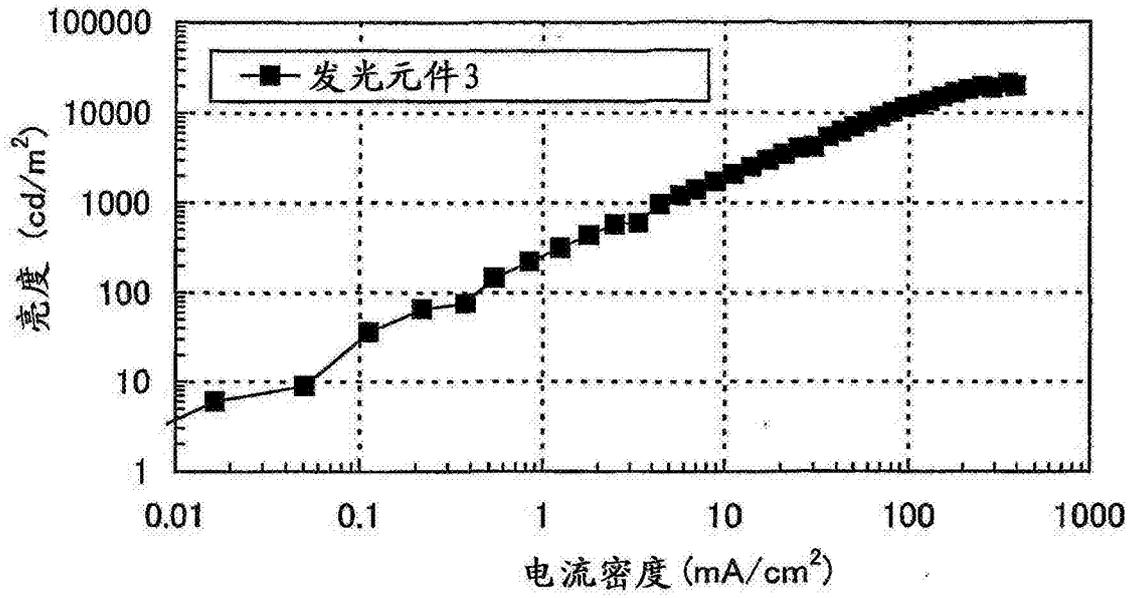


图 23

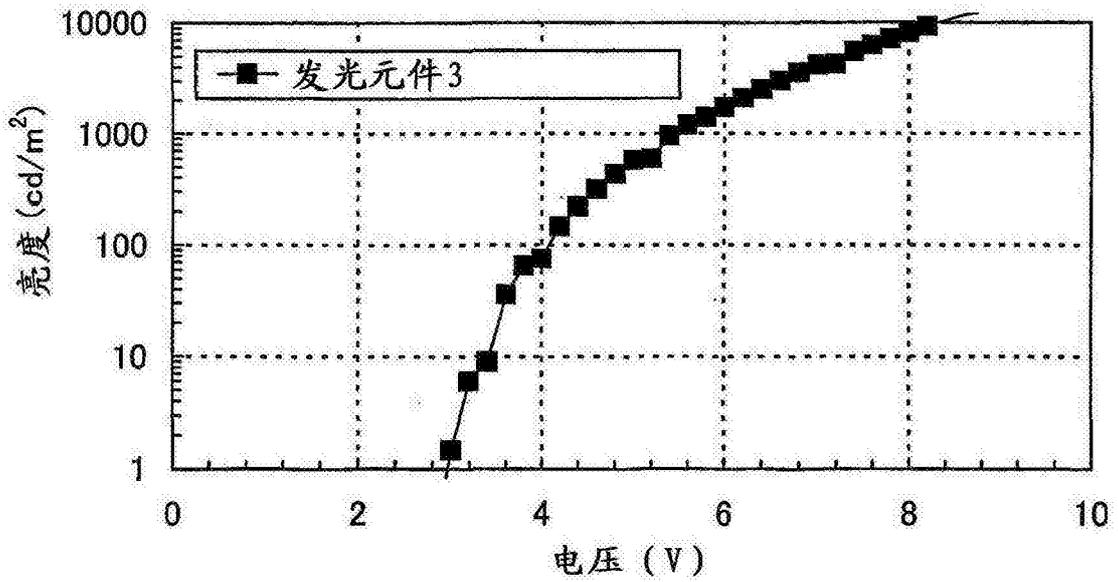


图 24

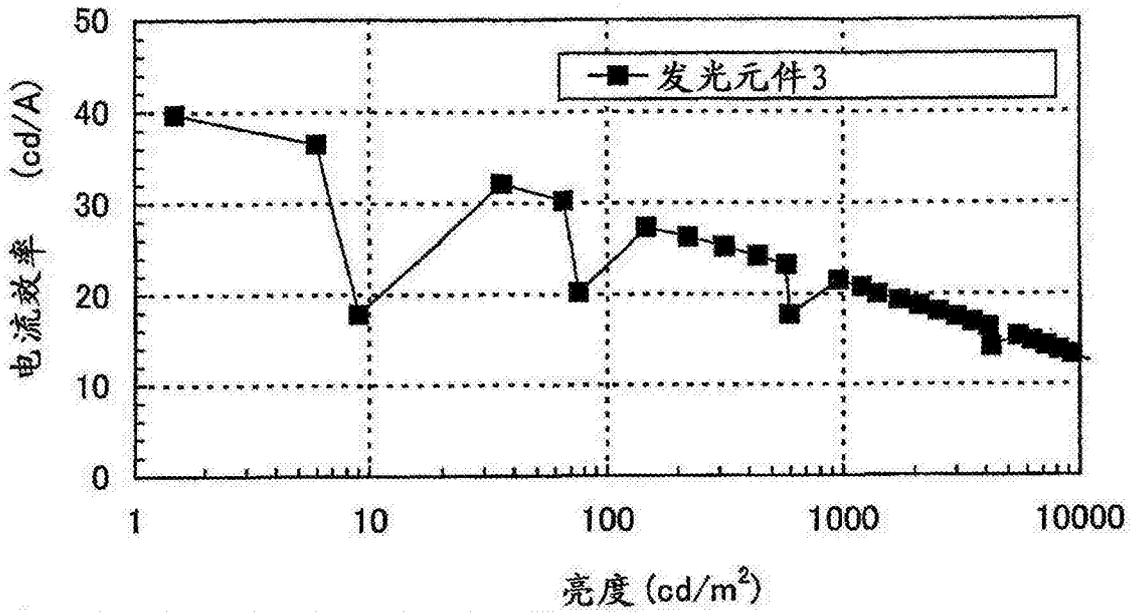


图 25

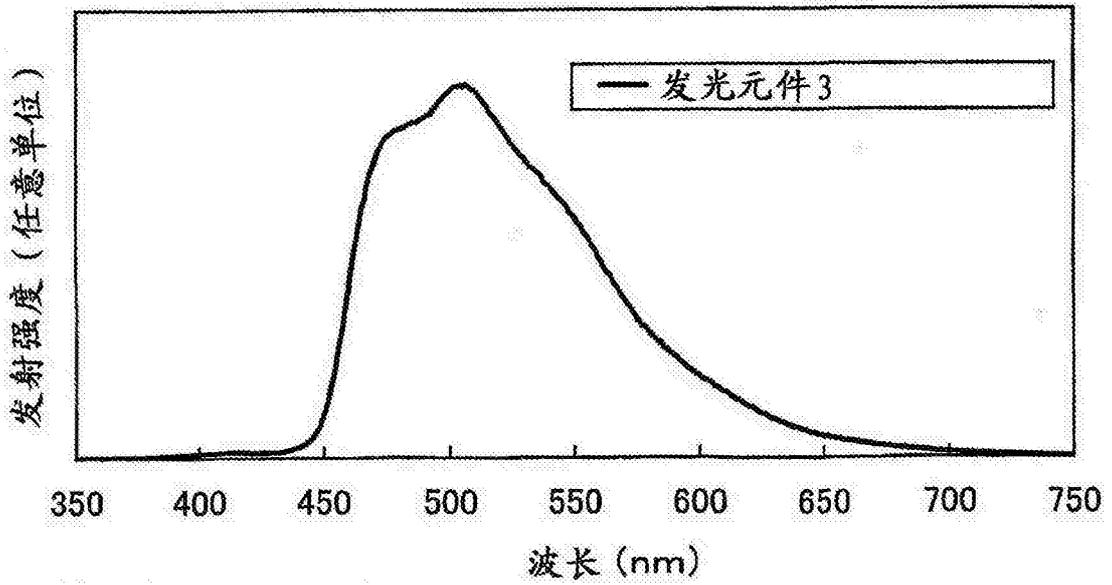


图 26

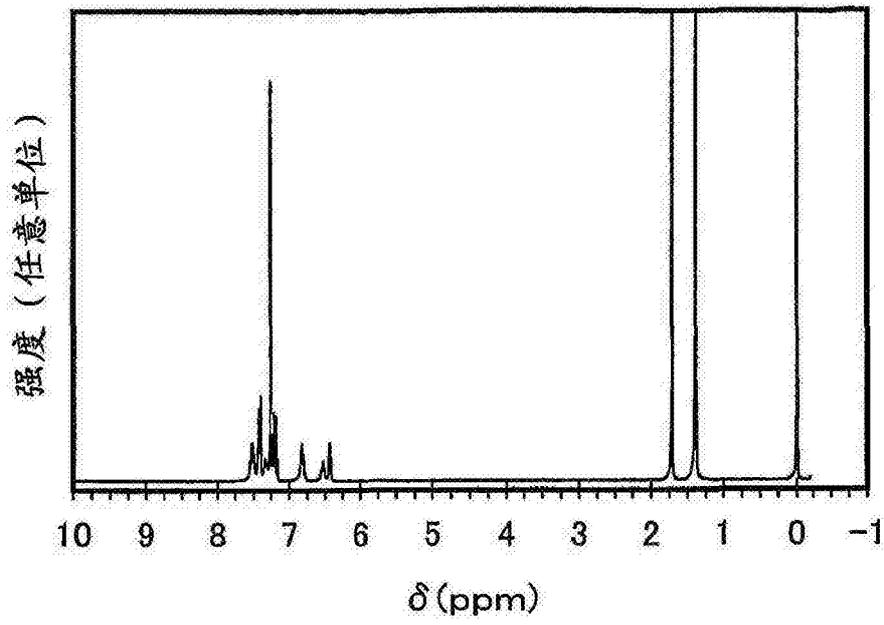


图 27

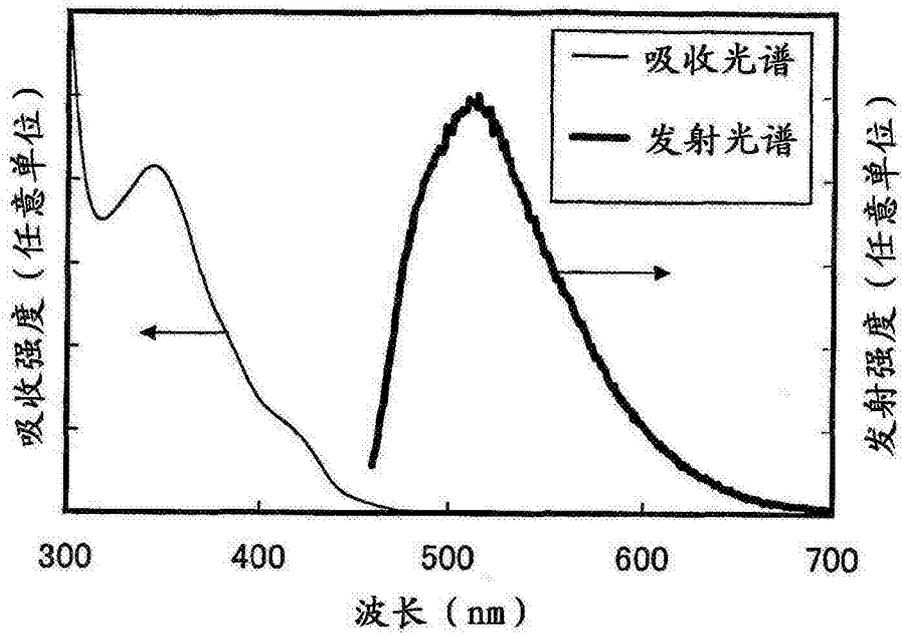


图 28

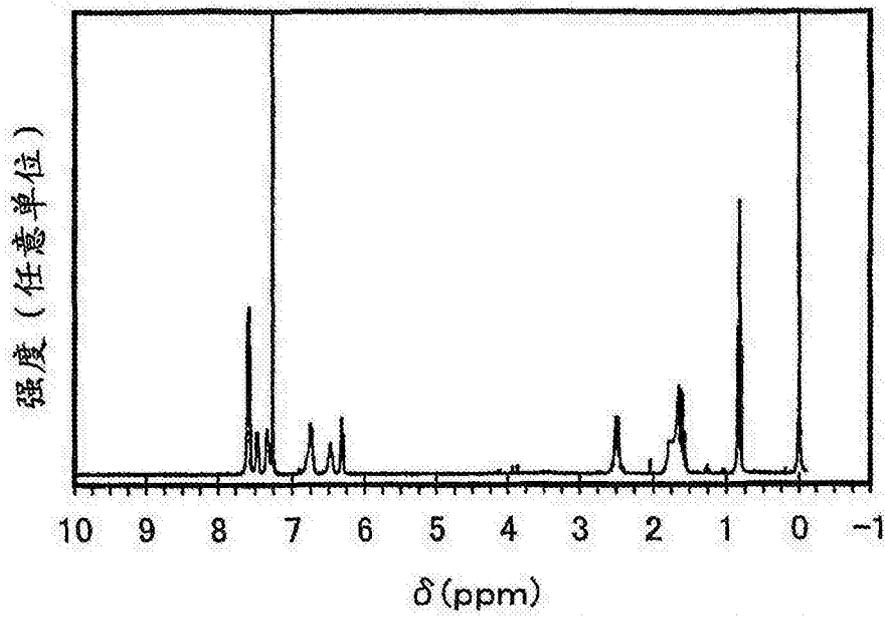


图 29

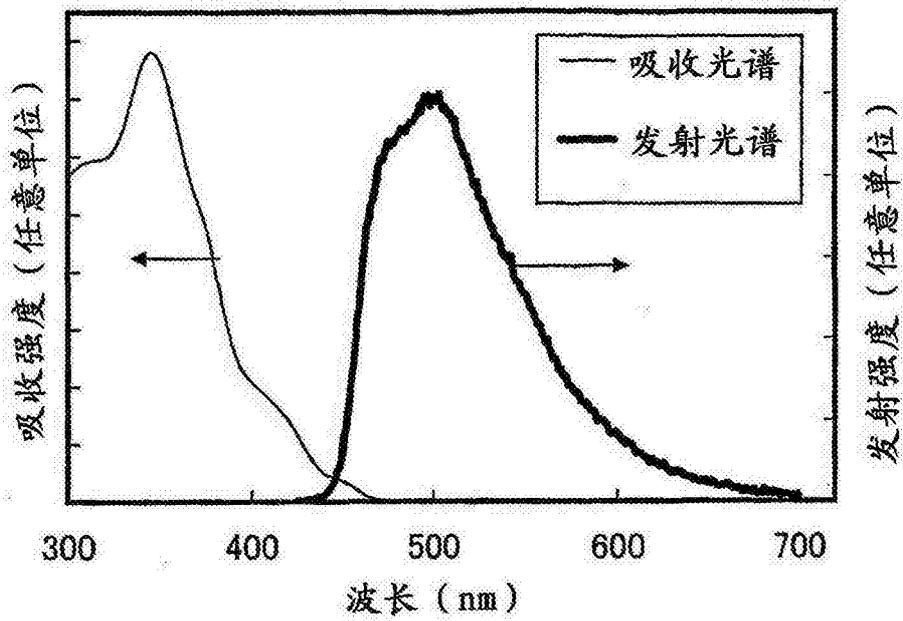


图 30

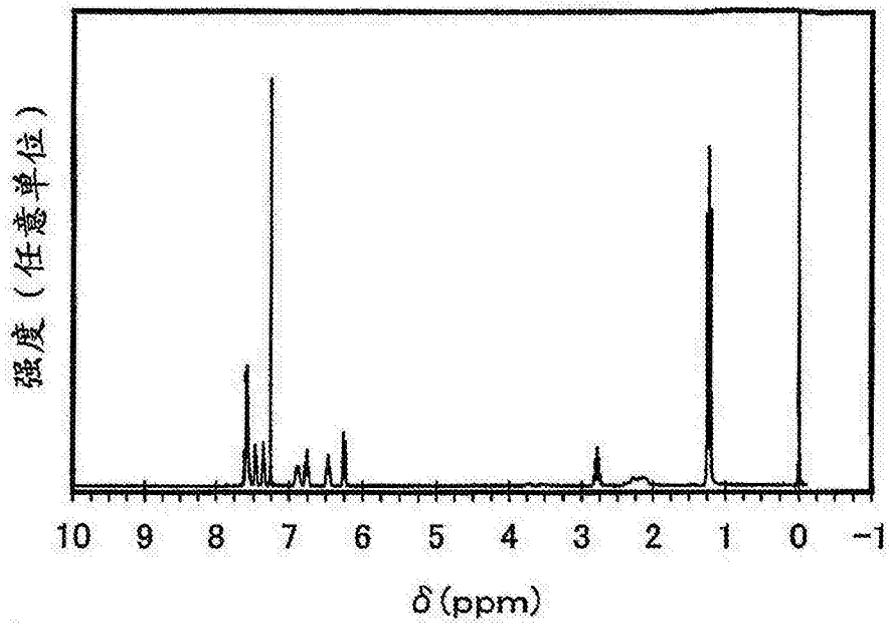


图 31

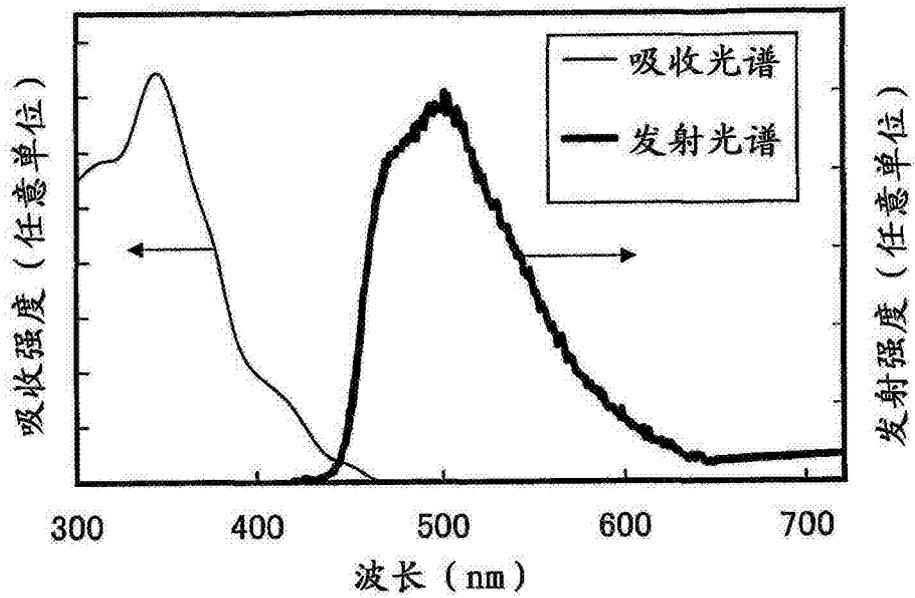


图 32

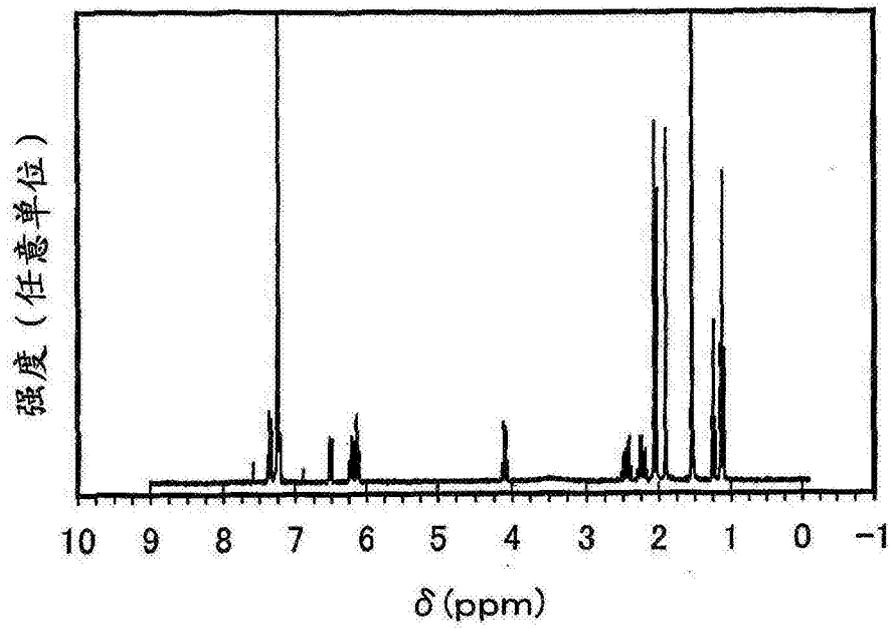


图 33

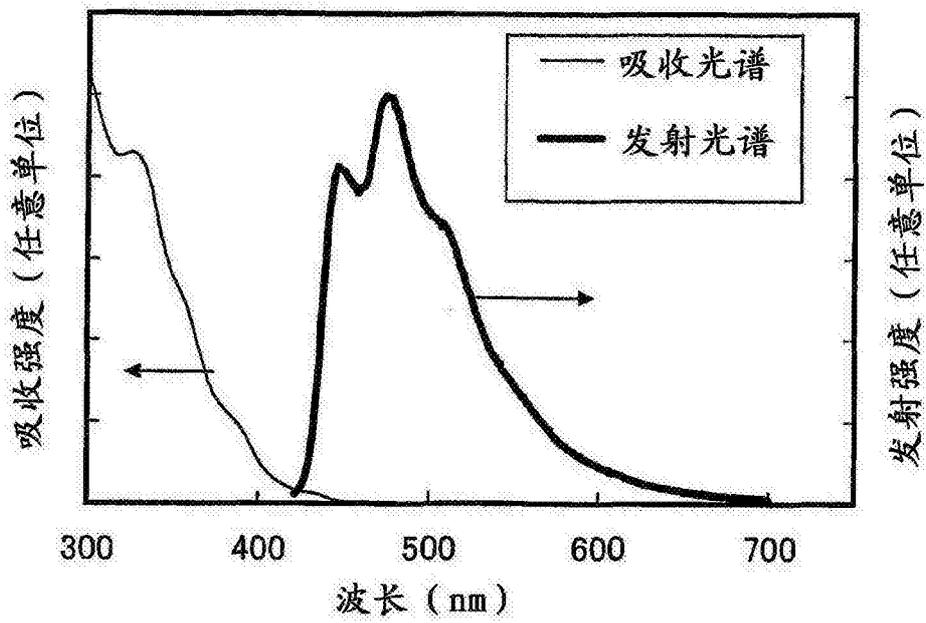


图 34

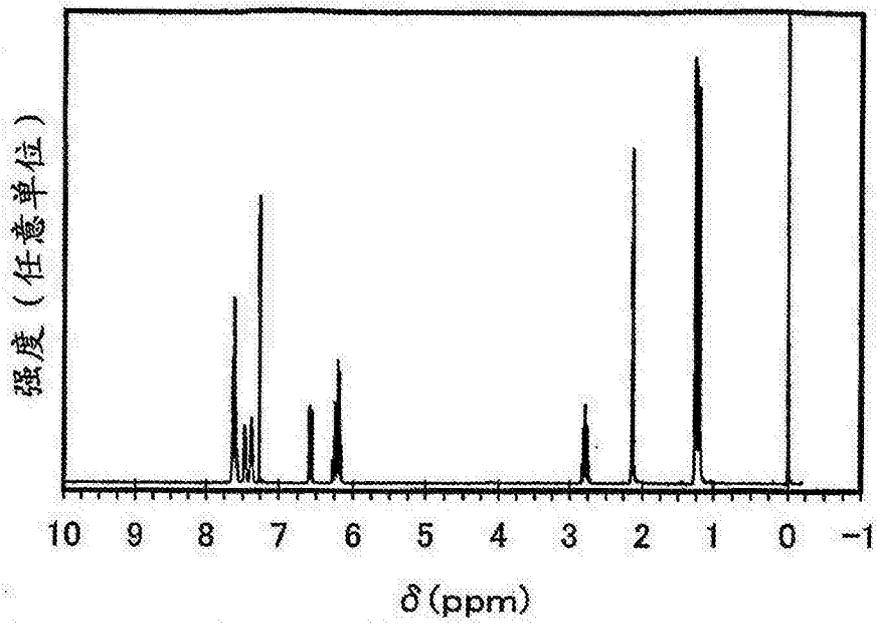


图 35

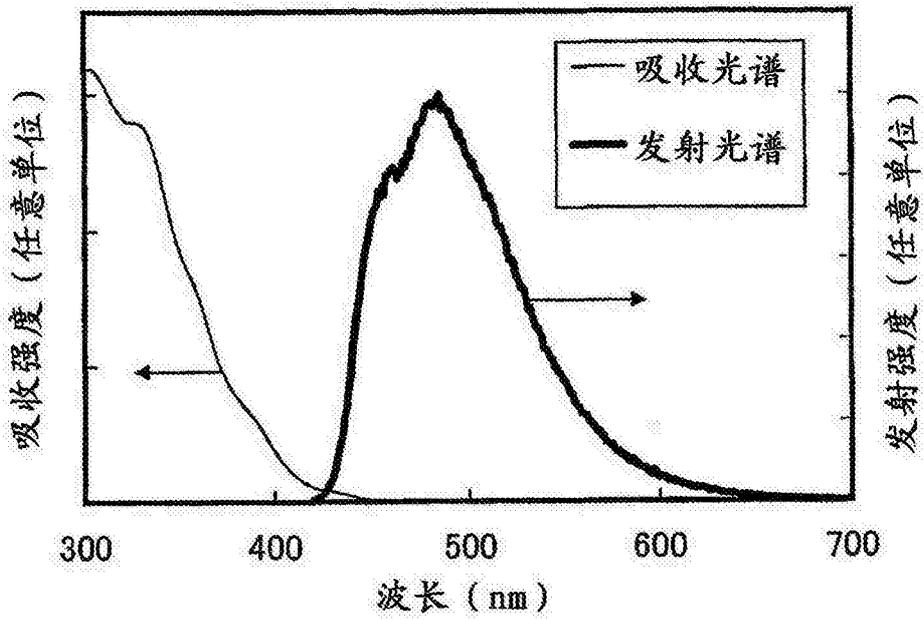


图 36

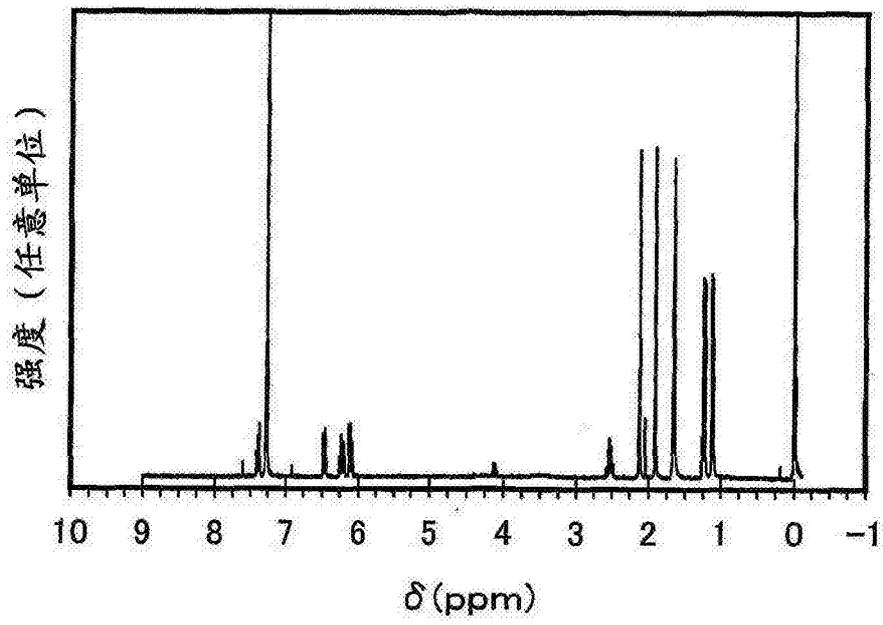


图 37

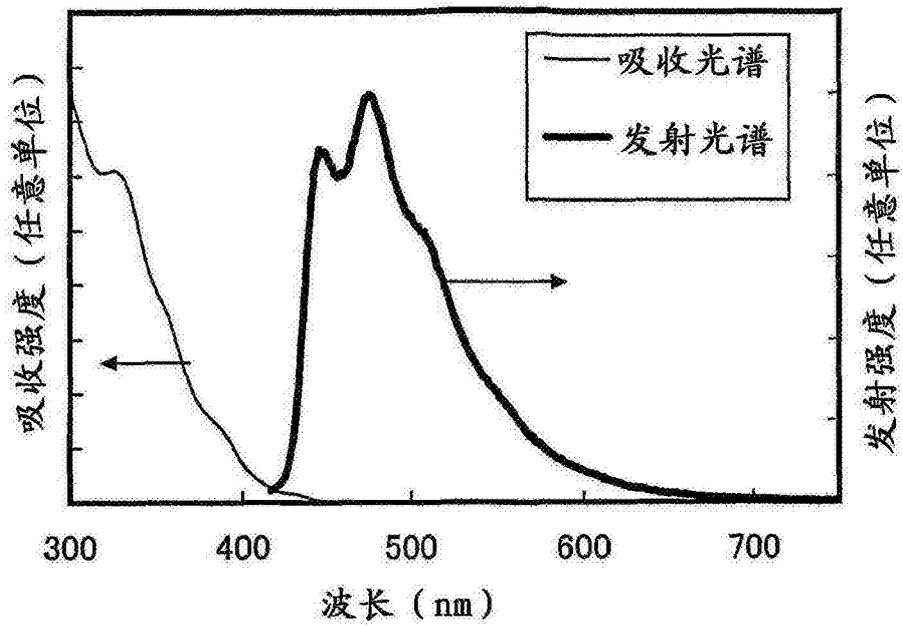


图 38

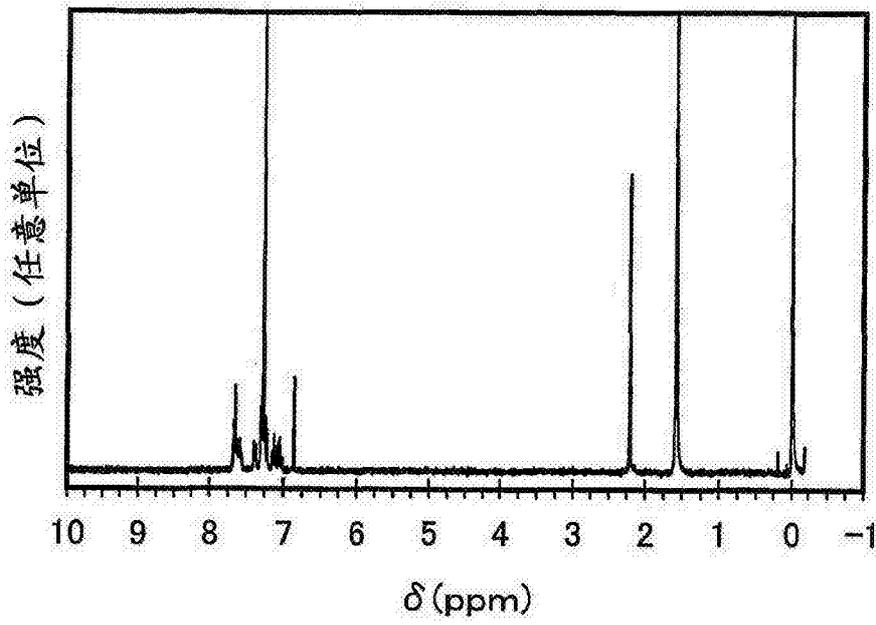


图 39

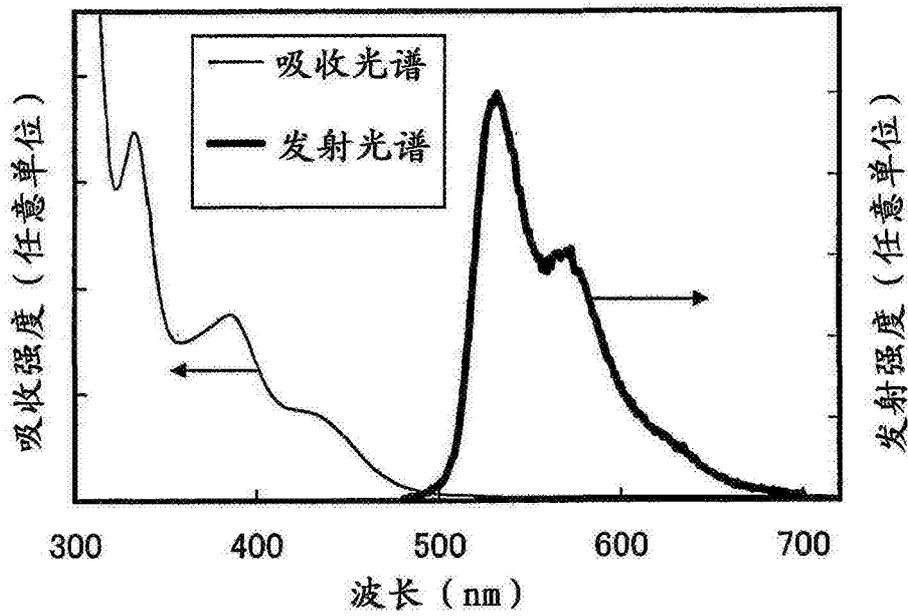


图 40

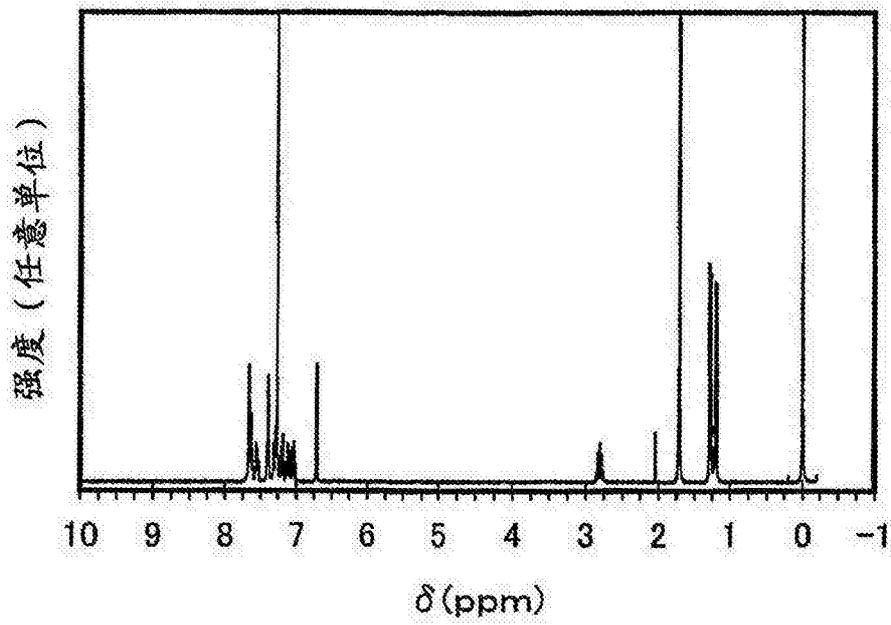


图 41

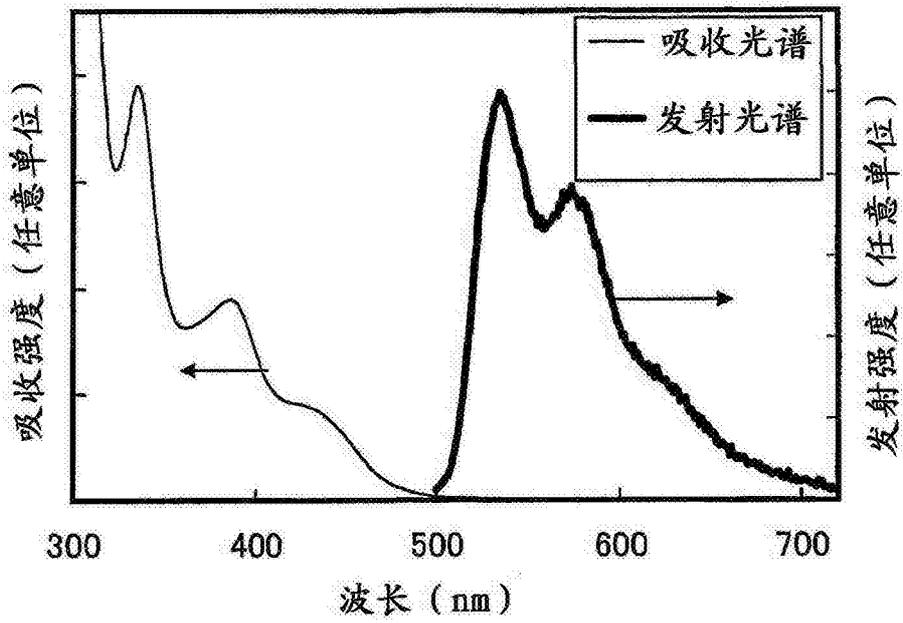


图 42

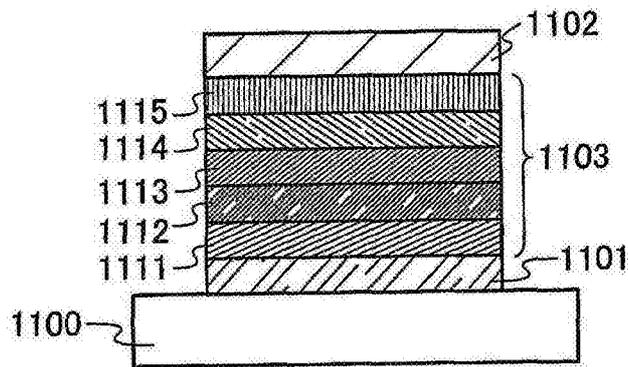


图 43

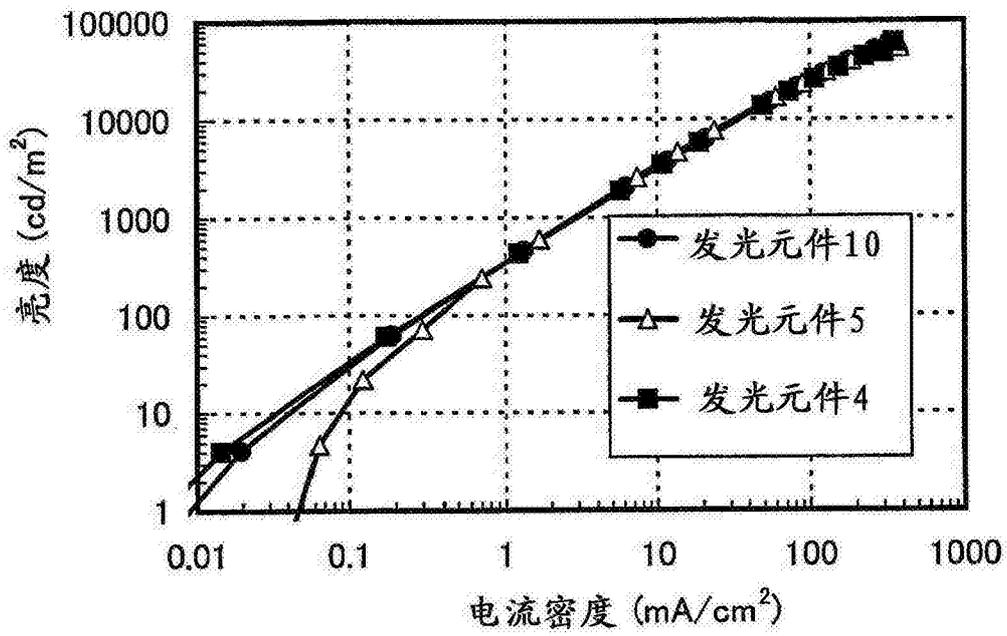


图 44

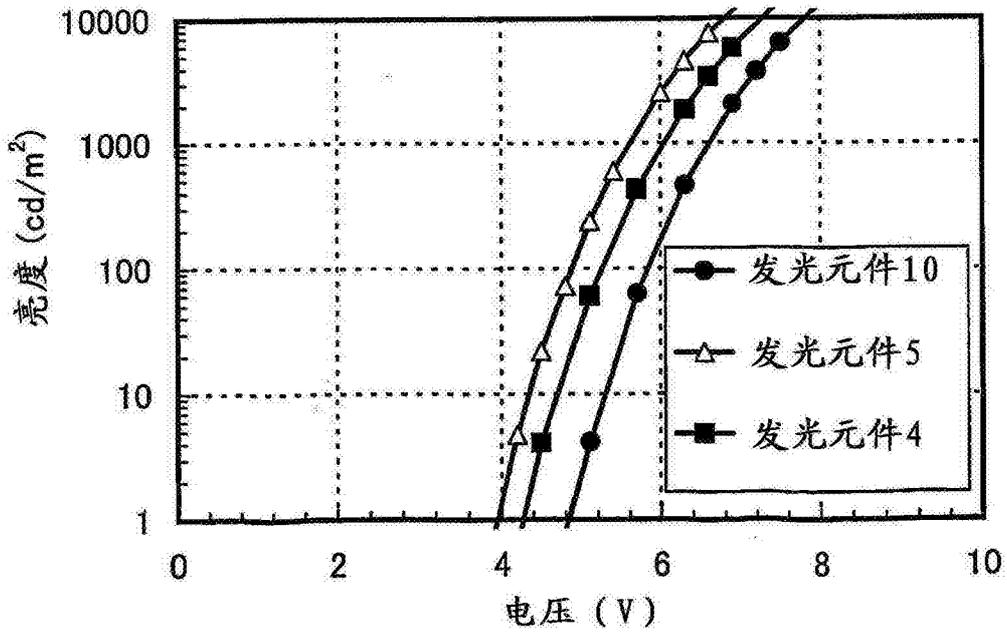


图 45

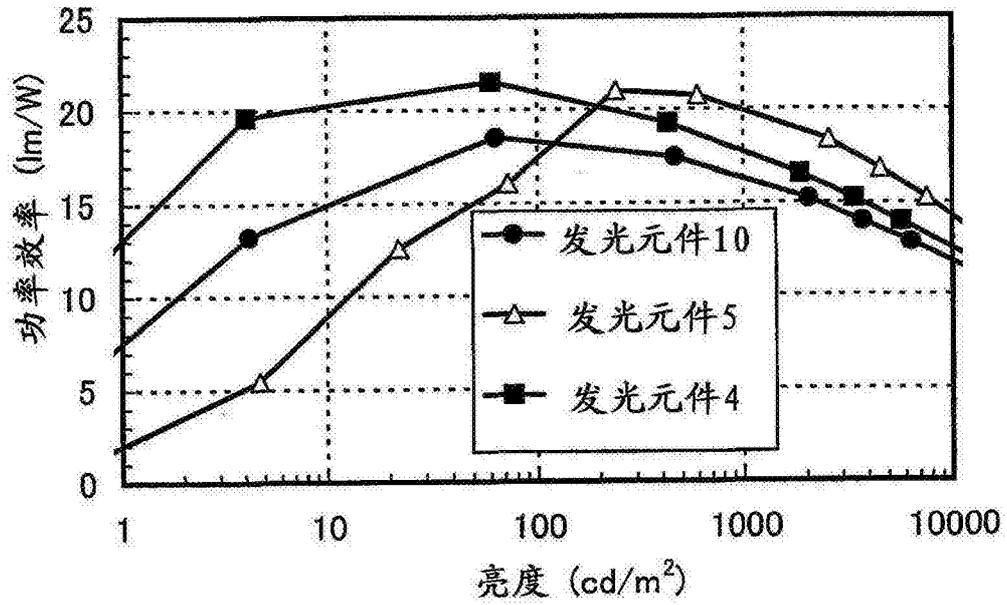


图 46

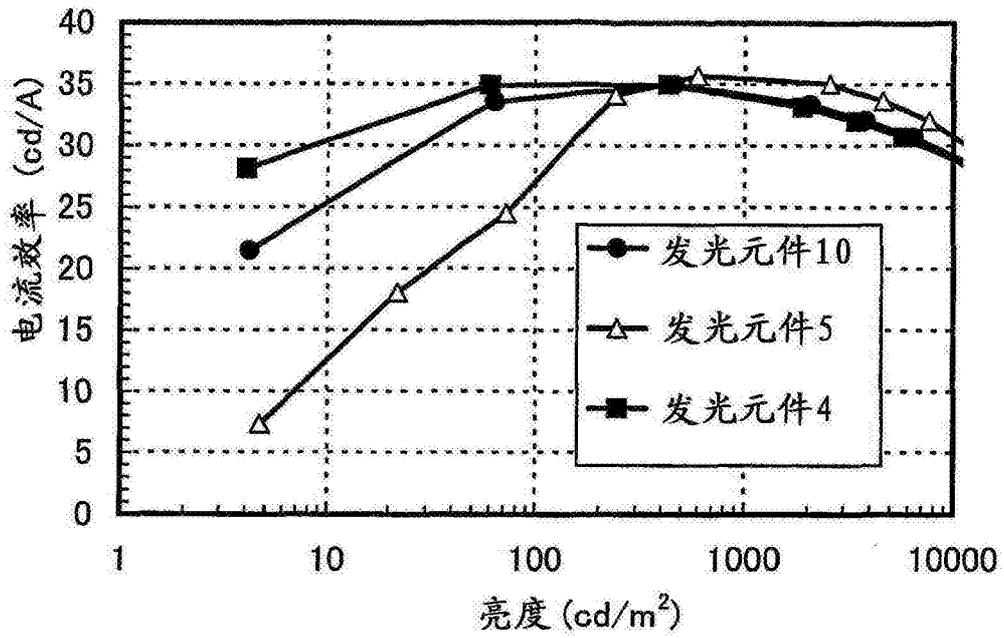


图 47

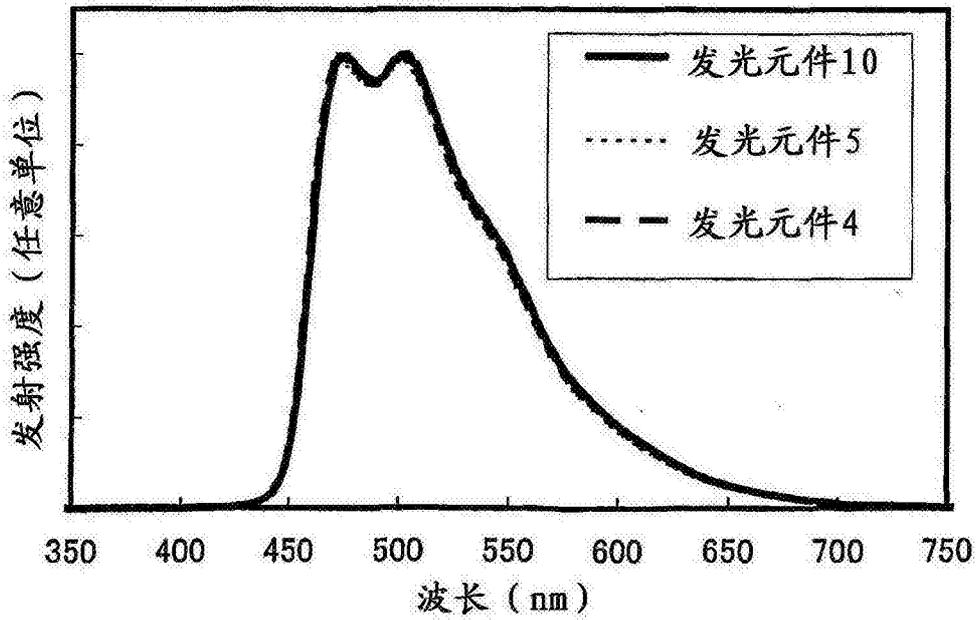


图 48

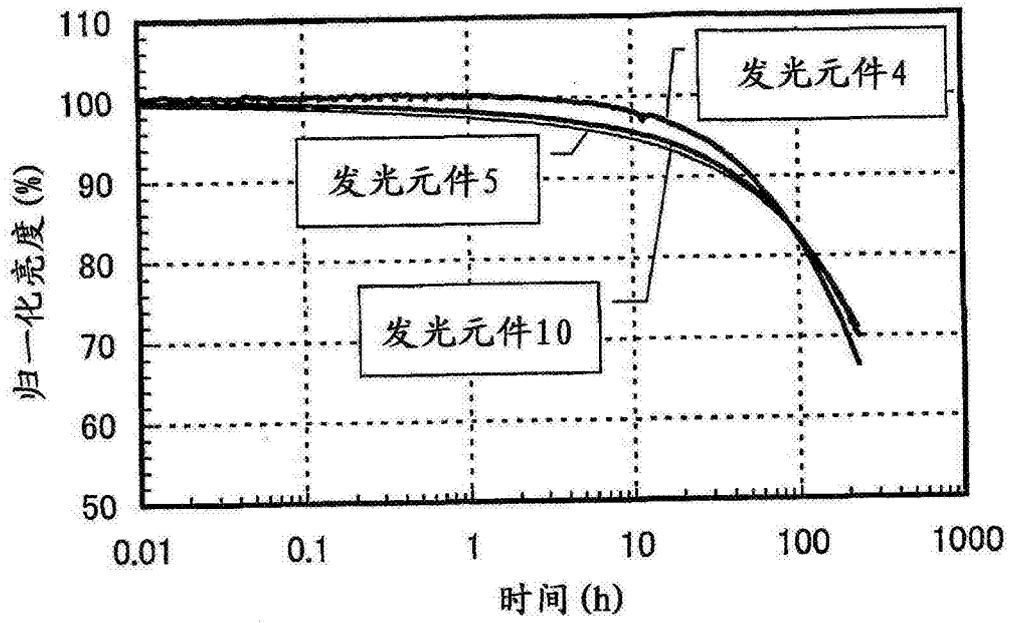


图 49

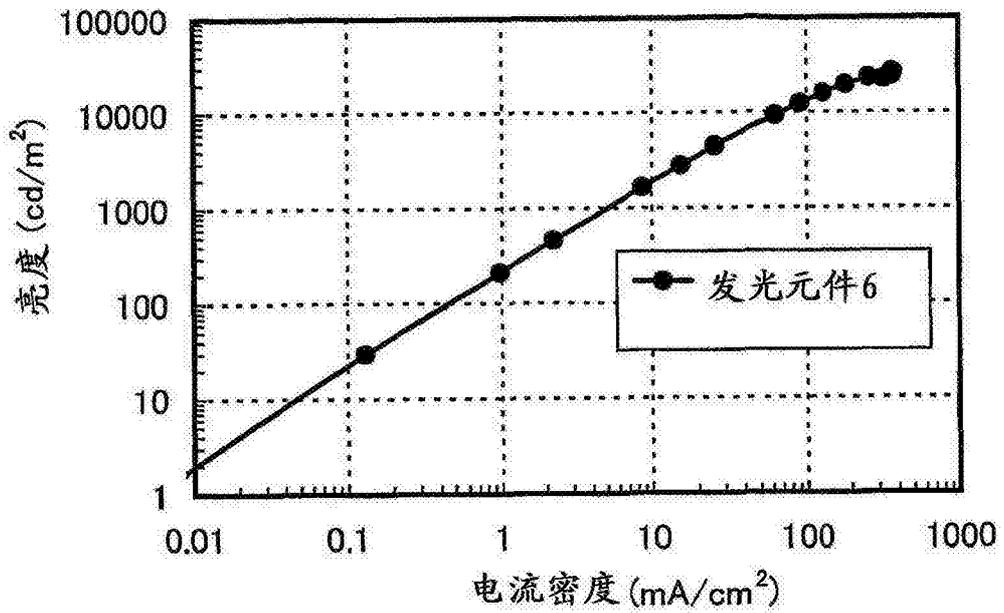


图 50

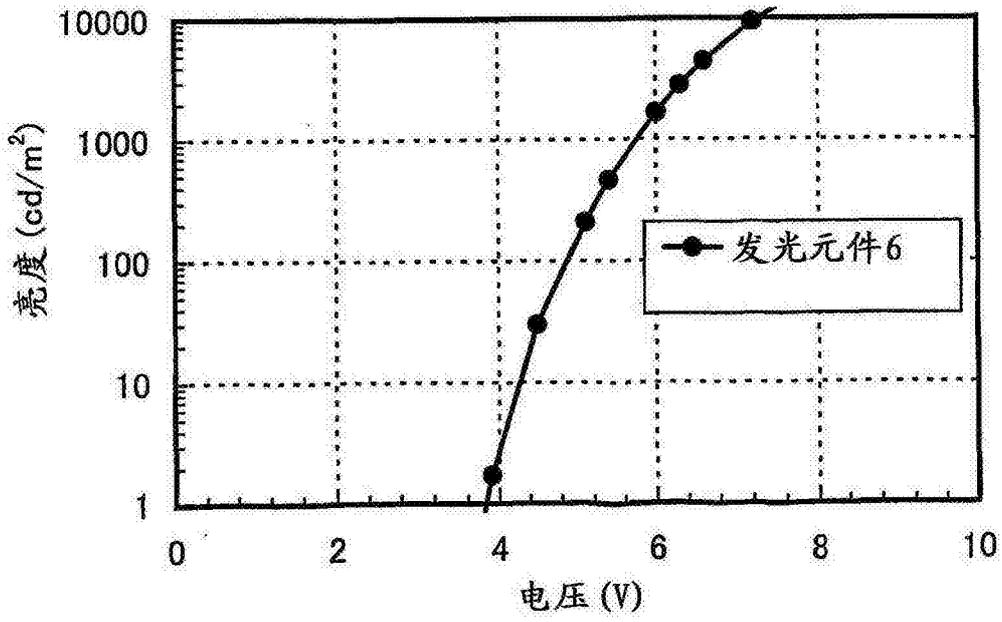


图 51

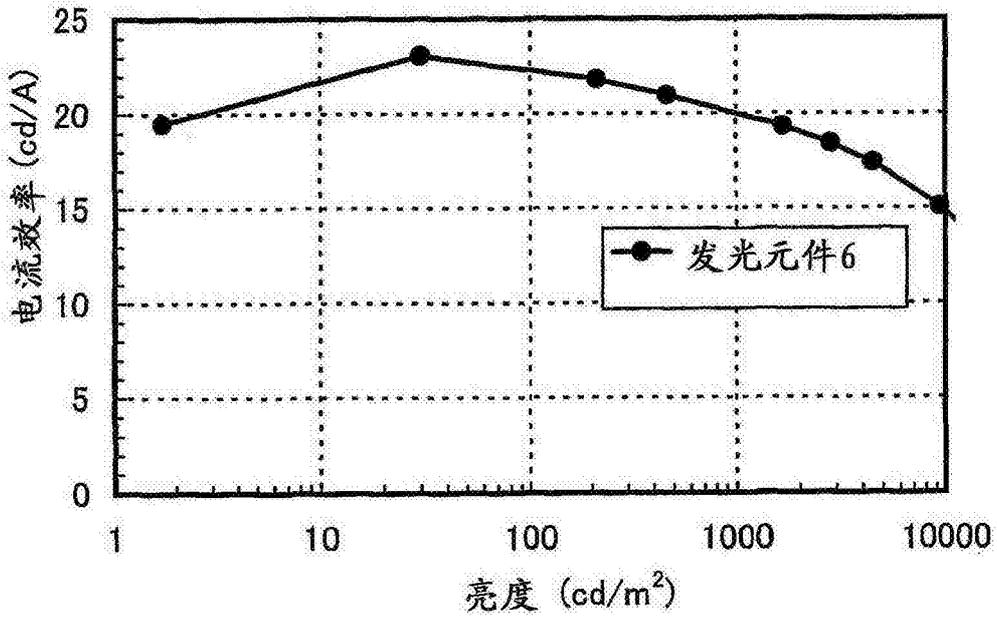


图 52

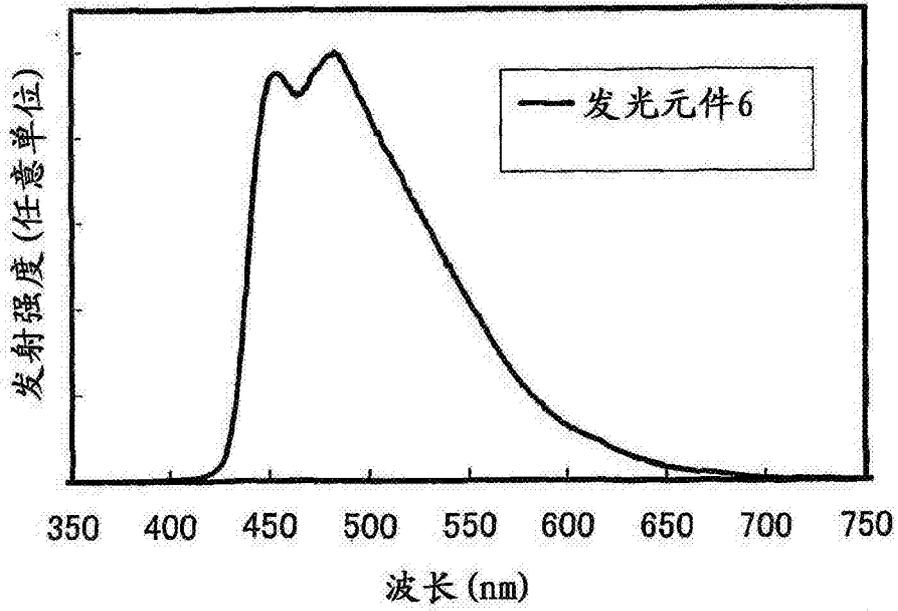


图 53

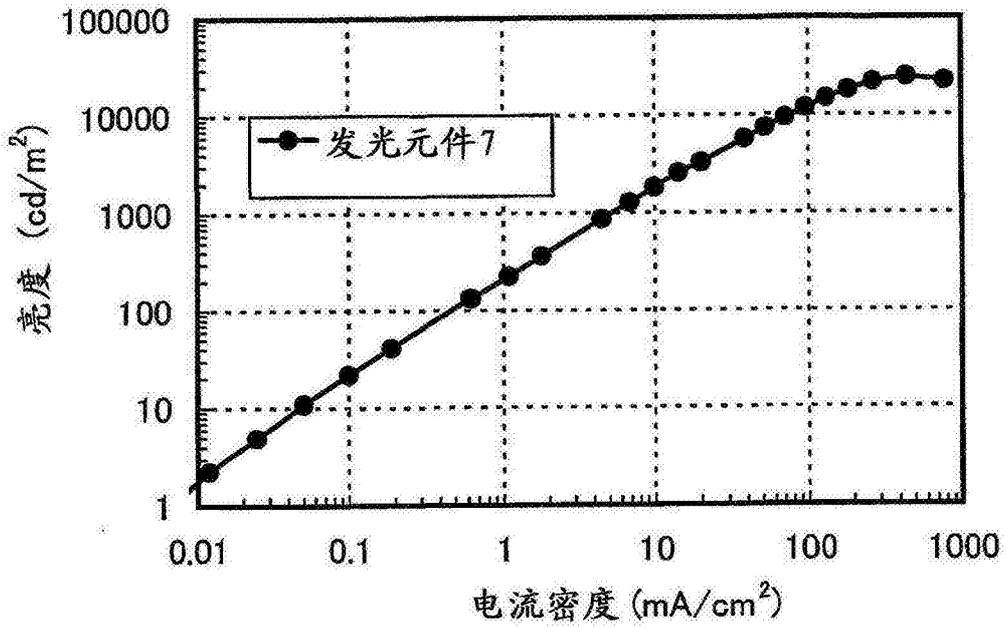


图 54

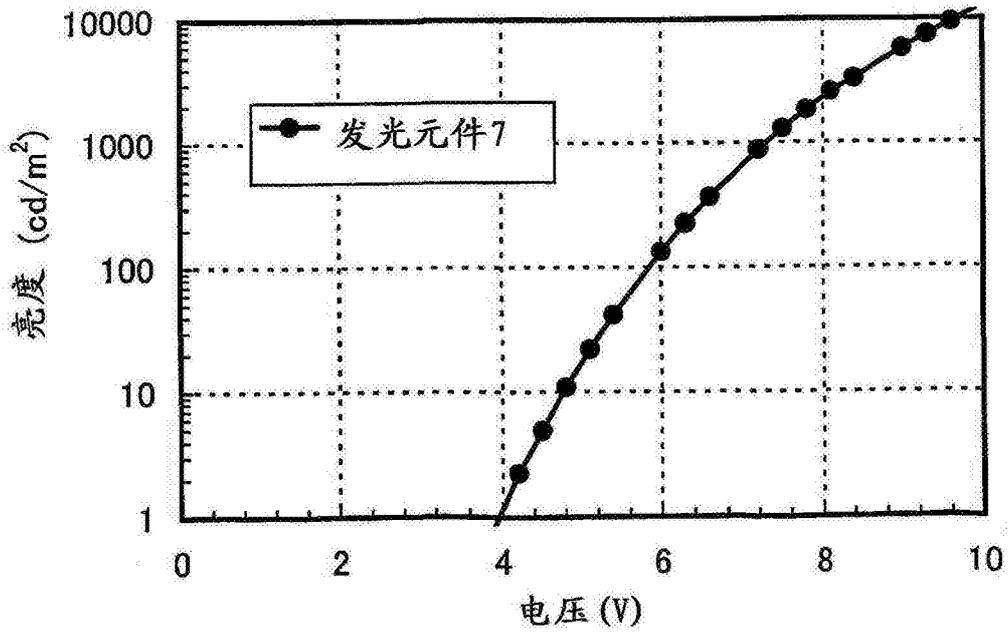


图 55

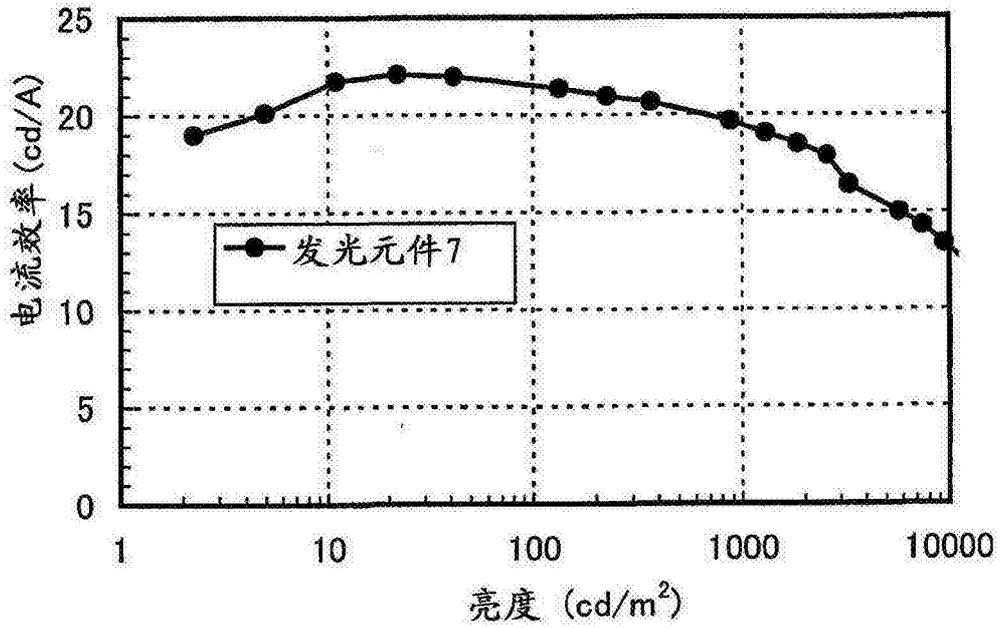


图 56

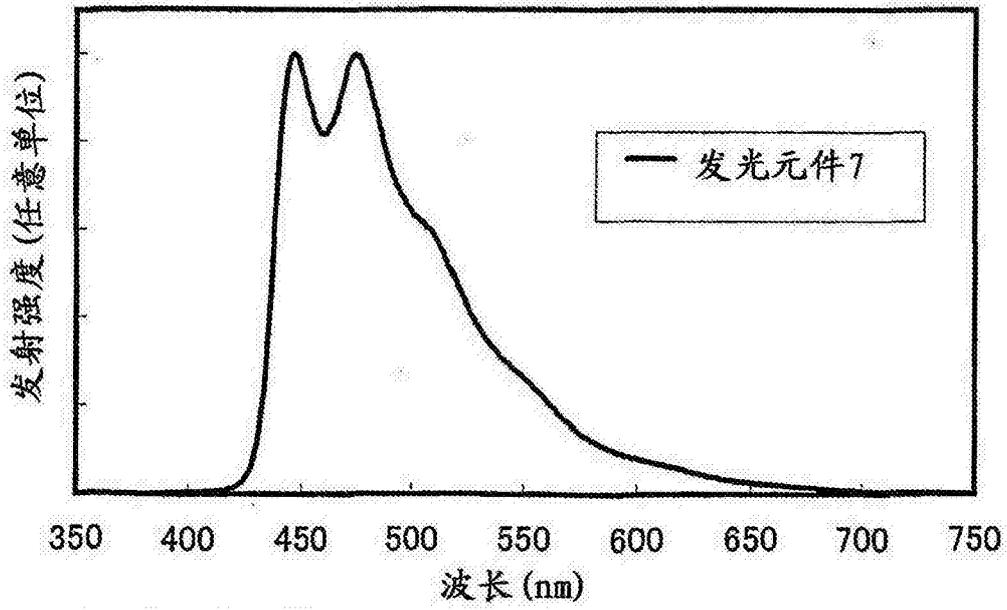


图 57

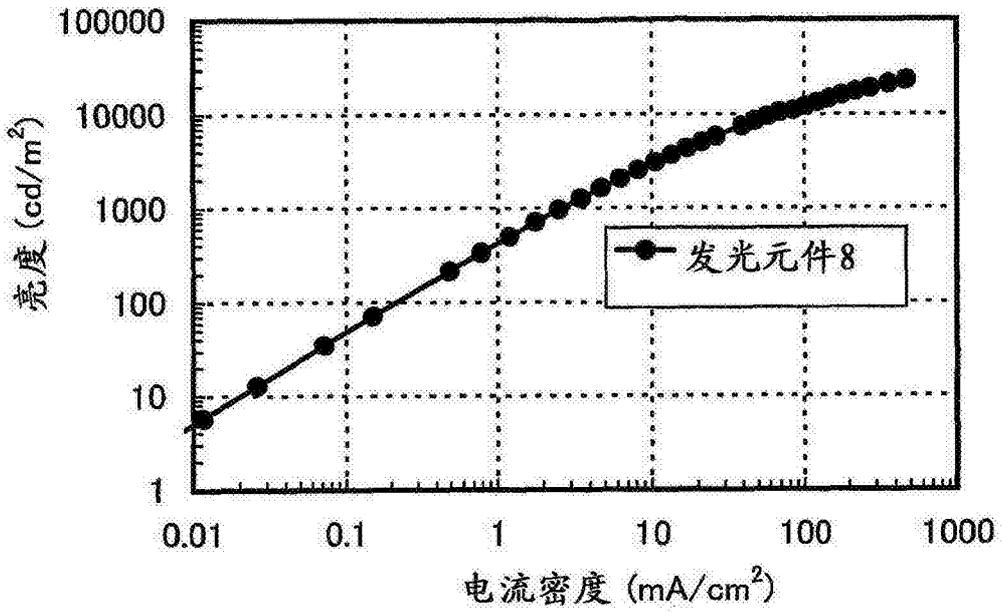


图 58

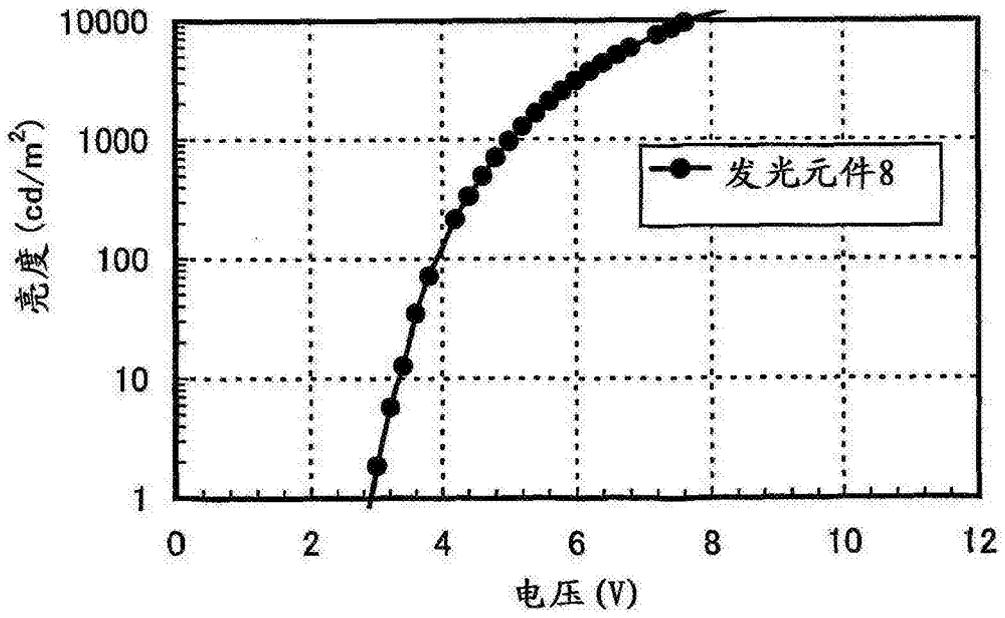


图 59

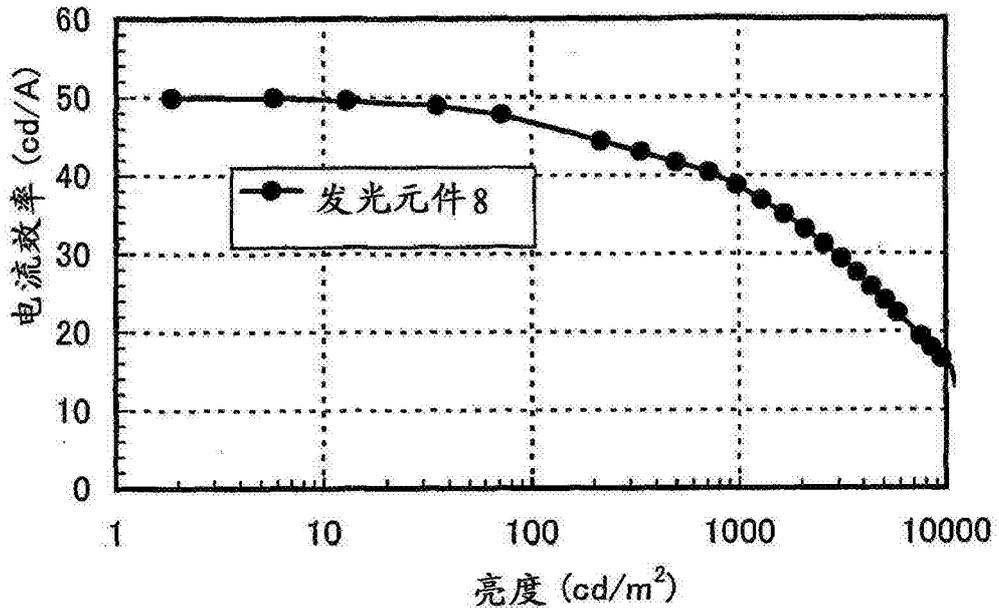


图 60

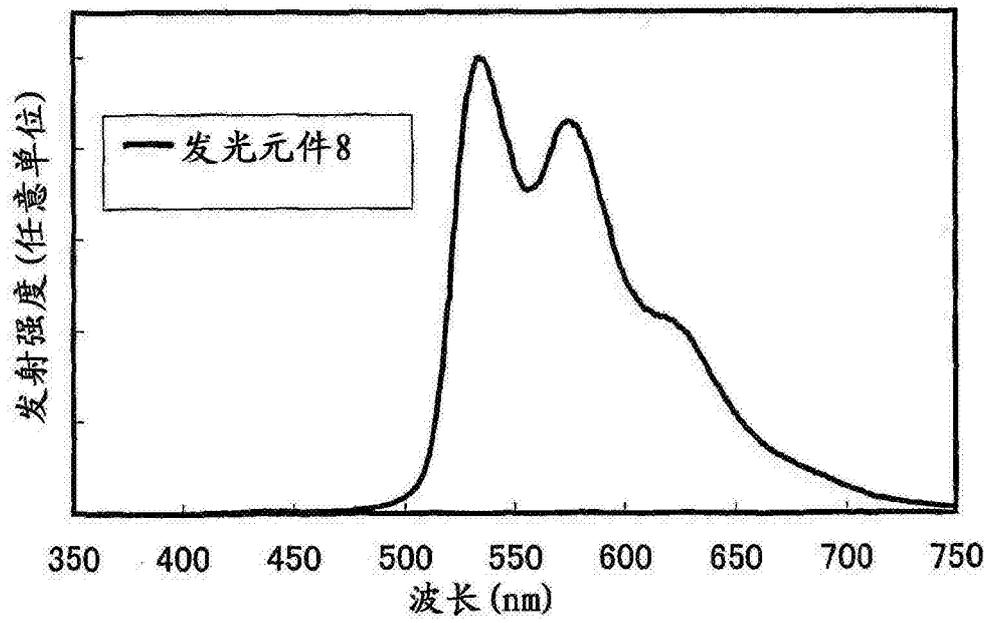


图 61

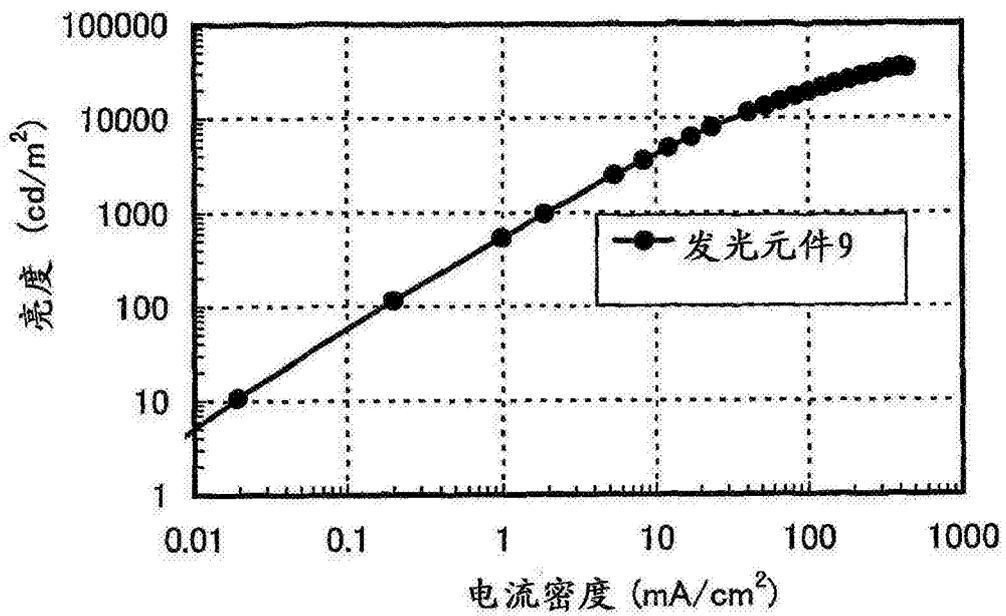


图 62

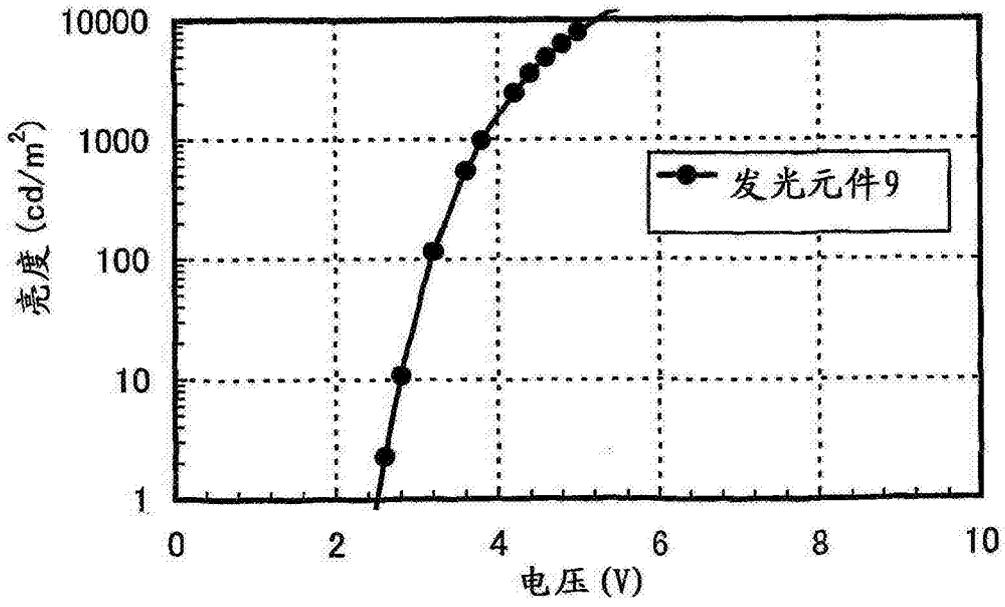


图 63

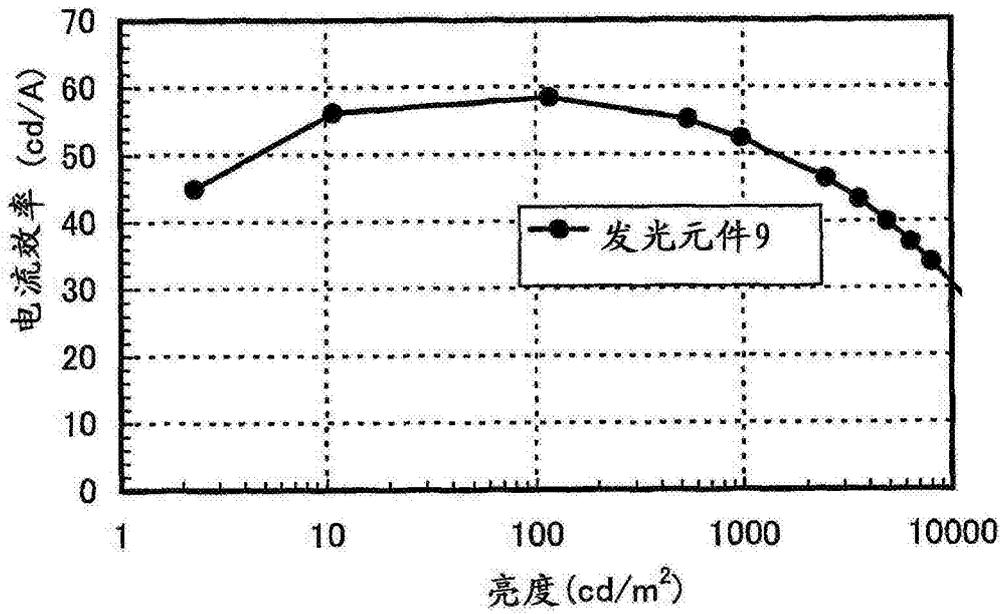


图 64

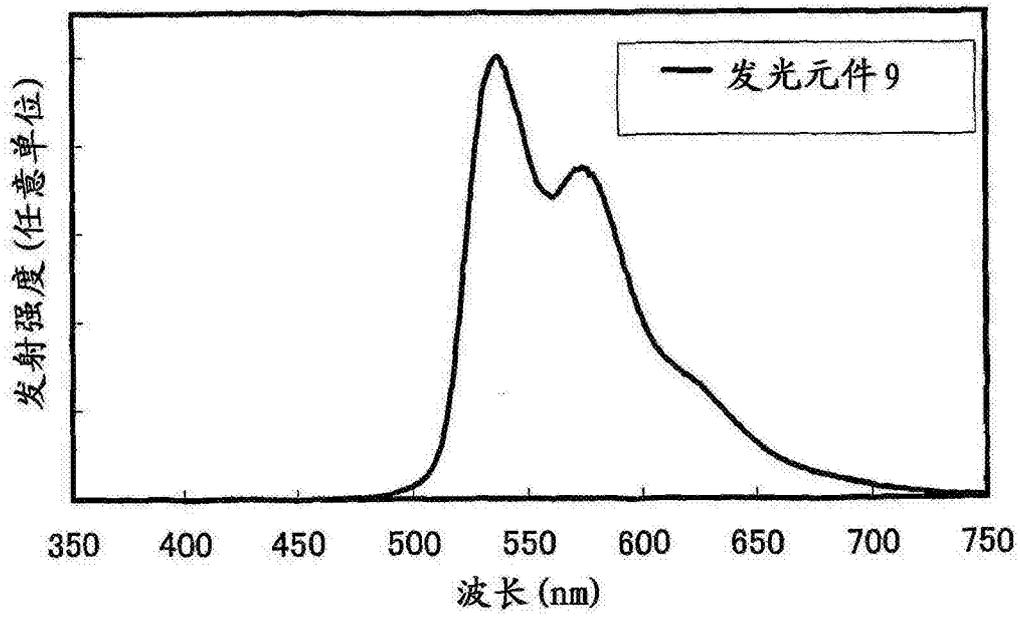


图 65

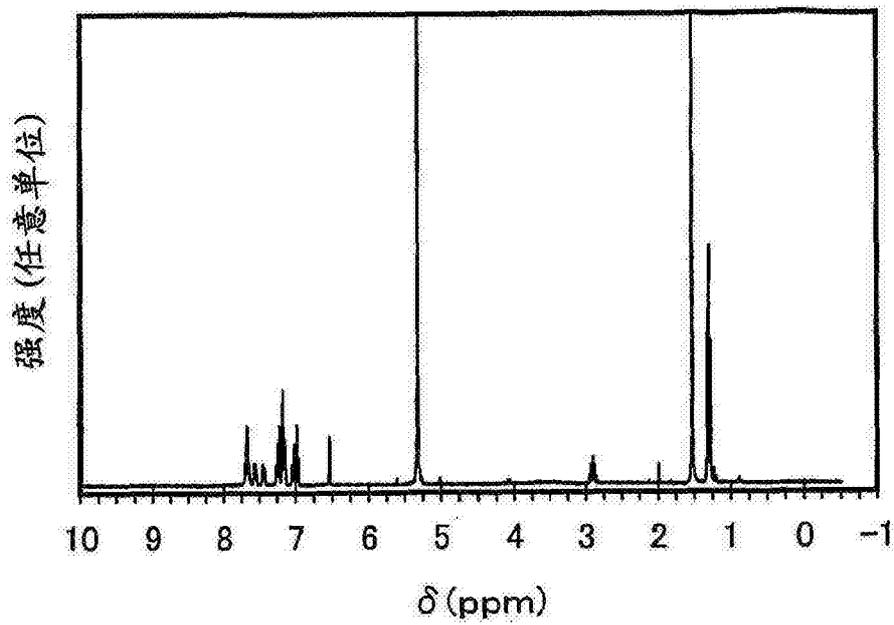


图 66

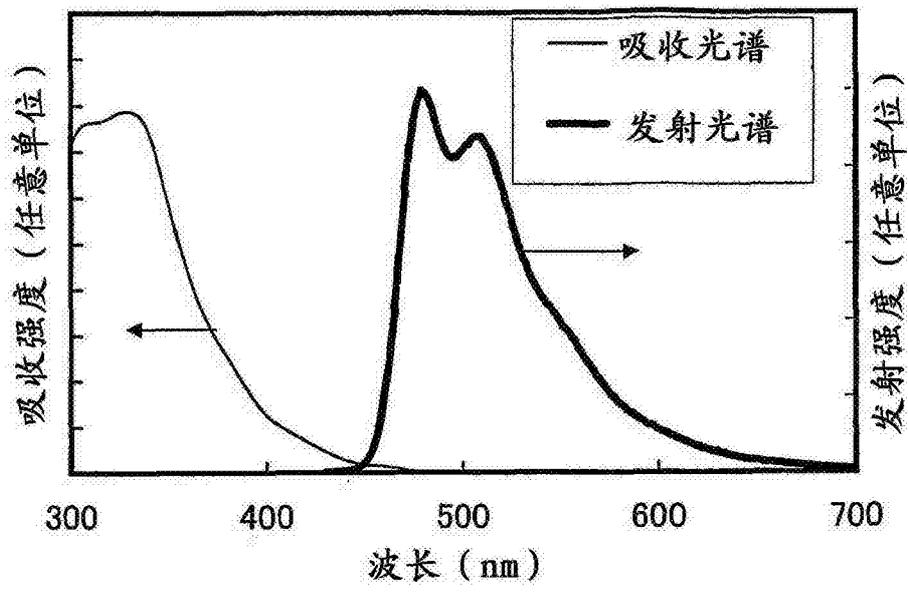


图 67

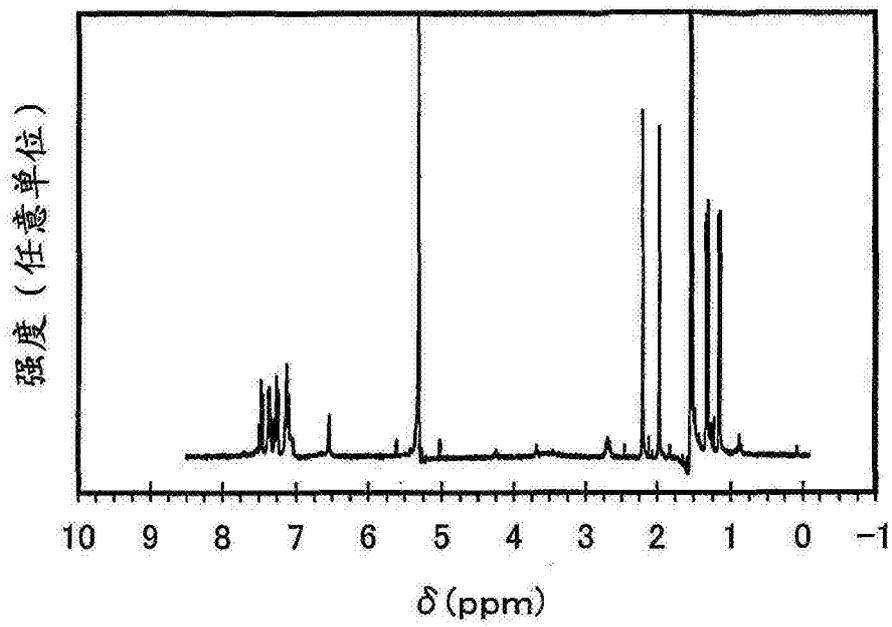


图 68

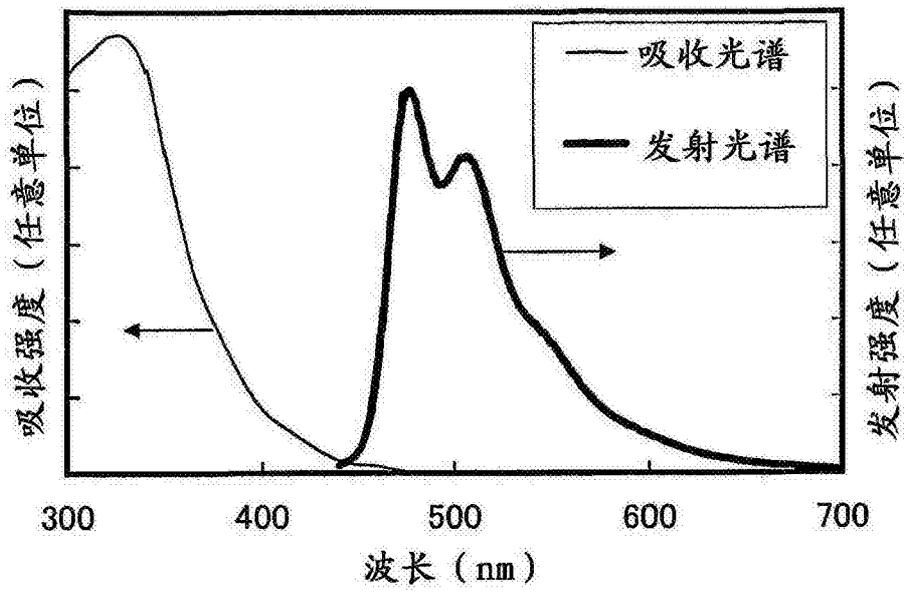


图 69

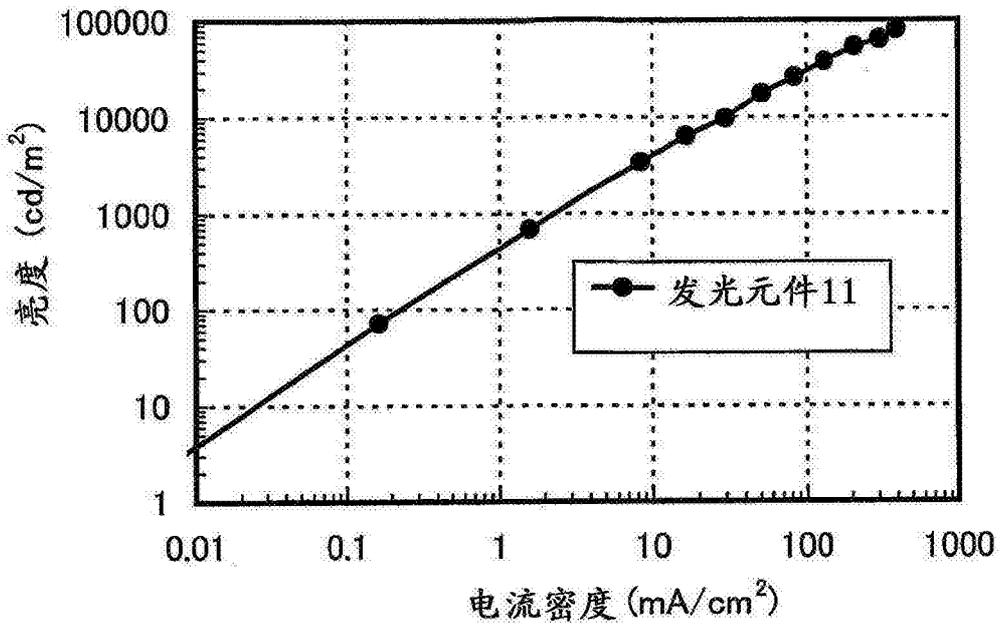


图 70

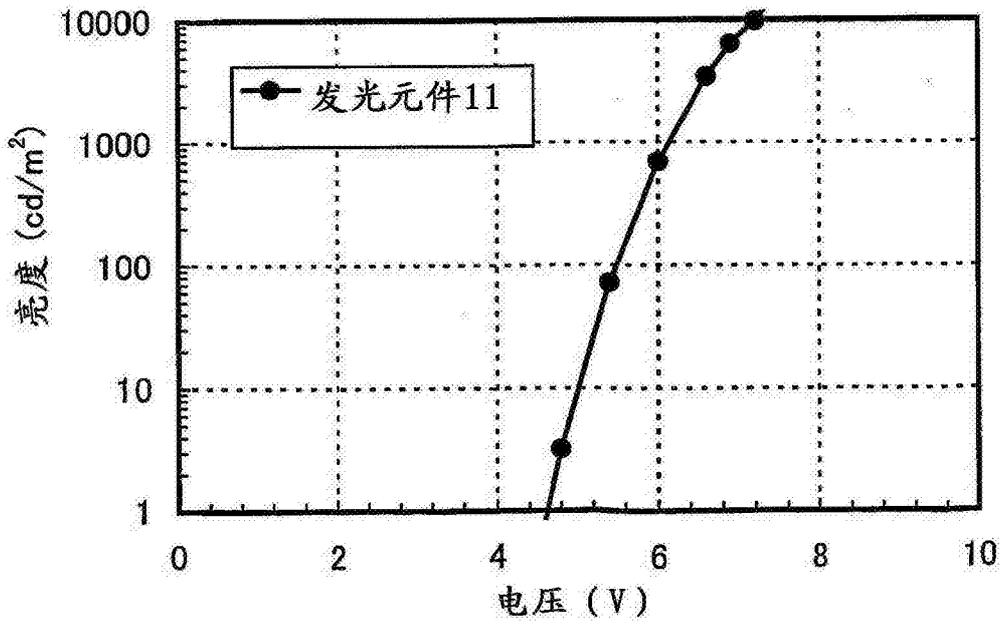


图 71

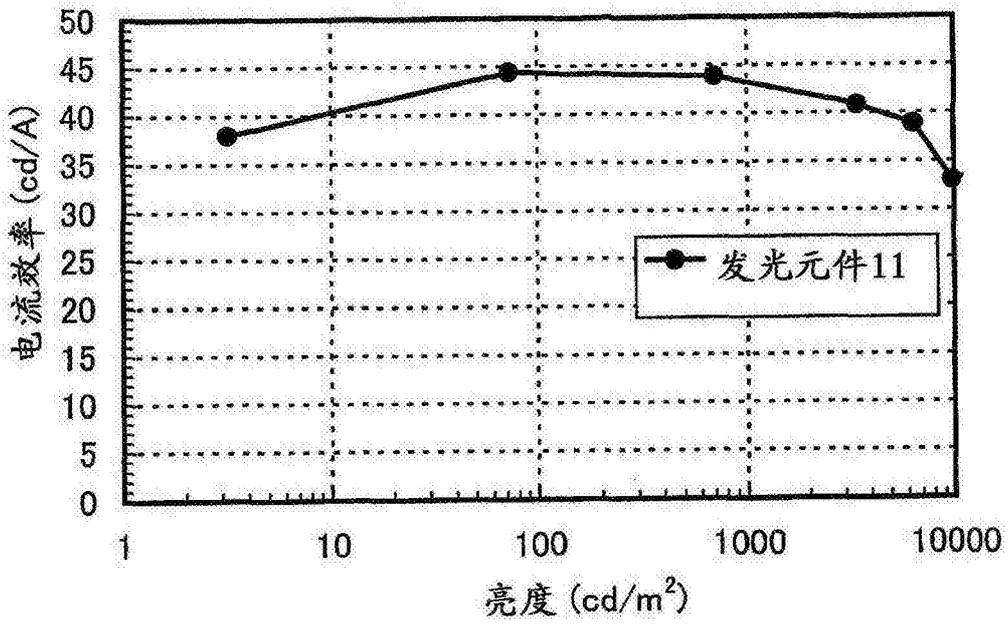


图 72

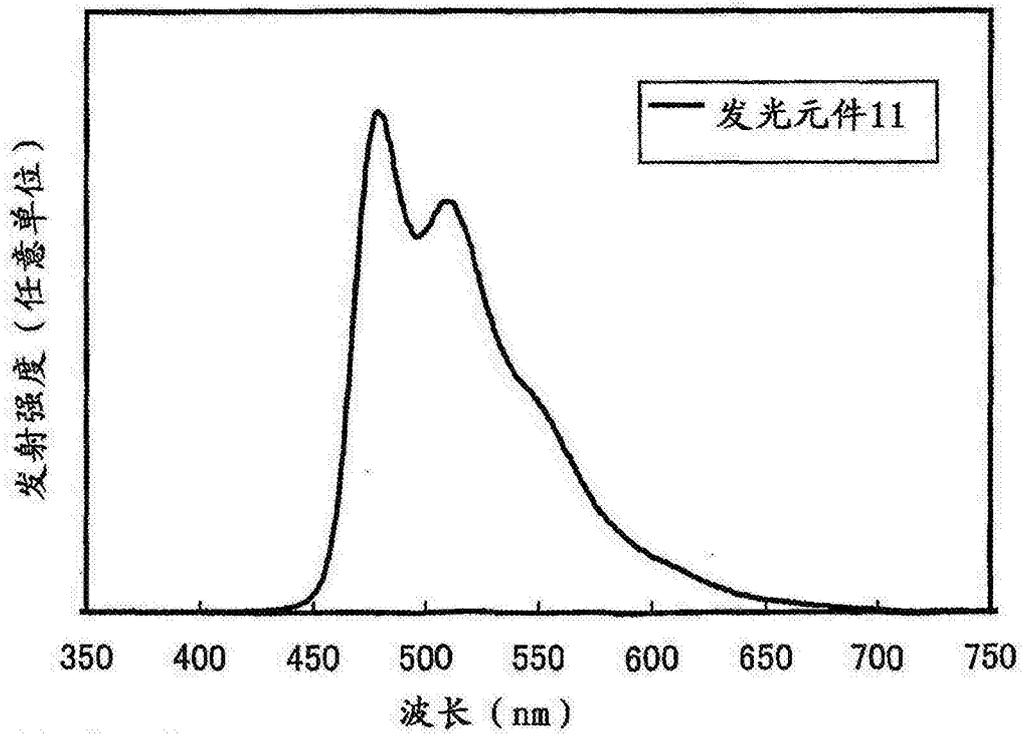


图 73