

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3924869号

(P3924869)

(45) 発行日 平成19年6月6日(2007.6.6)

(24) 登録日 平成19年3月9日(2007.3.9)

(51) Int. Cl.

F I

H O 1 L 51/50 (2006.01)

H O 5 B 33/14

B

C O 9 K 11/06 (2006.01)

H O 5 B 33/22

D

C O 9 K 11/06

請求項の数 1 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平9-302879

(22) 出願日 平成9年11月5日(1997.11.5)

(65) 公開番号 特開平11-144867

(43) 公開日 平成11年5月28日(1999.5.28)

審査請求日 平成16年8月20日(2004.8.20)

(73) 特許権者 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号

(72) 発明者 小濱 亨

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 姫島 義夫

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 藤森 茂雄

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

審査官 東松 修太郎

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機積層薄膜発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

正極と負極の間に発光を司る物質が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素子がピリジン環、フラン環、およびチオフェン環から選ばれる複素環の縮合したカルバゾール骨格が3位で単結合されたもしくは9位(N位)で連結されたジカルバゾリル骨格を有する化合物を含むことを特徴とする有機積層薄膜発光素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、電気エネルギーを光に変換できる素子であって、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機、光信号発生器などの分野に利用可能な発光素子に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

負極から注入された電子と正極から注入された正孔が両極に挟まれた有機蛍光体内で再結合する際に発光する有機積層薄膜発光素子の研究が近年活発に行われている。この素子は、薄型、低駆動電圧下での高輝度発光、蛍光材料を選ぶことによる多色発光が特徴である。

【0003】

有機積層薄膜素子が高輝度に発光することは、コダック社のC. W. Tangらによっ

10

20

て初めて示された (Appl. Phys. Lett. 51 (12) 21, p. 913, 1987)。コダック社の提示した有機積層薄膜発光素子の代表的な構成は、ITOガラス基板上に正孔輸送性のジアミン化合物、発光層であり、電子輸送性も併せ持った8-ヒドロキシキノリンアルミニウム、そして負極としてMg:Agを順次設けたものであり、10V程度の駆動電圧で1000カンデラ/平方メートルの緑色発光が可能であった。現在の有機積層薄膜発光素子は、上記の素子構成要素の他に、電子輸送層を別に設けているものなど構成を変えているものもあるが、基本的にはコダック社の構成を踏襲している。

【0004】

有機積層薄膜素子におけるキャリア輸送材料(電子輸送材料と正孔輸送材料が含まれる)については、対電力発光効率向上には高キャリア輸送能力が必要であり、励起子の発光層への閉じ込めとキャリア注入効率向上に関しては、適切な電子準位材料の選択が有効である。さらに電気エネルギーを効率的に光に変換するために、発光層との界面でエキサイプレックスを形成しないことも重要である。膜厚や膜形成能なども実際の素子作製において大切であり、発光時における熱的安定性や電気化学的安定性も重要な要件である。

【0005】

電子輸送材料については、具体的にオキサジアゾール誘導体や8-ヒドロキシキノリンアルミニウムなどが知られている。一方、正孔輸送材料については、ヒドラゾン系化合物、スチルベン系化合物、トリフェニルアミン系化合物、オキサジアゾール誘導体やフタロシアニン誘導体等が知られている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

このように、従来より有機積層薄膜発光素子においては、種々の要件を兼ね備えた有機キャリア輸送材料が望まれていた。中でも、耐熱性については、高輝度発光時の安定性や、実用化の際の耐環境性、駆動耐久性に大きく影響を与えるものと考えられている。本発明は、かかる問題を解決し、高耐久性の素子を提供することを目的とするものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記目的を達成するために、本発明は、正極と負極の間に発光を司る物質が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素子がピリジン環、フラン環、およびチオフェン環から選ばれる複素環の縮合したカルバゾール骨格が3位で単結合されたもしくは9位(N位)で連結されたジカルバゾリル骨格を有する化合物を含むことを特徴とする有機積層薄膜発光素子とするものである。

【0008】

【発明の実施の形態】

本発明における正極は、光を取り出すために透明であれば、酸化錫、酸化インジウム、酸化錫インジウム(ITO)などの導電性金属酸化物、あるいは、金、銀、クロムなどの金属、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリアニリンなどの導電性ポリマなど特に限定されるものでないが、ITOガラスやネサガラスを用いることが特に望ましい。透明電極の抵抗は素子の発光に十分な電流が供給できればよいので限定されないが、素子の消費電力の観点からは低抵抗であることが望ましい。例えば300 / 以下のITO基板であれば素子電極として機能するが、現在では10 / 程度の基板の供給も可能になっていることから、20 / 以下の低抵抗の基板を使用することが特に望ましい。ITOの厚みは抵抗値に合わせて任意に選ぶ事ができるが、通常100~300nmの間で用いられることが多い。また、ガラス基板はソーダライムガラス、無アルカリガラスなどが用いられ、また厚みも機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、0.7mm以上あれば十分である。ガラスの材質については、ガラスからの溶出イオンが少ない方がよいので無アルカリガラスの方が好ましいが、SiO₂などのバリアコートを施したソーダライムガラスも市販されているのでこれを使用できる。ITO膜形成方法は、電子ビーム蒸着法、スパッタリング法、化学反応法など特に制限を受けるものではない。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 9 】

本発明における負極は、電子を効率よく発光を司る物質または発光を司る物質に隣接する物質（例えば電子輸送層）注入できる物質であれば特に限定されない。一般的には白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウム、インジウム、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムなどがあげられる。電子注入効率を上げて素子特性を向上させるためには、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムまたはこれら低仕事関数金属を含む合金が有効である。しかし、これら低仕事関数金属は一般に大気中で不安定であることが多く、電極保護のために白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウム、インジウムなどの金属、またはこれらの金属を用いた合金、そしてシリカ、チタニアなどの無機物、ポリビニルアルコール、塩化ビニルなどのポリマを積層することが好ましい。これらの電極の作製法も、抵抗加熱法蒸着、電子ビーム蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法、コーティング法など導通を取ることができれば、特に制限されない。

10

【 0 0 1 0 】

本発明における発光を司る物質の構成は、１）正孔輸送材料／発光材料、２）正孔輸送材料／発光材料／電子輸送材料、３）発光材料／電子輸送材料、そして、４）以上の組み合わせ物質を一層に混合した形態、のいずれであってもよい。即ち、上記１）～３）の多層積層構造の他に、４）のように発光材料単独または発光材料と正孔輸送材料、あるいは発光材料と正孔輸送材料および電子輸送材料を含む層を一層設けるだけでもよい。

【 0 0 1 1 】

20

本発明における正孔輸送材料は、複素環の縮合したカルバゾール骨格を有する化合物を含有する。複素環が縮合することにより、分子量が増大し、分子の平面性も高まるので、ガラス転移温度が上昇し、耐熱性が向上する。さらに複素環に含まれる、窒素原子、酸素原子、硫黄原子などによりキャリアの生成が容易に行われるため、キャリア輸送性の向上が期待される。複素環の中では、容易に用いることが出来る点から、ピリジン環、フラン環、チオフェン環が望ましい。

【 0 0 1 2 】

これらの複素環の縮合したカルバゾール骨格は、それぞれ無置換でも、水素原子、アルキル基、アラルキル基、アリール基、シクロアルキル基、フルオロアルキル基、アミノ基、ハロゲン、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシ基、アルコキシ基およびアリールエーテル基から選ばれる置換基により置換されていてもよい。

30

【 0 0 1 3 】

これらの置換基の説明の内、アルキル基とは例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などの飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは無置換でも、アミノ基やヒドロキシ基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アルキル基は分子のアモルファス性を向上させるが、正孔輸送に直接は関与しないので、分子の中に占める割合があまり大きくない方がよく、C 1 ～ C 4 程度が好ましい。また、アリール基とは例えばフェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、フェナントリル基、ターフェニル基、ピレニル基などの芳香族炭化水素基を示すが、これは無置換でも、アルキル基、アミノ基、ヒドロキシ基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アリール基の中では共役が強いものが望ましいので、フェニル基、ナフチル基、フェナントリル基、ピレニル基などが好ましい。また、アラルキル基とは例えばベンジル基、フェニルエチル基などの脂肪族炭化水素を介した芳香族炭化水素基を示し、脂肪族炭化水素と芳香族炭化水素はいずれも無置換でも、アルキル基、アミノ基、ヒドロキシ基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アラルキル基の内の脂肪族炭化水素部分は正孔輸送に直接は関与しないのであまり大きくない方がよく、C 1 ～ C 2 程度が好ましい。アラルキル基の内の芳香族炭化水素基は共役が強いものが望ましいので、フェニル基、ナフチル基、フェナントリル基、ピレニル基などが好ましい。また、シクロアルキル基とは例えばシクロプロピル、シクロペンチル、シクロヘキシルなどの飽和脂環式炭化水素基を示し、これは無置換でも、アルキル基、アリール基、アミノ基、ヒドロキシ基またはアルコキシ基などで置換

40

50

されていてもかまわない。シクロアルキル基は分子のアモルファス性を向上させるが、正孔輸送に直接は関与しないので、分子の中に占める割合があまり大きくない方がよく、分子の安定性からもシクロヘキシルが好ましい。フルオロアルキル基とはフッ素で一部または全部が置換された脂肪族炭化水素基を示す。アミノ基には脂肪族炭化水素、芳香族炭化水素、脂環式炭化水素などで置換されたものも含み、さらに脂肪族炭化水素、芳香族炭化水素、脂環式炭化水素はそれぞれ無置換でも、アルキル基、アリール基、アミノ基、ヒドロキシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アルコキシ基とはエーテル結合を介した脂肪族炭化水素基を示し、脂肪族炭化水素基は無置換でも、アリール基、アミノ基やヒドロキシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アリールエーテル基とはエーテル結合を介した芳香族炭化水素基を示し、芳香族炭化水素基は無置換でも、アルキル基、アミノ基やヒドロキシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。これらの置換基の中では、対称性を崩してアモルファス性を高め、結晶化を起こしにくくするためにメチル基やエチル基が好ましく、また、正孔輸送材料のカルボカチオンの安定性が正孔輸送に寄与するので、メトキシ基やジメチルアミノ基などの電子供与性基も好ましい。また、広がった共役系が正孔輸送に有利なので、アリール基などの共役基が望ましく、N原子が正孔輸送に中心的な役割を持ち、その共役を伸ばす意味から9位(N位)を置換するのが好ましい。アリール基としてはフェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、フェナントリル基、ターフェニル基、ピレニル基などがあげられるが、置換基の導入が容易なフェニル基が簡便に用いることができる。

10

【0014】

20

本発明で使用する、複素環の縮合したカルバゾール骨格を有する化合物を各種蒸着法などで用いる場合、分子量が小さすぎると揮発してしまう。そこで、複素環の縮合したカルバゾール骨格が化合物中に占める割合を損ねることなく、分子量を増大させることが望ましい。

【0015】

以上から、本発明で用いる化合物は、複素環の縮合したカルバゾール骨格が3位で単結合されたジカルバゾリル骨格を有することが好ましい。これらの複素環の縮合したカルバゾール骨格が3位で単結合されたジカルバゾリル骨格は、それぞれ無置換でも、水素原子、アルキル基、アラルキル基、アリール基、シクロアルキル基、フルオロアルキル基、アミノ基、ハロゲン、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシル基、アルコキシ基およびアリールエーテル基から選ばれる置換基により、置換されていてもよい。それぞれの置換基の説明は前述と同様である。

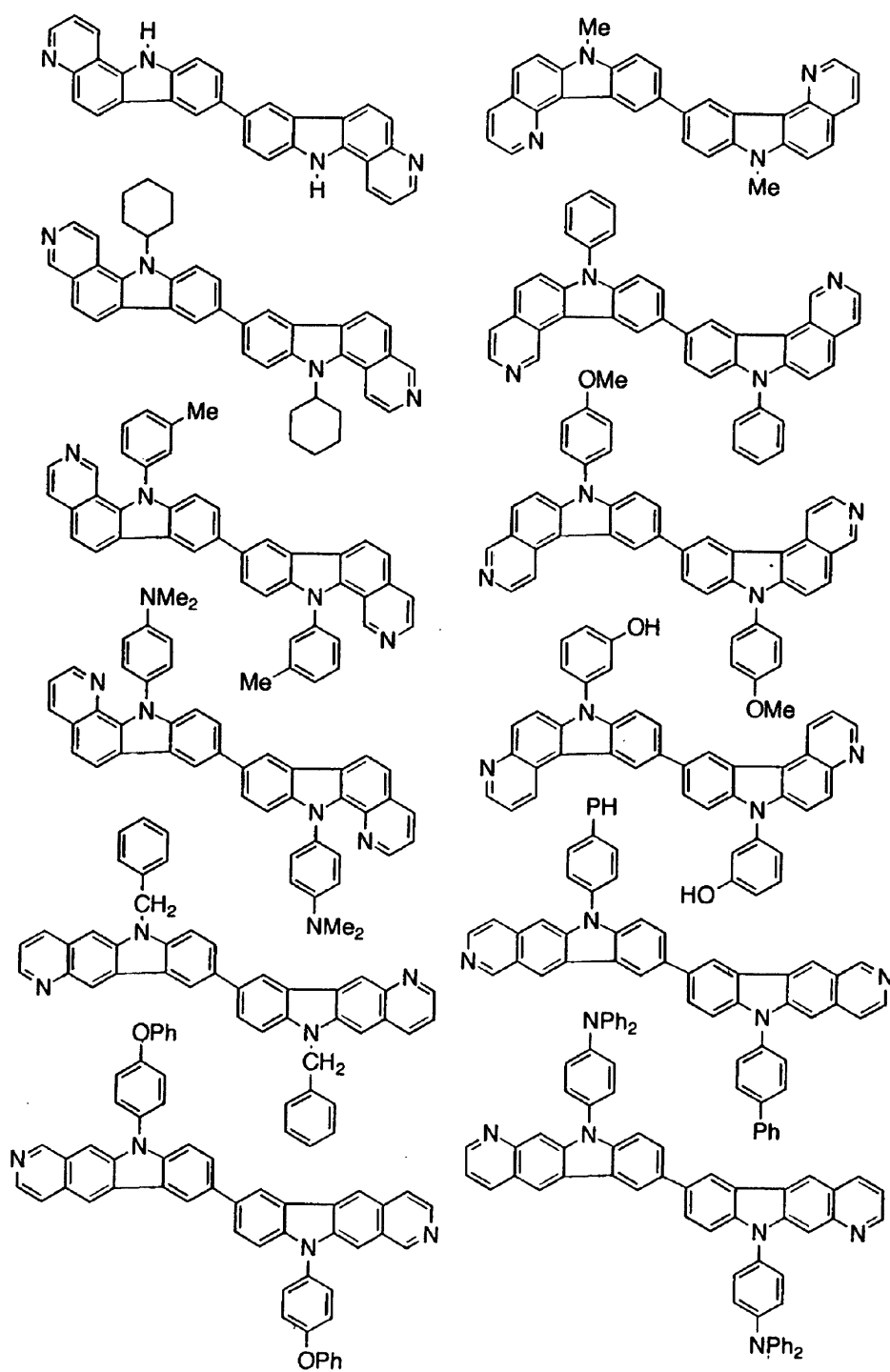
30

【0016】

ここで、複素環の縮合したカルバゾール骨格が3位で単結合されたジカルバゾリル骨格として、具体的には、下記のような構造があげられる。

【0017】

【化1】



【 0 0 1 8 】

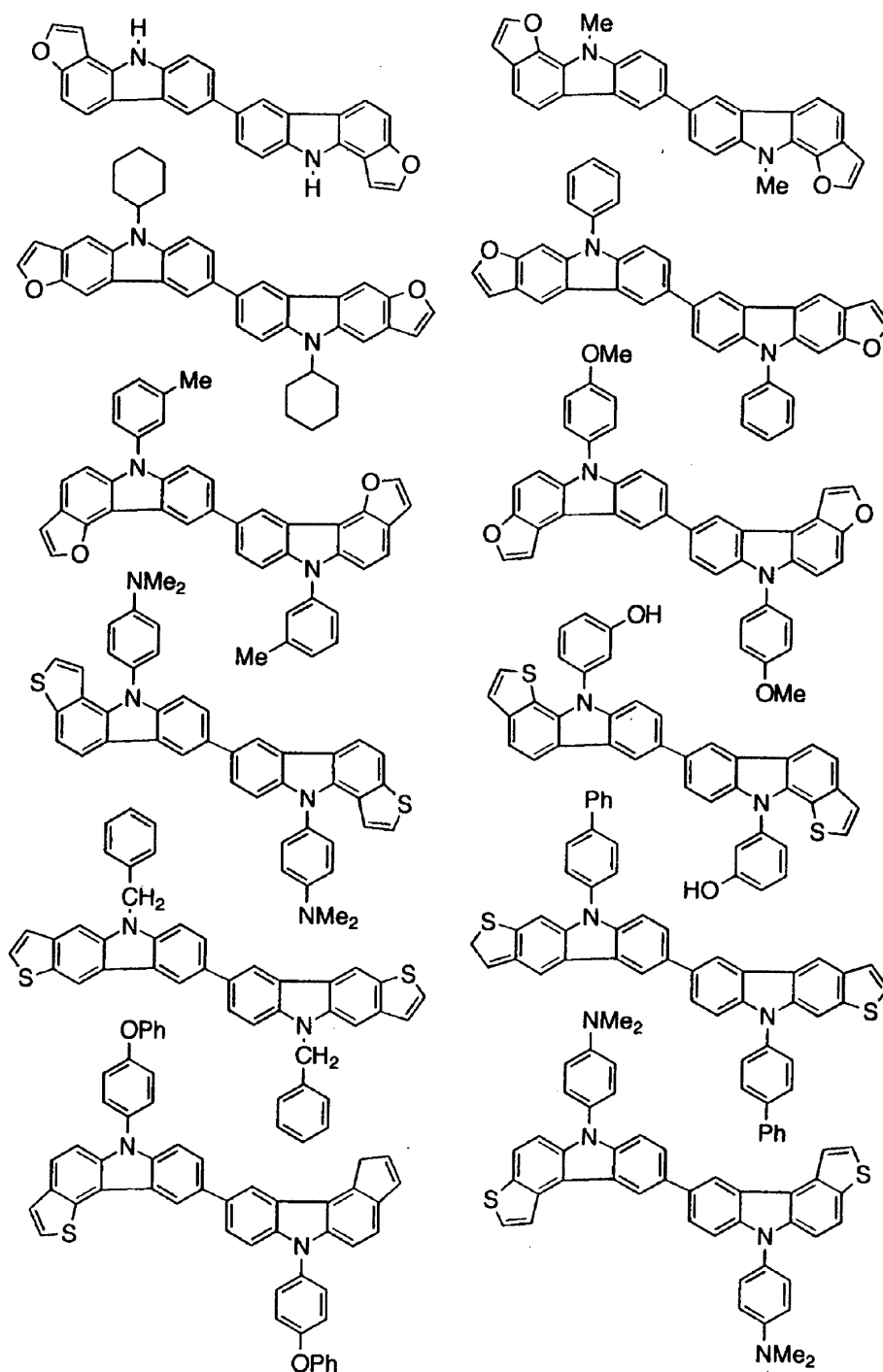
【 化 2 】

10

20

30

40



【 0 0 1 9 】

複素環の縮合したカルバゾール骨格が化合物中に占める割合を損ねることなく、分子量を増大させる方法として、複素環の縮合したカルバゾール骨格を9位（N位）で連結することもできる。連結は、単結合、アルキル鎖、アルキレン鎖、シクロアルキル鎖、アリール鎖、アラルキル鎖、アルキルエーテル鎖、あるいはアリールエーテル鎖からそれぞれ、あるいは組み合わせて用いることができる。連結の説明の内、アルキル鎖とは脂肪族炭化水素鎖を示し、脂肪族炭化水素鎖は無置換でも、アリール基、アミノ基やヒドロキシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アルキル鎖は正孔輸送に直接は関与しないのであまり大きくない方がよく、C1～C3程度が好ましい。また、アルキレン鎖とは不飽和脂肪族炭化水素鎖を示し、不飽和脂肪族炭化水素鎖は無置換でも、アルキル基、アリール基、アミノ基やヒドロキシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわないが、共役であることが望ましい。また、シクロアルキル鎖とは環状炭化水素鎖を示し、環状炭化水素鎖は無置換でも、アルキル基、アリール基、アミノ基やヒドロキ

10

20

30

40

50

シル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。また、アリール鎖とはフェニル鎖、ビフェニル鎖、ナフチル鎖、ターフェニル鎖などの芳香族炭化水素鎖を示し、芳香族炭化水素鎖は無置換でも、アルキル基、アリール基、アミノ基やヒドロキシシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アラルキル鎖とは脂肪族炭化水素鎖を介した芳香族炭化水素鎖を示し、脂肪族炭化水素と芳香族炭化水素はいずれも無置換でも、アルキル基、アミノ基、ヒドロキシシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アルキルエーテル鎖とはエーテル結合を介した脂肪族炭化水素鎖を示し、脂肪族炭化水素鎖は無置換でも、アリール基、アミノ基やヒドロキシシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。アリールエーテル鎖とはエーテル結合を介した芳香族炭化水素鎖を示し、芳香族炭化水素鎖は無置換でも、アルキル基、アミノ基やヒドロキシシル基またはアルコキシ基などで置換されていてもかまわない。キャリア輸送の面から、連結の種類はアルキレン鎖やアリール鎖などの共役鎖が望ましく、中でもアリール鎖がより望ましい。また、アリール鎖としてはフェニル鎖、ビフェニル鎖、ナフチル鎖、ターフェニル鎖などがあげられるが、カルバゾール骨格同士の距離は空きすぎない方がよく、ビフェニル鎖が最も好ましい。

10

【0020】

これらの複素環の縮合したカルバゾール骨格が9位(N位)で連結されたジカルバゾリル骨格は、それぞれ無置換でも、水素原子、アルキル基、アラルキル基、アリール基、シクロアルキル基、フルオロアルキル基、アミノ基、ハロゲン、ニトロ基、シアノ基、ヒドロキシシル基、アルコキシ基およびアリールエーテル基から選ばれる置換基により、置換されていてもよい。それぞれの置換基の説明は前述と同様である。

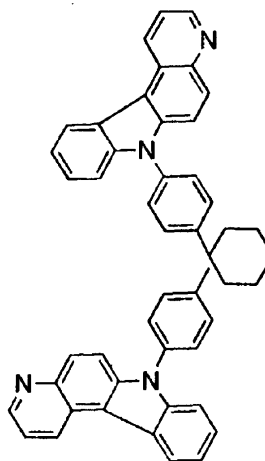
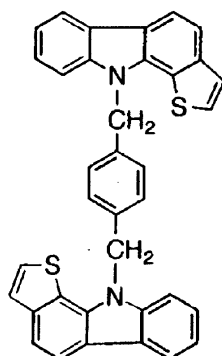
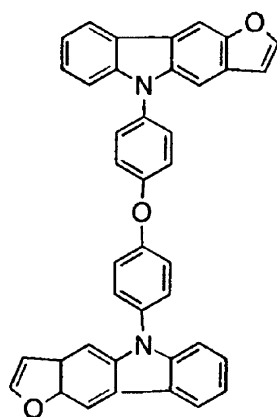
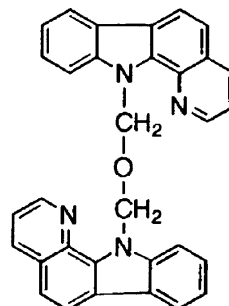
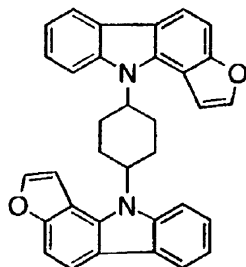
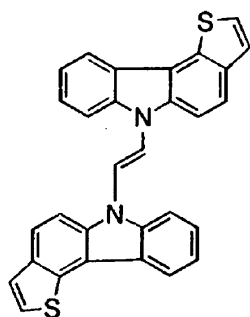
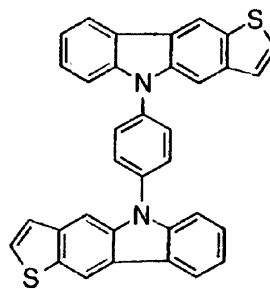
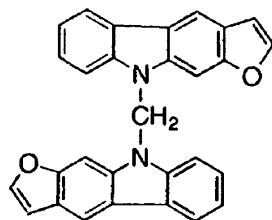
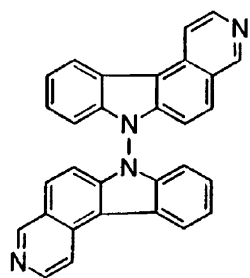
20

【0021】

ここで、複素環の縮合したカルバゾール骨格が9位(N位)で単結合されたジカルバゾリル骨格として、具体的には、下記のような構造があげられる。

【0022】

【化3】



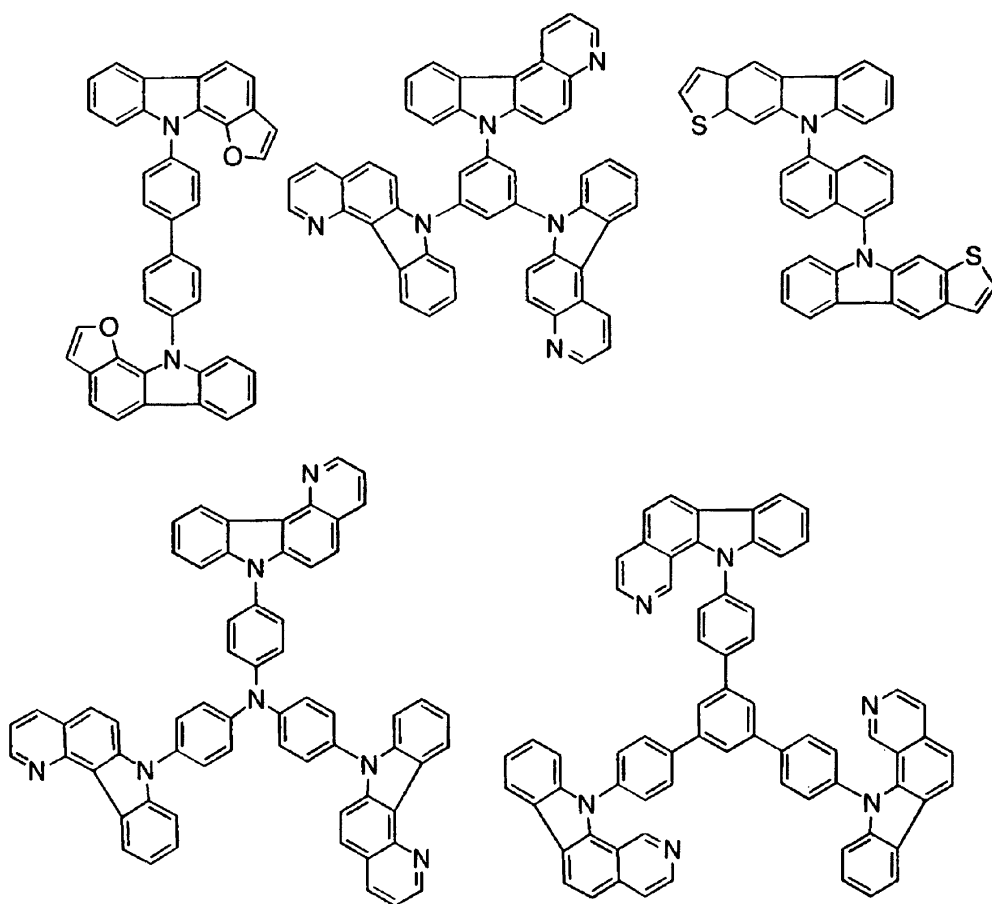
10

20

30

【 0 0 2 3 】

【 化 4 】



10

20

【 0 0 2 4 】

本発明の化合物は正孔輸送材料として用いた場合、単独でも用いられるが、誘導体を組み合わせて用いると、結晶化を起こしにくい。また、他の正孔輸送材料である、N, N' - ジフェニル - N, N' - ジ (3 - メチルフェニル) - 4, 4' - ジアミンなどのトリフェニルアミン類、N - イソプロピルカルバゾールなどの3級アミン類、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物、オキサジアゾール誘導体やフタロシアニン誘導体に代表される複素環化合物、C 6 0などと共に用いても同様の効果が得られる。

30

【 0 0 2 5 】

本発明における発光材料としては、特に限定されるものではないが、主に以前から発光体として知られていたアントラセンやピレン、そして前述の8 - ヒドロキシキノリンアルミニウムの他にも、例えば、ビススチリルアントラセン誘導体、テトラフェニルプタジエン誘導体、クマリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ジスチリルベンゼン誘導体、ピロロピリジン誘導体、ペリノン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、オキサジアゾール誘導体、チアジアゾロピリジン誘導体、ポリマー系では、ポリフェニレンビニレン誘導体、ポリパラフェニレン誘導体、そして、ポリチオフェン誘導体などが使用できる。また発光材料に添加するドーパントとしては、前述のルブレン、キナクリドン誘導体、フェノキサゾン660、DCM1、ペリノン、ペリレン、クマリン540などがそのまま使用できる。

40

【 0 0 2 6 】

本発明における電子輸送性材料としては、電界を与えられた電極間において負極からの電子を効率良く輸送することが必要で、電子注入効率が高く、注入された電子を効率良く輸送することが望ましい。そのためには電子親和力が大きく、しかも電子移動度が大きく、さらに安定性に優れ、トラップとなる不純物が製造時および使用時に発生しにくい物質であることが要求される。このような条件を満たす物質として、オキサジアゾール誘導体や8 - ヒドロキシキノリンアルミニウムなどがあるが特に限定されるものではない。

【 0 0 2 7 】

以上の正孔輸送層、発光層、電子輸送層に用いられる材料は単独で各層を形成すること

50

ができるが、高分子結着剤としてポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキサイド、ポリブタジエン、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリサルホン、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン樹脂などの溶剤可溶性樹脂や、フェノール樹脂、キシレン樹脂、石油樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂などの硬化性樹脂などに分散させて用いることも可能である。

【0028】

本発明における発光を司る物質の形成方法は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着、スパッタリング法、分子積層法、コーティング法など特に限定されるものではないが、通常は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着が特性面で好ましい。層の厚みは発光を司る物質の抵抗値にもよるので限定できないが、経験的には10～1000nmの間から選ばれる。

【0029】

本発明における電気エネルギーとは主に直流電流を指すが、パルス電流や交流電流を用いることも可能である。電流値および電圧値は特に制限はないが、素子の消費電力、寿命を考慮すると、できるだけ低いエネルギーで最大の輝度が得られるようにするべきである。

【0030】

本発明の発光素子はマトリクスまたはセグメント方式、あるいはその両者を組み合わせることによって表示するディスプレイを構成することが好ましい。

【0031】

本発明におけるマトリクスは、表示のための画素が格子状に配置されたものをいい、画素の集合で文字や画像を表示する。画素の形状、サイズは用途によって決まる。例えばパソコン、モニター、テレビの画像および文字表示には、通常、一辺が300μm以下の四角形の画素が用いられるし、表示パネルのような大型ディスプレイの場合は、一辺がmmオーダーの画素を用いることになる。モノクロ表示の場合は、同じ色の画素を配列すればよいが、カラー表示の場合には赤、緑、青の画素を並べて表示させる。この場合典型的にはデルタタイプとストライプタイプがある。尚、本発明における発光素子は、赤、緑、青色発光が可能であるので、前記表示方法を用いれば、マルチカラーまたはフルカラー表示もできる。そして、このマトリクスの駆動方法としては、線順次駆動方法やアクティブマトリックスのどちらでもよい。線順次駆動の方が構造が簡単という利点があるが、動作特性を考慮するとアクティブマトリックスの方が優れる場合があるので、これも用途により使い分けることが必要である。

【0032】

本発明におけるセグメントタイプは、予め決められた情報を表示するようにパターンを形成し、決められた領域を発光させる。例えば、デジタル時計や温度計における時刻や温度表示、オーディオ機器や電磁調理器などの動作状態表示、自動車のパネル表示などがあげられる。そして、前記マトリクス表示とセグメント表示は同じパネルの中に共存していてもよい。

【0033】

本発明の発光素子はバックライトとしても好ましく用いられる。本発明におけるバックライトは、主に自発光しない表示装置の視認性を向上させる目的に使用され、液晶表示装置、時計、オーディオ装置、自動車パネル、表示板、標識などに使用される。特に液晶表示装置、中でも薄型化が課題となっているパソコン用途のバックライトとしては、従来方式のものが蛍光灯や導光板からなっているため薄型化が困難であることを考えると、本発明におけるバックライトは薄型、軽量が特徴になる。

【0034】

【実施例】

以下、実施例および比較例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの例によって

10

20

30

40

50

限定されるものではない。

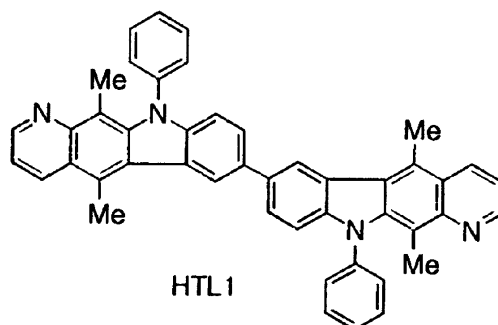
【 0 0 3 5 】

実施例 1

ITO透明導電膜を150nm堆積させたガラス基板（旭硝子社製、15 / 、電子ビーム蒸着品）を30×40mmに切断、エッチングを行った。得られた基板をアセトン、セミコクリン56で各々15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。続いてイソプロピルアルコールで15分間超音波洗浄してから熱メタノールに15分間浸漬させて乾燥させた。この基板を素子を作製する直前に1時間UV - オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が 5×10^{-5} Pa以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず下記化合物（HTL1）を150nm蒸着し、8 - ヒドロキシキノリンアルミニウムを100nmの厚さに蒸着した。次にマグネシウムを50nm、アルミニウムを150nm蒸着して5×5mm角の素子を作製した。ここで言う膜厚は表面粗さ計での測定値で補正した水晶発振式膜厚モニター表示値である。この発光素子の発光開始電圧は5.1Vで、最高輝度は23000カンデラ/平方メートルであった。本素子を真空セル内で1mAパルス駆動（Duty比1/60、パルス時の電流値60mA）させたところ、初期輝度の70%の輝度を保持しながら1000時間以上連続発光が可能であった。

【 0 0 3 6 】

【化5】



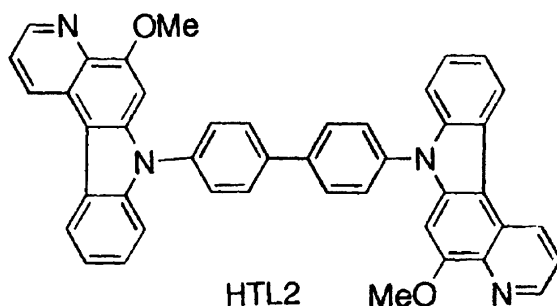
【 0 0 3 7 】

実施例 2

下記化合物（HTL2）を用いた以外は実施例1と全く同様にして作製した素子の発光開始電圧は5.1Vで、最高輝度は18000カンデラ/平方メートルであった。初期輝度の70%の輝度を保持しながら1000時間以上連続発光が可能であった。

【 0 0 3 8 】

【化6】



【 0 0 3 9 】

実施例 3

下記化合物（HTL3）を用いた以外は実施例1と全く同様にして作製した素子の発光開始電圧は5.3Vで、最高輝度は15000カンデラ/平方メートルであった。初期輝度の70%の輝度を保持しながら1000時間以上連続発光が可能であった。

【 0 0 4 0 】

【化7】

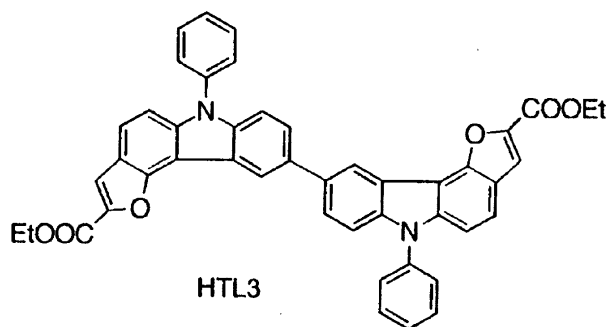
10

20

30

40

50



【 0 0 4 1 】

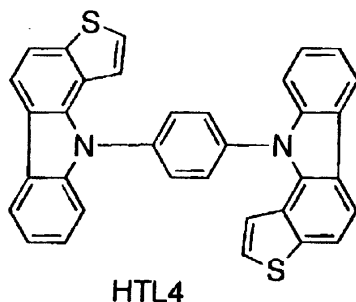
10

実施例 4

下記化合物 (H T L 4) を用いた以外は実施例 1 と全く同様にして作製した素子の発光開始電圧は 5 . 2 V で、最高輝度は 1 9 0 0 0 カンデラ / 平方メートルであった。初期輝度の 7 0 % の輝度を保持しながら 1 0 0 0 時間以上連続発光が可能であった。

【 0 0 4 2 】

【 化 8 】



20

【 0 0 4 3 】

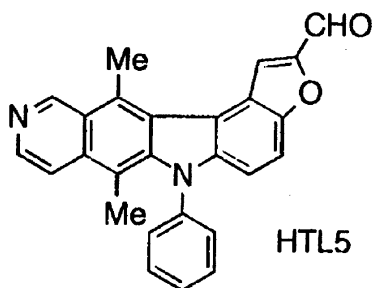
実施例 5

下記化合物 (H T L 5) を用いた以外は実施例 1 と全く同様にして作製した素子の発光開始電圧は 5 . 4 V で、最高輝度は 1 3 0 0 0 カンデラ / 平方メートルであった。初期輝度の 7 0 % の輝度を保持しながら 1 0 0 0 時間以上連続発光が可能であった。

30

【 0 0 4 4 】

【 化 9 】



40

【 0 0 4 5 】

実施例 6

I T O 透明導電膜を 1 5 0 n m 堆積させたガラス基板 (旭硝子社製、1 5 / 、電子ビーム蒸着品) を 3 0 × 4 0 m m に切断、フォトリソグラフィ法によって 3 0 0 μ m ピッチ (残り幅 2 7 0 μ m) × 3 2 本のストライプ状にパターン加工した。I T O ストライプの長辺方向片側は外部との電氣的接続を容易にするために 1 . 2 7 m m ピッチ (開口部幅 8 0 0 μ m) まで広げてある。得られた基板をアセトン、セミコクリン 5 6 で各々 1 5 分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。続いてイソプロピルアルコールで 1 5 分間超音波洗浄してから熱メタノールに 1 5 分間浸漬させて乾燥させた。この基板を素子を作製する直前に 1 時間 U V - オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が 5

50

$\times 10^{-5}$ Pa 以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず HTL 1 を 150 nm 蒸着し、8-ヒドロキシキノリンアルミニウムを 100 nm の厚さに蒸着した。ここで言う膜厚は表面粗さ計での測定値で補正した水晶発振式膜厚モニター表示値である。次に厚さ 50 μm のコパール板にウエットエッチングによって 16 本の 250 μm の開口部（残り幅 50 μm 、300 μm ピッチに相当）を設けたマスクを、真空中で ITO ストライプに直交するようにマスク交換し、マスクと ITO 基板が密着するように裏面から磁石で固定した。そしてマグネシウムを 50 nm、アルミニウムを 150 nm 蒸着して 32×16 ドットマトリクス素子を作製した。本素子をマトリクス駆動させたところ、クロストークもなく綺麗に文字表示できた。

【0046】

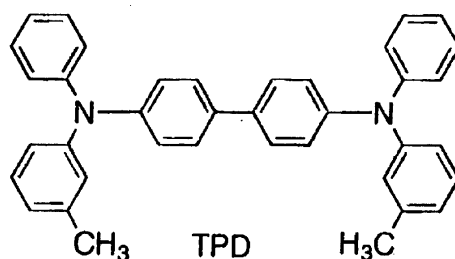
10

比較例 1

下記トリフェニルジアミン化合物（TPD）を用いた以外は実施例 1 と全く同様にして得られた素子の発光開始電圧は 5.2 V で、最高輝度は 12000 カンデラ/平方メートルであった。200 時間で非発光部が大きくなり輝度は半減した。1000 時間後の輝度保持率は 40 % 以下であった。

【0047】

【化 10】



20

【0048】

【発明の効果】

本発明は、電気エネルギーの利用効率が高く、耐久性の向上した高輝度発光素子を提供できるものである。

【0049】

30

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平06-017047(JP,A)
特開平08-003457(JP,A)
特開平09-249876(JP,A)
特開平06-203963(JP,A)
特開平11-167215(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 51/50
C09K 11/06
H01L 27/32
CAplus(STN)