



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103288879 B

(45)授权公告日 2017.09.12

(21)申请号 201310054721.6

(22)申请日 2013.02.20

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 103288879 A

(43)申请公布日 2013.09.11

(30)优先权数据

2012-038535 2012.02.24 JP

(73)专利权人 株式会社半导体能源研究所

地址 日本神奈川县

(72)发明人 井上英子 石曾根崇浩 大泽信晴

濑尾哲史 滨田孝夫

(74)专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司

司 31100

代理人 冯雅

(51)Int.Cl.

C07F 15/00(2006.01)

C09K 11/06(2006.01)

审查员 张洁

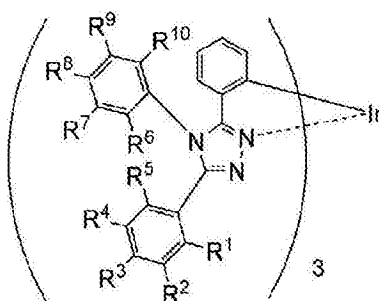
权利要求书4页 说明书55页 附图29页

(54)发明名称

磷光有机金属铱配合物、发光元件、发光装置、电子设备及照明装置

(57)摘要

本发明涉及磷光有机金属铱配合物、发光元件、发光装置、电子设备及照明装置。作为在磷光有机金属铱配合物的合成中可以控制对于金属的配体的配位位置的新颖物质,提供一种新的磷光有机金属铱配合物,该新的磷光有机金属铱配合物能够保持高量子效率,并且在蓝色至绿色的波长区域中能够呈现磷光发光。本发明的一个方式是一种以4H-1,2,4-三唑化合物为配体的磷光有机金属铱配合物,该4H-1,2,4-三唑化合物在3位具有未取代的苯基,在4位具有取代或未取代的苯基,在5位的邻位中的至少一方具有烷基,在邻位中的另一方、间位及对位具有取代或未取代的苯基。并且,该磷光有机金属铱配合物包括以下述通式(G1)表示的结构,

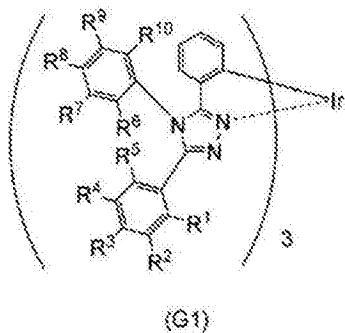


注意,在通式中,

(G1)

R¹表示碳数为1至6的烷基。另外,R²至R¹⁰分别表示氢或碳数为1至6的烷基。

1. 一种包括以通式 (G1) 表示的结构的配合物，

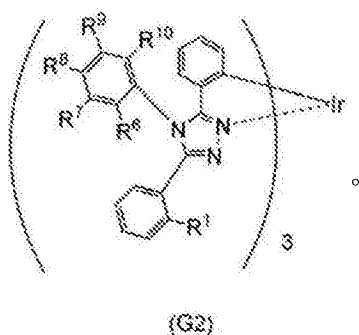


其中：

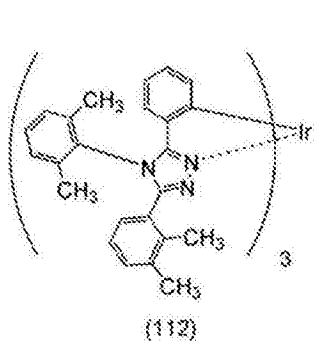
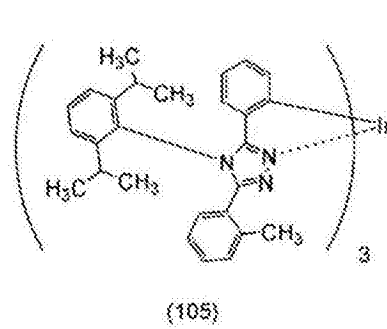
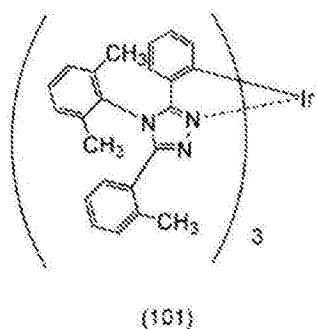
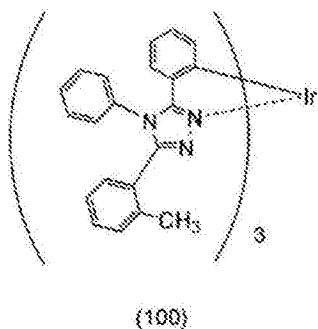
R^1 表示碳数为 1 至 6 的烷基；

并且， R^2 至 R^{10} 独立地表示氢或碳数为 1 至 6 的烷基。

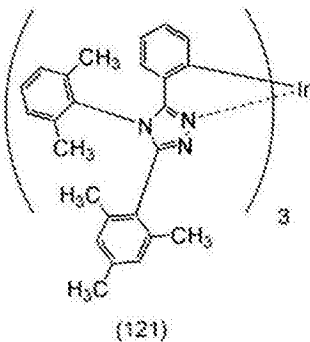
2. 根据权利要求 1 所述的配合物，其中所述配合物以通式 (G2) 表示：



3. 根据权利要求 1 所述的配合物，其中所述配合物以通式 (100)、(101)、(105)、(112) 和 (121) 中的任一个表示：



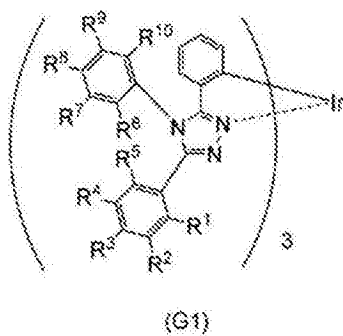
和



4. 一种包括配合物的发光装置，

其中：

所述配合物以通式 (G1) 表示；



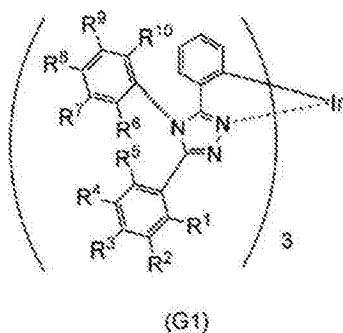
R^1 表示碳数为1至6的烷基；

并且， R^2 至 R^{10} 独立地表示氢或碳数为1至6的烷基。

5. 一种包括发光层的发光装置，

其中：

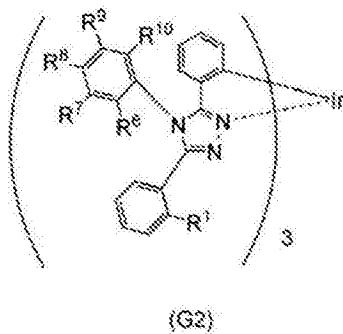
所述发光层包含以通式 (G1) 表示的配合物以及第一有机化合物；



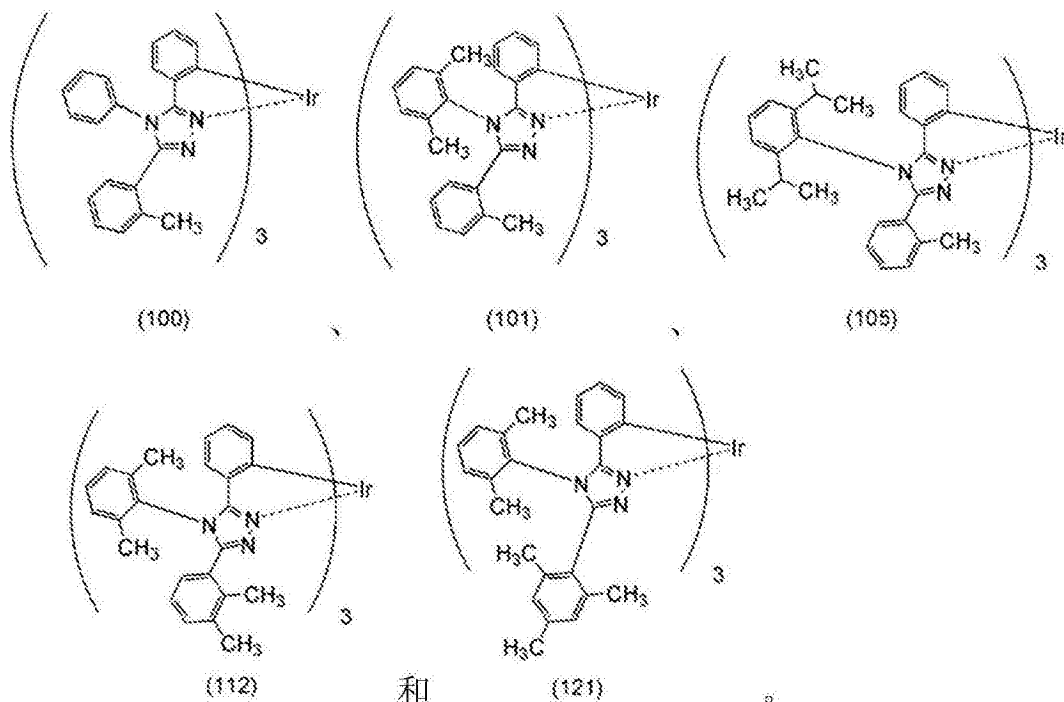
R^1 表示碳数为1至6的烷基；

并且， R^2 至 R^{10} 独立地表示氢或碳数为1至6的烷基。

6. 根据权利要求4或5所述的发光装置，其中所述配合物以通式 (G2) 表示：



7. 根据权利要求4或5所述的发光装置，其中所述配合物以通式 (100)、(101)、(105)、(112) 和 (121) 中的任一个表示：



8. 根据权利要求5所述的发光装置, 其中所述第一有机化合物选自芳香胺、含氮杂环化合物、噻吩化合物、呋喃化合物和金属配合物中。

9. 根据权利要求5所述的发光装置, 还包括所述发光层中的第二有机化合物, 其中:

所述第一有机化合物是含氮杂芳族化合物;

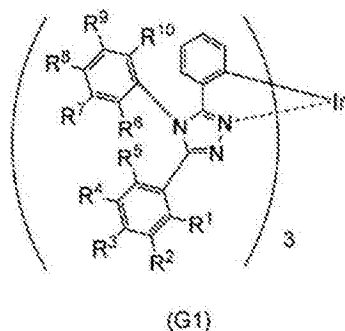
并且所述第二有机化合物选自吡唑化合物、咪唑化合物和芳香胺中。

10. 一种包括第一发光层和该第一发光层上的第二发光层的发光装置, 其中:

所述第一发光层包含第一配合物、第一化合物和第二化合物;

所述第二发光层包含第二配合物和所述第一化合物;

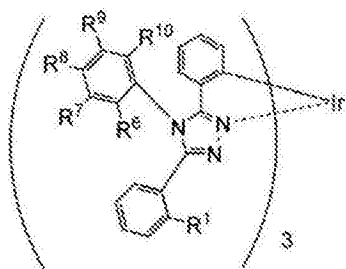
所述第一配合物和所述第二配合物都以通式 (G1) 表示;



R^1 表示碳数为1至6的烷基;

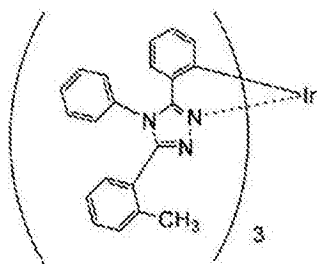
并且, R^2 至 R^{10} 独立地表示氢或碳数为1至6的烷基。

11. 根据权利要求10所述的发光装置, 其中所述第一配合物和所述第二配合物都以通式 (G2) 表示:

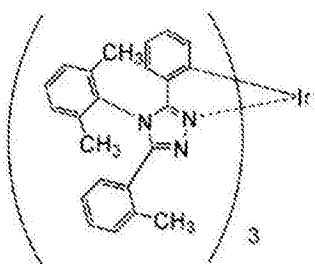


(G2)

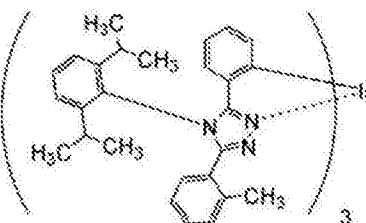
12. 根据权利要求10所述的发光装置, 其中所述第一配合物和所述第二配合物都以通式(100)、(101)、(105)、(112)和(121)中的任一个表示:



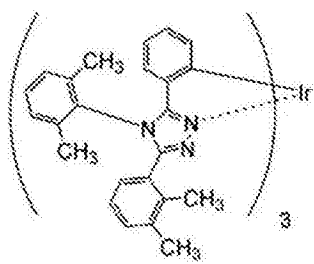
(100)



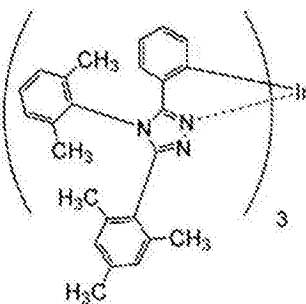
(101)



(105)



(112)



(121)

和

13. 根据权利要求10所述的发光装置,

其中:

所述第一化合物是含氮杂芳族化合物;

并且所述第二化合物选自吡唑化合物、吡啶化合物和芳香胺中。

14. 根据权利要求10所述的发光装置, 其中所述第一配合物与所述第二配合物不同。

15. 一种包括根据权利要求4、5和10中任一项所述的发光装置的电子设备。

16. 一种包括根据权利要求4、5和10中任一项所述的发光装置的照明装置。

磷光有机金属铱配合物、发光元件、发光装置、电子设备及照明装置

技术领域

[0001] 本发明的一个方式涉及一种能够将三重激发态能转换成发光的磷光有机金属铱配合物。另外,本发明的一个方式涉及一种使用磷光有机金属铱配合物的发光元件、发光装置、电子设备及照明装置。

背景技术

[0002] 具有在一对电极之间设置包含作为发光物质的有机化合物的发光层的结构的发光元件具有薄型轻量、高速响应性及直流低电压驱动等的特性,由此作为下一代的平板显示元件受到关注。另外,使用这种发光元件的显示器还具有优异的对比度、清晰的图像质量及广视角的特征。

[0003] 另外,在能够用于发光层的有机化合物中,有可以从激发态发射磷光的物质。磷光是指由于不同多重体的能量之间的跃迁而产生的发光,在通常的有机化合物中,磷光是指当从三重激发态回到单重基态时产生的发光(另一方面,当从单重激发态回到单重基态时的发光被称为荧光)。通过将这种能够发射磷光发光的化合物,即能够将三重激发态能转换成发光的化合物(以下,称为磷光化合物)用于发光层作为发光物质,可以提高内部量子效率,所以可以得到高效率的发光元件。

[0004] 作为磷光化合物,以铱等为中心金属的有机金属配合物受到关注,合成新的各种有机金属配合物(例如,参照专利文献1),但是为了高效地合成所希望的结构有机金属配合物,需要控制对于中心金属的配体的配位位置。

[0005] [专利文献1] 日本专利申请公开2007-137872号公报

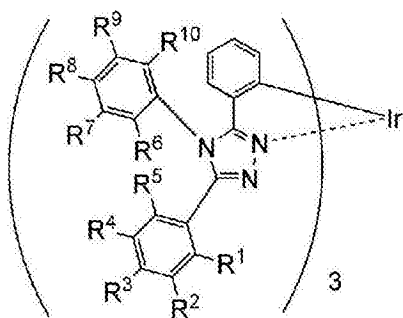
发明内容

[0006] 于是,在本发明的一个方式中,作为在磷光有机金属铱配合物的合成中可以控制对于金属铱的配体的配位位置的新颖物质,提供一种新的有机金属配合物,该新的有机金属配合物能够保持高量子效率,并且能够在蓝色至绿色的波长区域中呈现磷光发光。另外,在本发明的一个方式中,通过使用这种磷光有机金属铱配合物,可以提供可靠性高的发光元件。再者,在本发明的一个方式中,通过使用这种磷光有机金属铱配合物,可以提供一种发光效率高的发光元件、发光装置、电子设备或照明装置。

[0007] 本发明的一个方式是一种以4H-1,2,4-三唑化合物为配体的磷光有机金属铱配合物,该4H-1,2,4-三唑化合物在3位具有未取代的苯基,在4位具有取代或未取代的苯基,在5位的邻位中的至少一方具有烷基,在邻位中的另一方、间位及对位具有取代或未取代的苯基。因此,本发明的一个方式是包括以下述通式(G1)表示的结构磷光有机金属铱配合物。

[0008] [化学式1]

[0009]



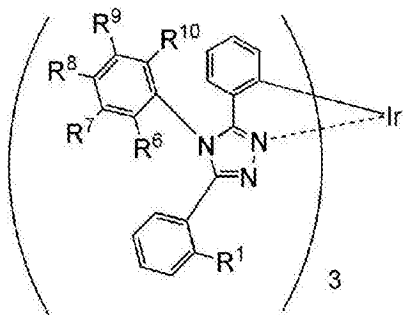
(G1)

[0010] 注意,在通式中, R^1 表示碳数为1至6的烷基。另外, R^2 至 R^{10} 分别表示氢或碳数为1至6的烷基。

[0011] 此外,本发明的其他方式是一种以下述通式(G2)表示的磷光有机金属铱配合物。

[0012] [化学式2]

[0013]



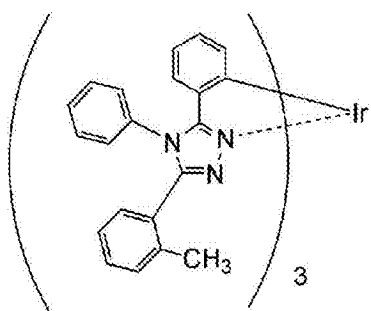
(G2)

[0014] 注意,在通式中, R^1 表示碳数为1至6的烷基。另外, R^6 至 R^{10} 分别表示氢或碳数为1至6的烷基。

[0015] 此外,本发明的其他方式是一种以下述结构式(100)表示的磷光有机金属铱配合物。

[0016] [化学式3]

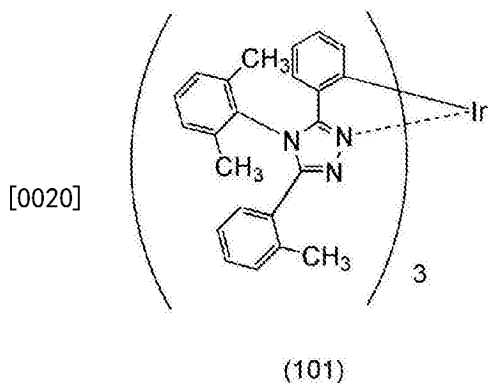
[0017]



(100)

[0018] 此外,本发明的其他方式是一种以下述结构式(101)表示的磷光有机金属铱配合物。

[0019] [化学式4]



[0021] 在上述本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物中,通过任意的氢被取代,与三唑骨架的3位和5位键合的苯基分别具有不同的结构(具体而言,3位的苯基为未取代,5位的苯基的邻位中的一方(通式(G1)、(G2)中的R¹的位置)至少具有取代基的结构)。由此,因为5位的苯基具有取代基且空间性,所以可以使空间位阻少的3位的苯基选择性地与中心金属的铱结合来形成邻位金属结构。另外,通过采用5位的苯基具有取代基的结构,该结构不再是平面,由此可以使所得到的发光向短波长漂移。另外,通过采用5位的苯基具有取代基的结构,与烷基和烷氧基等取代基相比,配体的热稳定性得到提高。因此,配合物的热稳定性得到提高,而可以得到使用寿命长的发光元件。

[0022] 再者,除了上述以外,在本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物中,通过在与三唑骨架的4位键合的苯基的邻位具有取代基,上述结构不再是平面,由此可以使所得到的发光向短波长漂移。另外,通过在与三唑骨架的4位键合的苯基的邻位具有取代基,具有降低升华温度的效果,所以可以抑制真空蒸镀导致的配合物的分解,而使稳定性提高。因此,可以得到特性良好、色纯度高且使用寿命长的发光元件。

[0023] 另外,通过将本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物用于发光元件,可以形成高效率的元件。因此,本发明的一个方式也包括使用本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的发光元件。

[0024] 此外,本发明的一个方式不仅包括具有发光元件的发光装置,而且包括具有发光装置的电子设备及照明装置。因此,本说明书中的发光装置是指图像显示装置、发光装置或光源(包括照明装置)。另外,发光装置还包括如下模块:在发光装置中安装有连接器诸如FPC(Flexible printed circuit:柔性印刷电路)、TCP(Tape Carrier Package:载带封装)的模块;将印刷线路板设置于TCP端部的模块;或者通过COG(Chip On Glass:玻璃上芯片)方式将IC(集成电路)直接安装到发光元件上的模块。

[0025] 通过本发明的一个方式,可以提供一种新颖的磷光有机金属铱配合物,在该磷光有机金属铱配合物中,在合成中控制对于金属铱的配体的配位位置。另外,通过本发明的一个方式,可以得到能够保持高量子效率,并且在蓝色至绿色的波长区域中呈现磷光发光的磷光有机金属铱配合物。此外,通过本发明的一个方式,可以提供一种使用这种磷光有机金属铱配合物的可靠性高的发光元件。再者,通过本发明的一个方式,可以提供一种使用这种磷光有机金属铱配合物的发光效率高的发光元件、发光装置、电子设备或照明装置。

附图说明

[0026] 图1是说明发光元件的结构图;

- [0027] 图2是说明发光元件的结构图；
- [0028] 图3A和图3B是说明发光元件的结构图；
- [0029] 图4是说明发光装置的图；
- [0030] 图5A和图5B是说明发光装置的图；
- [0031] 图6A至图6D是说明电子设备的图；
- [0032] 图7A至图7C是说明电子设备的图；
- [0033] 图8是说明照明设备的图；
- [0034] 图9是以结构式(100)表示的磷光有机金属铱配合物的¹H-NMR谱；
- [0035] 图10是以结构式(100)表示的磷光有机金属铱配合物的紫外·可见吸收光谱及发射光谱；
- [0036] 图11是以结构式(101)表示的磷光有机金属铱配合物的¹H-NMR谱；
- [0037] 图12是以结构式(101)表示的磷光有机金属铱配合物的紫外·可见吸收光谱及发射光谱；
- [0038] 图13是说明发光元件的图；
- [0039] 图14是示出发光元件1的电流密度-亮度特性的图；
- [0040] 图15是示出发光元件1的电压-亮度特性的图；
- [0041] 图16是示出发光元件1的亮度-电流效率特性的图；
- [0042] 图17是示出发光元件1的电压-电流特性的图；
- [0043] 图18是示出发光元件1的亮度-色度特性的图；
- [0044] 图19是示出发光元件1的发射光谱的图；
- [0045] 图20是示出发光元件1的可靠性的图；
- [0046] 图21是示出发光元件2的电流密度-亮度特性的图；
- [0047] 图22是示出发光元件2的电压-亮度特性的图；
- [0048] 图23是示出发光元件2的亮度-电流效率特性的图；
- [0049] 图24是示出发光元件2的电压-电流特性的图；
- [0050] 图25是示出发光元件2的亮度-色度特性的图；
- [0051] 图26是示出发光元件2的发射光谱的图；
- [0052] 图27是示出发光元件2的可靠性的图；
- [0053] 图28是示出发光元件3的电流密度-亮度特性的图；
- [0054] 图29是示出发光元件3的电压-亮度特性的图；
- [0055] 图30是示出发光元件3的亮度-电流效率特性的图；
- [0056] 图31是示出发光元件3的电压-电流特性的图；
- [0057] 图32是示出发光元件3的亮度-色度特性的图；
- [0058] 图33是示出发光元件3的发射光谱的图；
- [0059] 图34是示出发光元件3的可靠性的图；
- [0060] 图35是示出以结构式(100)表示的磷光有机金属铱配合物的LC-MS测量结果的图；
- [0061] 图36是示出以结构式(101)表示的磷光有机金属铱配合物的LC-MS测量结果的图；
- [0062] 图37是以结构式(105)表示的磷光有机金属铱配合物的¹H-NMR谱；
- [0063] 图38是以结构式(105)表示的磷光有机金属铱配合物的紫外·可见吸收光谱及发

射光谱；

[0064] 图39是示出以结构式(105)表示的磷光有机金属铱配合物的LC-MS测量结果的图；

[0065] 图40是以结构式(112)表示的磷光有机金属铱配合物的 ^1H -NMR谱；

[0066] 图41是以结构式(112)表示的磷光有机金属铱配合物的紫外·可见吸收光谱及发射光谱；

[0067] 图42是示出以结构式(112)表示的磷光有机金属铱配合物的LC-MS测量结果的图；

[0068] 图43是以结构式(121)表示的磷光有机金属铱配合物的 ^1H -NMR谱；

[0069] 图44是以结构式(121)表示的磷光有机金属铱配合物的紫外·可见吸收光谱及发射光谱；

[0070] 图45是示出以结构式(121)表示的磷光有机金属铱配合物的LC-MS测量结果的图；

[0071] 图46是示出发光元件4至6及比较发光元件的电流密度-亮度特性的图；

[0072] 图47是示出发光元件4至6及比较发光元件的电压-亮度特性的图；

[0073] 图48是示出发光元件4至6及比较发光元件的亮度-电流效率特性的图；

[0074] 图49是示出发光元件4至6及比较发光元件的电压-电流特性的图；

[0075] 图50是示出发光元件4至6及比较发光元件的亮度-色度特性的图；

[0076] 图51是示出发光元件4至6及比较发光元件的发射光谱的图。

具体实施方式

[0077] 下面,参照附图详细地说明本发明的实施方式。但是,本发明不局限于以下说明的内容,其方式及详细内容在不脱离本发明的宗旨及其范围的情况下可以被变换为各种各样的形式。因此,本发明不应该被解释为仅限定在下面所示的实施方式所记载的内容中。

[0078] 实施方式1

[0079] 在本实施方式中,对本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物进行说明。

[0080] 本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物是一种以4H-1,2,4-三唑化合物为配体的磷光有机金属铱配合物,该4H-1,2,4-三唑化合物在3位具有未取代的苯基,在4位具有取代或未取代的苯基,在5位的邻位中的至少一方具有烷基,在邻位中的另一方、间位及对位具有取代或未取代的苯基。

[0081] 以往,没研究到三唑骨架的3位的苯基和5位的苯基中的哪一个配位在铱,所以三唑骨架的3位和5位的苯基需要具有相同的结构。但是,在本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物中,通过在三唑骨架的5位的苯基的邻位中的一方(通式(G1)中的 R^1)具有烷基,不但在邻位中的另一方(通式(G1)中的 R^5)具有取代基的情况下,而且在通式(G1)中的 R^5 是氢的情况下,也不使通式(G1)中的 R^5 邻位金属化,在不具有取代基的三唑骨架的3位的苯基可以选择性地配位在铱。换言之,其特征在于具有能够与铱邻位金属化的结构。

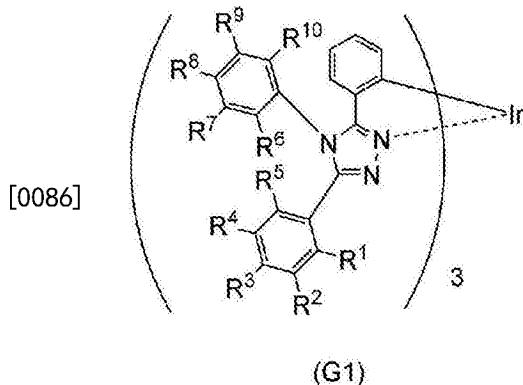
[0082] 另外,与铱结合来形成邻位金属结构的苯基为未取代有助于可靠性的提高,所以是优选的。

[0083] 因此,在本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物中,通过使三唑骨架的3位为未取代的苯基可以提高可靠性。另一方面,在三唑骨架的5位的苯基中,除了邻位中的一方(通式(G1)中的 R^1)具有烷基之外,可以使邻位中的另一方(通式(G1)中的 R^5)、间位(通式(G1)中的 R^2 、 R^4)及对位(通式(G1)中的 R^3)为取代或未取代,所以可以具有各种各样的结构。

再者,通过三唑骨架的5位的苯基具有取代基,上述结构不再是平面,由此可以使所得到的发光向短波长漂移。

[0084] 另外,本实施方式所说明的磷光有机金属铱配合物的一个方式是包括以下述通式(G1)表示的结构的有机金属配合物,该磷光有机金属铱配合物以在4位具有苯基且包括在5位的邻位具有烷基的苯基的三唑化合物为配体。

[0085] [化学式5]

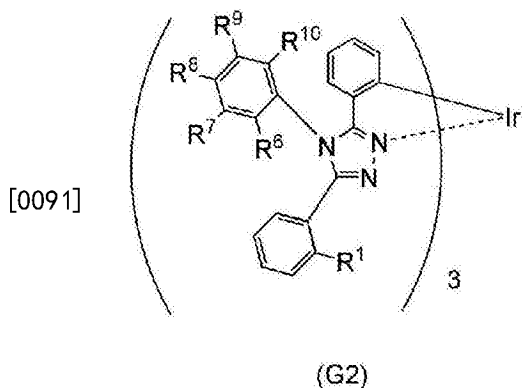


[0087] 在通式(G1)中, R^1 表示碳数为1至6的烷基。另外, R^2 至 R^{10} 分别表示氢或碳数为1至6的烷基。

[0088] 在此,作为 R^1 至 R^{10} 中的碳数为1至6的烷基的具体例子,可以举出甲基、乙基、丙基、异丙基、丁基、仲丁基、异丁基、叔丁基、戊基、异戊基、仲戊基、叔戊基、新戊基、己基、异己基、仲己基、叔己基、新己基、3-甲基戊基、2-甲基戊基、2-乙基丁基、1,2-二甲基丁基以及2,3-二甲基丁基等。另外,从配合物的三维结构和合成收率的观点来看,甲基、乙基、异丙基是优选的,甲基是更优选的。

[0089] 此外,本发明的一个方式是一种以下述通式(G2)表示的磷光有机金属铱配合物。

[0090] [化学式6]



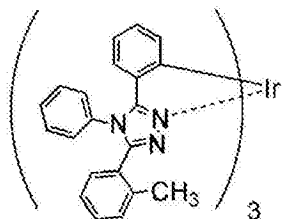
[0092] 在通式(G2)中, R^1 表示碳数为1至6的烷基。另外, R^6 至 R^{10} 分别表示氢或碳数为1至6的烷基。此外,作为 R^1 、 R^6 至 R^{10} 中的碳数为1至6的烷基的具体例子,可以举出与通式(G1)所举出的例子相同的例子。

[0093] 在此,在上述磷光有机金属铱配合物中,与三唑骨架的4位键合的苯基的邻位(通式(G1)和(G2)中的 R^6 及/或 R^{10})优选具有取代基。由此,上述结构不再是平面,由此可以使所得到的发光向短波长漂移。另外,因为具有降低升华温度的效果,所以可以抑制真空蒸镀导致的配合物的分解,而使稳定性提高。因此,可以得到特性良好,色纯度高且使用寿命长的

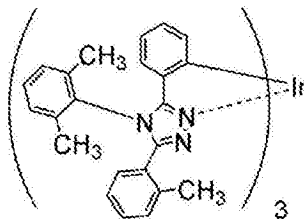
发光元件。从配合物的三维结构和合成收率的观点来看,甲基、乙基、异丙基是优选的,甲基是更优选的。

[0094] 下面,示出上述本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的具体结构式(下述结构式(100)至(121))。但是,本发明不局限于此。

[0095] [化学式7]

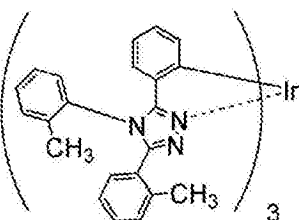


(100)

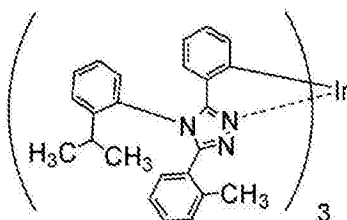


(101)

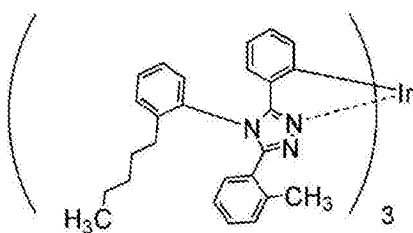
[0096]



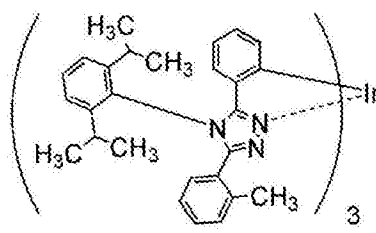
(102)



(103)

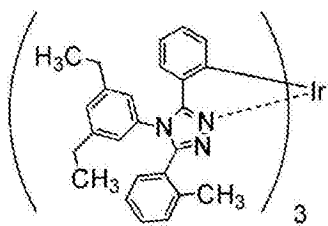


(104)

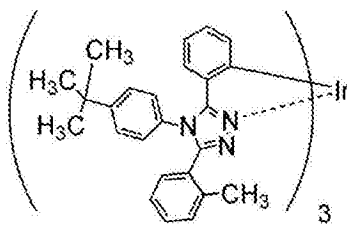


(105)

[0097] [化学式8]

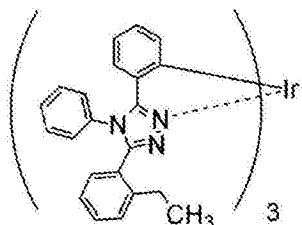


(106)

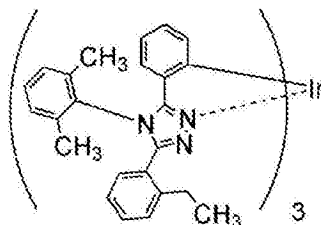


(107)

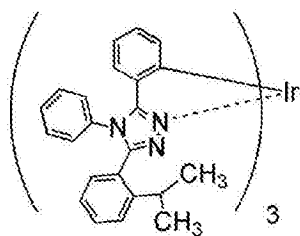
[0098]



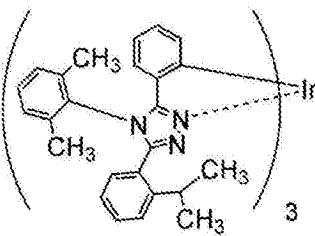
(108)



(109)

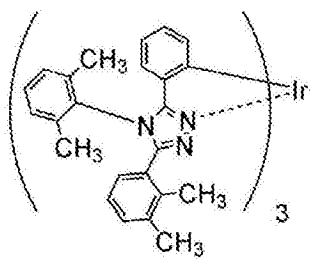


(110)

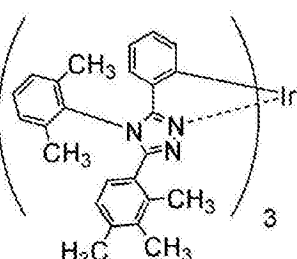


(111)

[0099] [化学式9]

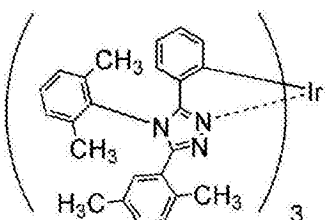


(112)

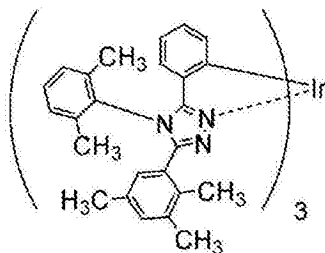


(113)

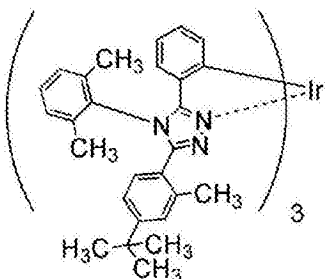
[0100]



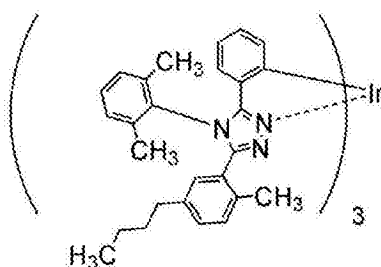
(114)



(115)



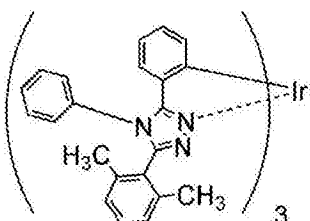
(116)



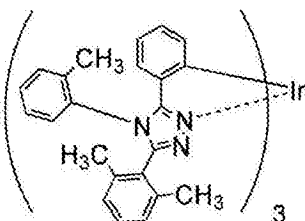
(117)

[0101]

[化学式10]

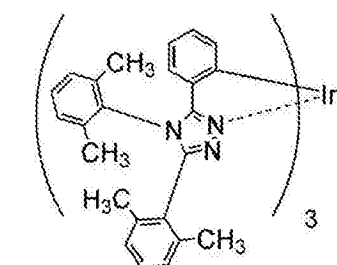


(118)

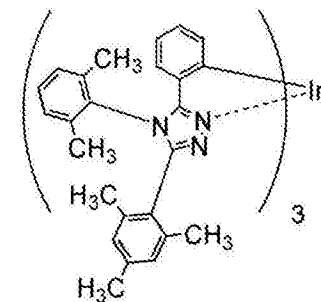


(119)

[0102]



(120)



(121)

[0103] 另外,以上述结构式(100)至(121)表示的磷光有机金属铱配合物是能够发光磷光的新颖物质。此外,作为这些物质,根据配体的种类可能有几何异构体和立体异构体,但是

本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物包括这些异构体。

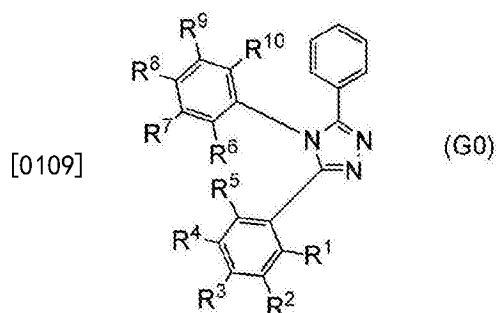
[0104] 下面,对以上述通式(G1)表示的磷光有机金属铱配合物的合成方法的一个例子进行说明。

[0105] 《以通式(G1)表示的磷光有机金属铱配合物的合成方法》

[0106] <步骤1:4H-1,2,4-三唑衍生物的合成方法>

[0107] 首先,对以下述通式(G0)表示的4H-1,2,4-三唑衍生物的合成方法的一个例子进行说明。

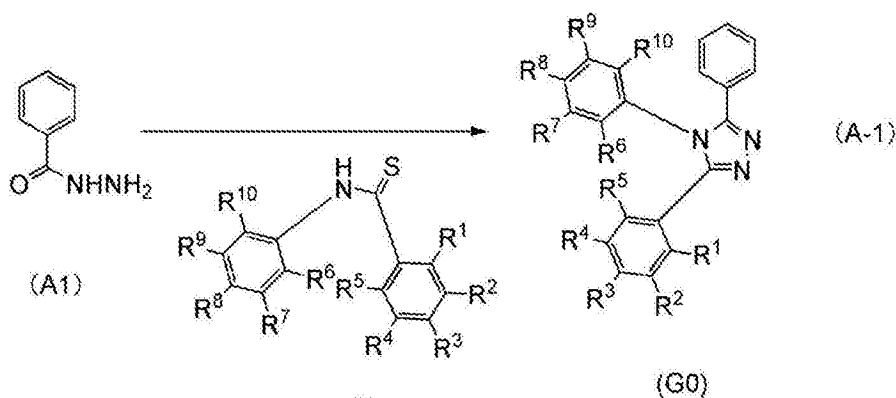
[0108] [化学式11]



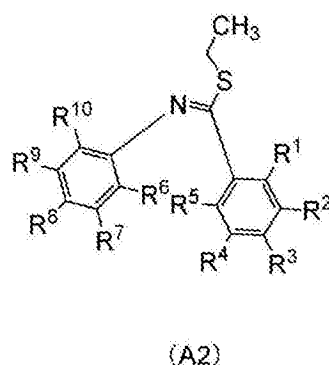
[0110] 在通式(G0)中, R^1 表示碳数为1至6的烷基, R^2 至 R^{10} 分别表示氢或碳数为1至6的烷基。

[0111] 如下述合成方案(A-1)所示,通过使苯甲酰肼(A1)与硫醚化合物或N-取代硫代酰胺化合物(A2)起反应,可以得到4H-1,2,4-三唑衍生物。

[0112] [化学式12]



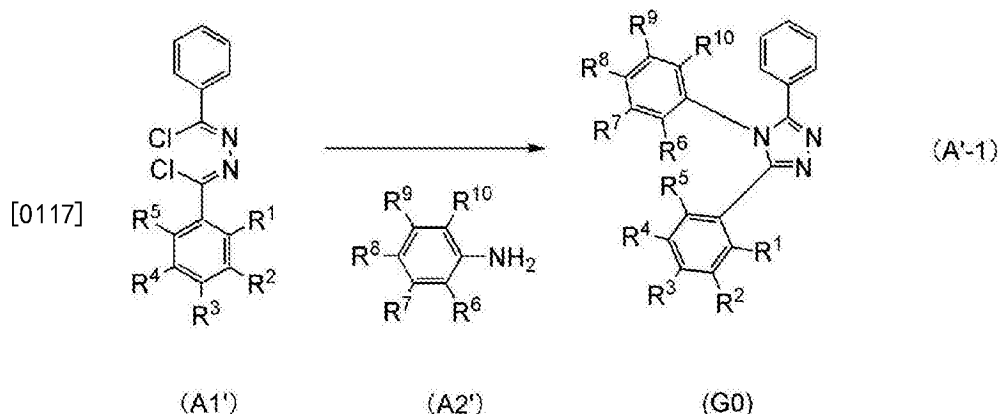
[0113]



[0114] 在合成方案(A-1)中, R^1 表示碳数为1至6的烷基, R^2 至 R^{10} 分别表示氢或碳数为1至6的烷基。

[0115] 注意, 4H-1,2,4-三唑衍生物的合成方法不局限于合成方案(A-1)。例如, 作为其他合成方法的一个例子, 也有使包含R¹的酰肼化合物与硫醚化合物或N-取代硫代酰胺化合物起反应的方法。另外, 如下述合成方案(A'-1)所示, 也有使二酰肼化合物(A1')与伯胺化合物(A2')起反应的方法。

[0116] [化学式13]



[0118] 另外, 在合成方案(A'-1)中, R¹表示碳数为1至6的烷基, R²至R¹⁰分别表示氢或碳数为1至6的烷基。

[0119] 如上所述, 以通式(G0)表示的4H-1,2,4-三唑衍生物可以通过简单的合成方案合成。

[0120] <步骤2: 以4H-1,2,4-三唑衍生物为配体的邻位金属配合物的合成方法>

[0121] 如下述合成方案(A-2)所示, 将通过步骤1中的上述合成方案(A-1)所得到的4H-1,2,4-三唑衍生物与包含卤素的铈的金属配合物(氯化铈水合物、己氯铈酸铵等)或铈的有机金属配合物化合物(乙酰丙酮根配合物、二乙硫醚配合物、以4H-1,2,4-三唑衍生物为配体的μ-卤素桥联双核配合物(μ-halogen bridged dinuclear complex)、以4H-1,2,4-三唑衍生物为配体的μ-氧桥联双核配合物(μ-oxo bridged dinuclear complex)等)混合, 然后进行加热, 由此可以得到具有以通式(G1)表示的结构的光有机金属铈配合物。

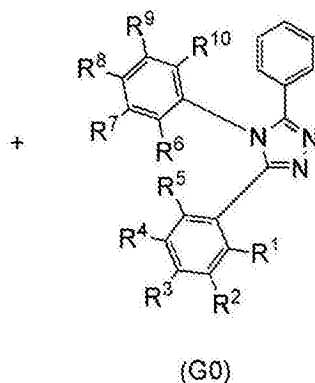
[0122] 对加热单元没有特别的限制, 但是也可以使用油浴(oil bath)、沙浴(sand bath)或铝块作为加热单元。此外, 还可以使用微波作为加热单元。另外, 也可以在将在步骤1中得到的4H-1,2,4-三唑衍生物、包含卤素的铈的金属配合物或铈的有机金属配合物化合物溶解于醇类溶剂(甘油、乙二醇、2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇等)中之后进行该加热工序。

[0123] [化学式14]

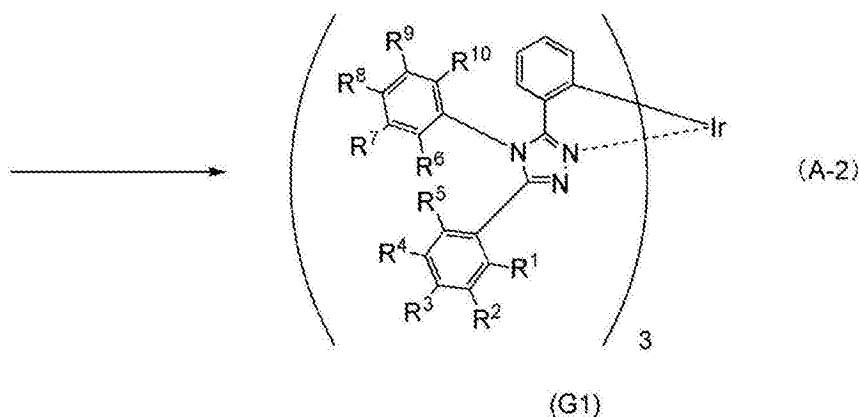
包含卤素的铱的金属配合物

或

铱的有机金属配合物化合物



[0124]



[0125] 另外,在合成方案(A-2)中, R^1 表示碳数为1至6的烷基, R^2 至 R^{10} 分别表示氢或碳数为1至6的烷基。

[0126] 另外,因为在市场上销售多种上述化合物(A1)、(A2)、(A1')和(A2')或可以合成上述化合物(A1)、(A2)、(A1')和(A2'),所以可以合成多种以通式(G0)表示的4H-1,2,4-三唑衍生物。因此,本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物具有配体的种类丰富的特征。并且,通过当制造发光元件时使用配体的种类丰富的这种有机金属配合物,可以容易进行发光元件被要求的元件特性的微调整。

[0127] 如上所述,虽然对本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的合成方法的一个例子进行说明,但是本发明不局限于此,也可以利用其他任何合成方法合成。

[0128] 另外,因为上述本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物能够发光磷光,所以可以将其用作发光材料或发光元件的发光物质。

[0129] 此外,通过使用本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物,可以实现一种发光效率高的发光元件、发光装置、电子设备或照明装置。此外,也可以实现一种耗电量低的发光元件、发光装置、电子设备或照明装置。

[0130] 本实施方式所示的结构可以与其他实施方式所示的结构适当地组合而实施。

[0131] 实施方式2

[0132] 在本实施方式中,作为本发明的一个方式,参照图1对将实施方式1所示的有机金属配合物用于发光层的发光元件进行说明。

[0133] 在本实施方式所示的发光元件中,如图1所示,在一对电极(第一电极(阳极)101与第二电极(阴极)103)之间夹有包括发光层113的EL层102,EL层102除了发光层113之外,还

包括空穴注入层111、空穴传输层112、电子传输层114、电子注入层115、电荷产生层(E) 116等而形成。

[0134] 通过对这种发光元件施加电压,从第一电极101一侧注入的空穴和从第二电极103一侧注入的电子在发光层113中再结合以使有机金属配合物成为激发态。并且,当该处于激发态的有机金属配合物回到基态时发光。如此,在本发明的一个方式中,有机金属配合物用作发光元件中的发光物质。

[0135] 另外,EL层102中的空穴注入层111是包含空穴传输性高的物质和受主物质的层,由于受主物质从空穴传输性高的物质抽出电子,由此产生空穴。因此,空穴隔着空穴传输层112从空穴注入层111注入到发光层113。

[0136] 另外,电荷产生层(E) 116是包含空穴传输层高的物质和受主物质的层。由于受主物质从空穴传输性高的物质抽出电子,因此被抽出的电子隔着电子传输层114从具有电子注入性的电子注入层115注入到发光层113。

[0137] 下面,对制造本实施方式所示的发光元件时的具体例子进行说明。

[0138] 作为第一电极(阳极)101及第二电极(阴极)103,可以使用金属、合金、导电化合物及它们的混合物。具体而言,除了氧化铟-氧化锡(Indium Tin Oxide)、包含硅或氧化硅的氧化铟-氧化锡、氧化铟-氧化锌(Indium Zinc Oxide)、包含氧化钨及氧化锌的氧化铟、金(Au)、铂(Pt)、镍(Ni)、钨(W)、铬(Cr)、钼(Mo)、铁(Fe)、钴(Co)、铜(Cu)、钯(Pd)、钛(Ti)之外,还可以使用属于元素周期表中第1族或第2族的元素,即碱金属诸如锂(Li)和铯(Cs)等、碱土金属诸如钙(Ca)和锶(Sr)等、镁(Mg)、包含它们的合金(MgAg、AlLi)、稀土金属诸如铕(Eu)和镱(Yb)等、包含它们的合金及石墨烯等。另外,第一电极(阳极)101及第二电极(阴极)103可以通过溅射法或蒸镀法(包括真空蒸镀法)等来形成。

[0139] 作为用于空穴注入层111、空穴传输层112及电荷产生层(E) 116的空穴传输性高的物质,例如可以举出4,4'-双[N-(1-萘基)-N-苯胺]联苯(简称:NPB或 α -NPD)、N,N'-双(3-甲基苯基)-N,N'-二苯基-[1,1'-联苯]-4,4'-二胺(简称:TPD)、4,4',4''-三(咔唑-9-基)三苯胺(简称:TCTA)、4,4',4''-三(N,N-二苯胺)三苯胺(简称:TDATA)、4,4',4''-三[N-(3-甲基苯基)-N-苯胺]三苯胺(简称:MTDATA)、4,4'-双[N-(螺-9,9'-二芴-2-基)-N-苯胺]联苯(简称:BSPB)等芳香胺;3-[N-(9-苯基咔唑-3-基)-N-苯胺]-9-苯基咔唑(简称:PCzPCA1)、3,6-双[N-(9-苯基咔唑-3-基)-N-苯胺]-9-苯基咔唑(简称:PCzPCA2)、3-[N-(1-萘基)-N-(9-苯基咔唑-3-基)氨基]-9-苯基咔唑(简称:PCzPCN1)等。除上述以外,还可以使用4,4'-二(N-咔唑基)联苯(简称:CBP)、1,3,5-三[4-(N-咔唑基)苯基]苯(简称:TCPB)、9-[4-(10-苯基-9-蒽基)苯基]-9H-咔唑(简称:CzPA)等的咔唑衍生物等。这些物质主要是各自具有 $10^{-6}\text{cm}^2/\text{Vs}$ 以上的空穴迁移率的物质。然而,还可以使用除上述材料之外的物质,只要该物质的空穴传输性高于电子传输性。

[0140] 再者,还可以使用聚(N-乙烯咔唑)(简称:PVK)、聚(4-乙烯三苯胺)(简称:PVTPA)、聚[N-(4-{N'-[4-(4-二苯胺)苯基]苯基-N'-苯胺}苯基)甲基丙烯酸酰胺](简称:PTPDMA)、聚[N,N'-双(4-丁基苯基)-N,N'-双(苯基)联苯胺](简称:Poly-TPD)等高分子化合物。

[0141] 另外,作为用于空穴注入层111及电荷产生层(E) 116的受主物质,可以举出过渡金属氧化物或属于元素周期表中第4族至第8族的金属的氧化物。具体地说,氧化钼是特别优选的。

[0142] 在发光层113中,作为用作发光物质的客体材料包含实施方式1所示的有机金属配合物,且作为主体材料使用其三重激发态能比该有机金属配合物的三重激发态能大的物质。

[0143] 另外,作为用来使上述有机金属配合物处于分散状态的物质(即,主体材料),例如,除了芳香胺诸如4,4',4''-三[N-(3-甲基苯基)-N-苯胺]三苯胺(简称:MTDATA)之外,优选使用:咪唑衍生物诸如CBP、1,3-双(N-咪唑基)苯(简称:mCP)、4,4'-双(咪唑-9-基)-2,2'-二甲基联苯(简称:CDBP)、4,4',4''-三(咪唑-9-基)三苯胺(简称:TCTA)等;含氮杂环化合物;噻吩衍生物;呋喃衍生物;以及金属配合物诸如锌或铝等。另外,也可使用:高分子化合物诸如PVK、聚对苯乙撑衍生物、聚对苯撑衍生物、聚茛衍生物、聚(螺茛)衍生物等;或树枝状聚合物。

[0144] 另外,通过包含上述有机金属配合物(客体材料)和主体材料形成发光层113,可以从发光层113得到发光效率高的磷光发光。

[0145] 电子传输层114是包含电子传输性高的物质的层。作为电子传输层114,可以使用金属配合物诸如Alq₃、三(4-甲基-8-羟基喹啉合)铝(简称:Almq₃)、双(10-羟基苯并[h]-喹啉合)铍(简称:BeBq₂)、BAIq、Zn(BOX)₂或双[2-(2-羟基苯基)-苯并噻唑]锌(简称:Zn(BTZ)₂)等。此外,也可以使用杂芳族化合物诸如2-(4-联苯基)-5-(4-叔丁基苯基)-1,3,4-噁二唑(简称:PBD)、1,3-双[5-(对叔丁基苯基)-1,3,4-噁二唑-2-基]苯(简称:OXD-7)、3-(4-叔丁基苯基)-4-苯基-5-(4-联苯基)-1,2,4-三唑(简称:TAZ)、3-(4-叔丁基苯基)-4-(4-乙基苯基)-5-(4-联苯基)-1,2,4-三唑(简称:p-EtTAZ)、红菲咯啉(简称:Bphen)、浴铜灵(简称:BCP)、4,4'-双(5-甲基苯并噻唑-2-基)二苯乙烯(简称:BzOs)等。另外,还可以使用高分子化合物诸如聚(2,5-吡啶二基)(简称:PPy)、聚[(9,9-二己基芴-2,7-二基)-共-(吡啶-3,5-二基)](简称:PF-Py)、聚[(9,9-二辛基芴-2,7-二基)-共-(2,2'-联吡啶-6,6'-二基)](简称:PF-BPy)。在此所述的物质主要是电子迁移率为10⁻⁶cm²/Vs以上的物质。另外,只要是电子传输性比空穴传输性高的物质,就可以将上述物质之外的物质用作电子传输层114。

[0146] 另外,作为电子传输层114,不仅采用单层,而且可以采用由上述物质构成的层的两层以上的叠层。

[0147] 电子注入层115是包含电子注入性高的物质的层。作为电子注入层115,可以使用氟化锂(LiF)、氟化铯(CsF)、氟化钙(CaF₂)及锂氧化物(LiO_x)等碱金属、碱土金属、镁(Mg)或它们的化合物。此外,可以使用氟化铪(ErF₃)等稀土金属化合物。另外,也可以使用上述构成电子传输层114的物质。

[0148] 或者,也可以将有机化合物与电子给体(供体)混合而成的复合材料用于电子注入层115。这种复合材料的电子注入性及电子传输性高,因为电子给体使得电子产生在有机化合物中。在此情况下,有机化合物优选是在传输产生的电子方面性能优异的材料。具体而言,可以使用构成如上所述的电子传输层114的物质(金属配合物和杂芳族化合物等)等。作为电子给体,只要使用对有机化合物呈现电子给体性的物质,即可。例如,优选使用碱金属、碱土金属和稀土金属。具体而言,除了锂、铯、钙、钇、镱之外,可以举出镁等。另外,优选使用碱金属氧化物或碱土金属氧化物,例如可以举出锂氧化物、钙氧化物、钡氧化物等。此外,可以使用氧化镁等路易斯碱。或者,也可以使用四硫富瓦烯(简称:TTF)等有机化合物。

[0149] 另外,上述空穴注入层111、空穴传输层112、发光层113、电子传输层114、电子注入层115和电荷产生层(E)116分别可以通过蒸镀法(包括真空蒸镀法)、喷墨法、涂敷法等的方法形成。

[0150] 在上述发光元件中,因为在第一电极101和第二电极103之间产生的电位差而产生电流,并且因为在EL层102中空穴和电子再结合而发光。然后,该发光穿过第一电极101和第二电极103中的任一方或双方取出到外部。因此,第一电极101和第二电极103中的任一方或双方为具有透光性的电极。

[0151] 因为如上所说明的发光元件可以得到来源于有机金属配合物的磷光发光,所以与使用荧光化合物的发光元件相比,可以实现高效率的发光元件。

[0152] 另外,本实施方式所示的发光元件是使用本发明的一个方式的有机金属配合物来制造的发光元件的一个例子。此外,作为包括上述发光元件的发光装置,可以制造被动矩阵型发光装置和主动矩阵型发光装置。还可以制造在其他实施方式所说明的包括与上述发光元件不同的发光元件的发光元件的微腔结构的发光装置。上述发光装置的每一个包括在本发明中。

[0153] 另外,在主动矩阵型发光装置的情况下,对TFT的结构没有特别的限制。例如,可以适当地使用交错型TFT或反交错型TFT。此外,形成在TFT衬底上的驱动电路可以由N型TFT和P型TFT中的一方或双方形成。并且,对于TFT的半导体膜的结晶性也没有特别的限制。例如,可以使用非晶半导体膜、结晶半导体膜和氧化物半导体膜等。

[0154] 另外,本实施方式所示的结构可以与其他实施方式所示的结构适当地组合而实施。

[0155] 实施方式3

[0156] 在本实施方式中,作为本发明的一个方式说明一种发光元件,其中,除了磷光有机金属铱配合物之外,还将其他两种以上的有机化合物用于发光层。

[0157] 本实施方式所示的发光元件具有如图2所示那样的在一对电极(阳极201与阴极202)之间包括EL层203的结构。另外,EL层203至少具有发光层204,除此之外,EL层203还可以包括空穴注入层、空穴传输层、电子传输层、电子注入层、电荷产生层(E)等。此外,作为空穴注入层、空穴传输层、电子传输层、电子注入层、电荷产生层(E),可以使用实施方式2所示的物质。

[0158] 在本实施方式所示的发光层204中,包括使用实施方式1所示的磷光有机金属铱配合物的磷光化合物205、第一有机化合物206及第二有机化合物207。另外,磷光化合物205是发光层204中的客体材料。此外,第一有机化合物206和第二有机化合物207中的发光层204中的含有率多的一方为发光层204中的主体材料。

[0159] 在发光层204中,通过采用将上述客体材料分散到主体材料的结构,可以控制发光层的结晶化。另外,可以抑制由于客体材料的高浓度导致的浓度猝灭并提高发光元件的发光效率。

[0160] 另外,第一有机化合物206和第二有机化合物207的每一个的三重激发态能的能级(T1能级)优选高于磷光化合物205的T1能级。这是因为如下缘故:如果第一有机化合物206(或第二有机化合物207)的T1能级低于磷光化合物205的T1能级,则第一有机化合物206(或第二有机化合物207)使有助于发光的磷光化合物205的三重激发态能猝灭(quench),而导

致发光效率的降低。

[0161] 在此,为了提高从主体材料到客体材料的能量转移效率,优选的是,在考虑到作为分子之间的能量转移机理周知的福斯特(Förster)机理(偶极-偶极相互作用)及德克斯特(Dexter)机理(电子交换相互作用)的情况下,主体材料的发射光谱(从单重激发态的能量转移中的荧光光谱,从三重激发态的能量转移中的磷光光谱)与客体材料的吸收光谱(更详细地说,最长波长(低能量)一侧的吸收带中的光谱)的重叠的部分大。但是,通常难以使主体材料的荧光光谱与客体材料的最长波长(低能量)一侧的吸收带中的光谱重叠。这是因为如下缘故:因为主体材料的磷光光谱位于比荧光光谱长的波长(低能量)一侧,所以如果那样做,则主体材料的T1能级低于磷光化合物的T1能级,而导致上述猝灭的问题。另一方面,为了避免猝灭的问题,当将主体材料的T1能级设定为高于磷光化合物的T1能级时,主体材料的荧光光谱漂移到短波长(高能量)一侧,因此该荧光光谱不与客体材料的最长波长(低能量)一侧的吸收带中的光谱重叠。从而,通常,难以将主体材料的荧光光谱与客体材料的最长波长(低能量)一侧的吸收带中的吸收光谱重叠并最大限度地提高主体材料的从单重激发态的能量转移。

[0162] 于是,在本实施方式中,第一有机化合物206和第二有机化合物207的组合优选是形成激基复合物(也称为“exciplex”)的组合。此时,当在发光层204中载流子(电子及空穴)再结合时,第一有机化合物206和第二有机化合物207形成激基复合物。由此,在发光层204中,第一有机化合物206的荧光光谱及第二有机化合物207的荧光光谱转换为位于更长波长一侧的激基复合物的发射光谱。并且,如果为了使激基复合物的发射光谱与客体材料的吸收光谱的重叠的部分变大而选择第一有机化合物206和第二有机化合物207,则可以最大限度地提高从单重激发态的能量转移。另外,关于三重激发态,也可以认为产生来自激基复合物的能量转移,而不产生来自主体材料的能量转移。

[0163] 作为磷光化合物205,使用实施方式1所示的磷光有机金属铱配合物。另外,作为第一有机化合物206和第二有机化合物207的组合,只要是产生激基复合物的组合即可,但是,优选组合容易接受电子的化合物(电子俘获化合物)和容易接受空穴的化合物(空穴俘获化合物)。

[0164] 作为容易接受电子的化合物,优选使用缺 π 电子型杂芳族化合物诸如含氮杂芳族化合物,例如可以举出喹喔啉衍生物或二苯并喹喔啉衍生物诸如2-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯基]二苯并[f,h]喹喔啉(简称:2mDBTPDBq-II)、2-[3'-(二苯并噻吩-4-基)联苯-3-基]二苯并[f,h]喹喔啉(简称:2mDBTBPDq-II)、2-[4-(3,6-二苯基-9H-吡啶-9-基)苯基]二苯并[f,h]喹喔啉(简称:2CzPDBq-III)、7-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯基]二苯并[f,h]喹喔啉(简称:7mDBTPDBq-II)和6-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯基]二苯并[f,h]喹喔啉(简称:6mDBTPDBq-II)等。

[0165] 作为容易接受空穴的化合物,优选使用富 π 电子型杂芳族化合物(例如,吡啶衍生物或吡咯衍生物)或芳香胺,例如可以举出4-苯基-4'-(9-苯基-9H-吡啶-3-基)三苯胺(简称:PCBA1BP)、4,4'-二(1-萘基)-4''-(9-苯基-9H-吡啶-3-基)三苯胺(简称:PCBNBB)、3-[N-(1-萘基)-N-(9-苯基吡啶-3-基)氨基]-9-苯基吡啶(简称:PCzPCN1)、4,4',4''-三[N-(1-萘基)-N-苯基氨基]三苯胺(简称:1'-TNATA)、2,7-双[N-(4-二苯基氨基苯基)-N-苯基氨基]-螺环-9,9'-联芴(简称:DPA2SF)、N,N'-双(9-苯基吡啶-3-基)-N,N'-二苯基苯-1,3-二胺

(简称:PCA2B)、N-(9,9-二甲基-2-N',N'-二苯基氨基-9H-芴-7-基)二苯基胺(简称:DPNF)、N,N',N''-三苯基-N,N',N''-三(9-苯基咪唑-3-基)苯-1,3,5-三胺(简称:PCA3B)、2-[N-(9-苯基咪唑-3-基)-N-苯基氨基]螺环-9,9'-联芴(简称:PCASF)、2-[N-(4-二苯基氨基苯基)-N-苯基氨基]螺环-9,9'-联芴(简称:DPASF)、N,N'-双[4-(咪唑-9-基)苯基]-N,N'-二苯基-9,9-二甲基芴-2,7-二胺(简称:YGA2F)、4,4'-双[N-(3-甲基苯基)-N-苯基氨基]联苯(简称:TPD)、4,4'-双[N-(4-二苯基氨基苯基)-N-苯基氨基]联苯(简称:DPAB)、N-(9,9-二甲基-9H-芴-2-基)-N-{9,9-二甲基-2-[N'-苯基-N'-(9,9-二甲基-9H-芴-2-基)氨基]-9H-芴-7-基}-苯基胺(简称:DFLADFL)、3-[N-(9-苯基咪唑-3-基)-N-苯基氨基]-9-苯基咪唑(简称:PCzPCA1)、3-[N-(4-二苯基氨基苯基)-N-苯基氨基]-9-苯基咪唑(简称:PCzDPA1)、3,6-双[N-(4-二苯基氨基苯基)-N-苯基氨基]-9-苯基咪唑(简称:PCzDPA2)、4,4'-双[N-{4-[N'-(3-甲基苯基)-N'-苯基氨基]苯基}-N-苯基氨基]联苯(简称:DNTPD)、3,6-双[N-(4-二苯基氨基苯基)-N-(1-萘基)氨基]-9-苯基咪唑(简称:PCzTPN2)、3,6-双[N-(9-苯基咪唑-3-基)-N-苯基氨基]-9-苯基咪唑(简称:PCzPCA2)。

[0166] 上述第一有机化合物206和第二有机化合物207的组合不局限于此,只要是能够形成激基复合物的组合,该激基复合物的发射光谱与磷光化合物205的吸收光谱重叠,与磷光化合物205的吸收光谱的峰值相比,该激基复合物的发射光谱的峰值位于长波长,即可。

[0167] 另外,在由容易接受电子的化合物和容易接受空穴的化合物构成第一有机化合物206和第二有机化合物207时,可以根据其混合比控制载流子平衡。具体而言,优选第一有机化合物和第二有机化合物的比例为1:9至9:1。

[0168] 因为本实施方式所示的发光元件能够由于利用激基复合物的发射光谱与磷光化合物的吸收光谱的重叠的能量转移而提高能量转移效率,所以可以实现外量子效率高的发光元件。

[0169] 另外,作为包括在本发明中的其他结构,也可以采用如下结构:作为磷光化合物205(客体材料)的其他两种有机化合物使用空穴俘获性的主体分子及电子俘获性的主体分子来形成发光层204,以便得到将空穴和电子导入到存在于两种主体分子中的客体分子而使客体分子成为激发态的现象(即,Guest Coupled with Complementary Hosts:GCCH,客体与互补主体的耦合)。

[0170] 此时,作为具有空穴俘获性的主体分子及具有电子俘获性的主体分子,分别可以使用上述容易接受空穴的化合物及容易接受电子的化合物。

[0171] 另外,本实施方式所示的发光元件是发光元件的结构的一个例子,但是也可以将其他实施方式所示的其他结构的发光元件应用于本发明的一个方式的发光装置。此外,作为包括上述发光元件的发光装置,可以制造被动矩阵型发光装置和主动矩阵型发光装置。还可以制造在其他实施方式所说明的包括与上述发光元件不同的发光元件的发光元件的微腔结构的发光装置。上述发光装置的每一个包括在本发明中。

[0172] 另外,在主动矩阵型发光装置的情况下,对TFT的结构没有特别的限制。例如,可以适当地使用交错型TFT或反交错型TFT。此外,形成在TFT衬底上的驱动电路可以由N型TFT和P型TFT中的一方或双方形成。并且,对于TFT的半导体膜的结晶性也没有特别的限制。例如,可以使用非晶半导体膜、结晶半导体膜和氧化物半导体膜等。

[0173] 另外,本实施方式所示的结构可以与其他实施方式所示的结构适当地组合而实

施。

[0174] 实施方式4

[0175] 在本实施方式中,作为本发明的一个方式,对隔着电荷产生层具有多个EL层的结构的发光元件(以下,称为串联型发光元件)进行说明。

[0176] 本实施方式所示的发光元件是如图3A所示那样的在一对电极(第一电极301与第二电极304)之间具有多个EL层(第一EL层302(1)和第二EL层302(2))的串联型发光元件。

[0177] 在本实施方式中,第一电极301是用作阳极的电极,第二电极304是用作阴极的电极。另外,作为第一电极301及第二电极304,可以采用与实施方式2相同的结构。此外,虽然多个EL层(第一EL层302(1)和第二EL层302(2))可以具有与实施方式2或实施方式3所示的结构相同的结构,但是也可以上述EL层中的任一个具有与实施方式2或实施方式3所示的结构相同的结构。换言之,第一EL层302(1)和第二EL层302(2)既可以具有相同结构,又可以具有不同的结构,作为其结构,可以应用与实施方式2或实施方式3相同的结构。

[0178] 另外,在多个EL层(第一EL层302(1)和第二EL层302(2))之间设置有电荷产生层(I)305。电荷产生层(I)305具有如下功能:当对第一电极301和第二电极304施加电压时,将电子注入到一方的EL层中,且将空穴注入到另一方的EL层中。在本实施方式中,当对第一电极301施加电压以使其电位高于第二电极304时,电子从电荷产生层(I)305被注入到第一EL层302(1)中,且将空穴被注入到第二EL层302(2)中。

[0179] 另外,从光提取效率的观点来看,电荷产生层(I)305优选具有透射可见光的性质(具体而言,对于电荷产生层(I)305的可见光的透射率为40%以上)。另外,电荷产生层(I)305即使在其电导率小于第一电极301或第二电极304也发挥作用。

[0180] 电荷产生层(I)305既可以具有对空穴传输性高的有机化合物添加有电子受体(受体)的结构,又可以具有对电子传输性高的有机化合物添加有电子给体(供体)的结构。或者,也可以层叠有这两种结构。

[0181] 在采用对空穴传输性高的有机化合物添加有电子受体的结构的情况下,作为空穴传输性高的有机化合物,例如可以使用芳族胺诸如NPB、TPD、TDATA、MTDATA或4,4'-双[N-(螺-9,9'-联芴-2-基)-N-苯基氨基]联苯(简称:BSPB)等。在此所述的物质主要是空穴迁移率为 $10^{-6}\text{cm}^2/\text{Vs}$ 以上的物质。但是,只要是空穴传输性比电子传输性高的有机化合物,就可以使用上述物质之外的物质。

[0182] 另外,作为电子受体,可以举出7,7,8,8-四氰基-2,3,5,6-四氟喹啉并二甲烷(简称: $\text{F}_4\text{-TCNQ}$)、氯醌等。另外,还可以举出过渡金属氧化物。另外,可以举出属于元素周期表中第4族至第8族的金属的氧化物。具体而言,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,这是因为它们具有高电子接受性。尤其,优选使用氧化钼,因为氧化钼在大气中稳定且其吸湿性低,所以容易进行处理。

[0183] 另一方面,在采用对电子传输性高的有机化合物添加有电子给体的结构的情况下,作为电子传输性高的有机化合物,例如可以使用具有喹啉骨架或苯并喹啉骨架的金属配合物等诸如 Alq_3 、 Almq_3 、 BeBq_2 或 BALq 等。此外,除此之外,还可以使用具有噻唑基配体或噻唑基配体的金属配合物等诸如 $\text{Zn}(\text{BOX})_2$ 或 $\text{Zn}(\text{BTZ})_2$ 等。再者,除了金属配合物之外,还可以使用PBD、OXD-7、TAZ、Bphen、BCP等。在此所述的物质主要是电子迁移率为 $10^{-6}\text{cm}^2/\text{Vs}$ 以上的物质。另外,只要是电子传输性比空穴传输性高的有机化合物,就可以使用上述物质之外的

物质。

[0184] 另外,作为电子给体,可以使用碱金属、碱土金属、稀土金属、属于元素周期表中第2、13族的金属及它们的氧化物和碳酸盐。具体而言,优选使用锂(Li)、铯(Cs)、镁(Mg)、钙(Ca)、镱(Yb)、铟(In)、氧化锂、碳酸铯等。此外,也可以将如四硫萘并萘(tetrathianaphthacene)的有机化合物用作电子给体。

[0185] 另外,通过使用上述材料形成电荷产生层(I) 305,可以抑制层叠EL层造成的驱动电压的增大。

[0186] 虽然在本实施方式中,对具有两个EL层的发光元件进行说明,但是,如图3B所示那样,本发明的一个方式可以同样地应用于层叠n个(注意,n是3以上)EL层(302(1)至302(n))的发光元件。如根据本实施方式的发光元件那样,当在一对电极之间具有多个EL层时,通过将电荷产生层(I) (305(1)至305(n-1))分别设置在EL层与EL层之间,可以在保持低电流密度的同时实现高亮度区域中的发光。因为可以保持低电流密度,所以可以实现长寿命元件。另外,当作为应用例子采用照明时,因为可以减少由于电极材料的电阻导致的电压下降,所以可以实现大面积的均匀发光。此外,可以实现能够进行低电压驱动且耗电量低的发光装置。

[0187] 此外,通过使各EL层发射互不相同颜色的光,可以使发光元件整体发射所需颜色的光。例如,在具有两个EL层的发光元件中,使第一EL层的发光颜色和第二EL层的发光颜色处于补色关系,因此作为整体发光元件可以得到发射白色发光的发光元件。注意,词语“补色关系”表示当颜色混合时得到非彩色的颜色关系。也就是说,通过混合从发光物质得到的颜色的光和从发光处于该颜色的补色关系的颜色的物质得到的光,可以得到白色发光。

[0188] 另外,具有三个EL层的发光元件的情况也与此同样,例如,当第一EL层的发射色是红色,第二EL层的发射色是绿色,第三EL层的发射色是蓝色时,发光元件作为整体可以得到白色发光。

[0189] 注意,本实施方式所示的结构可以与其他实施方式所示的结构适当地组合而实施。

[0190] 实施方式5

[0191] 在本实施方式中,作为本发明的一个方式的利用磷光发光的发光装置,对使用磷光有机金属铱配合物的发光装置进行说明。

[0192] 本实施方式所示的发光装置具有利用一对电极之间的光的共振效应的光学微谐振腔(micro optical resonator)(微腔)结构,如图4所示具有多个发光元件,该发光元件包括在一对电极(反射电极401与半透过·半反射电极402)之间至少具有EL层405的结构。另外,EL层405至少具有用作发光区域的发光层404(404R、404G、404B),除此之外,EL层405还可以包括空穴注入层、空穴传输层、电子传输层、电子注入层、电荷产生层(E)等。此外,在发光层404中,包含本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物。

[0193] 在本实施方式中,如图4所示,对包括具有不同结构的发光元件(第一发光元件(R) 410R、第二发光元件(G) 410G和第三发光元件(B) 410B)而构成的发光装置进行说明。

[0194] 第一发光元件(R) 410R具有在反射电极401上依次层叠有如下层的结构:第一透明导电层403a;其一部分包括第一发光层(B) 404B、第二发光层(G) 404G和第三发光层(R) 404R的EL层405;以及半透射·半反射电极402。另外,第二发光元件(G) 410G具有在反射电极401

上依次层叠有第二透明导电层403b、EL层405以及半透射·半反射电极402的结构。另外,第三发光元件(B)410B具有在反射电极401上依次层叠有EL层405及半透射·半反射电极402的结构。

[0195] 另外,上述发光元件(第一发光元件(R)410R、第二发光元件(G)410G、第三发光元件(B)410B)都具有反射电极401、EL层405以及半透射·半反射电极402。此外,在第一发光层(B)404B中发射在420nm以上且480nm以下的波长区域中具有峰值的光(λ_B),在第二发光层(G)404G中发射在500nm以上且550nm以下的波长区域中具有峰值的光(λ_G),而在第三发光层(R)404R中发射在600nm以上且760nm以下的波长区域中具有峰值的光(λ_R)。由此,可以使任何发光元件(第一发光元件(R)410R、第二发光元件(G)410G及第三发光元件(B)410B)都发射将来自第一发光层(B)404B、第二发光层(G)404G及第三发光层(R)404R的发光重叠而成的光,即及于可见光区的宽(broad)的光。注意,根据上述记载,波长的长度满足 $\lambda_B < \lambda_G < \lambda_R$ 的关系。

[0196] 本实施方式所示的各发光元件分别具有在反射电极401与半透射·半反射电极402之间夹有EL层405的结构,并且从包括在EL层405中的各发光层向全方向射出的发光由具有光学微谐振腔(微腔)的功能的反射电极401和半透射·半反射电极402共振。另外,反射电极401使用具有反射性的导电材料形成,可见光的对该膜的反射率为40%至100%,优选为70%至100%,并且该膜的电阻率为 $1 \times 10^{-2} \Omega \text{ cm}$ 以下。另外,半透射·半反射电极402使用具有反射性的导电材料和具有透光性的导电材料形成,可见光的对该膜的反射率为20%至80%,优选为40%至70%,并且该膜的电阻率为 $1 \times 10^{-2} \Omega \text{ cm}$ 以下。

[0197] 另外,在本实施方式中,通过使分别设置在第一发光元件(R)410R和第二发光元件(G)410G中的透明导电层(第一透明导电层403a、第二透明导电层403b)的厚度彼此不同,来根据每个发光元件改变反射电极401与半透射·半反射电极402之间的光程。换言之,在反射电极401与半透射·半反射电极402之间,可以使从各发光元件的各发光层发射的宽的光中的共振的波长的光变强并可以使其中的不共振的波长的光衰减,所以通过根据每个元件改变反射电极401与半透射·半反射电极402之间的光程,可以取出不同波长的光。

[0198] 另外,在第一发光元件(R)410R中从反射电极401到半透射·半反射电极402的总厚度为 $m\lambda_R/2$ (注意,m是自然数),在第二发光元件(G)410G中从反射电极401到半透射·半反射电极402的总厚度为 $m\lambda_G/2$ (注意,m是自然数),并且在第三发光元件(B)410B中从反射电极401到半透射·半反射电极402的总厚度为 $m\lambda_B/2$ (注意,m是自然数)。

[0199] 如上所述,从第一发光元件(R)410R主要取出在包括于EL层405中的第三发光层(R)404R中发射的光(λ_R),从第二发光元件(G)410G主要取出在包括于EL层405中的第二发光层(G)404G中发射的光(λ_G),并且从第三发光元件(B)410B主要取出在包括于EL层405中的第一发光层(B)404B中发射的光(λ_B)。另外,从各发光元件取出的光分别从半透射·半反射电极402一侧射出。

[0200] 另外,在上述结构中,严格而言,可以将从反射电极401到半透射·半反射电极402的总厚度称为从反射电极401中的反射区域到半透射·半反射电极402中的反射区域的总厚度。但是,难以严格地决定反射电极401或半透射·半反射电极402中的反射区域的位置,所以通过假定反射电极401和半透射·半反射电极402中的任意位置为反射区域来可以充分地获得上述效果。

[0201] 接着,在第一发光元件(R)410R中,通过将从反射电极401到第三发光层(R)404R的光程调节为所希望的厚度 $((2m'+1)\lambda_R/4$ (注意, m' 是自然数)),可以放大来自第三发光层(R)404R的发光。因为来自第三发光层(R)404R的发光中的由反射电极401反射而回来的光(第一反射光)与从第三发光层(R)404R直接入射到半透射·半反射电极402的光(第一入射光)发生干扰,所以通过将从反射电极401到第三发光层(R)404R的光程调节为所希望的值 $((2m'+1)\lambda_R/4$ (注意, m' 是自然数)),可以使第一反射光与第一入射光的相位一致,从而可以放大来自第三发光层(R)404R的发光。

[0202] 另外,严格而言,可以将反射电极401与第三发光层(R)404R之间的光程称为反射电极401中的反射区域与第三发光层(R)404R中的发光区域之间的光程。但是,难以严格地决定反射电极401中的反射区域或第三发光层(R)404R中的发光区域的位置,所以通过假定反射电极401中的任意的位置为反射区域且假定第三发光层(R)404R中的任意的位置为发光区域,来可以充分地获得上述效果。

[0203] 接着,在第二发光元件(G)410G中,通过将从反射电极401到第二发光层(G)404G的光程调节为所希望的厚度 $((2m''+1)\lambda_G/4$ (注意, m'' 是自然数)),可以放大来自第二发光层(G)404G的发光。因为来自第二发光层(G)404G的发光中的由反射电极401反射而回来的光(第二反射光)与从第二发光层(G)404G直接入射到半透射·半反射电极402的光(第二入射光)发生干扰,所以通过将从反射电极401到第二发光层(G)404G的光程调节为所希望的值 $((2m''+1)\lambda_G/4$ (注意, m'' 是自然数)),可以使第二反射光与第二入射光的相位一致,从而可以放大来自第二发光层(G)404G的发光。

[0204] 另外,严格而言,可以将反射电极401与第二发光层(G)404G之间的光程称为反射电极401中的反射区域与第二发光层(G)404G中的发光区域之间的光程。但是,难以严格地决定反射电极401中的反射区域或第二发光层(G)404G中的发光区域的位置,所以通过假定反射电极401中的任意的位置为反射区域且假定第二发光层(G)404G中的任意的位置为发光区域,来可以充分地获得上述效果。

[0205] 接着,在第三发光元件(B)410B中,通过将从反射电极401到第一发光层(B)404B的光程调节为所希望的厚度 $((2m''' + 1)\lambda_B/4$ (注意, m''' 是自然数)),可以放大来自第一发光层(B)404B的发光。因为来自第一发光层(B)404B的发光中的由反射电极401反射而回来的光(第三反射光)与从第一发光层(B)404B直接入射到半透射·半反射电极402的光(第三入射光)发生干扰,所以通过将从反射电极401到第一发光层(B)404B的光程调节为所希望的值 $((2m''' + 1)\lambda_B/4$ (注意, m''' 是自然数)),可以使第三反射光与第三入射光的相位一致,从而可以放大来自第一发光层(B)404B的发光。

[0206] 另外,在第三发光元件中,严格而言,可以将反射电极401与第一发光层(B)404B之间的光程称为反射电极401中的反射区域与第一发光层(B)404B中的发光区域之间的光程。但是,难以严格地决定反射电极401中的反射区域或第一发光层(B)404B中的发光区域的位置,所以通过假定反射电极401中的任意的位置为反射区域且假定第一发光层(B)404B中的任意的位置为发光区域,来可以充分地获得上述效果。

[0207] 另外,在上述结构中,示出每个发光元件具有在EL层中包括多个发光层的结构,但是本发明不局限于此。例如,也可以采用如下结构:将上述结构与实施方式4所说明的串联型发光元件组合,隔着电荷产生层在一个发光元件中设置多个EL层,且在各EL层中形成一

个或多个发光层。

[0208] 本实施方式所示的发光装置具有微腔结构,即使具有相同的EL层,也能够提取根据发光元件不同的波长的光,因此不需要RGB的分别涂敷。从而,根据容易实现高精细化等的理由,从实现全彩色化的角度来看上述结构是有利的。另外,因为能够加强特定波长的正面方向的发光强度,所以可以实现低耗电量化。该结构是当将其应用于使用三种颜色以上的像素的彩色显示器(图像显示装置)时特别有效的,但是也可以将其用于照明等的用途。

[0209] 实施方式6

[0210] 在本实施方式中,对具有将本发明的一个方式的有机金属配合物用于发光层的发光元件的发光装置进行说明。

[0211] 另外,上述发光装置既可以是被动矩阵型发光装置,又可以是主动矩阵型发光装置。此外,可以将其他实施方式所说明的发光元件应用于本实施方式所示的发光装置。

[0212] 在本实施方式中,参照图5A和图5B对主动矩阵型发光装置进行说明。

[0213] 另外,图5A是示出发光装置的俯视图,图5B是沿图5A中的虚线A-A'切割的截面图。根据本实施方式的主动矩阵型发光装置具有设置在元件衬底501上的像素部502、驱动电路部(源极线驱动电路)503以及驱动电路部(栅极线驱动电路)504(504a及504b)。将像素部502、驱动电路部503及驱动电路部504由密封剂505密封在元件衬底501与密封衬底506之间。

[0214] 此外,在元件衬底501上设置用来连接对驱动电路部503及驱动电路部504传达来自外部的信号(例如,视频信号、时钟信号、起始信号或复位信号等)或电位的外部输入端子的引导布线507。在此,示出作为外部输入端子设置FPC(柔性印刷电路)508的例子。另外,虽然在此只表示FPC,但是该FPC也可以安装有印刷线路板(PWB)。本说明书中的发光装置不仅包括发光装置主体,而且还包括安装有FPC或PWB的发光装置。

[0215] 接着,参照图5B说明截面结构。在元件衬底501上形成有驱动电路部及像素部,但是在此示出源极线驱动电路的驱动电路部503及像素部502。

[0216] 驱动电路部503示出形成有组合n沟道型TFT509和p沟道型TFT510的CMOS电路的例子。另外,形成驱动电路部的电路也可以使用各种CMOS电路、PMOS电路或NMOS电路形成。此外,在本实施方式中,虽然示出将驱动电路形成在衬底上的驱动器一体型,但是不一定需要如此,也可以将驱动电路形成在外部而不形成在衬底上。

[0217] 此外,像素部502由包括开关用TFT511、电流控制用TFT512及与电流控制用TFT512的布线(源电极或漏电极)电连接的第一电极(阳极)513的多个像素形成。另外,以覆盖第一电极(阳极)513的端部的方式形成有绝缘物514。在此,使用正型的光敏丙烯酸树脂形成绝缘物514。

[0218] 另外,为了提高层叠在绝缘物514上的膜的覆盖率,优选在绝缘物514的上端部或下端部形成具有曲率的曲面。例如,在作为绝缘物514的材料使用正型的光敏丙烯酸树脂的情况下,优选使绝缘物514的上端部具备具有曲率半径(0.2 μ m至3 μ m)的曲面。此外,作为绝缘物514,可以使用负型感光性树脂和正型感光性树脂的中的任何一个,不局限于有机化合物,而还可以使用无机化合物诸如氧化硅、氮化硅等。

[0219] 在第一电极(阳极)513上层叠形成有EL层515及第二电极(阴极)516。在EL层515中至少设置有发光层,且在发光层中包含本发明的一个方式的有机金属配合物。另外,在EL层

515中,除了发光层之外,可以适当地设置空穴注入层、空穴传输层、电子传输层、电子注入层、电荷产生层等。

[0220] 另外,由第一电极(阳极)513、EL层515及第二电极(阴极)516的叠层结构形成发光元件517。作为用于第一电极(阳极)513、EL层515及第二电极(阴极)516的材料,可以使用实施方式2所示的材料。此外,虽然在此未图示,但是第二电极(阴极)516与作为外部输入端子的FPC508电连接。

[0221] 此外,虽然在图5B所示的截面图中仅示出一个发光元件517,但是,在像素部502中以矩阵形状配置有多个发光元件。在像素部502中分别选择性地形成能够得到三种(R、G、B)发光的发光元件,以可以形成能够进行全彩色显示的发光装置。此外,也可以通过与滤色片组合来实现能够进行全彩色显示的发光装置。

[0222] 再者,通过利用密封剂505将密封衬底506与元件衬底501贴合在一起,得到在由元件衬底501、密封衬底506及密封剂505围绕的空间518中具备有发光元件517的结构。另外,除了空间518填充有惰性气体(氮、氩等)的结构以外,还有空间518填充有密封剂505的结构。

[0223] 另外,作为密封剂505,优选使用环氧类树脂。另外,这些材料优选是尽量不透过水分、氧的材料。此外,作为用于密封衬底506的材料,除了玻璃衬底、石英衬底之外,还可以使用由FRP(Fiberglass-Reinforced Plastics:玻璃纤维增强塑料)、PVF(聚氟乙烯)、聚酯或丙烯酸树脂等构成的塑料衬底。

[0224] 如上述那样,可以得到主动矩阵型的发光装置。

[0225] 另外,本实施方式所示的结构可以与其他实施方式所示的结构适当地组合而实施。

[0226] 实施方式7

[0227] 在本实施方式中,参照图6A至图7C对使用应用本发明的一个方式的有机金属配合物来制造的发光装置的各种各样的电子设备的一个例子进行说明。

[0228] 作为应用发光装置的电子设备,例如可以举出电视装置(也称为电视或电视接收机)、用于计算机等的显示器、数码相机、数码摄像机、数码相框、移动电话机(也称为移动电话、移动电话装置)、便携式游戏机、便携式信息终端、音频再现装置、弹珠机等的大型游戏机等。图6A至图6D示出这些电子设备的具体例子。

[0229] 图6A示出电视装置的一个例子。在电视装置7100中,框体7101组装有显示部7103。由显示部7103能够显示图像,并可以将发光装置用于显示部7103。此外,在此示出利用支架7105支撑框体7101的结构。

[0230] 可以通过利用框体7101所具备的操作开关、另外提供的遥控操作机7110进行电视装置7100的操作。通过利用遥控操作机7110所具备的操作键7109,可以进行频道及音量的操作,并可以对在显示部7103上显示的图像进行操作。此外,也可以采用在遥控操作机7110中设置显示从该遥控操作机7110输出的信息的显示部7107的结构。

[0231] 另外,电视装置7100采用具备接收机及调制解调器等的结构。可以通过利用接收机接收一般的电视广播。再者,通过调制解调器将电视装置7100连接到有线或无线方式的通信网络,从而进行单向(从发送者到接收者)或双向(在发送者和接收者之间或在接收者之间等)的信息通信。

[0232] 图6B示出计算机,包括主体7201、框体7202、显示部7203、键盘7204、外部连接端口7205、指向装置7206等。此外,该计算机是通过将发光装置用于其显示部7203来制造的。

[0233] 图6C示出便携式游戏机,包括框体7301和框体7302的两个框体,并且通过连接部7303可以开闭地连接。框体7301组装有显示部7304,而框体7302组装有显示部7305。此外,图6C所示的便携式游戏机还具备扬声器部7306、记录介质插入部7307、LED灯7308、输入单元(操作键7309、连接端子7310、传感器7311(包括测定如下因素的功能:力量、位移、位置、速度、加速度、角速度、转动数、距离、光、液、磁、温度、化学物质、声音、时间、硬度、电场、电流、电压、电力、辐射线、流量、湿度、斜率、振动、气味或红外线)、麦克风7312)等。当然,便携式游戏机的结构不局限于上述结构,只要在显示部7304及显示部7305的双方或一方中使用发光装置,即可。此外,还可以采用适当地设置其他辅助设备的结构。图6C所示的便携式游戏机具有如下功能:读出储存在记录介质中的程序或数据并将其显示在显示部上;以及通过与其他便携式游戏机进行无线通信而实现信息共享。另外,图6C所示的便携式游戏机的功能不局限于此,而可以具有各种各样的其他功能。

[0234] 图6D示出移动电话机的一个例子。移动电话机7400除了组装在框体7401中的显示部7402之外还具备操作按钮7403a、7403b、外部连接端口7404、扬声器7405、麦克风7406等。另外,移动电话机7400将发光装置用于显示部7402来制造。

[0235] 图6D所示的移动电话机7400可以用手指等触摸显示部7402来输入信息。此外,可以用手指等触摸显示部7402来进行打电话或制作电子邮件的操作。

[0236] 显示部7402的屏幕主要有如下三个模式:第一是以图像显示为主的显示模式;第二是以文字等信息输入为主的输入模式;第三是混合显示模式与输入模式的两个模式的显示及输入模式。

[0237] 例如,在打电话或制作电子邮件的情况下,将显示部7402设定为以文字输入为主的文字输入模式,并进行显示在屏幕的文字的输入操作,即可。在此情况下,优选的是,在显示部7402的屏幕的大多部分上显示键盘或号码按钮。

[0238] 另外,通过在移动电话机7400内部设置具有陀螺仪和加速度传感器等检测倾斜度的传感器的检测装置,判断移动电话机7400的方向(纵向或横向),而可以对显示部7402的屏幕显示进行自动切换。

[0239] 此外,通过触摸显示部7402或对框体7401的操作按钮7403a进行操作,切换屏幕模式。也可以根据显示在显示部7402上的图像种类切换屏幕模式。例如,当显示在显示部上的图像信号为动态图像的数据时,将屏幕模式切换成显示模式,而当显示在显示部上的图像信号为文字数据时,将屏幕模式切换成输入模式。

[0240] 另外,当输入模式时,信号由显示部7402中的光传感器检测,当在一定期间中没有显示部7402的触摸操作输入时,也可以以将屏幕模式从输入模式切换成显示模式的方式来等进行控制。

[0241] 还可以将显示部7402用作图像传感器。例如,通过用手掌或手指触摸显示部7402,来拍摄掌纹、指纹等,而可以进行身份识别。此外,通过在显示部中使用发射近红外光的背光灯或发射近红外光的感测光源,也可以拍摄手指静脉、手掌静脉等。

[0242] 图7A和图7B是能够进行翻盖的平板终端。图7A是打开的状态,并且平板终端包括框体9630、显示部9631a、显示部9631b、显示模式切换开关9034、电源开关9035、省电模式切

换开关9036、卡子9033以及操作开关9038。此外,将发光装置用于显示部9631a和显示部9631b中的一方或双方来制造该平板终端。

[0243] 在显示部9631a中,可以将其一部分用作触摸屏的区域9632a,并且可以通过接触所显示的操作键9637来输入数据。此外,作为一个例子,显示部9631a的一半只具有显示的功能,并且另一半具有触摸屏的功能,但是不局限于该结构。也可以采用显示部9631a的整个区域具有触摸屏的功能的结构。例如,可以使显示部9631a的全面显示键盘按钮来将其用作触摸屏,并且将显示部9631b用作显示屏面。

[0244] 此外,在显示部9631b中与显示部9631a同样,也可以将其一部分用作触摸屏的区域9632b。此外,通过使用手指或触屏笔等接触触摸屏上的键盘显示切换按钮9639的位置上,可以在显示部9631b上显示键盘按钮。

[0245] 此外,也可以对触摸屏的区域9632a和触摸屏的区域9632b同时进行触摸输入。

[0246] 另外,显示模式切换开关9034能够切换竖屏显示和横屏显示等显示的方向并选择黑白显示或彩色显示的切换等。根据通过平板终端所内置的光传感器所检测的使用时的外光的光量,省电模式切换开关9036可以将显示的亮度设定为最合适的亮度。平板终端除了光传感器以外还可以内置陀螺仪和加速度传感器等检测倾斜度的传感器等的其他检测装置。

[0247] 此外,图7A示出显示部9631b的显示面积与显示部9631a的显示面积相同的例子,但是不局限于此,可以使一方的尺寸和另一方的尺寸不同,也可以使它们的显示质量有差异。例如显示部9631a和9631b中的一方可以与另一方相比进行高精度的显示。

[0248] 图7B是合上的状态,并且平板终端包括框体9630、太阳能电池9633、充放电控制电路9634、电池9635以及DCDC转换器9636。此外,在图7B中,作为充放电控制电路9634的一个例子示出具有电池9635和DCDC转换器9636的结构。

[0249] 此外,平板终端能够进行翻盖,因此不使用时可以合上框体9630。因此,可以保护显示部9631a和显示部9631b,而可以提供一种具有良好的耐久性且从长期使用的观点来看具有良好的可靠性的平板终端。

[0250] 此外,图7A和图7B所示的平板终端还可以具有如下功能:显示各种各样的信息(静态图像、动态图像、文字图像等);将日历、日期或时刻等显示在显示部上;通过触摸输入对显示在显示部上的信息进行操作或编辑的触摸输入;通过各种各样的软件(程序)控制处理等。

[0251] 通过利用安装在平板终端的表面的太阳能电池9633,可以将电力供应到触摸屏、显示部或图像信号处理部等。另外,可以将太阳能电池9633设置在框体9630的单面或双面,由此可以高效地对电池9635进行充电。另外,当作为电池9635使用锂离子电池时,有可以实现小型化等的优点。

[0252] 另外,参照图7C所示的方框图而对图7B所示的充放电控制电路9634的结构和工作进行说明。图7C示出太阳能电池9633、电池9635、DCDC转换器9636、转换器9638、开关SW1至SW3以及显示部9631,电池9635、DCDC转换器9636、转换器9638、开关SW1至SW3相当于图7B所示的充放电控制电路9634。

[0253] 首先,说明在利用外光使太阳能电池9633发电时的工作的例子。使用DCDC转换器9636对太阳能电池9633所产生的电力进行升压或降压以使它成为用来对电池9635进行充

电的电压。并且,当利用来自太阳能电池9633的电力使显示部9631工作时使开关SW1导通,并且,利用转换器9638将其升压或降压到显示部9631所需要的电压。另外,可以采用当不进行显示部9631中的显示时,使开关SW1截止且使开关SW2导通来对电池9635进行充电的结构。

[0254] 注意,作为发电单元的一个例子示出太阳能电池9633,但是不局限于此,也可以使用压电元件(piezoelectric element)或热电转换元件(珀耳帖元件(Peltier element))等其他发电单元进行电池9635的充电。例如,也可以使用以无线(不接触)的方式能够收发电力来进行充电的无线电力传输模块或组合其他充电方法进行充电。

[0255] 另外,如果具备本实施方式所说明的显示部,则当然不特别局限于图7A至图7C所示的电子设备。

[0256] 通过上述步骤,可以应用本发明的一个方式的发光装置而得到电子设备。发光装置的应用范围极为宽,而可以应用于所有领域的电子设备。

[0257] 另外,本实施方式所示的结构可以与其他实施方式所示的结构适当地组合而实施。

[0258] 实施方式8

[0259] 在本实施方式中,参照图8对应用包含本发明的一个方式的有机金属配合物的发光装置的照明装置的一个例子进行说明。

[0260] 图8是将发光装置用于室内照明装置8001的例子。另外,因为发光装置可以实现大面积化,所以也可以形成大面积的照明装置。此外,也可以通过使用具有曲面的框体来形成发光区域具有曲面的照明装置8002。包括在本实施方式所示的照明装置中的发光元件为薄膜状,框体的设计的自由度高。因此,可以形成精心设计的照明装置。再者,室内的墙面也可以具备大型的照明装置8003。

[0261] 另外,通过将发光装置用于桌子的表面,可以提供具有桌子的功能的照明装置8004。此外,通过将发光装置用于其他家具的一部分,可以提供具有家具的功能的照明装置。

[0262] 如上所述,可以得到应用发光装置的各种各样的照明装置。另外,这种照明装置包括在本发明的一个方式中。

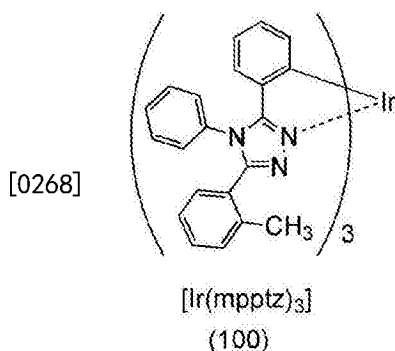
[0263] 另外,本实施方式所示的结构可以与其他实施方式所示的结构适当地组合而实施。

[0264] 实施例1

[0265] 《合成例1》

[0266] 在本实施例中,对实施方式1的以结构式(100)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑-3-基- κ N2] 苯基- κ C} 铱(III)(简称:[Ir(mpptz)₃])的合成方法进行说明。另外,以下示出[Ir(mpptz)₃](简称)的结构。

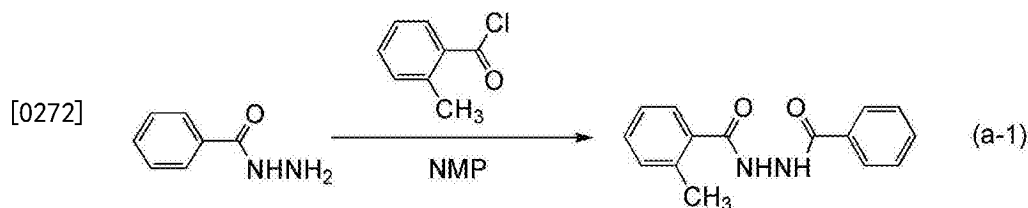
[0267] [化学式15]



[0269] <步骤1:N-苯甲酰-N'-2-甲基苯甲酰肼的合成>

[0270] 首先,将15.0g (110.0mmol)的苯甲酰肼、75mL的N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)放入到300mL三口烧瓶中,在用冰冷却的同时进行搅拌。将17.0g (110.0mmol)的邻甲基苯甲酰氯和15mL的N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)的混合溶液缓慢滴加到该混合溶液中。在滴加之后,在室温下搅拌24小时。在反应之后,当将该反应溶液缓慢滴加到500mL的水中时,析出白色固体。交替使用水和1M的盐酸对所析出的固体进行超声波清洗。然后,使用己烷进行超声波清洗,以70%的收率得到19.5g的N-苯甲酰-N'-2-甲基苯甲酰肼的白色固体。下述(a-1)示出步骤1的合成方案。

[0271] [化学式16]



[0273] <步骤2:[氯(2-甲基苯基)甲酮][氯(苯基)亚甲基]脞的合成>

[0274] 接着,将12.0g (47.2mmol)的通过上述步骤1得到的N-苯甲酰-N'-2-甲基苯甲酰肼、200mL的甲苯放入到500mL三口烧瓶中。将19.4g (94.4mmol)的五氯化磷加入到该混合溶液中,以120℃进行6小时的加热搅拌。在反应之后,将该反应溶液缓慢滴加到200mL的水中,搅拌1小时。在搅拌之后,分离有机层和水层,使用水及饱和碳酸氢钠水溶液对有机层进行洗涤。在洗涤之后,使用无水硫酸镁对有机层进行干燥。通过重力过滤从该混合物去除硫酸镁,浓缩滤液,由此以92%的收率得到12.6g的[氯(2-甲基苯基)甲酮][氯(苯基)亚甲基]脞的褐色液体。下述(a-2)示出步骤2的合成方案。

[0275] [化学式17]

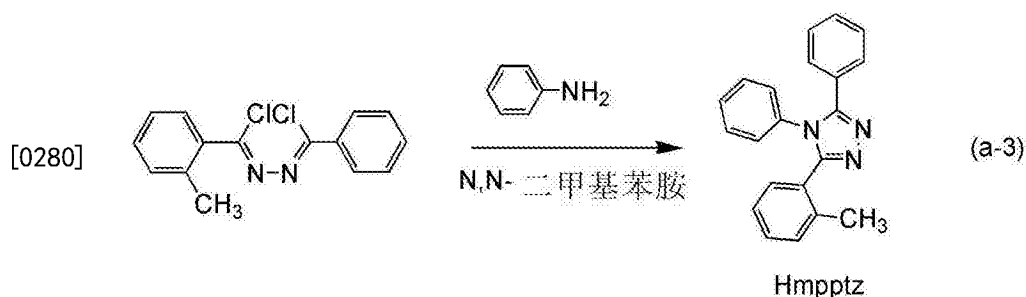


[0277] <步骤3:3-(2-甲基苯基)-4,5-二苯基-4H-1,2,4-三唑(简称:Hmpptz)的合成>

[0278] 接着,将5.1g (17.6mmol)的通过上述步骤2得到的[氯(2-甲基苯基)甲酮][氯(苯基)亚甲基]脞、60mL的二甲基苯胺、4.9g (52.8mmol)的苯胺放入到500mL茄形烧瓶中,以120℃进行7小时的加热搅拌。在搅拌之后,将反应溶液添加到1N的盐酸中,搅拌30分钟。然后,使用二氯甲烷抽出有机层。使用饱和碳酸氢钠水溶液、饱和食盐水对该有机层进行洗涤。然后,利用柱层析法进行精制。作为展开溶剂,使用甲苯:乙酸乙酯=1:1的混合溶剂。浓缩所得

到的馏分,以63%的收率得到3.4g的Hmpptz的白色固体。下述(a-3)示出步骤3的合成方案。

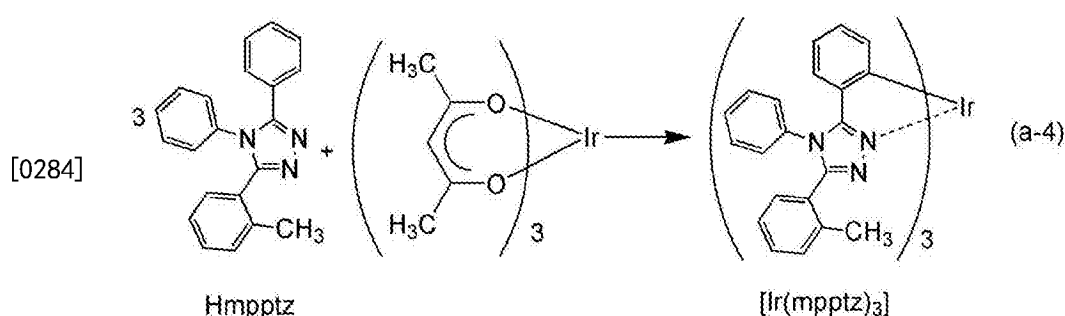
[0279] [化学式18]



[0281] <步骤4:三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2] 苯基-κC} 铱(III) (简称:[Ir(mpptz)₃])的合成>

[0282] 接着,将2.9g(9.3mmol)的通过上述步骤3得到的配体Hmpptz、1.6g(3.1mmol)的三(乙酰丙酮根)铱(III)放入到高温加热容器中,进行脱气。在Ar气流下以250℃对该反应容器中的该混合物进行48小时的加热搅拌。在反应之后,将反应混合物溶解于二氯甲烷中,利用快速柱层析法进行精制。作为展开溶剂,使用二氯甲烷:乙酸乙酯=10:1的混合溶剂。浓缩所得到的馏分,使用乙酸乙酯使所得到的固体再结晶,以29%的收率得到1.0g的本发明的一个方式的有机金属配合物[Ir(mpptz)₃]的绿色粉末。下述(a-4)示出步骤4的合成方案。

[0283] [化学式19]



[0285] 另外,下面示出利用核磁共振分光法(¹H-NMR)对通过上述步骤4得到的绿色粉末进行分析的结果。另外,图9示出¹H-NMR谱。根据其结果可知,在本合成例1中得到以上述结构式(100)表示的本发明的一个方式的有机金属配合物[Ir(mpptz)₃] (简称)。

[0286] ¹H-NMR. δ(CDCl₃): 1.98(s, 3H), 6.46-6.48(d, 1H), 6.57-6.61(t, 1H), 6.79-6.82(t, 1H), 6.98-7.02(t, 1H), 7.05-7.07(d, 1H), 7.12-7.17(q, 3H), 7.23-7.32(m, 3H), 7.38-7.40(t, 2H)。

[0287] 接着,利用紫外可见(UV)吸收光谱对[Ir(mpptz)₃] (简称)进行分析。在UV光谱的测量中,使用紫外可见分光光度计(日本分光株式会社制造的V550型),使用二氯甲烷溶液(1.135mmol/L),并在室温下进行测量。另外,测量[Ir(mpptz)₃] (简称)的发射光谱。在发射光谱的测量中,使用荧光光度计(FS920,日本滨松光子学株式会社(Hamamatsu Photonics K.K.)制造),使用进行了脱气的二氯甲烷溶液(1.135mmol/L),并在室温下进行测量。图10示出测量结果。横轴表示波长,纵轴表示吸收强度及发光强度。

[0288] 如图10所示,本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz)₃] (简称)在512nm具有发光峰值,并且从二氯甲烷溶液观察到绿色的发光。

[0289] 另外,利用液相层析质谱分析(Liquid Chromatography Mass Spectrometry,简

称:LC/MS分析)对通过本实施例得到的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑-3-基- κ N2]苯基- κ C}铱(III)(简称:[Ir(mpptz)₃])进行分析。

[0290] 在LC/MS分析中,使用Waters(沃特世)Corporation制造的Acquity UPLC及Waters Corporation制造的Xevo G2Tof MS。

[0291] 在MS分析中,通过电喷雾电离法(ElectroSpray Ionization,简称:ESI)进行离子化。此时,将毛细管电压设定为3.0kV,将样品锥孔电压设定为30V,并且以正模式进行检测。再者,将以上述条件被离子化了的m/z=1124的成分在碰撞室(collision cell)内碰撞到氩气体来使其离解为子离子。将氩碰撞时的能量(碰撞能量)设定为50eV。另外,进行检测的质量范围是m/z=30至1300。

[0292] 另外,图35示出利用飞行时间质谱(TOF)型MS检测被解离的子离子的结果。

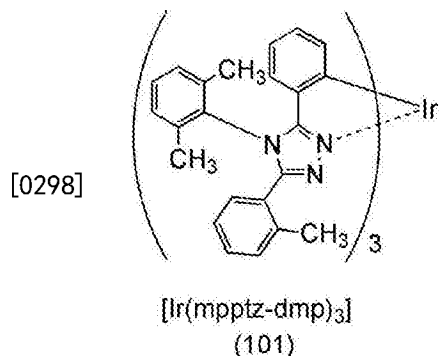
[0293] 根据图35的结果可知,当检测以结构式(100)表示的本发明的一个方式的有机金属铱配合物的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- κ N2]苯基- κ C}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-dmp)₃])的合成方法进行说明。另外,以下示出[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)的结构。

[0294] 实施例2

[0295] 《合成例2》

[0296] 在本实施例中,对实施方式1的以结构式(101)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- κ N2]苯基- κ C}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-dmp)₃])的合成方法进行说明。另外,以下示出[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)的结构。

[0297] [化学式20]

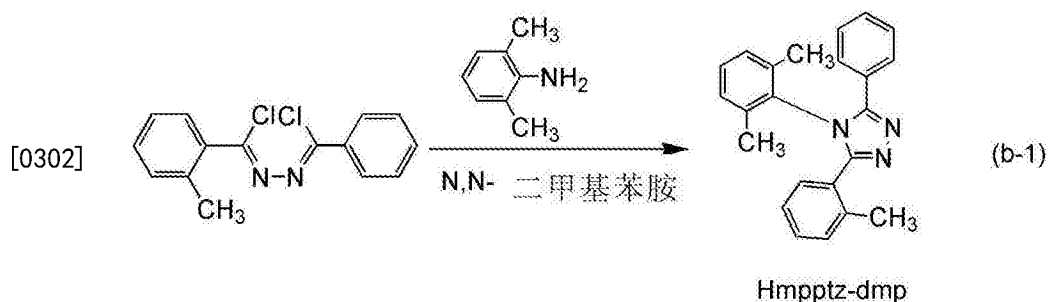


[0299] <步骤1:3-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-5-苯基-4H-1,2,4-三唑(简称:Hmpptz-dmp)的合成>

[0300] 首先,将12.6g(43.3mmol)的通过合成例1的步骤2得到的[氯(2-甲基苯基)甲酮][氯(苯基)亚甲基]脲、15.7g(134.5mmol)的2,6-二甲基苯胺、100mL的N,N-二甲基苯胺放入到500mL茄形烧瓶中,以120℃进行20小时的加热搅拌。在反应之后,将该反应溶液缓慢滴加到200mL的1N的盐酸中。将二氯甲烷加入到该溶液中,作为目的物抽出有机层。使用水、碳酸氢钠水溶液对所得到的有机层进行洗涤,使用硫酸镁进行干燥。通过重力过滤去除硫酸镁,浓缩所得到的滤液,得到黑色液体。利用硅胶柱层析法对该液体进行精制。作为展开溶剂,使用乙酸乙酯:己烷=1:5的混合溶剂。浓缩所得到的馏分而得到白色固体。使用乙酸乙酯使该固体再结晶,以31%的收率得到4.5g的Hmpptz-dmp的白色固体。下述(b-1)示出步骤1的

合成方案。

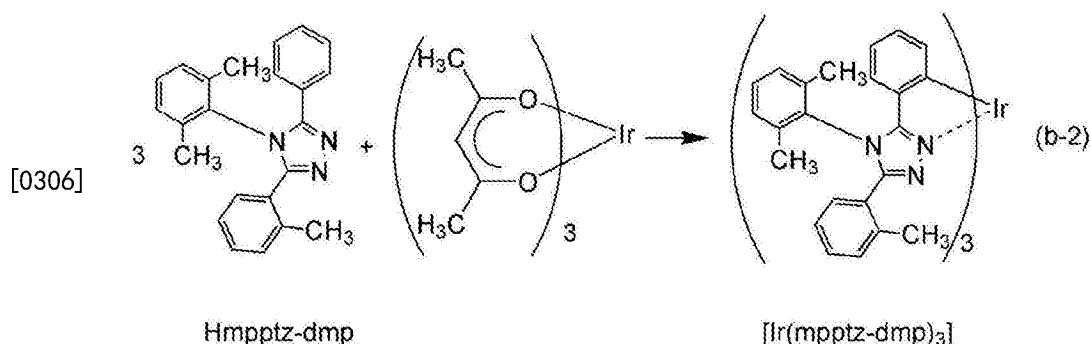
[0301] [化学式21]



[0303] <步骤2:三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2]苯基-κC}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-dmp)₃])的合成>

[0304] 接着,将2.5g(7.4mmol)的通过上述步骤1得到的配体Hmpptz-dmp、0.7g(1.5mmol)的三(乙酰丙酮根)铱(III)放入到高温加热容器中,进行脱气。在Ar气流下以250℃对该反应容器中的该混合物进行48小时的加热搅拌。在反应之后,使用二氯甲烷对所得到的固体进行洗涤,通过抽滤得到不溶物的绿色固体。将该固体溶解于甲苯中,通过氧化铝和硅藻土的叠层进行过滤。浓缩所得到的馏分而得到绿色固体。使用甲苯使该固体再结晶,以45%的收率得到0.8g的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)的绿色粉末。下述(b-2)示出步骤2的合成方案。

[0305] [化学式22]



[0307] 另外,下面示出利用核磁共振分光法(¹H-NMR)对通过上述步骤2得到的绿色粉末进行分析的结果。另外,图11示出¹H-NMR谱。根据其结果可知,在本合成例2中得到以上述结构式(101)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)。

[0308] ¹H-NMR. δ(甲苯-d₈): 1.82(s, 3H), 1.90(s, 3H), 2.64(s, 3H), 6.56-6.62(m, 3H), 6.67-6.75(m, 3H), 6.82-6.88(m, 1H), 6.91-6.97(t, 1H), 7.00-7.12(m, 2H), 7.63-7.67(d, 1H)。

[0309] 接着,利用紫外可见(UV)吸收光谱对[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)进行分析。在UV光谱的测量中,使用紫外可见分光光度计(日本分光株式会社制造的V550型),使用甲苯溶液(0.845mmol/L),并在室温下进行测量。另外,测量[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)的发射光谱。在发射光谱的测量中,使用荧光光度计(FS920,日本滨松光子学株式会社(Hamamatsu Photonics K.K.)制造),使用进行了脱气的甲苯溶液(0.845mmol/L),并在室温下进行测量。图12示出测量结果。横轴表示波长,纵轴表示吸收强度及发光强度。

[0310] 如图12所示,本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃](简

称)在478nm及505nm具有发光峰值,并且从甲苯溶液观察到蓝绿色的发光。

[0311] 另外,利用液相层析质谱分析(Liquid Chromatography Mass Spectrometry,简称:LC/MS分析)对通过本实施例得到的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- κ N2]苯基- κ C}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-dmp)₃])进行分析。

[0312] 在LC/MS分析中,使用Waters(沃特世)Corporation制造的Acquity UPLC及Waters Corporation制造的Xevo G2Tof MS。

[0313] 在MS分析中,通过电喷雾电离法(ElectroSpray Ionization,简称:ESI)进行离子化,将毛细管电压设定为3.0kV,将样品锥孔电压设定为30V,并且以正模式进行检测。再者,将以上述条件被离子化了的m/z=1208的成分在碰撞室(collision cell)内碰撞到氩气体来使其离解为子离子。将氩碰撞时的能量(碰撞能量)设定为50eV。另外,进行检测的质量范围是m/z=30至1300。

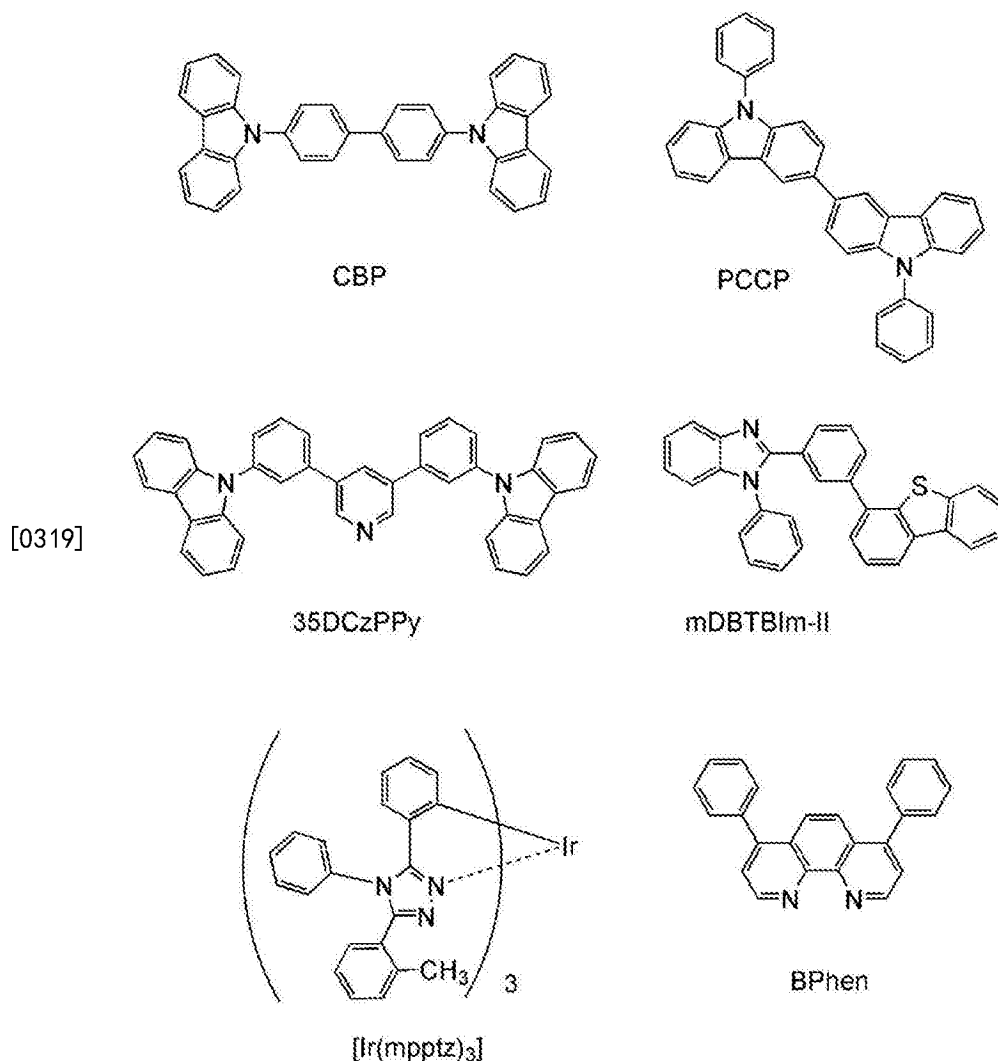
[0314] 另外,图36示出利用飞行时间质谱(TOF)型MS检测被解离的子离子的结果。

[0315] 根据图36的结果可知,当检测以结构式(101)表示的本发明的一个方式的有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)时,主要在m/z=869附近、m/z=841附近检测出子离子。另外,由于图36所示的结果示出[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)的特征,所以可以说该结果是确定包含在混合物中的[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)时的重要数据。

[0316] 实施例3

[0317] 在本实施例中,参照图13对将磷光有机金属铱配合物的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑-3-基- κ N2]苯基- κ C}铱(III)(简称:[Ir(mpptz)₃])(结构式(100))用于发光层的发光元件1进行说明。另外,下面示出在本实施例中使用的材料的化学式。

[0318] [化学式23]



[0320] 《发光元件1的制造》

[0321] 首先,在由玻璃制造的衬底1100上通过溅射法形成包含氧化硅的氧化锡铟(ITSO),由此形成用作阳极的第一电极1101。另外,将其厚度设定为110nm,且将其电极面积设定为2mm×2mm。

[0322] 接着,作为用来在衬底1100上形成发光元件的预处理,使用水对衬底表面进行洗涤,在200℃下进行1小时的焙烧,然后进行370秒钟的UV臭氧处理。

[0323] 然后,在将衬底放入到其内部被减压到 10^{-4} Pa左右的真空蒸镀装置中,并在真空蒸镀装置内的加热室中,在170℃下进行30分钟的真空焙烧之后,对衬底1100进行30分钟左右的冷却。

[0324] 接着,以使形成有第一电极1101的面朝下的方式将衬底1100固定到设置在真空蒸镀装置内的支架。在本实施例中,说明如下情况,即通过真空蒸镀法,依次形成构成EL层1102的空穴注入层1111、空穴传输层1112、发光层1113、电子传输层1114及电子注入层1115。

[0325] 在使真空装置的内部减压到 10^{-4} Pa之后,通过共蒸镀4,4'-二(N-咔唑基)联苯(简称:CBP)和氧化钼(VI)以满足CBP(简称):氧化钼=4:2(质量比)的关系,在第一电极1101上形成空穴注入层1111。将其厚度设定为60nm。另外,共蒸镀是指使不同的多个物质从不同的

蒸发源同时蒸发的蒸镀法。

[0326] 接着,通过蒸镀20nm的9-苯基-9H-3-(9-苯基-9H-咔唑-3-基)咔唑(简称:PCCP),来形成空穴传输层1112。

[0327] 接着,在空穴传输层1112上形成发光层1113。首先,共蒸镀3,5-双[3-(9H-咔唑-9-基)苯基]吡啶(简称:35DCzPPy)、PCCP(简称)、三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-苯基-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2]苯基-κC}铱(III)(简称:[Ir(mpptz)₃]),以满足35DCzPPy(简称):PCCP(简称):[Ir(mpptz)₃](简称)=0.3:1:0.06(质量比)的关系。另外,将其厚度设定为30nm。接着,共蒸镀35DCzPPy(简称)、[Ir(mpptz)₃](简称),以满足35DCzPPy(简称):[Ir(mpptz)₃](简称)=1:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm。由此,形成具有叠层结构的发光层1113。

[0328] 接着,在发光层1113上共蒸镀2-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯基]-1-苯基-1H-苯并咪唑(简称:mDBTBIIm-II)、[Ir(mpptz)₃](简称),以满足mDBTBIIm-II(简称):[Ir(mpptz)₃](简称)=1:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm,然后蒸镀15nm的红菲绕啉(简称:Bphen),由此形成具有叠层结构的电子传输层1114。再者,在电子传输层1114上蒸镀1nm的氟化锂,由此形成电子注入层1115。

[0329] 最后,在电子注入层1115上蒸镀200nm厚的铝膜来形成用作阴极的第二电极1103,而得到发光元件1。另外,作为上述蒸镀过程中的蒸镀,都采用电阻加热法。

[0330] 表1示出通过上述步骤得到的发光元件1的元件结构。

[0331] [表1]

[0332]

	第一 电极	空穴 注入层	空穴 传输层	发光层	电子 传输层	电子 注入层	第二 电极
发光 元件1	ITO (110nm)	CBP:MoO _x (4:2 60nm)	PCCP (20nm)	*	**	Bphen (15nm) LiF (1nm)	Al (200nm)

[0333] *35DCzPPy:PCCP:[Ir(mpptz)₃](0.3:1:0.0630nm)\35DCzPPy:[Ir(mpptz)₃](1:0.0610nm)

[0334] **mDBTBIIm-II:[Ir(mpptz)₃](1:0.0610nm)

[0335] 此外,在氮气氛的手套箱中密封所制造的发光元件1,以不使发光元件1暴露于大气(具体地说,将密封材料涂敷在元件的周围,并且,当密封时以80℃进行1小时的热处理)。

[0336] 《发光元件1的工作特性》

[0337] 对所制造的发光元件1的工作特性进行测量。另外,在室温(保持为25℃的气氛)下进行测量。

[0338] 图14示出发光元件1的电流密度-亮度特性。在图14中,纵轴表示亮度(cd/m²),横轴表示电流密度(mA/cm²)。此外,图15示出发光元件1的电压-亮度特性。在图15中,纵轴表示亮度(cd/m²),横轴表示电压(V)。此外,图16示出发光元件1的亮度-电流效率特性。在图16中,纵轴表示电流效率(cd/A),横轴表示亮度(cd/m²)。此外,图17示出发光元件1的电压-电流特性。在图17中,纵轴表示电流(mA),横轴表示电压(V)。此外,图18示出发光元件1的亮度-色度特性。在图18中,纵轴表示色度坐标,横轴表示亮度(cd/m²)。

[0339] 根据图16可知,将本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz)₃](简

称)用于发光层的一部分的发光元件1是高效率的元件。此外,下面的表2示出1000cd/m²附近的发光元件1的主要初期特性值。

[0340] [表2]

[0341]

	电压 (V)	电流 (mA)	电流 密度 (mA/cm ²)	色度(x, y)	亮度 (cd/m ²)	电流 效率 (cd/A)	功率 效率 (lm/W)	量子 效率 (%)
发光 元件 1	5.4	0.081	2.0	(0.21, 0.43)	920	45	26	19

[0342] 根据上述结果可知,在本实施例中制造的发光元件1是亮度高且呈现高电流效率的发光元件。并且可知,该发光元件呈现绿色发光。

[0343] 此外,图19示出以0.1mA/cm²的电流密度使电流流过到发光元件1时的发射光谱。如图19所示,发光元件1的发射光谱在486nm具有峰值,由此可知,发射光谱的峰值来源于磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz)₃] (简称)的发光。

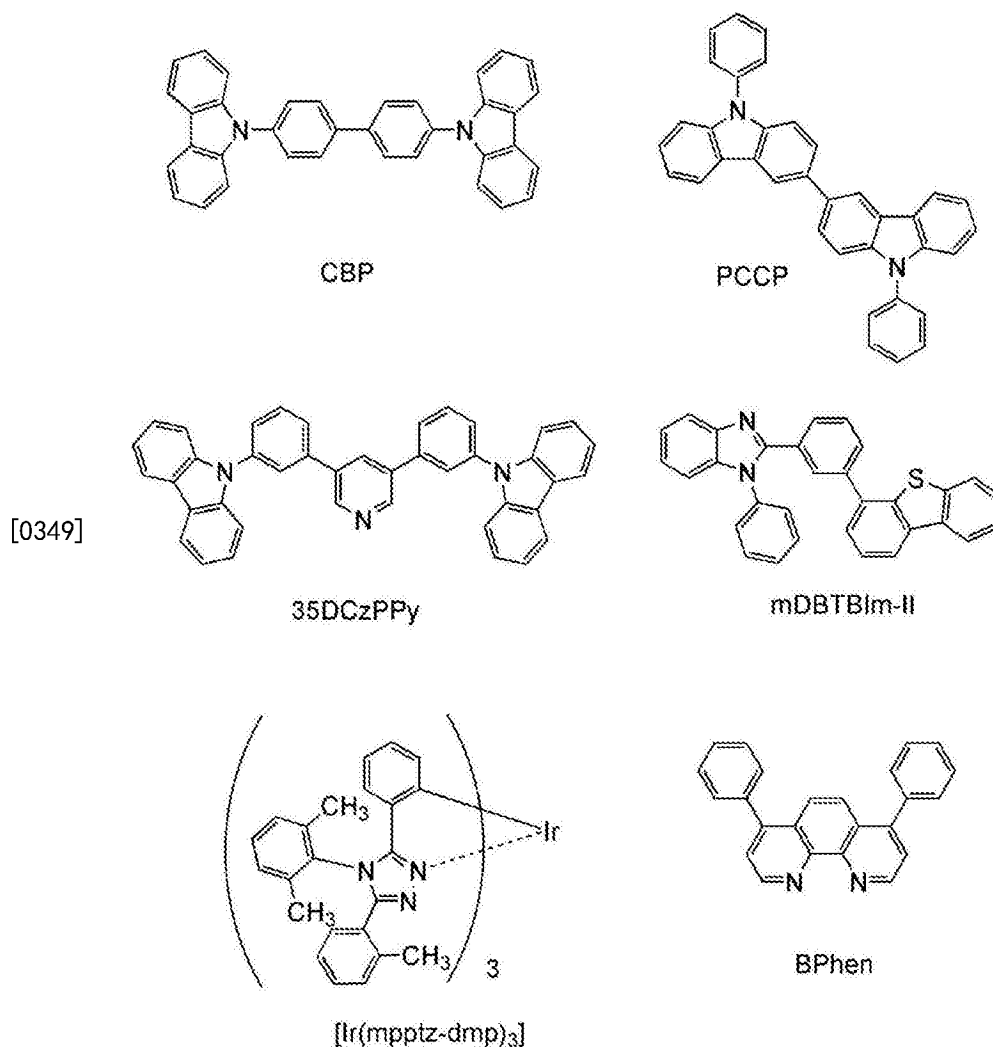
[0344] 另外,进行发光元件1的可靠性测试。图20示出可靠性测试的结果。在图20中,纵轴表示起始亮度为100%时的归一化亮度(%),横轴表示元件的驱动时间(h)。此外,在可靠性测试中,将起始亮度设定为1000cd/m²,并且在电流密度恒定的条件下驱动发光元件1。其结果,发光元件1的100小时后的亮度保持初始亮度的66%左右。

[0345] 由此可知,发光元件1具有高可靠性。另外可知,通过将本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物用于发光元件,可以得到长寿命的发光元件。

[0346] 实施例4

[0347] 在本实施例中,对将磷光有机金属铱配合物的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2] 苯基-κC} 铱(III) (简称:[Ir(mpptz-dmp)₃]) (结构式(101))用于发光层的发光元件2进行说明。注意,当说明本实施例中的发光元件2时,使用在实施例1中用于发光元件1的说明的图13。另外,下面示出在本实施例中使用的材料的化学式。

[0348] [化学式24]



[0350] 《发光元件2的制造》

[0351] 首先,在由玻璃制造的衬底1100上通过溅射法形成包含氧化硅的氧化锡铟(ITSO),由此形成用作阳极的第一电极1101。另外,将其厚度设定为110nm,且将其电极面积设定为2mm×2mm。

[0352] 接着,作为用来在衬底1100上形成发光元件的预处理,使用水对衬底表面进行洗涤,在200℃下进行1小时的焙烧,然后进行370秒钟的UV臭氧处理。

[0353] 然后,在将衬底放入到其内部被减压到 10^{-4} Pa左右的真空蒸镀装置中,并在真空蒸镀装置内的加热室中,在170℃下进行30分钟的真空焙烧之后,对衬底1100进行30分钟左右的冷却。

[0354] 接着,以使形成有第一电极1101的面朝下的方式将衬底1100固定到设置在真空蒸镀装置内的支架。在本实施例中,说明如下情况,即通过真空蒸镀法,依次形成构成EL层1102的空穴注入层1111、空穴传输层1112、发光层1113、电子传输层1114及电子注入层1115。

[0355] 在使真空装置的内部减压到 10^{-4} Pa之后,通过共蒸镀4,4'-二(N-咔唑基)联苯(简称:CBP)和氧化钼(VI)以满足CBP(简称):氧化钼=4:2(质量比)的关系,在第一电极1101上形成空穴注入层1111。将其厚度设定为60nm。另外,共蒸镀是指使不同的多个物质从不同的蒸发源同时蒸发的蒸镀法。

[0356] 接着,通过蒸镀20nm的9-苯基-9H-3-(9-苯基-9H-咔唑-3-基)咔唑(简称:PCCP),来形成空穴传输层1112。

[0357] 接着,在空穴传输层1112上形成发光层1113。首先,共蒸镀3,5-双[3-(9H-咔唑-9-基)苯基]吡啶(简称:35DCzPPy)、PCCP(简称)、三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2]苯基-κC}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-dmp)₃]),以满足35DCzPPy(简称):PCCP(简称):[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)=0.3:1:0.06(质量比)的关系。另外,将其厚度设定为30nm。接着,共蒸镀35DCzPPy(简称)、[Ir(mpptz-dmp)₃](简称),以满足35DCzPPy(简称):[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)=1:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm。由此,形成具有叠层结构的发光层1113。

[0358] 接着,在发光层1113上共蒸镀2-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯基]-1-苯基-1H-苯并咪唑(简称:mDBTBIm-II)、[Ir(mpptz-dmp)₃](简称),以满足mDBTBIm-II(简称):[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)=1:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm,然后蒸镀15nm的红菲绕啉(简称:Bphen),由此形成具有叠层结构的电子传输层1114。再者,在电子传输层1114上蒸镀1nm的氟化锂,由此形成电子注入层1115。

[0359] 最后,在电子注入层1115上蒸镀200nm厚的铝膜来形成用作阴极的第二电极1103,而得到发光元件2。另外,作为上述蒸镀过程中的蒸镀,都采用电阻加热法。

[0360] 表3示出通过上述步骤得到的发光元件2的元件结构。

[0361] [表3]

[0362]

	第一 电极	空穴 注入层	空穴 传输层	发光层	电子 传输层		电子 注入层	第二 电极
发光 元件 2	ITO (110nm)	CBP:MoO _x (4:2 60nm)	PCCP (20nm)	*	**	Bphen (15nm)	LiF (1nm)	Al (200nm)

[0363] *35DCzPPy:PCCP:[Ir(mpptz-dmp)₃](0.3:1:0.0630nm)\35DCzPPy:[Ir(mpptz-dmp)₃](1:0.0610nm)

[0364] **mDBTBIm-II:[Ir(mpptz-dmp)₃](1:0.0610nm)

[0365] 此外,在氮气氛的手套箱中密封所制造的发光元件2,以不使发光元件2暴露于大气(具体地说,将密封材料涂敷在元件的周围,并且,当密封时以80℃进行1小时的热处理)。

[0366] 《发光元件2的工作特性》

[0367] 对所制造的发光元件2的工作特性进行测量。另外,在室温(保持为25℃的气氛)下进行测量。

[0368] 首先,图21示出发光元件2的电流密度-亮度特性。在图21中,纵轴表示亮度(cd/m²),横轴表示电流密度(mA/cm²)。此外,图22示出发光元件2的电压-亮度特性。在图22中,纵轴表示亮度(cd/m²),横轴表示电压(V)。此外,图23示出发光元件2的亮度-电流效率特性。在图23中,纵轴表示电流效率(cd/A),横轴表示亮度(cd/m²)。再者,图24示出发光元件2的电压-电流特性。在图24中,纵轴表示电流(mA),横轴表示电压(V)。此外,图25示出发光元件2的亮度-色度特性。在图25中,纵轴表示色度坐标,横轴表示亮度(cd/m²)。

[0369] 根据图23可知,将本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)用于发光层的一部分的发光元件2是高效率的元件。此外,下面的表4示出1000cd/m²

附近的发光元件2的主要初期特性值。

[0370] [表4]

[0371]

	电压 (V)	电流 (mA)	电流密度 (mA/cm ²)	色度 (x, y)	亮度 (cd/m ²)	电流 效率 (cd/A)	功率 效率 (lm/W)	量子 效率 (%)
发光 元件 2	5.4	0.08	2.0	(0.21, 0.40)	920	46	27	20

[0372] 根据上述结果可知,在本实施例中制造的发光元件2是亮度高且呈现高电流效率的发光元件。并且可知,关于色纯度,该发光元件呈现高纯度的蓝绿色发光。

[0373] 此外,图26示出以0.1mA/cm²的电流密度使电流流过到发光元件2时的发射光谱。如图26所示,发光元件2的发射光谱在479nm具有峰值,由此可知,发射光谱的峰值来源于磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃] (简称)的发光。

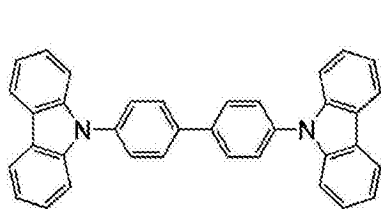
[0374] 另外,进行发光元件2的可靠性测试。图27示出可靠性测试的结果。在图27中,纵轴表示起始亮度为100%时的归一化亮度(%),横轴表示元件的驱动时间(h)。此外,在可靠性测试中,将起始亮度设定为1000cd/m²,并且在电流密度恒定的条件下驱动发光元件2。其结果,发光元件2的100小时后的亮度保持初始亮度的70%左右。

[0375] 由此可知,发光元件2具有高可靠性。另外可知,通过将本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物用于发光元件,可以得到长寿命的发光元件。

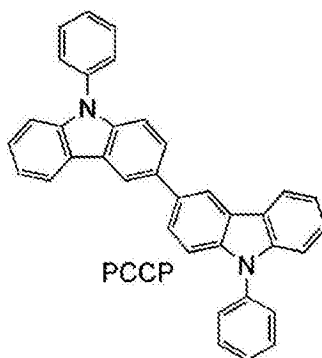
[0376] 实施例5

[0377] 在本实施例中,对将磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃] (简称) (结构式(101))用于发光层的发光元件3进行说明。注意,当说明本实施例中的发光元件3时,使用在实施例1中用于发光元件1的说明的图13。另外,下面示出在本实施例中使用的材料的化学式。

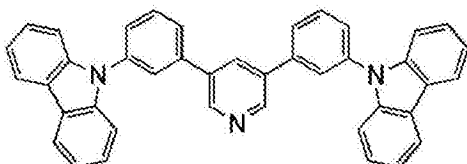
[0378] [化学式25]



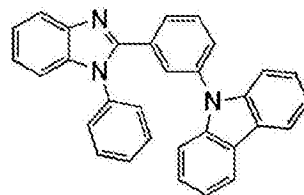
CBP



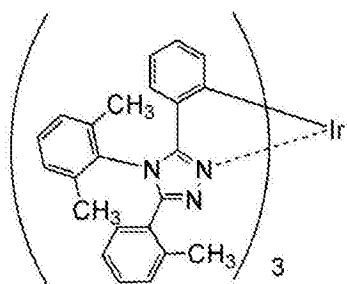
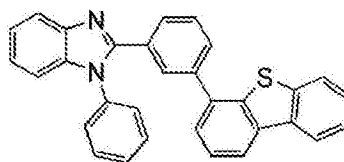
PCCP



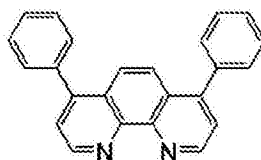
35DCzPPy



mCzBlm

[Ir(mpptz-dmp)₃]

mDBTBlm-II



BPhen

[0380] 《发光元件3的制造》

[0381] 首先,在由玻璃制造的衬底1100上通过溅射法形成包含氧化硅的氧化锡铟(ITSO),由此形成用作阳极的第一电极1101。另外,将其厚度设定为110nm,且将其电极面积设定为2mm×2mm。

[0382] 接着,作为用来在衬底1100上形成发光元件的预处理,使用水对衬底表面进行洗涤,在200℃下进行1小时的焙烧,然后进行370秒钟的UV臭氧处理。

[0383] 然后,在将衬底放入到其内部被减压到 10^{-4} Pa左右的真空蒸镀装置中,并在真空蒸镀装置内的加热室中,在170℃下进行30分钟的真空焙烧之后,对衬底1100进行30分钟左右的冷却。

[0384] 接着,以使形成有第一电极1101的面朝下的方式将衬底1100固定到设置在真空蒸镀装置内的支架。在本实施例中,说明如下情况,即通过真空蒸镀法,依次形成构成EL层1102的空穴注入层1111、空穴传输层1112、发光层1113、电子传输层1114及电子注入层1115。

[0385] 在使真空装置的内部减压到 10^{-4} Pa之后,通过共蒸镀4,4'-二(N-咔唑基)联苯(简称:CBP)和氧化钼(VI)以满足CBP(简称):氧化钼=4:2(质量比)的关系,在第一电极1101上形成空穴注入层1111。将其厚度设定为60nm。另外,共蒸镀是指使不同的多个物质从不同的蒸发源同时蒸发的蒸镀法。

[0386] 接着,通过蒸镀20nm的9-苯基-9H-3-(9-苯基-9H-咔唑-3-基)咔唑(简称:PCCP),来形成空穴传输层1112。

[0387] 接着,在空穴传输层1112上形成发光层1113。首先,共蒸镀2-[3-(9H-咔唑-9-基)苯基]-1-苯基苯并咪唑(简称:mCzBIm)、PCCP(简称)、三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- κ N2]苯基- κ C}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-dmp)₃]),以满足mCzBIm(简称):PCCP(简称):[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)=0.25:1:0.06(质量比)的关系。另外,将其厚度设定为30nm。接着,共蒸镀mCzBIm(简称)、PCCP(简称)、[Ir(mpptz-dmp)₃](简称),以满足mCzBIm(简称):PCCP(简称):[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)=1:0.15:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm。由此,形成具有叠层结构的发光层1113。

[0388] 接着,在发光层1113上共蒸镀2-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯基]-1-苯基-1H-苯并咪唑(简称:mDBTBIm-II)、[Ir(mpptz-dmp)₃](简称),以满足mDBTBIm-II(简称):[Ir(mpptz-dmp)₃](简称)=1:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm,然后蒸镀15nm的红菲绕啉(简称:Bphen),由此形成具有叠层结构的电子传输层1114。再者,在电子传输层1114上蒸镀1nm的氟化锂,由此形成电子注入层1115。

[0389] 最后,在电子注入层1115上蒸镀200nm厚的铝膜来形成用作阴极的第二电极1103,而得到发光元件3。另外,作为上述蒸镀过程中的蒸镀,都采用电阻加热法。

[0390] 表5示出通过上述步骤得到的发光元件3的元件结构。

[0391] [表5]

[0392]

	第一 电极	空穴 注入层	空穴 传输层	发光层	电子 传输层	电子 注入层	第二 电极
发光 元件 3	ITO (110nm)	CBP:MoOx (4:2 60nm)	PCCP (20nm)	*	**	Bphen (15nm) LiF (1nm)	Al (200nm)

[0393] *mCzBIm:PCCP:[Ir(mpptz-dmp)₃](0.25:1:0.0630nm)\mCzBIm:PCCP:[Ir(mpptz-dmp)₃](1:0.15:0.0610nm)

[0394] **mDBTBImII:[Ir(mpptz-dmp)₃](1:0.0610nm)

[0395] 此外,在氮气氛的手套箱中密封所制造的发光元件3,以不使发光元件3暴露于大气(具体地说,将密封材料涂敷在元件的周围,并且,当密封时以80℃进行1小时的热处理)。

[0396] 《发光元件3的工作特性》

[0397] 对所制造的发光元件3的工作特性进行测量。另外,在室温(保持为25℃的气氛)下进行测量。

[0398] 首先,图28示出发光元件3的电流密度-亮度特性。在图28中,纵轴表示亮度(cd/m²),横轴表示电流密度(mA/cm²)。此外,图29示出发光元件3的电压-亮度特性。在图29中,纵轴表示亮度(cd/m²),横轴表示电压(V)。此外,图30示出发光元件3的亮度-电流效率特性。

在图30中,纵轴表示电流效率(cd/A),横轴表示亮度(cd/m²)。再者,图31示出发光元件3的电压-电流特性。在图31中,纵轴表示电流(mA),横轴表示电压(V)。此外,图32示出发光元件3的亮度-色度特性。在图32中,纵轴表示色度坐标,横轴表示亮度(cd/m²)。

[0399] 根据图30可知,将本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃] (简称)用于发光层的一部分的发光元件3是高效率的元件。此外,下面的表6示出1000cd/m²附近的发光元件3的主要初期特性值。

[0400] [表6]

[0401]

	电压 (V)	电流 (mA)	电流密度 (mA/cm ²)	色度(x, y)	亮度 (cd/m ²)	电流 效率 (cd/A)	功率 效率 (lm/W)	量子 效率 (%)
发光 元件3	5.2	0.08	2.0	(0.21, 0.42)	940	47	28	20

[0402] 根据上述结果可知,在本实施例中制造的发光元件3是亮度高且呈现高电流效率的发光元件。并且可知,该发光元件呈现蓝绿色发光。

[0403] 此外,图33示出以0.1mA/cm²的电流密度使电流流过到发光元件3时的发射光谱。如图33所示,发光元件3的发射光谱在482nm具有峰值,由此可知,发射光谱的峰值来源于磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-dmp)₃] (简称)的发光。

[0404] 另外,进行发光元件3的可靠性测试。图34示出可靠性测试的结果。在图34中,纵轴表示起始亮度为100%时的归一化亮度(%),横轴表示元件的驱动时间(h)。此外,在可靠性测试中,将起始亮度设定为1000cd/m²,并且在电流密度恒定的条件下驱动发光元件3。其结果,发光元件3的100小时后的亮度保持初始亮度的80%左右。

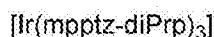
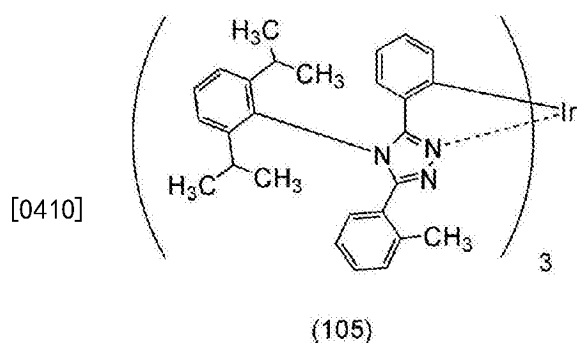
[0405] 由此可知,发光元件3具有高可靠性。另外可知,通过将本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物用于发光元件,可以得到长寿命的发光元件。

[0406] 实施例6

[0407] 《合成例3》

[0408] 在本实施例中,对实施方式1的以结构式(105)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二异丙基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2]苯基-κC}铱(III) (简称:[Ir(mpptz-diPrp)₃])的合成方法进行说明。另外,以下示出[Ir(mpptz-diPrp)₃] (简称)的结构。

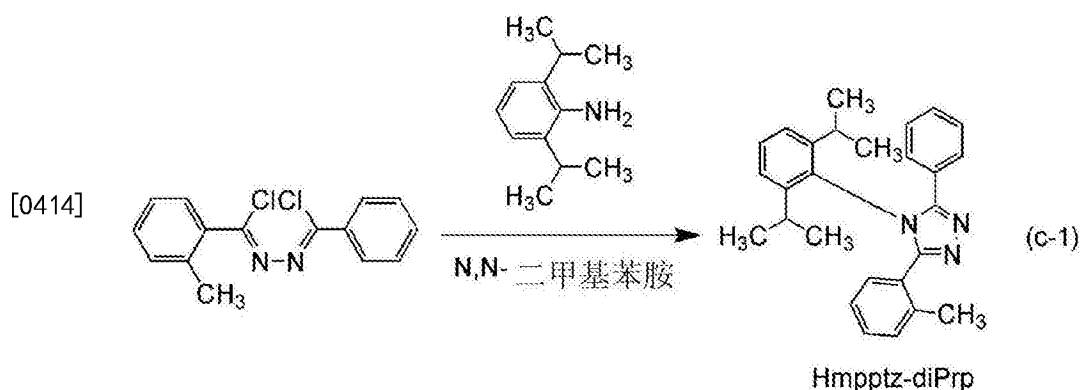
[0409] [化学式26]



[0411] <步骤1:3-苯基-4-(2,6-二异丙基苯基)-5-(2-甲基苯基)-1,2,4-4H-三唑(简称:Hmpptz-diPrp)的合成>

[0412] 将12.6g (43.3mmol)的[氯(2-甲基苯基)甲酮][氯(苯基)亚甲基]腈、25.0g (141mmol)的2,6-二异丙基苯胺、100mL的N,N-二甲基苯胺放入到300mL三口烧瓶中,以160℃进行20小时的加热搅拌。在反应之后,将该反应溶液缓慢滴加到500mL的1M的盐酸中,搅拌30分钟。将二氯甲烷加入到该溶液中,抽出目的物。使用水、碳酸氢钠水溶液对所得到的有机层进行洗涤,使用硫酸镁进行干燥。通过重力过滤去除硫酸镁,蒸馏而去除所得到的有机层的溶剂,得到褐色液体。利用硅胶柱层析法对该液体进行精制。作为展开溶剂,使用乙酸乙酯:己烷=1:2的混合溶剂。浓缩所得到的馏分,以52%的收率得到5.2g的目的的4H-三唑衍生物Hmpptz-diPrp(简称)的褐色固体。下述(c-1)示出步骤1的合成方案。

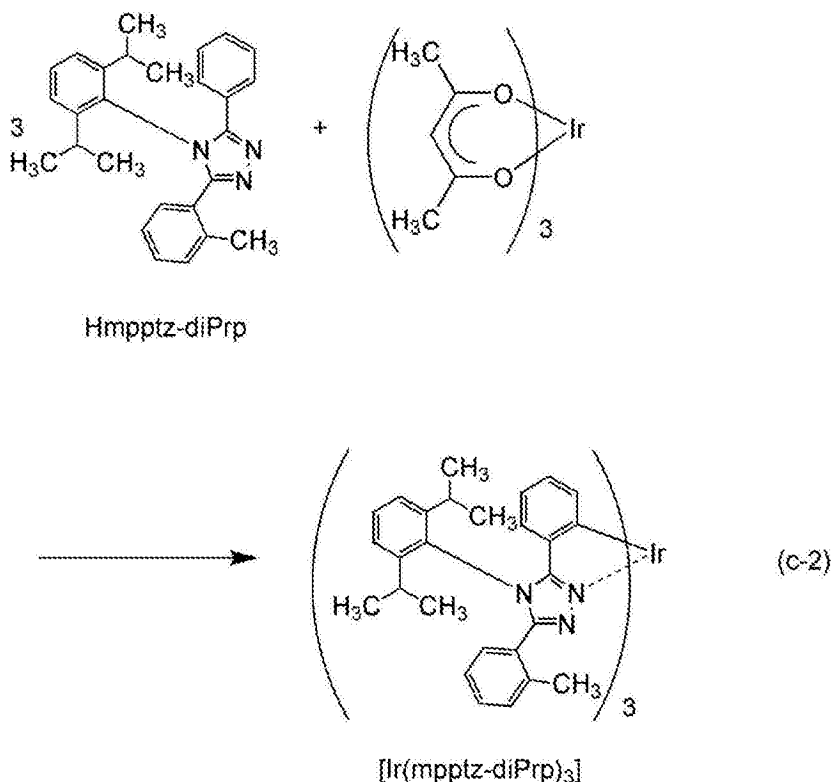
[0413] [化学式27]



[0415] <步骤2:三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二异丙基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2]苯基-κC}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-diPrp)₃])的合成>

[0416] 接着,将4.0g (10.0mmol)的通过步骤1得到的配体Hmpptz-diPrp(简称)、1.0g (2.0mmol)的三(乙酰丙酮根)铱(III)放入到高温加热容器中,进行脱气。在Ar气流下以250℃对该反应容器中的该混合物进行48小时的加热搅拌。在反应之后,使用二氯甲烷对所得到的固体进行洗涤,得到黄色固体。使用甲苯使该固体再结晶,以51%的收率得到1.4g的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-diPrp)₃](简称)的黄色粉末。下述(c-2)示出步骤2的合成方案。

[0417] [化学式28]



[0419] 另外,下面示出利用核磁共振分光法 (^1H -NMR) 对通过上述步骤2得到的黄色粉末进行分析的结果。另外,图37示出 ^1H -NMR谱。根据其结果可知,在本合成例3中得到以上述结构式(105)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$ (简称)。

[0420] ^1H -NMR. δ (CDCl_3): 0.69–0.71 (d, 3H), 0.73–0.76 (d, 3H), 0.78–0.81 (d, 3H), 0.92–0.95 (d, 3H), 2.24–2.29 (m, 1H), 2.30 (s, 3H), 2.79–2.85 (m, 1H), 6.16–6.18 (d, 1H), 6.47–6.52 (t, 1H), 6.67–6.71 (t, 1H), 6.77–6.79 (d, 1H), 6.81–6.84 (t, 1H), 6.89–6.91 (d, 1H), 7.09–7.13 (t, 1H), 7.15–7.17 (t, 1H), 7.19–7.22 (q, 2H), 7.43–7.47 (t, 1H)。

[0421] 接着,测量 $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$ (简称)的二氯甲烷溶液的紫外可见吸收光谱(下面,简单地称为“吸收光谱”)及发射光谱。当测量吸收光谱时,使用紫外可见分光光度计(日本分光株式会社制造的V550型),将二氯甲烷溶液(0.643mmol/L)放在石英皿,并在室温下进行测量。此外,当测量发射光谱时,使用荧光分光光度计(日本滨松光子学株式会社制造,FS920),将脱气的甲苯溶液(0.643mmol/L)放在石英皿,并在室温下进行测量。图38示出所得到的吸收光谱及发射光谱的测量结果。横轴表示波长,纵轴表示吸收强度及发光强度。此外,在图38中表示两个实线,细的实线表示吸收光谱,粗的实线表示发射光谱。图38所示的吸收光谱表示从将二氯甲烷溶液(0.062mmol/L)放在石英皿而测量的吸收光谱减去只将二氯甲烷放在石英皿而测量的吸收光谱来得到的结果。

[0422] 如图38所示,本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$ (简称)在480nm及503nm具有发光峰值,并且从二氯甲烷溶液观察到蓝绿色的发光。

[0423] 接着,利用液相层析质谱分析(Liquid Chromatography Mass Spectrometry,简称:LC/MS分析)对通过本实施例得到的 $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$ (简称)进行分析。

[0424] 在LC/MS分析中,使用Waters(沃特世)Corporation制造的Acquity UPLC及Waters

Corporation制造的Xevo G2Tof MS。

[0425] 在MS分析中,通过电喷雾电离法(ElectroSpray Ionization,简称:ESI)进行离子化,将毛细管电压设定为3.0kV,将样品锥孔电压设定为30V,并且以正模式进行检测。再者,将以上述条件被离子化了的 $m/z=1376.65$ 的成分在碰撞室(collision cell)内碰撞到氩气体来使其离解为子离子。将氩碰撞时的能量(碰撞能量)设定为70eV。另外,进行检测的质量范围是 $m/z=100$ 至1500。

[0426] 另外,图39示出利用飞行时间质谱(TOF)型MS检测被解离的子离子的结果。

[0427] 根据图39的结果可知,当检测以结构式(105)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$ (简称)时,主要在 $m/z=981.42$ 附近、 $m/z=953.39$ 附近检测出子离子。另外,由于图39所示的结果示出 $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$ (简称)的特征,所以可以说该结果是确定包含在混合物中的 $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$ (简称)时的重要数据。

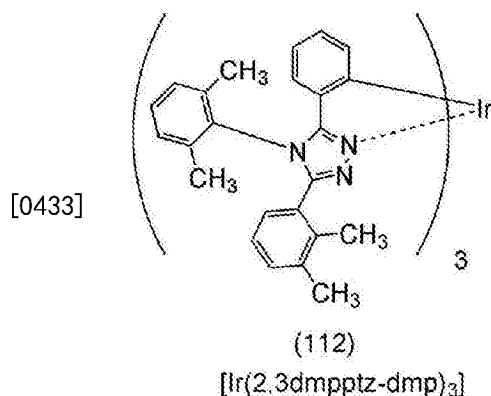
[0428] 此外, $m/z=981.42$ 附近的子离子可以推测是结构式(105)的化合物中的一个配体Hmpptz-diPrp(简称)脱离的状态的阳离子,这是本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的特征之一。此外, $m/z=953.39$ 附近的子离子可以推测是从 $m/z=981.42$ 附近的子离子两个甲基脱离的,这表示本发明的一个方式的有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$ (简称)包含甲基。

[0429] 实施例7

[0430] 《合成例4》

[0431] 在本实施例中,对实施方式1的以结构式(112)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的三{2-[5-(2,3-二甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- $\kappa\text{N}2$]苯基- κC]铱(III)(简称: $[\text{Ir}(2,3\text{dmpptz-dmp})_3]$)的合成方法进行说明。另外,以下示出 $[\text{Ir}(2,3\text{dmpptz-dmp})_3]$ (简称)的结构。

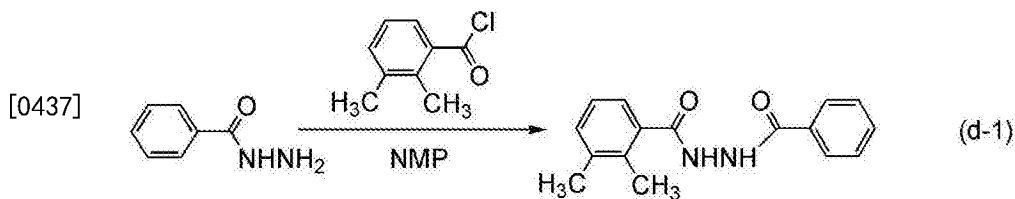
[0432] [化学式29]



[0434] <步骤1:1-(2,3-二甲基苯甲酰基)-2-苯甲酰肼的合成>

[0435] 首先,将9.4g(69.0mmol)的苯甲酰肼、50mL的N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)放入到300mL三口烧瓶中,在用冰冷却的同时在氮气流下进行搅拌。将13.0g(77.1mmol)的2,3-二甲基苯甲酰氯和10mL的NMP的混合溶液缓慢滴加到该混合溶液中,在室温下搅拌24小时。在反应之后,当将该反应溶液缓慢滴加到500mL的水中时,析出白色固体。交替使用水和1M的盐酸对所析出的固体重复进行两次超声波清洗。然后,使用己烷进行超声波清洗,以91%的收率得到16.9g的1-(2,3-二甲基苯甲酰基)-2-苯甲酰肼的白色固体。下述(d-1)示出步骤1的合成方案。

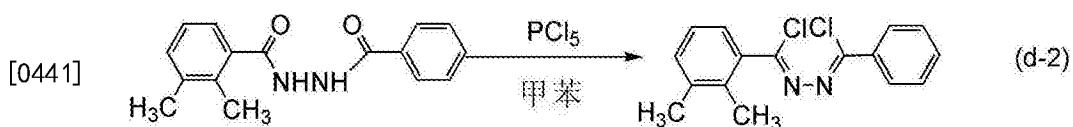
[0436] [化学式30]



[0438] <步骤2: [氯(2,3-二甲基苯基)甲酮] [氯(苯基)亚甲基] 脞的合成>

[0439] 接着,将16.9g (62.9mmol)的通过上述步骤1得到的1-(2,3-二甲基苯甲酰基)-2-苯甲酰肼、330mL的甲苯放入到1L三口烧瓶中。将50.0g (240.1mmol)的五氯化磷加入到该混合溶液中,以120℃进行17小时的加热搅拌。在反应之后,将该反应溶液缓慢滴加到1L的水中,在室温下搅拌30分钟。回收有机层,将该有机层缓慢滴加到1L的1M的氢氧化钾水溶液中,在室温下搅拌30分钟。再者,在使用饱和碳酸氢钠水溶液对该有机层进行洗涤之后,使用纯水对该有机层进行洗涤。在回收有机层,使用硫酸镁进行干燥之后,蒸馏而去除溶剂,以110%的粗产率得到21.2g的[氯(2,3-二甲基苯基)甲酮] [氯(苯基)亚甲基] 脞的黄色液体。下述(d-2)示出步骤2的合成方案。

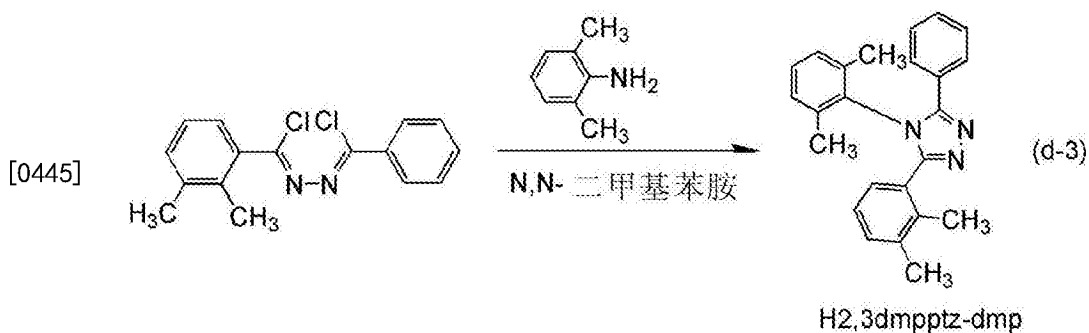
[0440] [化学式31]



[0442] <步骤3: 3-苯基-4-(2,6-二甲基苯基)-5-(2,3-二甲基苯基)-1,2,4-4H-三唑(简称: H2,3dmpptz-dmp)的合成>

[0443] 将21.2g (69.5mmol)的通过上述步骤2得到的[氯(2,3-二甲基苯基)甲酮] [氯(苯基)亚甲基] 脞、30.0g (247.6mmol)的2,6-二甲基苯胺、170mL的N,N-二甲基苯胺放入到500mL三口烧瓶中,以150℃进行24小时的加热搅拌。在反应之后,当将该反应溶液缓慢滴加到1M的盐酸中,搅拌30分钟时,析出黄色固体。通过抽滤回收该黄色固体。利用硅胶柱层析法对该固体进行精制。作为展开溶剂,首先使用甲苯:乙酸乙酯=2:1的混合溶剂,然后只使用乙酸乙酯。浓缩所得到的目的馏分,得到白色固体。使用乙酸乙酯使该固体再结晶,以37%的收率得到9.0g的目的4H-三唑衍生物H2,3dmpptz-dmp(简称)。下述(d-3)示出步骤3的合成方案。

[0444] [化学式32]

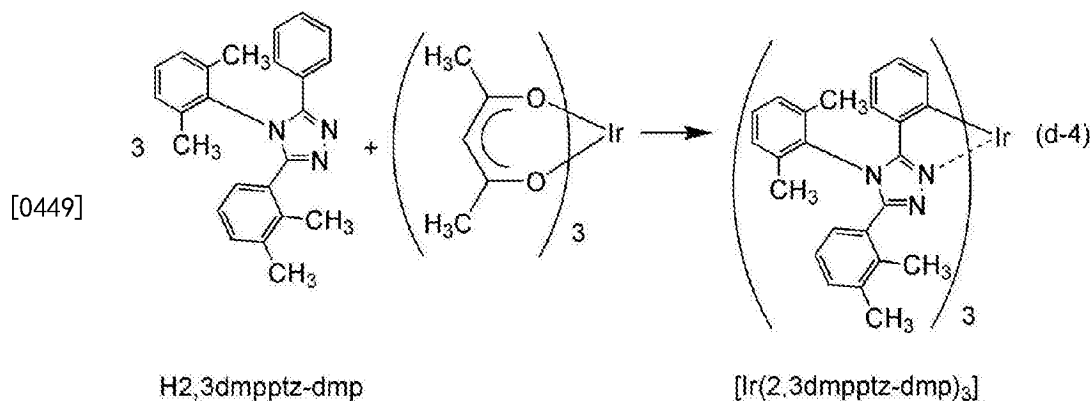


[0446] <步骤4: 三{2-[5-(2,3-二甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2] 苯基-κC} 铱(III)(简称: [Ir(2,3dmpptz-dmp)₃])的合成>

[0447] 将3.0g (8.48mmol)的通过上述步骤3得到的配体H2,3dmpptz-dmp(简称)、0.83g

(1.67mmol) 的三(乙酰丙酮根)铱(III)放入到高温加热容器中,进行脱气。在Ar气流下以250℃对该反应容器中的该混合物进行48小时的加热搅拌。使用二氯甲烷对反应混合物进行洗涤,得到黄色固体。使用甲苯使该固体再结晶,以19%的收率得到0.4g的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{2,3dmpptz-dmp})_3]$ (简称)的黄色固体。下述(d-4)示出步骤4的合成方案。

[0448] [化学式33]



[0450] 另外,下面示出利用核磁共振分光法($^1\text{H-NMR}$)对通过上述步骤4得到的黄色固体进行分析的结果。另外,图40示出 $^1\text{H-NMR}$ 谱。根据其结果可知,在本合成例4中得到以上述结构式(112)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{2,3dmpptz-dmp})_3]$ (简称)。

[0451] $^1\text{H-NMR}$. δ (d-甲苯): 1.85 (s, 3H), 2.05 (s, 3H), 2.15 (s, 3H), 2.20 (s, 3H), 6.28–6.31 (d, 1H), 6.48–6.53 (d, 1H), 6.68–6.70 (d, 1H), 6.71–6.78 (t, 1H), 6.78–6.82 (t, 1H), 6.84–6.88 (m, 1H), 7.01–7.15 (d, 1H), 7.07–7.11 (d, 2H), 7.21–7.25 (m, 1H)。

[0452] 接着,测量 $[\text{Ir}(\text{2,3dmpptz-dmp})_3]$ (简称)的甲苯溶液的紫外可见吸收光谱(下面,简单地称为“吸收光谱”)及发射光谱。当测量吸收光谱时,使用紫外可见分光光度计(日本分光株式会社制造的V550型),将甲苯溶液(0.98mmol/L)放在石英皿,并在室温下进行测量。此外,当测量发射光谱时,使用荧光分光光度计(日本滨松光子学株式会社制造,FS920),将脱气的甲苯溶液(0.98mmol/L)放在石英皿,并在室温下进行测量。图41示出所得到的吸收光谱及发射光谱的测量结果。横轴表示波长,纵轴表示吸收强度及发光强度。此外,在图41中表示两个实线,细的实线表示吸收光谱,粗的实线表示发射光谱。图41所示的吸收光谱表示从将二氯甲烷溶液(0.062mmol/L)放在石英皿而测量的吸收光谱减去只将二氯甲烷放在石英皿而测量的吸收光谱来得到的结果。

[0453] 如图41所示,本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{2,3dmpptz-dmp})_3]$ (简称)在480nm及501nm具有发光峰值,并且从甲苯溶液观察到蓝绿色的发光。

[0454] 另外,利用液相层析质谱分析(Liquid Chromatography Mass Spectrometry,简称:LC/MS分析)对通过本实施例得到的 $[\text{Ir}(\text{2,3dmpptz-dmp})_3]$ (简称)进行分析。

[0455] 在LC/MS分析中,使用Waters(沃特世)Corporation制造的Acquity UPLC及Waters Corporation制造的Xevo G2Tof MS。

[0456] 在MS分析中,通过电喷雾电离法(ElectroSpray Ionization,简称:ESI)进行离子化,将毛细管电压设定为3.0kV,将样品锥孔电压设定为30V,并且以正模式进行检测。再者,

将被分离且被离子化了的 $m/z=1250.52$ 的成分在碰撞室(collision cell)内碰撞到氩气体来使其离解为子离子。将氩碰撞时的能量(碰撞能量)设定为50eV。另外,进行检测的质量范围是 $m/z=30$ 至1500。

[0457] 另外,图42示出利用飞行时间质谱(TOF)型MS检测被解离的子离子的结果。

[0458] 根据图42的结果可知,当检测以结构式(112)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(2,3\text{dmpptz-dmp})_3]$ (简称)时,主要在 $m/z=897.33$ 附近、 $m/z=869.23$ 附近检测出子离子。另外,由于图42所示的结果示出 $[\text{Ir}(2,3\text{dmpptz-dmp})_3]$ (简称)的特征,所以可以说该结果是确定包含在混合物中的 $[\text{Ir}(2,3\text{dmpptz-dmp})_3]$ (简称)时的重要数据。

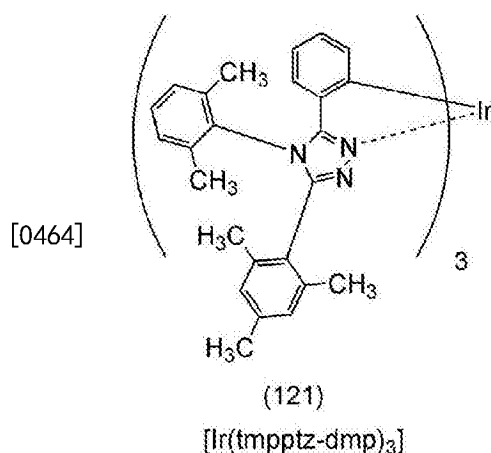
[0459] 此外, $m/z=897.33$ 附近的子离子可以推测是结构式(112)的化合物中的一个配体 $\text{H}2,3\text{dmpptz-dmp}$ (简称)脱离的状态的阳离子,这是本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的特征之一。此外, $m/z=869.23$ 附近的子离子可以推测是从 $m/z=897.33$ 附近的子离子两个甲基脱离的,这表示本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(2,3\text{dmpptz-dmp})_3]$ (简称)包含甲基。

[0460] 实施例8

[0461] 《合成例5》

[0462] 在本实施例中,对实施方式1的以结构式(121)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的三{2-[4-(2,6-二甲基苯基)-5-(2,4,6-三甲苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- $\kappa\text{N}2$]苯基- κC]铱(III)(简称: $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$)的合成方法进行说明。另外,以下示出 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)的结构。

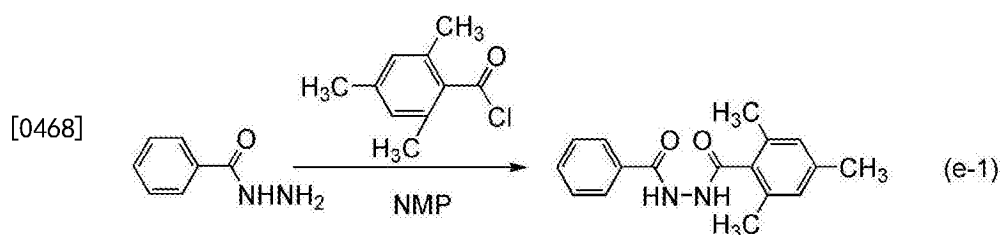
[0463] [化学式34]



[0465] <步骤1:1-(2,4,6-三甲基苯甲酰)-2-苯甲酰肼的合成>

[0466] 首先,将16.7g(123.3mmol)的苯甲酰肼、100mL的N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)放入到300mL三口烧瓶中,在用冰冷却的同时在氮气流下进行搅拌。将25.0g(137.3mmol)的2,4,6-三甲基苯甲酰氯和20mL的NMP的混合溶液缓慢滴加到该混合溶液中,在室温下搅拌24小时。在反应之后,当将该反应溶液缓慢滴加到500mL的水中时,析出白色固体。交替使用水和1M的盐酸对所析出的固体重复进行两次超声波清洗。然后,使用己烷进行超声波清洗,以65%的收率得到22.7g的1-(2,4,6-三甲基苯甲酰)-2-苯甲酰肼的白色固体。下述(e-1)示出步骤1的合成方案。

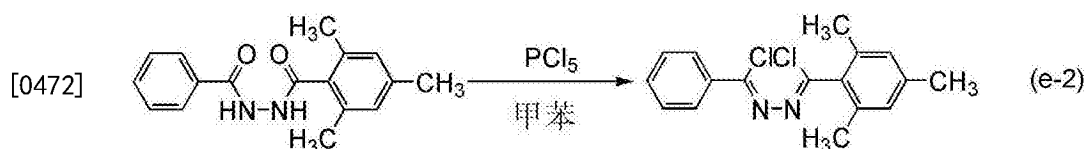
[0467] [化学式35]



[0469] <步骤2: [氯(2,4,6-三甲苯基)甲酮] [氯(苯基)亚甲基] 脞的合成>

[0470] 接着,将11.6g (41.1mmol)的通过上述步骤1得到的1-(2,4,6-三甲苯基甲酰)-2-苯甲酰肼、250mL的甲苯放入到1L三口烧瓶中。将25.0g (120.0mmol)的五氯化磷加入到该混合溶液中,以120℃进行8小时的加热搅拌。在反应之后,将该反应溶液缓慢滴加到500mL的水中,在室温下搅拌30分钟。回收有机层,将该有机层缓慢滴加到1L的1M的氢氧化钾水溶液中,在室温下搅拌30分钟。再者,在使用饱和碳酸氢钠水溶液对该有机层进行洗涤之后,使用纯水对该有机层进行洗涤。在回收有机层,使用硫酸镁进行干燥之后,蒸馏而去除溶剂,由此得到黄色油状物。利用硅胶层析法对该油状物进行精制。作为展开溶剂,使用己烷:乙酸乙酯=5:1的混合溶剂。浓缩所得到的馏分,以55%的收率得到7.2g的[氯(2,4,6-三甲苯基)甲酮] [氯(苯基)亚甲基] 脞的黄色液体。下述(e-2)示出步骤2的合成方案。

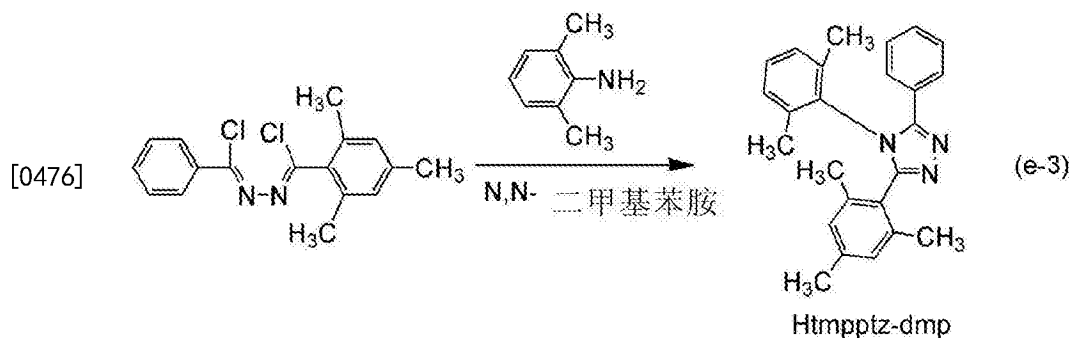
[0471] [化学式36]



[0473] <步骤3: 3-苯基-4-(2,6-二甲基苯基)-5-(2,4,6-三甲苯基)-1,2,4-4H-三唑(简称:Htmpptz-dmp)的合成>

[0474] 将7.0g (21.9mmol)的通过上述步骤2得到的[氯(2,4,6-三甲苯基)甲酮] [氯(苯基)亚甲基] 脞、8.0g (65.7mmol)的2,6-二甲基苯胺、50mL的N,N-二甲基苯胺放入到200mL三口烧瓶中,以170℃进行24小时的加热搅拌。在反应之后,将该反应溶液缓慢滴加到1M的盐酸中,搅拌30分钟。将二氯甲烷注入到该混合溶液中,抽出有机层。使用饱和碳酸氢钠水溶液、纯水对该有机层进行洗涤,在使用硫酸镁进行干燥之后,蒸馏而去除溶剂,由此得到黄色油状物。利用硅胶柱层析法对该油状物进行精制。作为展开溶剂,使用己烷:乙酸乙酯=3:1的混合溶剂。浓缩所得到的馏分,以27%的收率得到2.3g的目的的4H-三唑衍生物Htmpptz-dmp的白色固体。下述(e-3)示出步骤3的合成方案。

[0475] [化学式37]

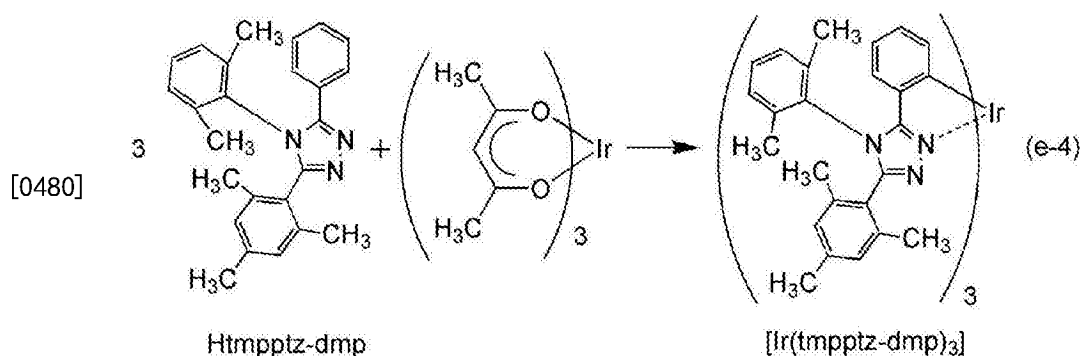


[0477] <步骤4: 三{2-[4-(2,6-二甲基苯基)-5-(2,4,6-三甲苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-

基-κN2] 苯基-κC} 铱(III) (简称: $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$) 的合成>

[0478] 将2.2g (6.0mmol)的通过上述步骤3得到的配体Htmpptz-dmp (简称)、0.6g (1.2mmol)的三(乙酰丙酮根)铱(III)放入到高温加热容器中,进行脱气。在Ar气流下以250℃对该反应容器中的该混合物进行48小时的加热搅拌。利用硅胶层析法对反应混合物进行精制。作为展开溶剂,使用己烷:乙酸乙酯=2:1的混合溶剂。浓缩所得到的馏分,得到黄色固体。使用乙酸乙酯使该固体再结晶,以27%的收率得到0.7g的黄绿色固体。利用梯度升华方法(train sublimation method)对该固体进行升华精制。在压力为3.5Pa且Ar流量为5mL/min的条件下,以310℃加热来进行升华精制。在进行升华精制之后,以76%的收率得到0.5g的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)的黄色固体。下述(e-4)示出步骤4的合成方案。

[0479] [化学式38]



[0481] 另外,下面示出利用核磁共振分光法(^1H -NMR)对通过上述步骤4得到的黄色固体进行分析的结果。另外,图43示出 ^1H -NMR谱。根据其结果可知,在本合成例5中得到以上述结构式(121)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)。

[0482] ^1H -NMR, δ (CDCl_3): 1.61 (s, 3H), 1.83 (s, 3H), 2.03 (s, 3H), 2.08 (s, 3H), 2.18 (s, 3H), 6.28–6.31 (d, 1H), 6.42–6.48 (t, 1H), 6.64 (s, 1H), 6.69 (s, 1H), 6.72–6.76 (t, 1H), 6.78–6.82 (m, 1H), 7.02–7.09 (m, 2H), 7.21–7.25 (t, 1H)。

[0483] 接着,测量 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)的甲苯溶液的紫外可见吸收光谱(下面,简单地称为“吸收光谱”)及发射光谱。当测量吸收光谱时,使用紫外可见分光光度计(日本分光株式会社制造的V550型),将甲苯溶液(0.98mmol/L)放在石英皿,并在室温下进行测量。此外,当测量发射光谱时,使用荧光分光光度计(日本滨松光子学株式会社制造,FS920),将脱气的甲苯溶液(0.98mmol/L)放在石英皿,并在室温下进行测量。图44示出所得到的吸收光谱及发射光谱的测量结果。横轴表示波长,纵轴表示吸收强度及发光强度。此外,在图44中表示两个实线,细的实线表示吸收光谱,粗的实线表示发射光谱。图44所示的吸收光谱表示从将二氯甲烷溶液(0.062mmol/L)放在石英皿而测量的吸收光谱减去只将二氯甲烷放在石英皿而测量的吸收光谱来得到的结果。

[0484] 如图44所示,本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)在480nm及501nm具有发光峰值,并且从甲苯溶液观察到蓝绿色的发光。

[0485] 另外,利用液相层析质谱分析(Liquid Chromatography Mass Spectrometry,简称:LC/MS分析)对通过本实施例得到的 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)进行分析。

[0486] 在LC/MS分析中,使用Waters(沃特世)Corporation制造的Acquity UPLC及Waters

Corporation制造的Xevo G2Tof MS。

[0487] 在MS分析中,通过电喷雾电离法(ElectroSpray Ionization,简称:ESI)进行离子化,将毛细管电压设定为3.0kV,将样品锥孔电压设定为30V,并且以正模式进行检测。另外,进行检测的质量范围是 $m/z=30$ 至1500。

[0488] 将以上述条件被分离且被离子化了的 $m/z=1291.56$ 的成分在碰撞室(collision cell)内碰撞到氩气体来使其离解为子离子。将氩碰撞时的能量(碰撞能量)设定为50eV。另外,图45示出利用飞行时间质谱(TOF)型MS检测被解离的子离子的结果。

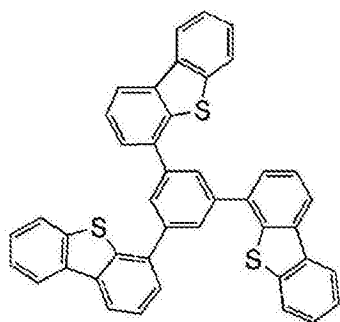
[0489] 根据图45的结果可知,当检测以结构式(121)表示的本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)时,主要在 $m/z=925.36$ 附近、 $m/z=897.33$ 附近检测出子离子。另外,由于图45所示的结果示出 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)的特征,所以可以说该结果是确定包含在混合物中的 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)时的重要数据。

[0490] 另外, $m/z=925.36$ 附近的子离子可以推测是结构式(121)的化合物中的乙酰丙酮和质子脱离的状态的阳离子,这是本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物的特征之一。此外, $m/z=897.33$ 附近的子离子可以推测是从 $m/z=925.36$ 附近的子离子两个甲基脱离的,这表示本发明的一个方式的有机金属配合物 $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$ (简称)包含甲基。

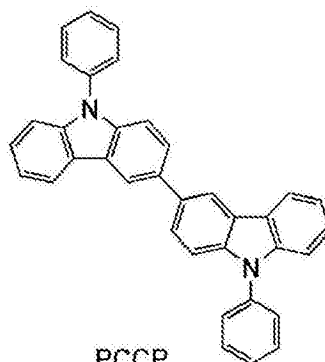
[0491] 实施例9

[0492] 在本实施例中,对将磷光有机金属铱配合物用于发光层的如下发光元件进行说明:将三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二异丙基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- $\kappa\text{N}2$]苯基- κC]铱(III)(简称: $[\text{Ir}(\text{mpptz-diPrp})_3]$)(结构式(105))用于发光层的发光元件4;将三{2-[5-(2,3-二甲基苯基)-4-(2,6-二甲基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- $\kappa\text{N}2$]苯基- κC]铱(III)(简称: $[\text{Ir}(2,3\text{dmpptz-dmp})_3]$)(结构式(112))用于发光层的发光元件5;将三{2-[4-(2,6-二甲基苯基)-5-(2,4,6-三甲苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- $\kappa\text{N}2$]苯基- κC]铱(III)(简称: $[\text{Ir}(\text{tmpptz-dmp})_3]$)(结构式(121))用于发光层的发光元件6;以及将三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-甲基-4H-1,2,4-三唑-3-基- $\kappa\text{N}2$]苯基- κC]铱(III)(简称: $[\text{Ir}(\text{mpptz-Me})_3]$)(用于发光层的比较发光元件。注意,当说明本实施例中的发光元件4至发光元件6及比较发光元件时,使用在实施例1中用于说明发光元件1的图13。另外,下面示出在本实施例中使用的材料的化学式。

[0493] [化学式39]

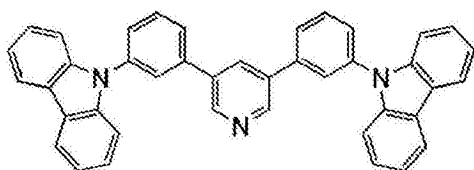


DBT3P-II

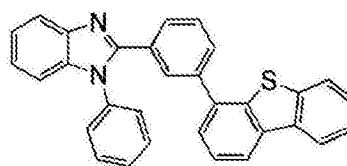


PCCP

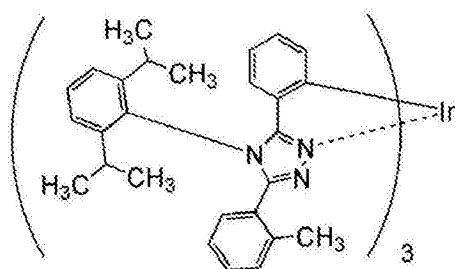
[0494]



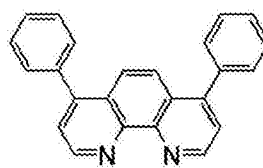
35DCzPPy



mDBTBIm-II



(105)

[Ir(mpptz-diPrp)₃]

BPhen

[0495] 《发光元件4至6及比较发光元件的制造》

[0496] 首先,在由玻璃制造的衬底1100上通过溅射法形成包含氧化硅的氧化锡铟(ITSO),由此形成用作阳极的第一电极1101。另外,将其厚度设定为110nm,且将其电极面积设定为2mm×2mm。

[0497] 接着,作为用来在衬底1100上形成发光元件的预处理,使用水对衬底表面进行洗涤,在200℃下进行1小时的焙烧,然后进行370秒钟的UV臭氧处理。

[0498] 然后,在将衬底放入到其内部被减压到 10^{-4} Pa左右的真空蒸镀装置中,并在真空蒸镀装置内的加热室中,在170℃下进行30分钟的真空焙烧之后,对衬底1100进行30分钟左右的冷却。

[0499] 接着,以使形成有第一电极1101的面朝下的方式将衬底1100固定到设置在真空蒸镀装置内的支架。在本实施例中,说明如下情况,即通过真空蒸镀法,依次形成构成EL层1102的空穴注入层1111、空穴传输层1112、发光层1113、电子传输层1114及电子注入层1115。

[0500] 在使真空装置的内部减压到 10^{-4} Pa之后,通过共蒸镀1,3,5-三(二苯并噻吩-4-基)-苯(简称:DBT3P-II)和氧化钼(VI)以满足DBT3P-II(简称):氧化钼=4:2(质量比)的关系,在第一电极1101上形成空穴注入层1111。将其厚度设定为60nm。另外,共蒸镀是指使不同的多个物质从不同的蒸发源同时蒸发的蒸镀法。

[0501] 接着,通过蒸镀20nm的9-苯基-9H-3-(9-苯基-9H-咔唑-3-基)咔唑(简称:PCCP),来形成空穴传输层1112。

[0502] 接着,在空穴传输层1112上形成发光层1113。

[0503] 在发光元件4的情况下,共蒸镀PCCP(简称)、3,5-双[3-(9H-咔唑-9-基)苯基]吡啶(简称:35DCzPPy)、三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-(2,6-二异丙基苯基)-4H-1,2,4-三唑-3-基- κ N2]苯基- κ C}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-diPrp)₃]),以满足PCCP(简称):35DCzPPy(简称):[Ir(mpptz-diPrp)₃](简称)=1:0.3:0.1(质量比)的关系。另外,将其厚度设定为30nm。接着,共蒸镀35DCzPPy(简称)、[Ir(mpptz-diPrp)₃](简称),以满足35DCzPPy(简称):[Ir(mpptz-diPrp)₃](简称)=1:0.03(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm。由此,形成具有叠层结构的发光层1113。

[0504] 在发光元件5的情况下,共蒸镀PCCP(简称)、3,5-双[3-(9H-咔唑-9-基)苯基]吡啶(简称:35DCzPPy)、[Ir(2,3dmpptz-dmp)₃](简称),以满足PCCP(简称):35DCzPPy(简称):[Ir(2,3dmpptz-dmp)₃](简称)=1:0.3:0.1(质量比)的关系。另外,将其厚度设定为30nm。接着,共蒸镀35DCzPPy(简称)、[Ir(2,3dmpptz-dmp)₃](简称),以满足35DCzPPy(简称):[Ir(2,3dmpptz-dmp)₃](简称)=1:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm。由此,形成具有叠层结构的发光层1113。

[0505] 在发光元件6的情况下,共蒸镀PCCP(简称)、3,5-双[3-(9H-咔唑-9-基)苯基]吡啶(简称:35DCzPPy)、[Ir(tmpptz-dmp)₃](简称),以满足PCCP(简称):35DCzPPy(简称):[Ir(tmpptz-dmp)₃](简称)=1:0.3:0.06(质量比)的关系。另外,将其厚度设定为30nm。接着,共蒸镀35DCzPPy(简称)、[Ir(tmpptz-dmp)₃](简称),以满足35DCzPPy(简称):[Ir(tmpptz-dmp)₃](简称)=1:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm。由此,形成具有叠层结构的发光层1113。

[0506] 再者,在比较发光元件的情况下,共蒸镀PCCP(简称)、3,5-双[3-(9H-咔唑-9-基)苯基]吡啶(简称:35DCzPPy)、[Ir(mpptz-Me)₃](简称),以满足PCCP(简称):35DCzPPy(简称):[Ir(mpptz-Me)₃](简称)=1:0.3:0.06(质量比)的关系。另外,将其厚度设定为30nm。接着,共蒸镀35DCzPPy(简称)、[Ir(mpptz-Me)₃](简称),以满足35DCzPPy(简称):[Ir(mpptz-Me)₃](简称)=1:0.06(质量比)的关系,将其厚度设定为10nm。由此,形成具有叠层结构的发光层1113。

[0507] 接着,在发光层1113上,蒸镀10nm的3,5-双[3-(9H-咔唑-9-基)苯基]吡啶(简称:35DCzPPy)(注意,在形成发光元件5的情况下,使用2-[3-(二苯并噻吩-4-基)苯基]-1-苯基-1H-苯并咪唑(简称:mDBTBIIm-II)代替35DCzPPy),然后蒸镀15nm的红菲绕啉(简称:Bphen),由此形成电子传输层1114。再者,在电子传输层1114上蒸镀1nm的氟化锂,由此形成电子注入层1115。

[0508] 最后,在电子注入层1115上蒸镀200nm厚的铝膜来形成用作阴极的第二电极1103,而得到发光元件4至6及比较发光元件。另外,作为上述蒸镀过程中的蒸镀,都采用电阻加热

法。

[0509] 表7示出通过上述步骤得到的发光元件4至6及比较发光元件的元件结构。

[0510] [表7]

[0511]

	第一电极	空穴注入层	空穴传输层	发光层		电子传输层		电子注入层	第二电极
发光元件4	ITO (110nm)	DBT3P-II:MoO _x (4:2 60nm)	PCCP (20nm)	*1	*2	35DCzPPy (10nm)	Bphen (15nm)	LiF (1nm)	Al (200nm)
发光元件5	ITO (110nm)	DBT3P-II:MoO _x (4:2 60nm)	PCCP (20nm)	*3	*4	mDBTBIIm-II (10nm)	Bphen (15nm)	LiF (1nm)	Al (200nm)
发光元件6	ITO (110nm)	DBT3P-II:MoO _x (4:2 60nm)	PCCP (20nm)	*5	*6	35DCzPPy (10nm)	Bphen (15nm)	LiF (1nm)	Al (200nm)
比较发光元件	ITO (110nm)	DBT3P-II:MoO _x (4:2 60nm)	PCCP (20nm)	*7	*8	35DCzPPy (10nm)	Bphen (15nm)	LiF (1nm)	Al (200nm)

[0512] *1PCCP:35DCzPPy:[Ir(mpptz-diPrp)₃](1:0.3:0.130nm)

[0513] *235DCzPPy:[Ir(mpptz-diPrp)₃](1:0.0310nm)

[0514] *3PCCP:35DCzPPy:[Ir(2,3dmpptz-dmp)₃](1:0.3:0.130nm)

[0515] *435DCzPPy:[Ir(2,3dmpptz-dmp)₃](1:0.0610nm)

[0516] *5PCCP:35DCzPPy:[Ir(tmpptz-dmp)₃](1:0.3:0.0630nm)

[0517] *635DCzPPy:[Ir(tmpptz-dmp)₃](1:0.0610nm)

[0518] *7PCCP:35DCzPPy:[Ir(mpptz-Me)₃](1:0.3:0.0630nm)

[0519] *835DCzPPy:[Ir(mpptz-Me)₃](1:0.0610nm)

[0520] 此外,在氮气氛的手套箱中密封所制造的发光元件4至6及比较发光元件,以不使发光元件4至6及比较发光元件暴露于大气(具体地说,将密封材料涂敷在元件的周围,并且,当密封时以80℃进行1小时的热处理)。

[0521] 《发光元件4至6及比较发光元件的工作特性》

[0522] 对所制造的发光元件4至6及比较发光元件的工作特性进行测量。另外,在室温(保持为25℃的气氛)下进行测量。

[0523] 首先,图46示出发光元件4至6及比较发光元件的电流密度-亮度特性。在图46中,纵轴表示亮度(cd/m²),横轴表示电流密度(mA/cm²)。此外,图47示出发光元件4至6及比较发光元件的电压-亮度特性。在图47中,纵轴表示亮度(cd/m²),横轴表示电压(V)。此外,图48示出发光元件4至6及比较发光元件的亮度-电流效率特性。在图48中,纵轴表示电流效率(cd/A),横轴表示亮度(cd/m²)。此外,图49示出发光元件4至6及比较发光元件的电压-电流特性。在图49中,纵轴表示电流(mA),横轴表示电压(V)。此外,图50示出发光元件4至6及比较发光元件的亮度-色度特性。在图50中,纵轴表示色度坐标,横轴表示亮度(cd/m²)。

[0524] 根据图48可知,将本发明的一个方式的磷光有机金属铱配合物[Ir(mpptz-diPrp)₃](简称)(结构式(105))、[Ir(2,3dmpptz-dmp)₃](简称)(结构式(112))、[Ir

(tmpptz-dmp)₃] (简称) (结构式 (121)) 分别用于发光层的一部分的发光元件4至6都是高效率的元件。此外,下面的表8示出1000cd/m²附近的发光元件4至6及比较发光元件的主要初期特性值。

[0525] [表8]

[0526]

	电压 (V)	电流 (mA)	电流密度 (mA/cm ²)	色度(x, y)	亮度 (cd/m ²)	电流 效率 (cd/A)	功率 效率 (lm/W)	量子 效率 (%)
发光 元件 4	4.8	0.08	2.1	(0.19, 0.34)	740	36	23	16
发光 元件 5	4.8	0.09	2.3	(0.21, 0.39)	1000	45	30	20
发光 元件 6	5.0	0.12	3.1	(0.19, 0.31)	980	32	20	15
比较发 光元件	8.0	9.5	240	(0.18, 0.23)	390	0.17	0.065	0.090

[0527] 根据上述结果可知,在本实施例中制造的发光元件4至6是亮度高且呈现高电流效率的发光元件。在比较发光元件的情况下,从电压-电流特性可知在发光层中进行再结合,另一方面,从亮度-电流效率特性可知呈现低电流效率。就是说,可知:与以在4位具有甲基的4H-1,2,4-三唑化合物为配体的磷光有机金属铱配合物相比,本发明的一个方式的以在4位具有取代或未取代的苯基的4H-1,2,4-三唑化合物为配体的磷光有机金属铱配合物具有优良的发光特性而是优选的。并且可知,这些元件呈现蓝绿色发光。

[0528] 此外,图51示出以0.1mA/cm²的电流密度使电流流过到发光元件4至6及比较发光元件时的发射光谱。如图51所示,发光元件4的发射光谱在473nm具有最大峰值,发光元件5的发射光谱在472nm具有最大峰值,发光元件6的发射光谱在470nm具有最大峰值,由此可知,发射光谱的峰值来源于包含在各发光元件中的磷光有机金属铱配合物的发光。

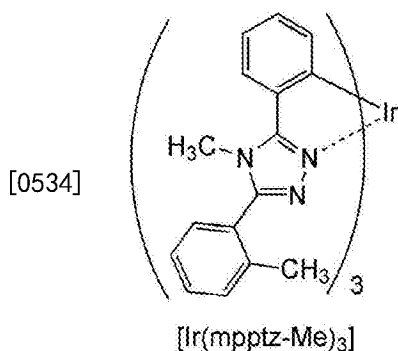
[0529] 另外,与发光元件5相比,发光元件4的发射光谱的峰值位置大致相同,但是蓝色的色度进一步良好。这是因为如下缘故:发光元件5的光谱的半宽度为74nm,另一方面,发光元件4的光谱的半宽度小,即67nm。就是说,从使发射光谱窄而提高色纯度的观点来看,通式(G1)中的R⁶和R¹⁰中的至少一方或双方优选为碳数为2以上的烷基,更优选为异丙基。

[0530] 同时,发光元件6的半宽度也小,即65nm,色度也良好。就是说,从使发射光谱窄而提高色纯度的观点来看,通式(G1)中的R¹和R⁵中的双方优选为碳数为1至6的烷基,更优选为甲基。

[0531] 《参考合成例》

[0532] 在本参考合成例中,具体地例示出用于本实施例中的比较发光元件且以下述结构式表示的磷光有机金属铱配合物的三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-甲基-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2]苯基-κC}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-Me)₃])的合成例。

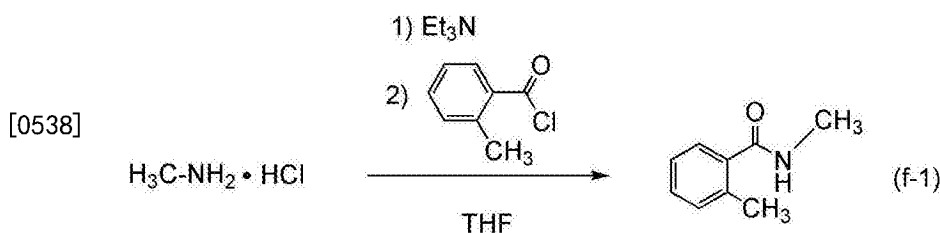
[0533] [化学式40]



[0535] <步骤1:N-甲基-邻甲苯酰酰胺(N-methyl-o-toluoylamide)的合成>

[0536] 首先,将12.5g(185.1mmol)的甲胺盐酸盐、150mL的THF、60mL的三乙胺放入到500mL三口烧瓶中,在室温下搅拌30分钟。然后,滴加26.0g(187.6mmol)的邻甲基苯甲酰氯,在氮气流下以室温搅拌24小时。在反应之后,通过抽滤去除所析出的沉淀物。在使用纯水对所得到的滤液进行洗涤之后,使用硫酸镁进行干燥。通过重力过滤去除硫酸镁,浓缩滤液,由此得到黄色液体。利用硅胶层析法对该黄色液体进行精制。首先,作为展开溶剂使用二氯甲烷而去除副生成物,然后将展开溶剂置换为乙酸乙酯,来回收目的物。浓缩所得到的馏分,以61%的收率得到16.7g的N-甲基-邻甲苯酰酰胺的白色固体。下述(f-1)示出步骤1的合成方案。

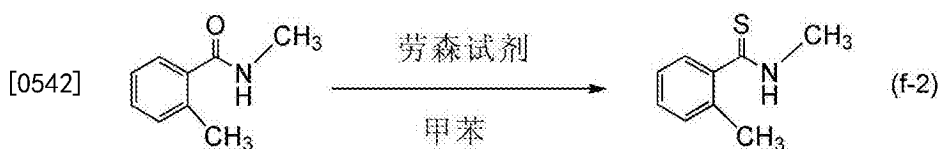
[0537] [化学式41]



[0539] <步骤2:N-甲基-邻甲苯酰硫代酰胺(N-methyl-o-toluoylthioamide)的合成>

[0540] 接着,将16.1g(108.0mmol)的通过上述步骤1得到的N-甲基-邻甲苯酰酰胺、25.0g(61.8mmol)的劳森试剂、150mL的甲苯放入到500mL三口烧瓶中,以120℃进行6小时的加热搅拌。浓缩反应溶液,得到油状物。利用硅胶层析法对该油状物进行精制。作为展开溶剂使用二氯甲烷。浓缩所得到的馏分,以90%的收率得到16.0g的N-甲基-邻甲苯酰硫代酰胺的白色固体。下述(f-2)示出步骤2的合成方案。

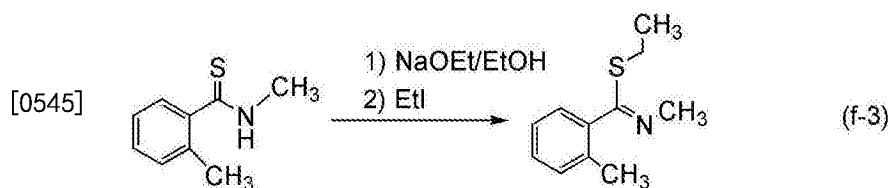
[0541] [化学式42]



[0543] 将8.0g(48.4mmol)的通过上述步骤2得到的N-甲基-邻甲苯酰硫代酰胺、3.6g(53.3mmol)的乙醇钠、100mL的乙醇(EtOH)放入到200mL三口烧瓶中,在室温下搅拌1小时。将8.0g(51.2mmol)的碘乙烷加入到该混合溶液中,以60℃进行15小时的加热搅拌。浓缩反应溶液,得到油状物。将该油状物溶解于二氯甲烷中,使用水、饱和碳酸氢钠水溶液进行洗涤。在洗涤之后,使用硫酸镁对有机层进行干燥。对所得到的混合物进行重力过滤,并且浓缩滤液,由此作为黄色液体得到N-[(乙基磺酰基)(2-甲基苯基)亚甲基]甲胺的粗产品。在

下面的步骤中,使用该黄色液体。下述(f-3)示出步骤3的合成方案。

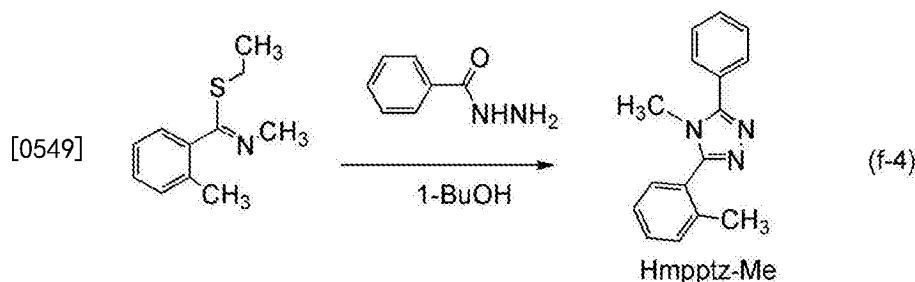
[0544] [化学式43]



[0546] <步骤4:3-(2-甲基苯基)-4-甲基-5-苯基-4H-1,2,4-三唑(简称:Hmpptz-Me)的合成>

[0547] 将通过上述步骤3得到的N-[(乙基磺酰基)(2-甲基苯基)亚甲基]甲胺的总量、7.0g (51.4mmol)的苯甲酰肼、30mL的1-丁醇(1-BuOH)放入到100mL的三口烧瓶中,以120℃进行15小时的加热搅拌。在反应之后,蒸馏而去除溶剂,得到黄色液体。利用硅胶层析法对该液体进行精制。作为展开溶剂使用乙酸乙酯。浓缩所得到的馏分,得到白色固体。使用乙酸乙酯使该固体再结晶,以58%的收率得到7.0g的4H-三唑衍生物Hmpptz-Me(简称)的白色固体。下述(f-4)示出步骤4的合成方案。

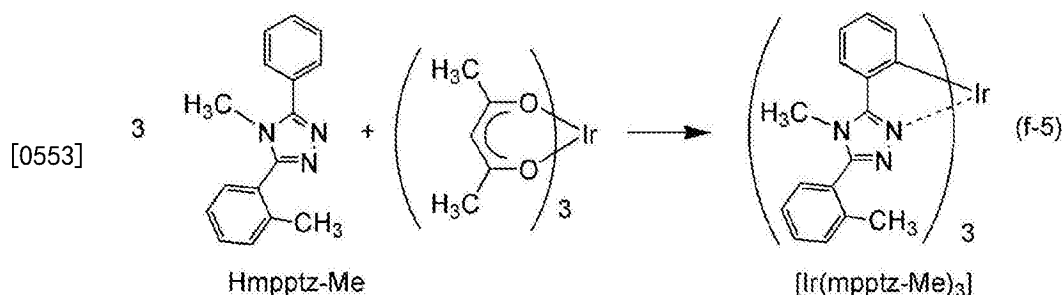
[0548] [化学式44]



[0550] <步骤5:三{2-[5-(2-甲基苯基)-4-甲基-4H-1,2,4-三唑-3-基-κN2]苯基-κC}铱(III)(简称:[Ir(mpptz-Me)₃])的合成>

[0551] 将3.0g (12.0mmol)的通过上述步骤4得到的配体Hmpptz-Me(简称)、1.2g (2.4mmol)的三(乙酰丙酮根)铱(III)放入到高温加热容器中,进行脱气。在Ar气流下以250℃对该反应容器中的该混合物进行48小时的加热搅拌。利用胺改性硅胶层析法对该反应混合物进行精制。作为展开溶剂,使用己烷:乙酸乙酯=1:2的混合溶剂。浓缩所得到的馏分而得到黄色油状物。使用乙酸乙酯和己烷的混合溶剂使该油状物再结晶,以3%的收率得到65.0mg的本发明的一个方式的有机金属配合物[Ir(mpptz-Me)₃](简称)的黄色固体。下述(f-5)示出步骤5的合成方案。

[0552] [化学式45]



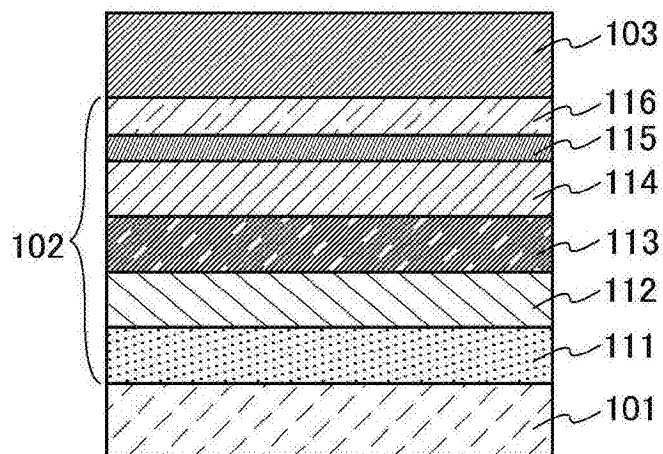


图1

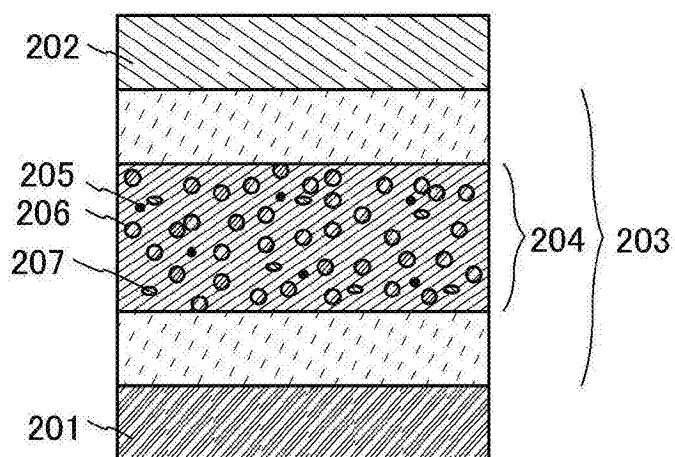


图2

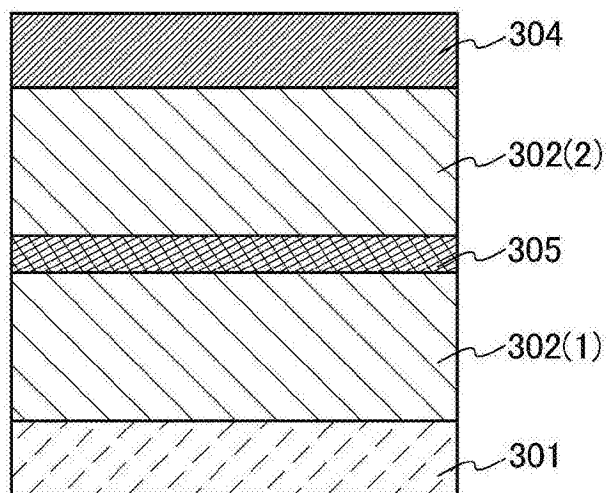


图3A

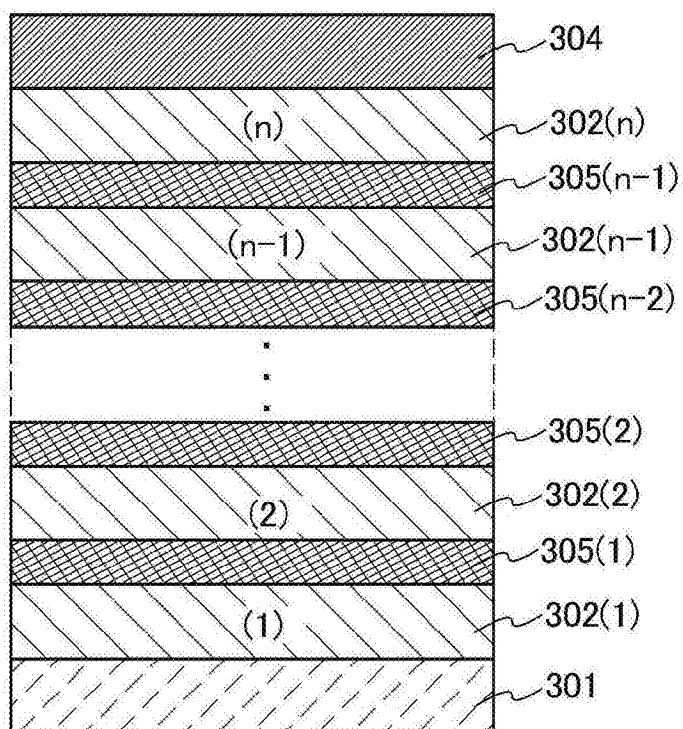


图3B

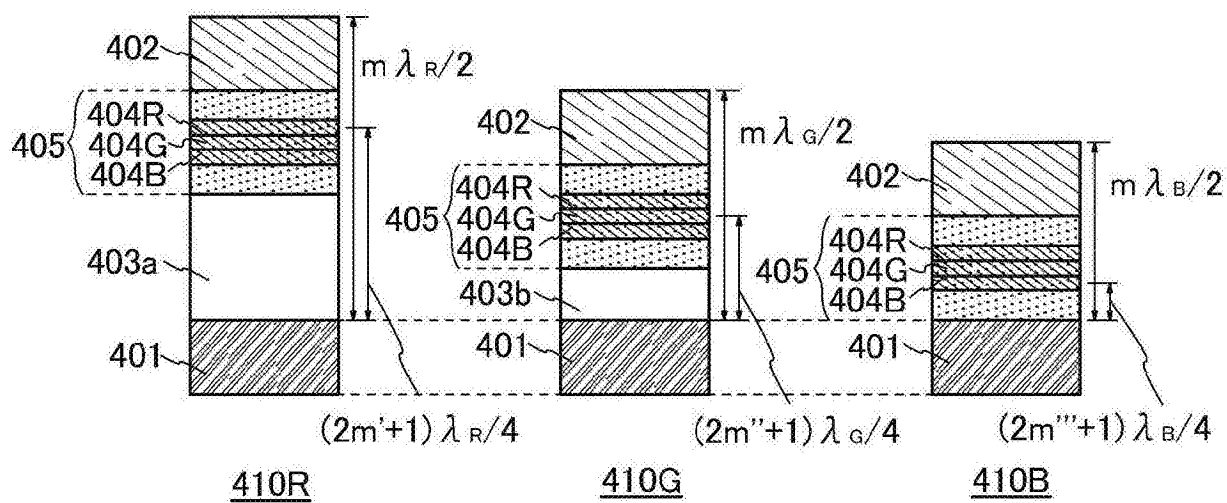


图4

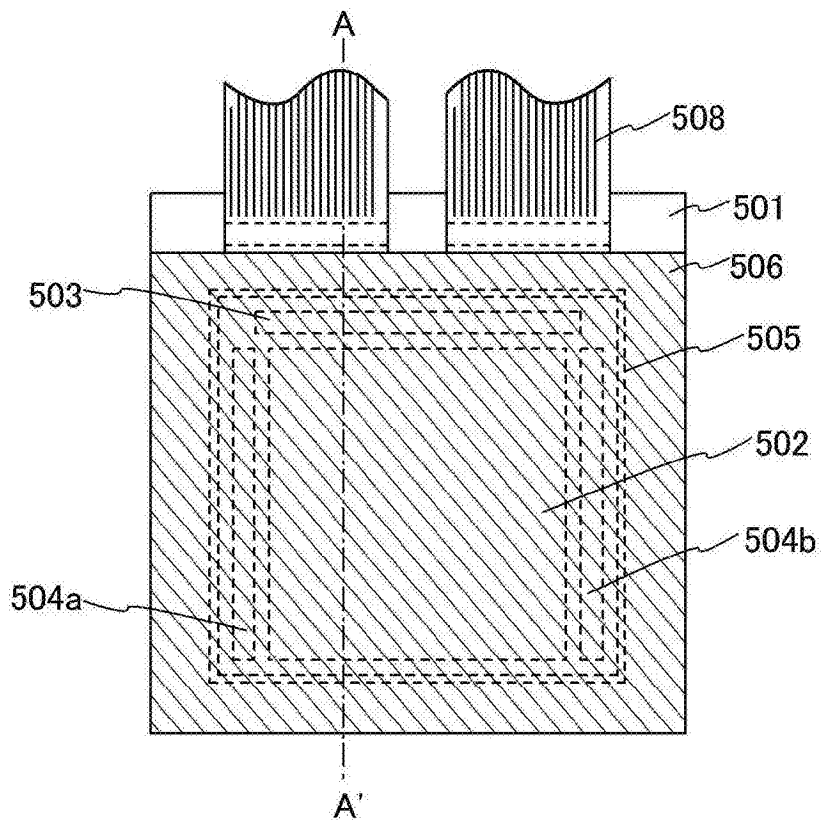


图5A

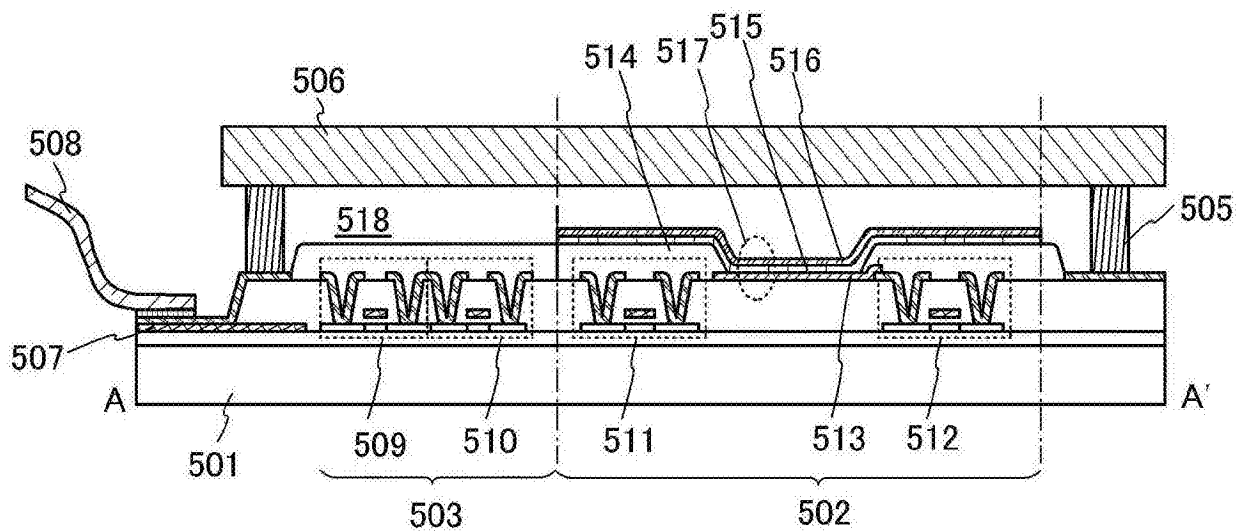


图5B

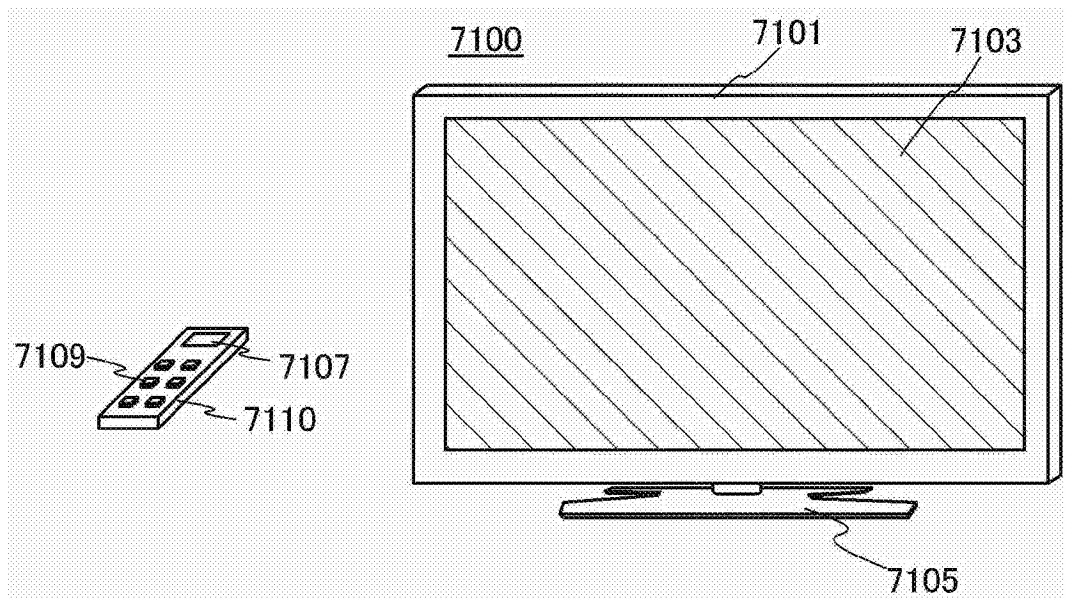


图6A

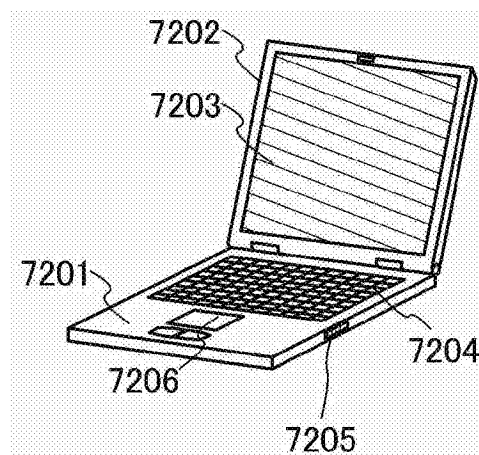


图6B

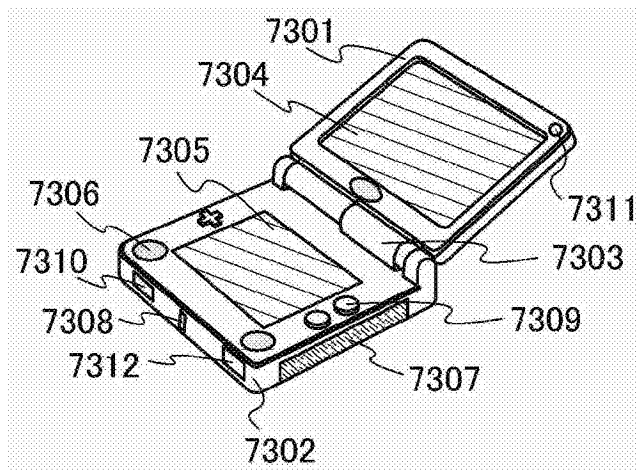


图6C

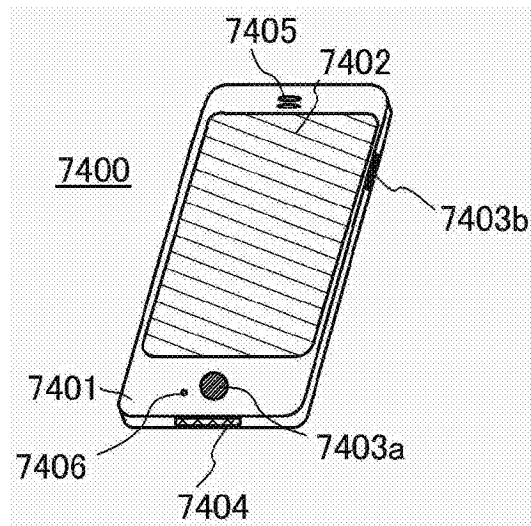


图6D

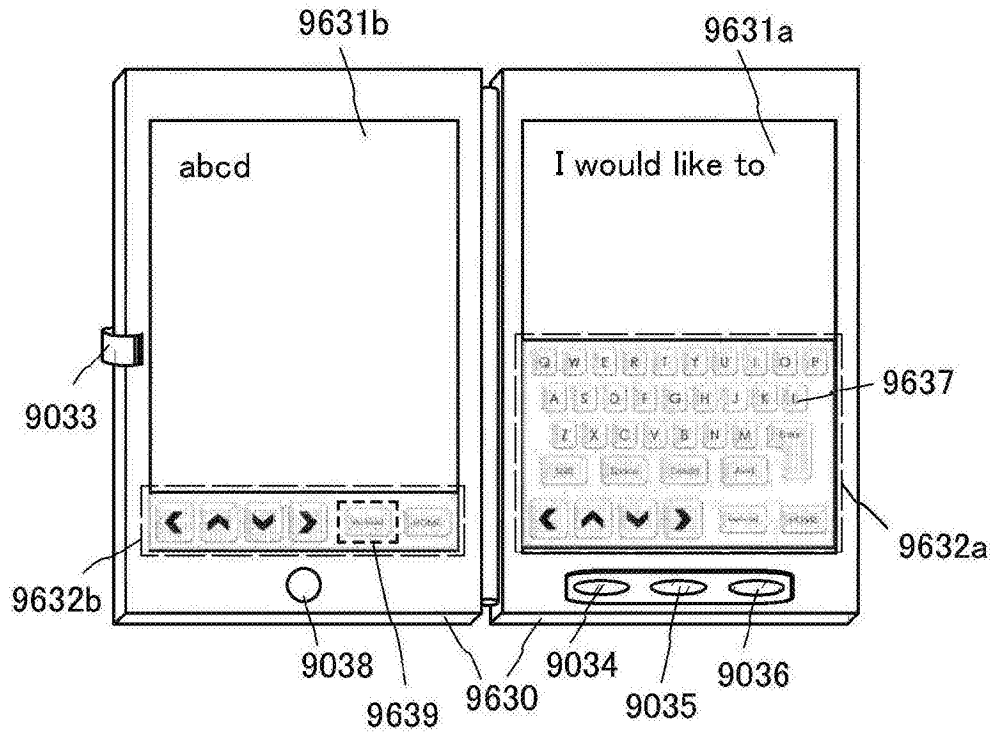


图7A

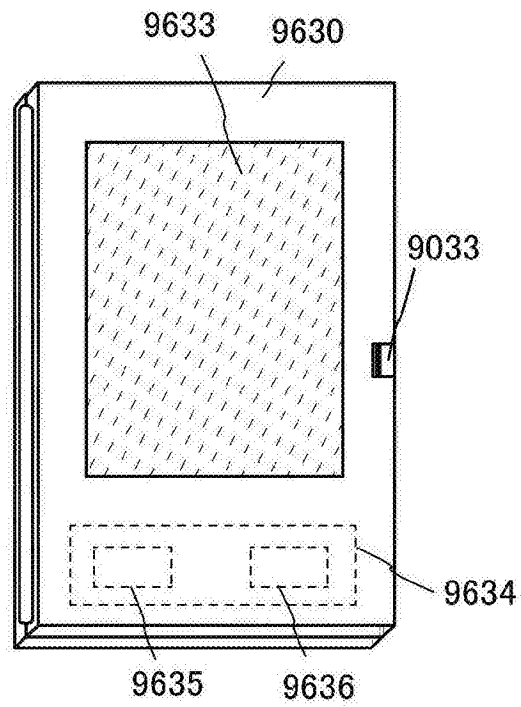


图7B

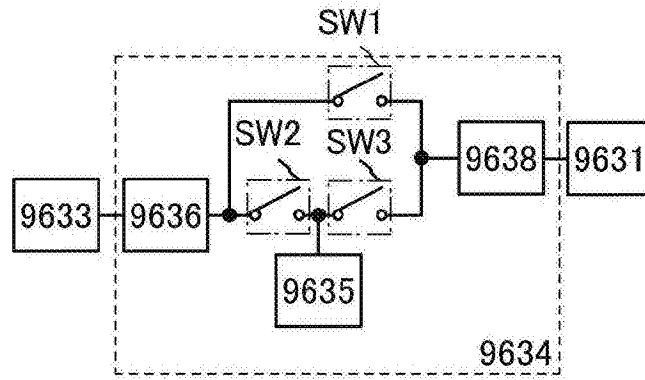


图7C

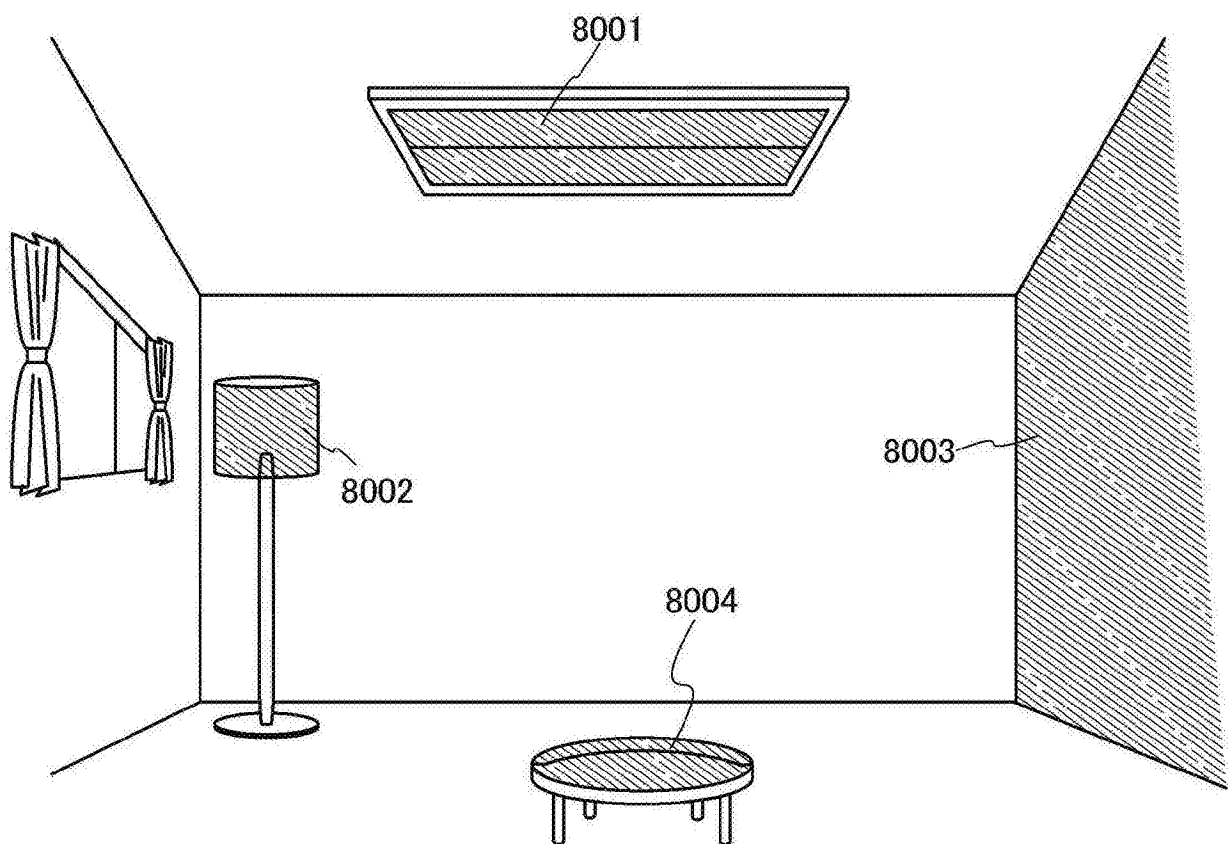


图8

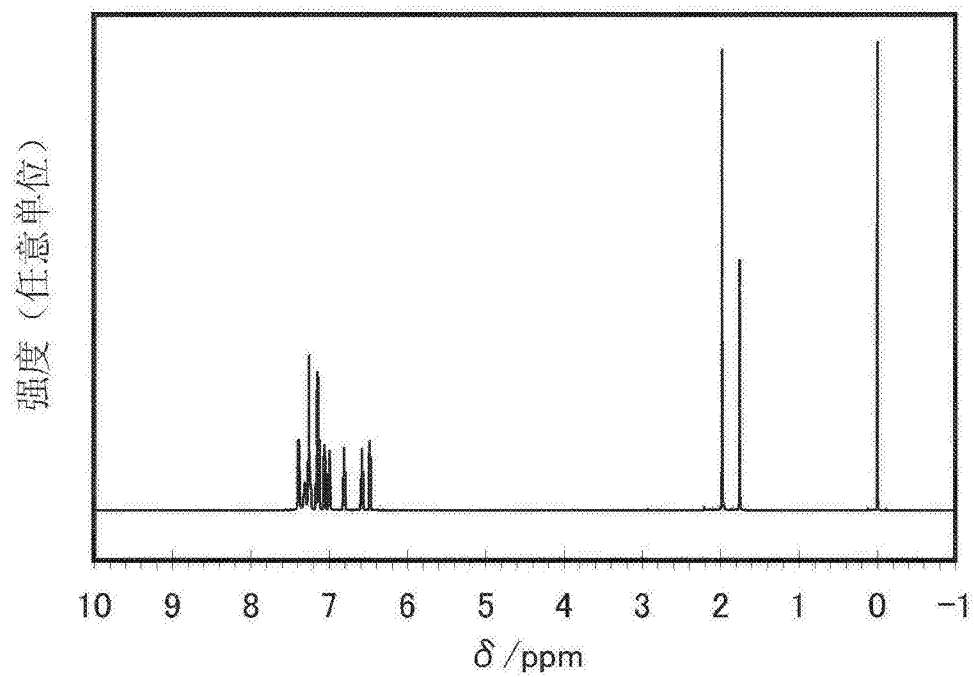


图9

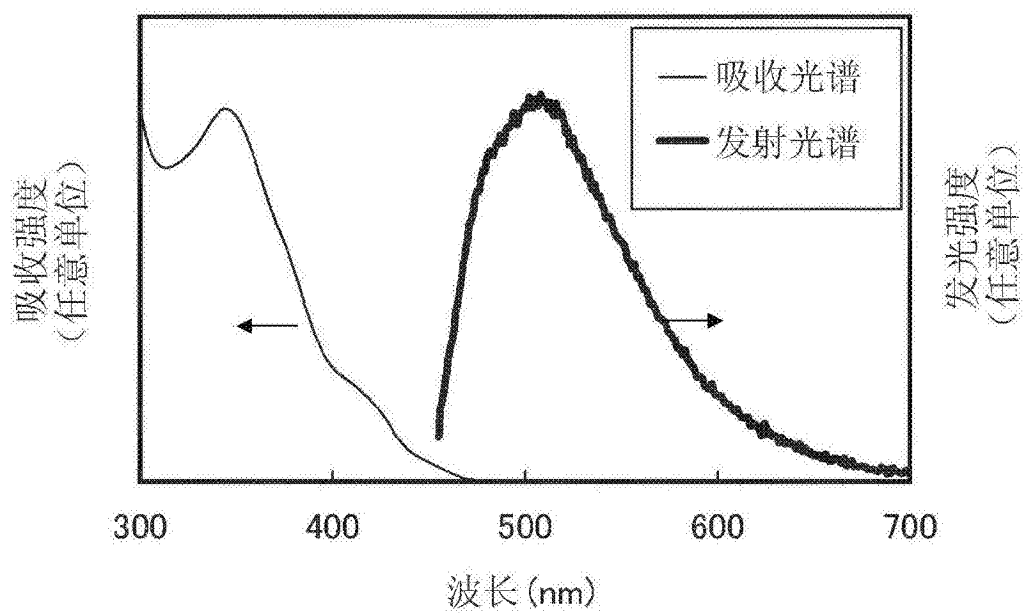


图10

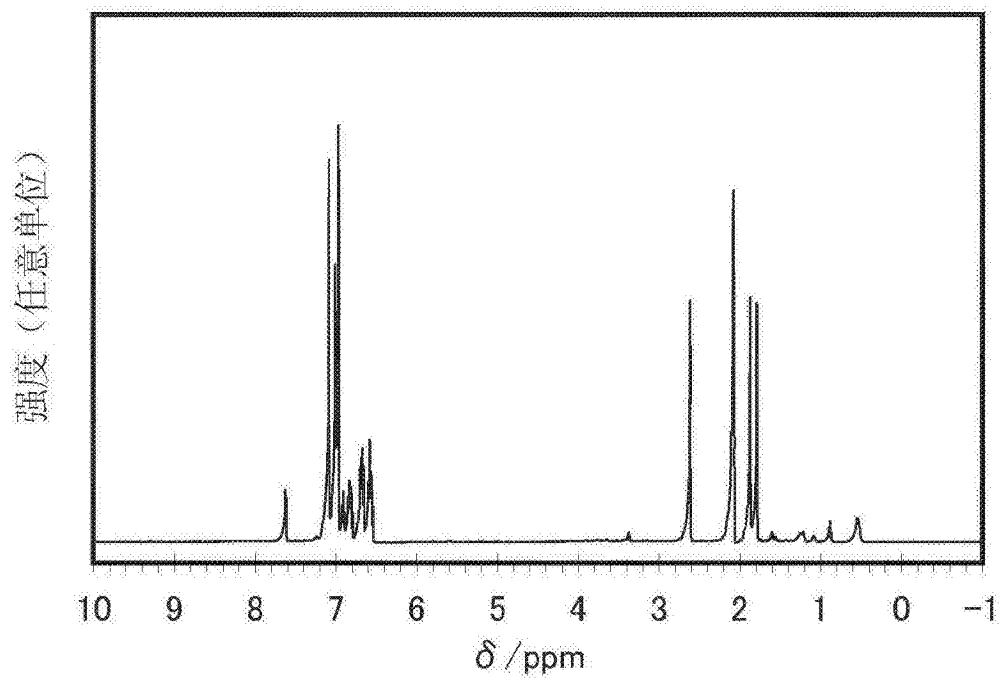


图11

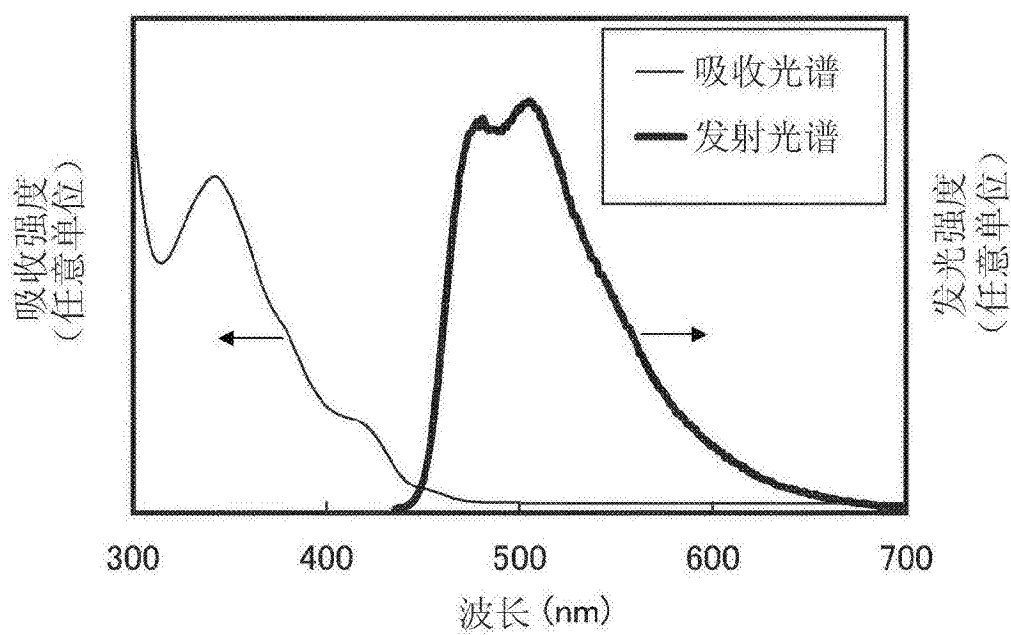


图12

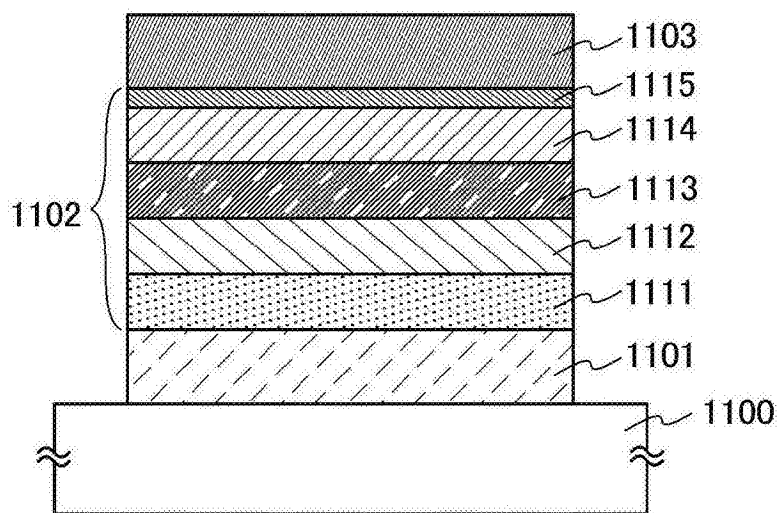


图13

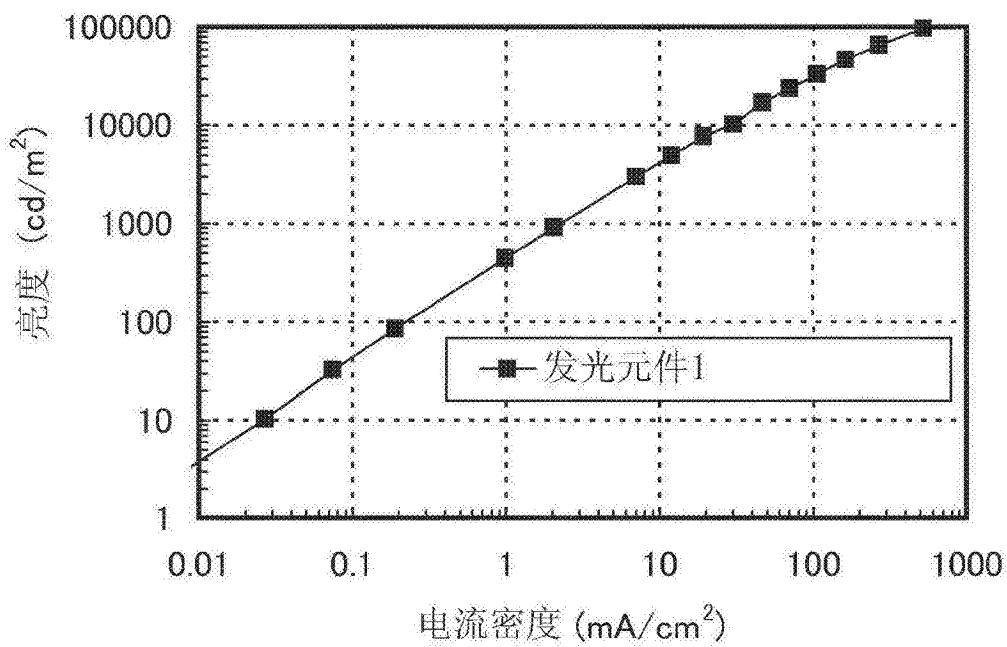


图14

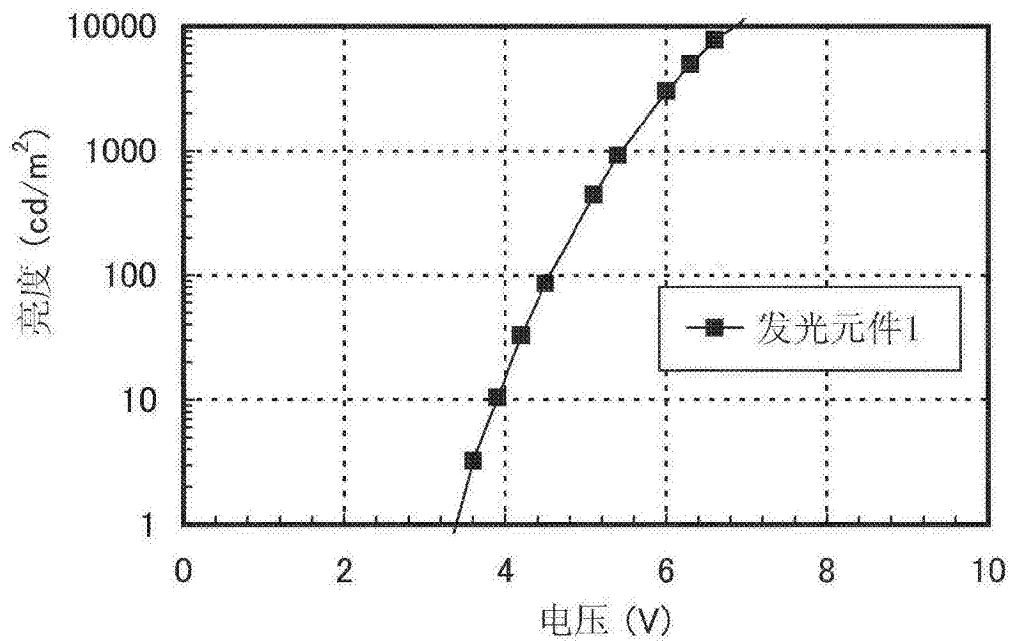


图15

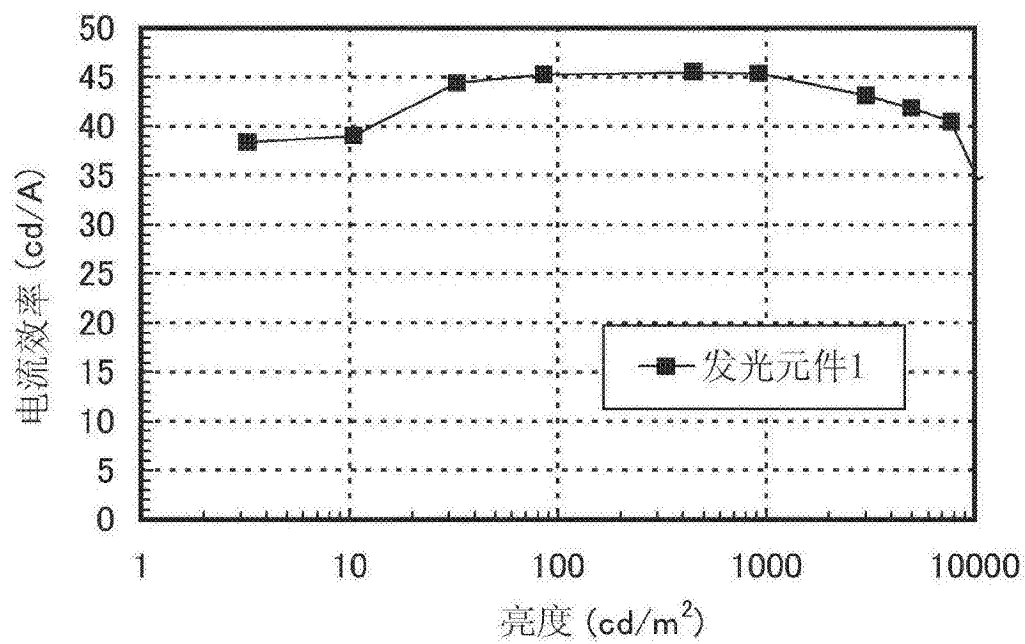


图16

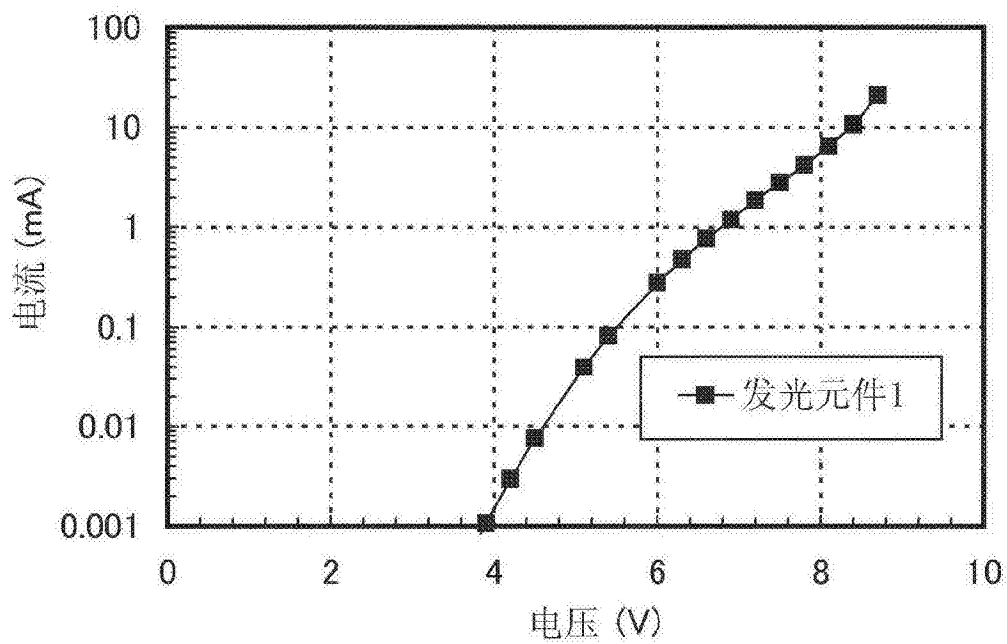


图17

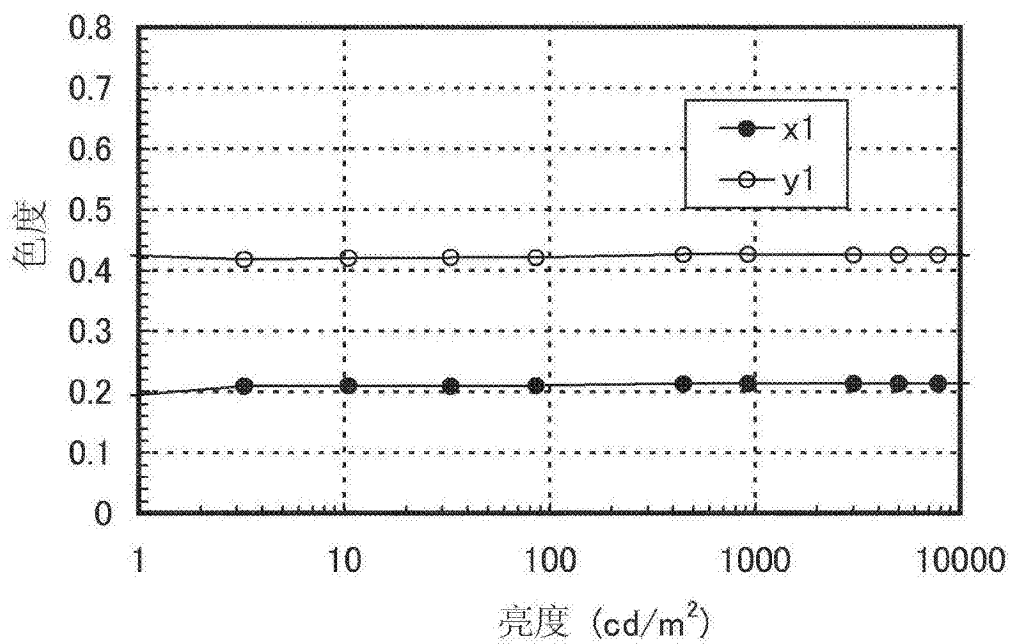


图18

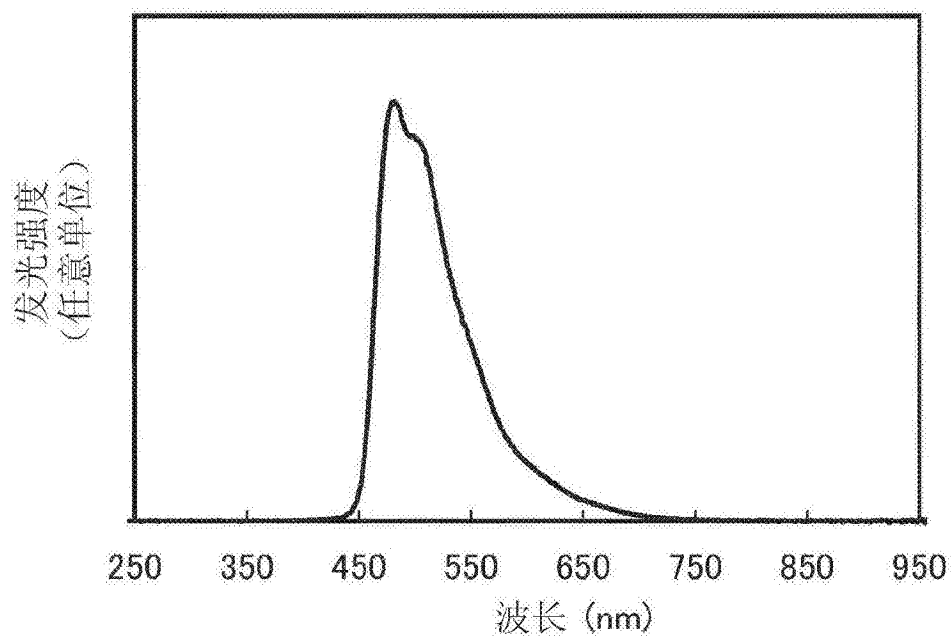


图19

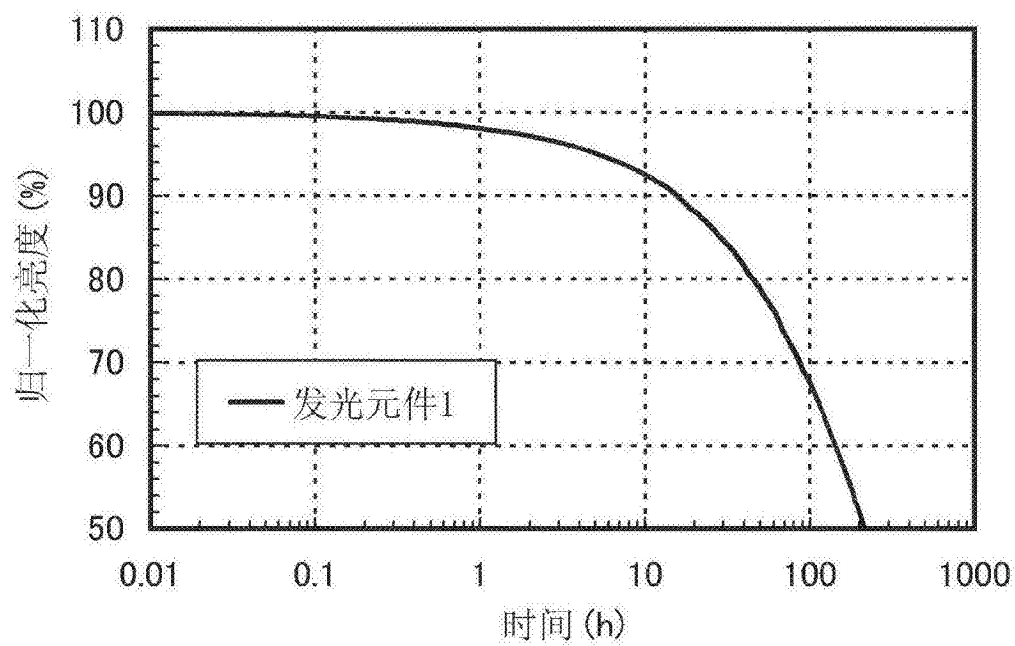


图20

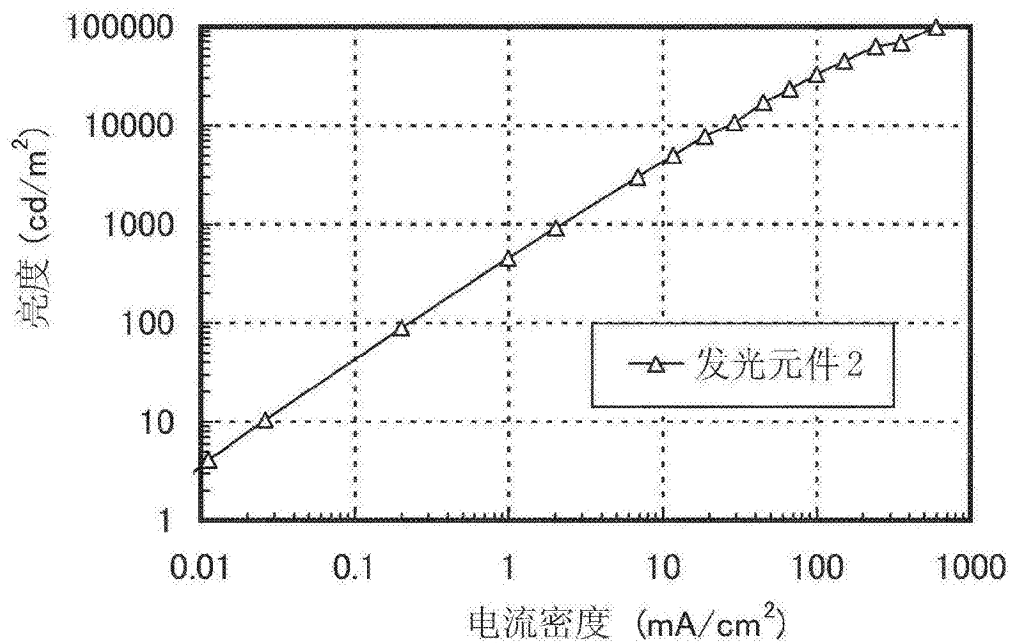


图21

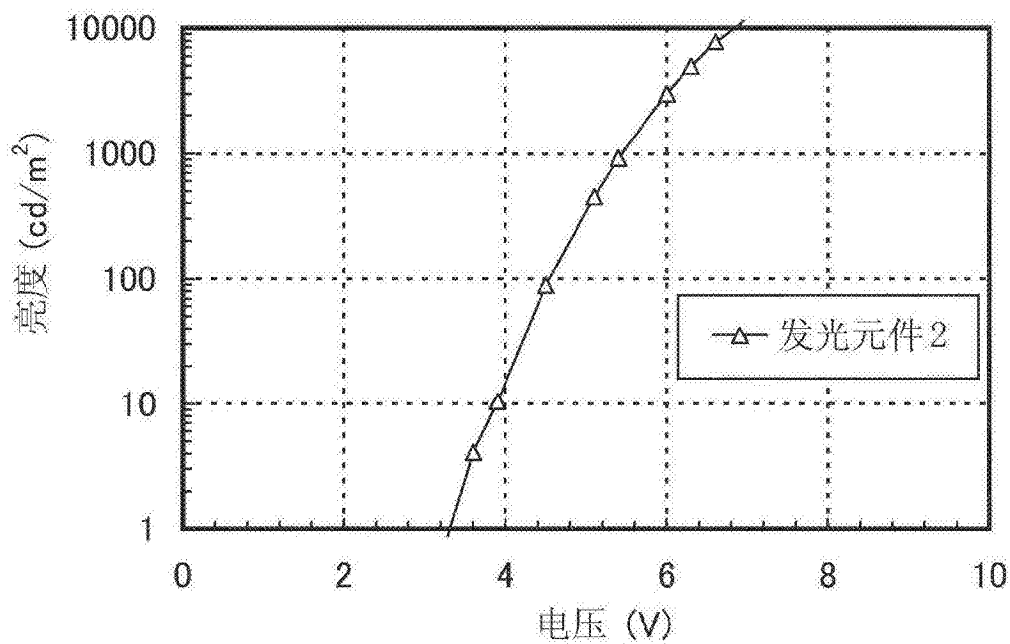


图22

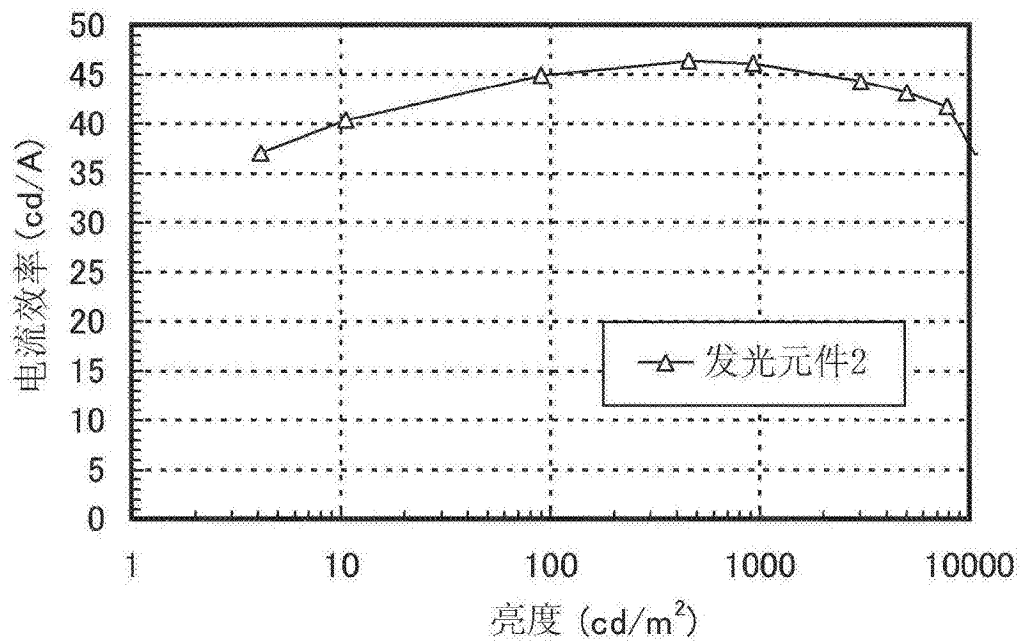


图23

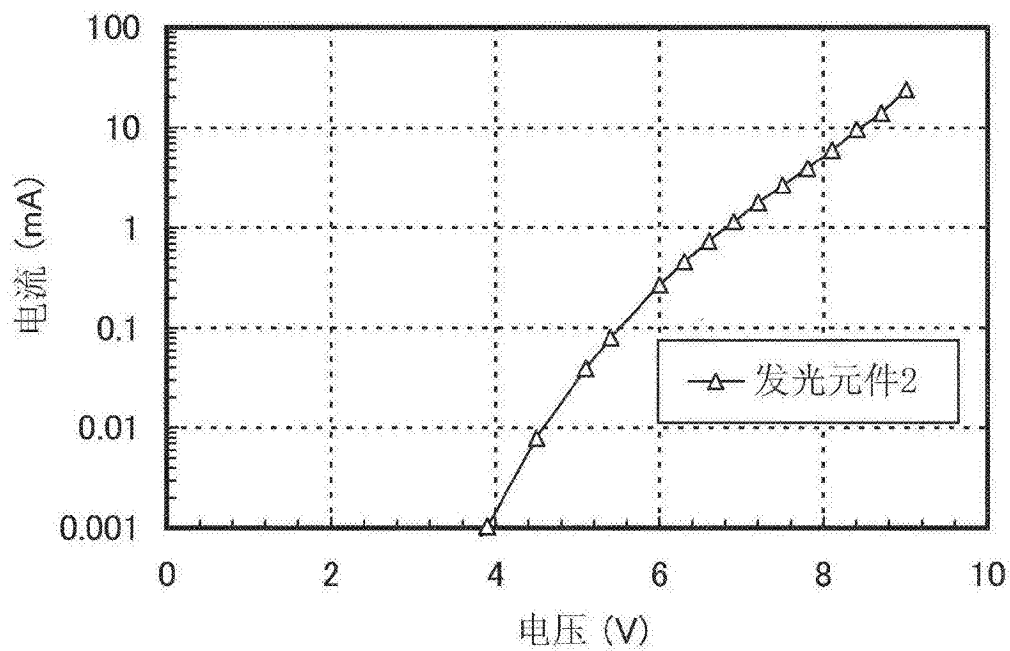


图24

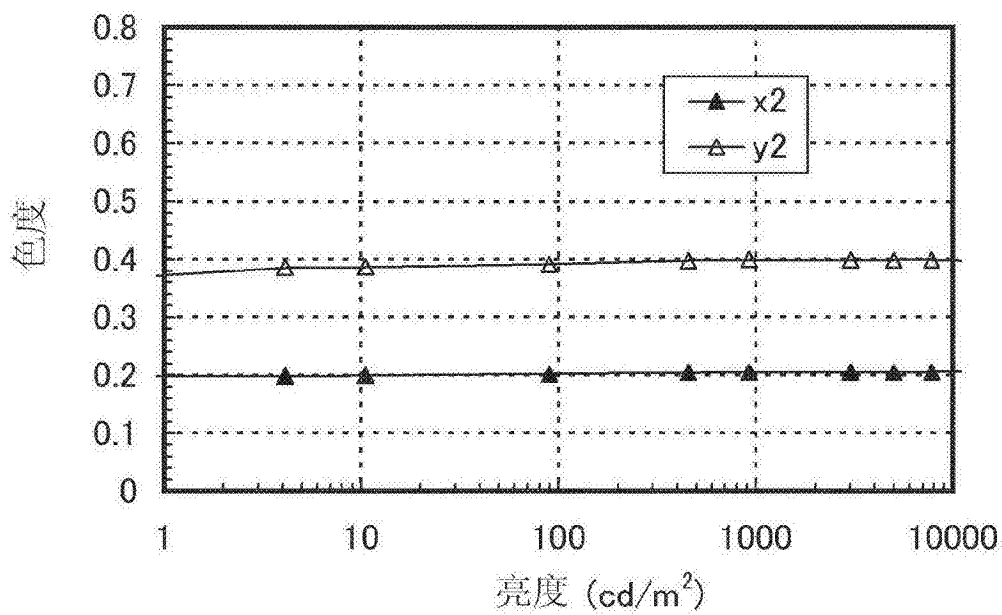


图25

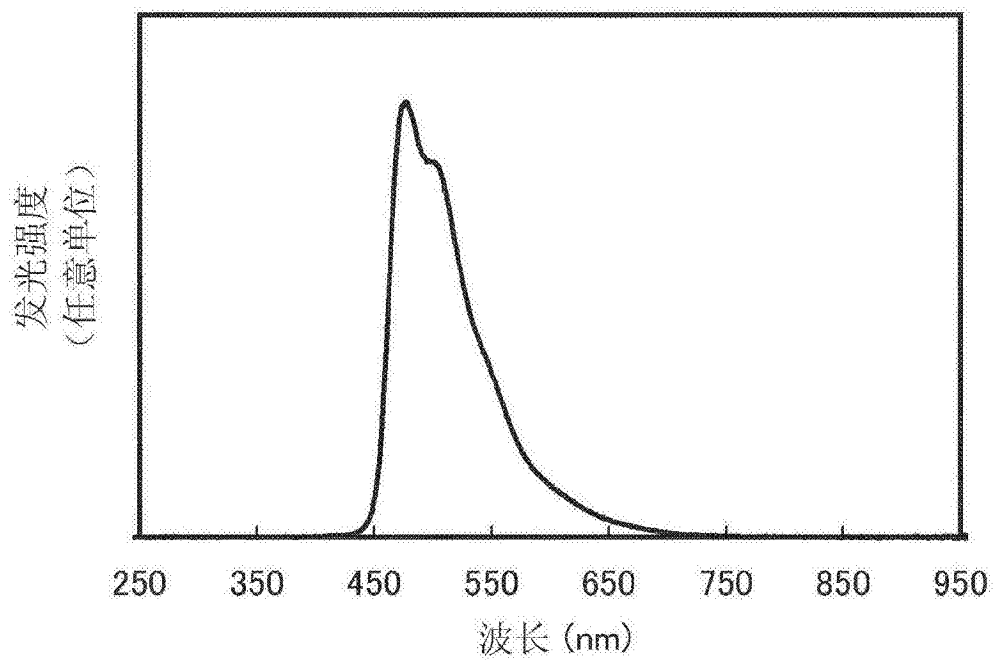


图26

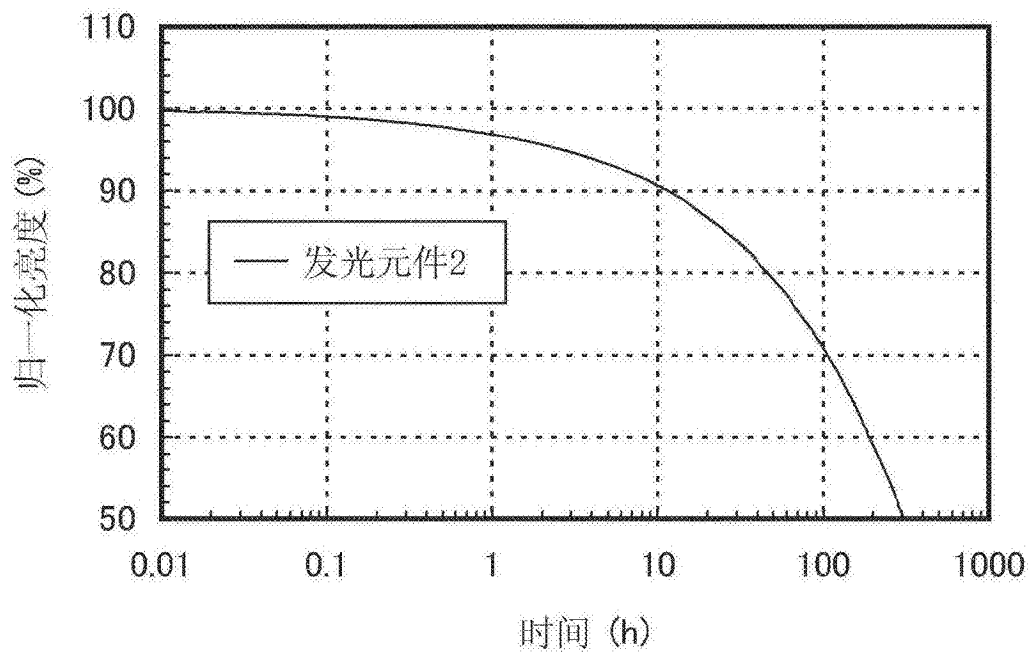


图27

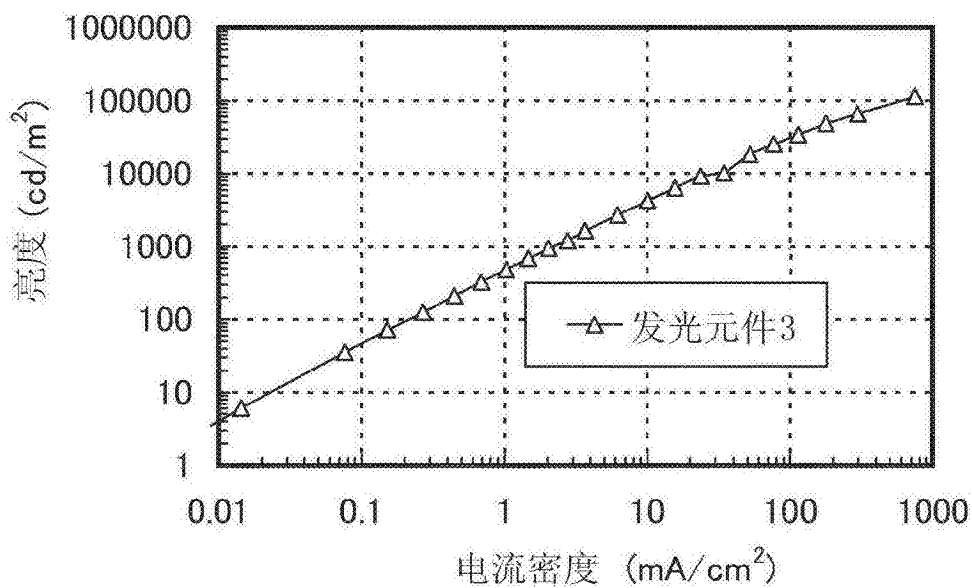


图28

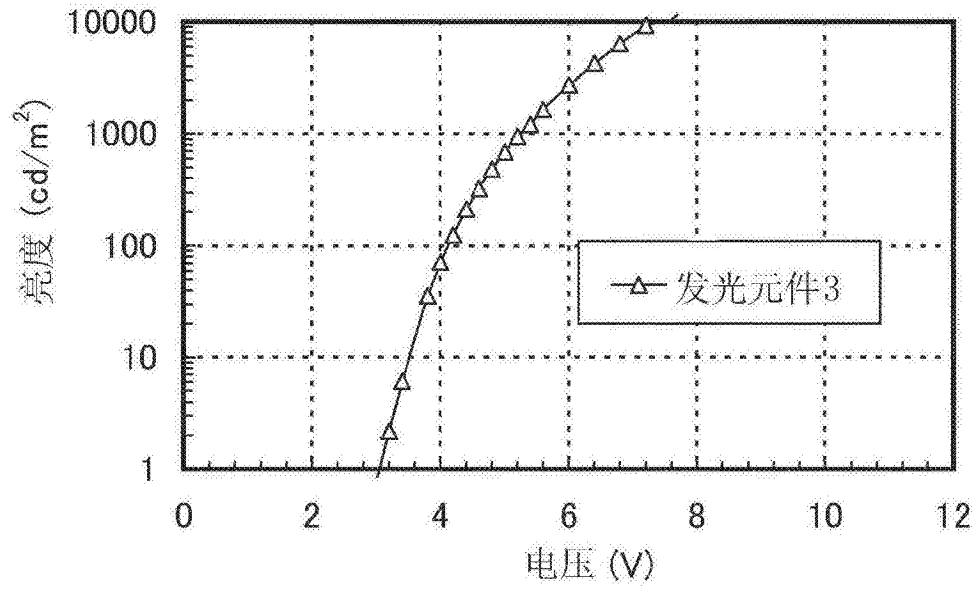


图29

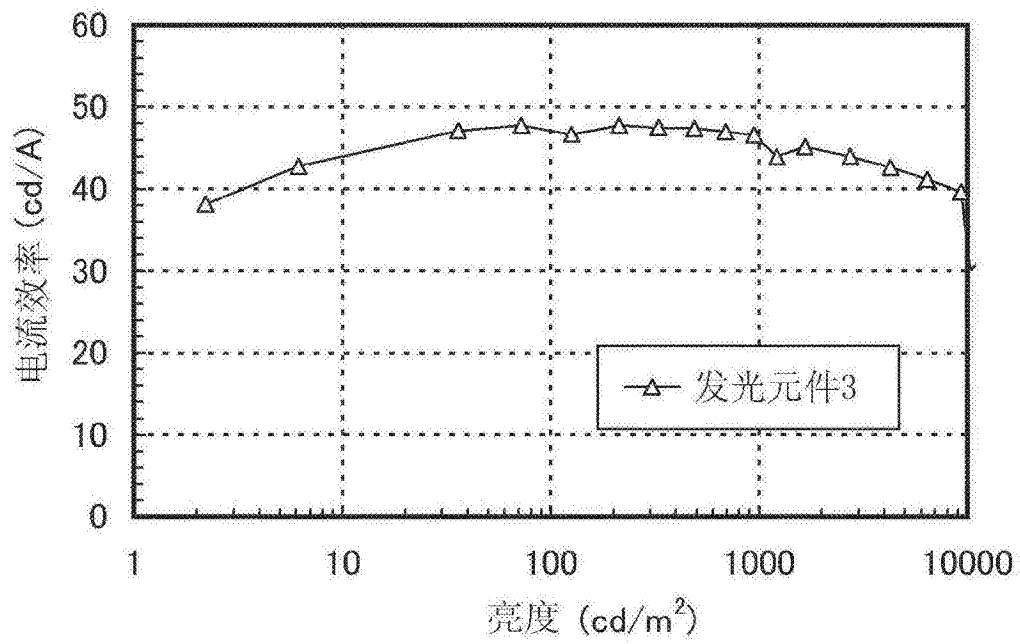


图30

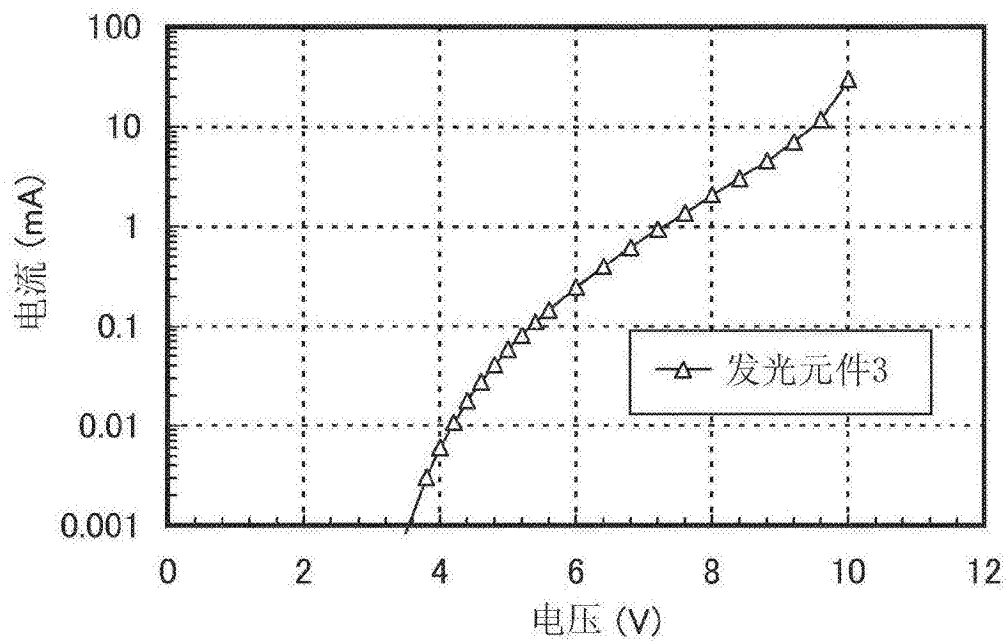


图31

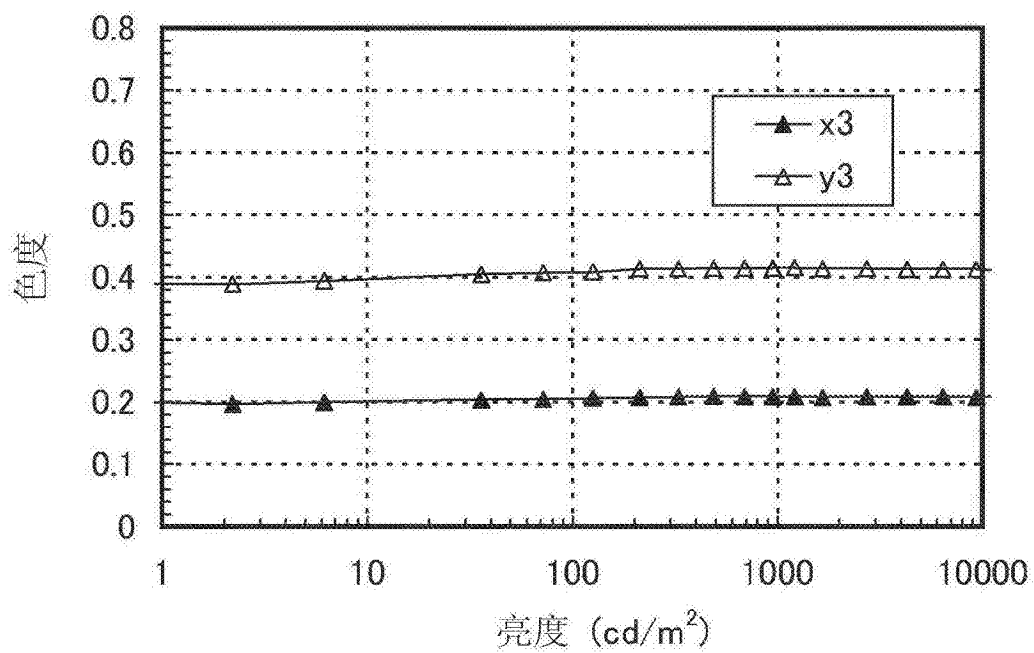


图32

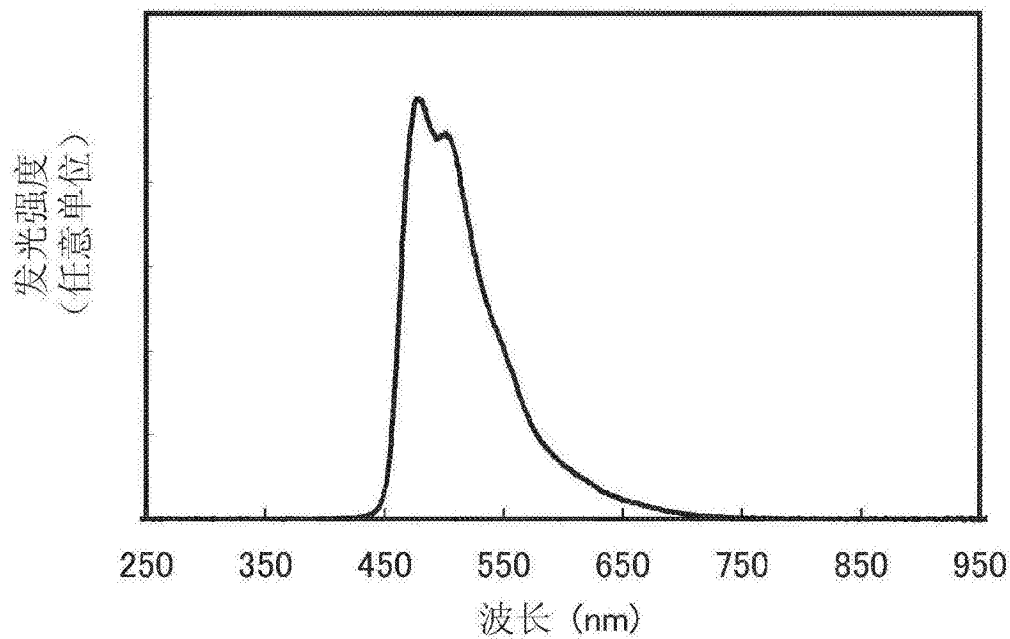


图33

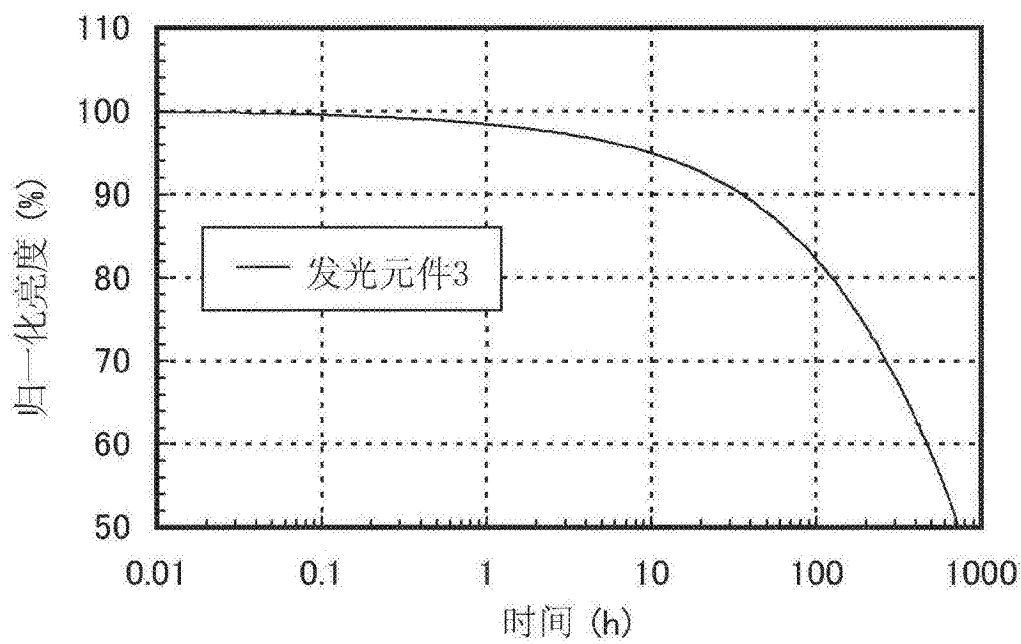


图34

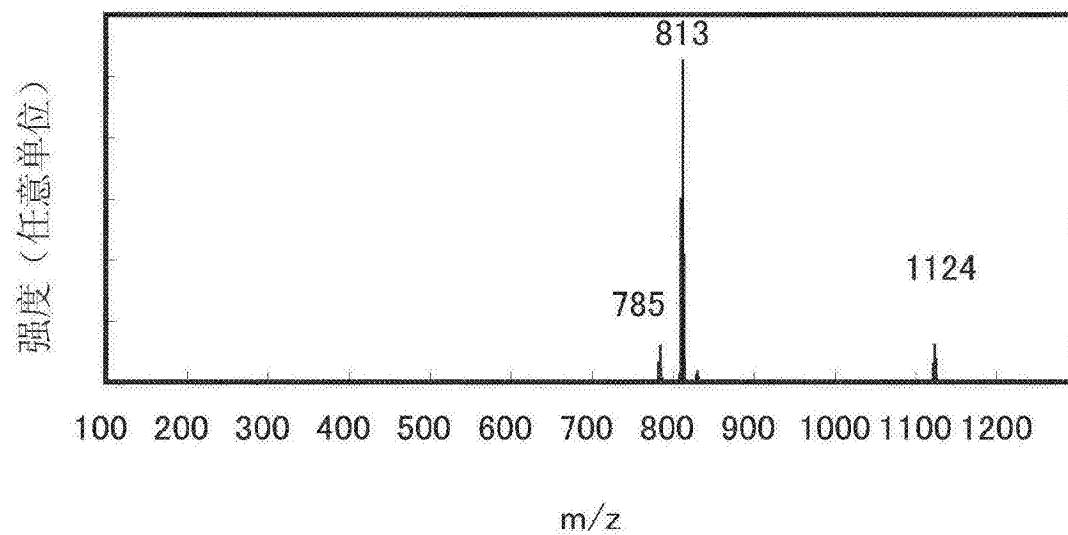


图35

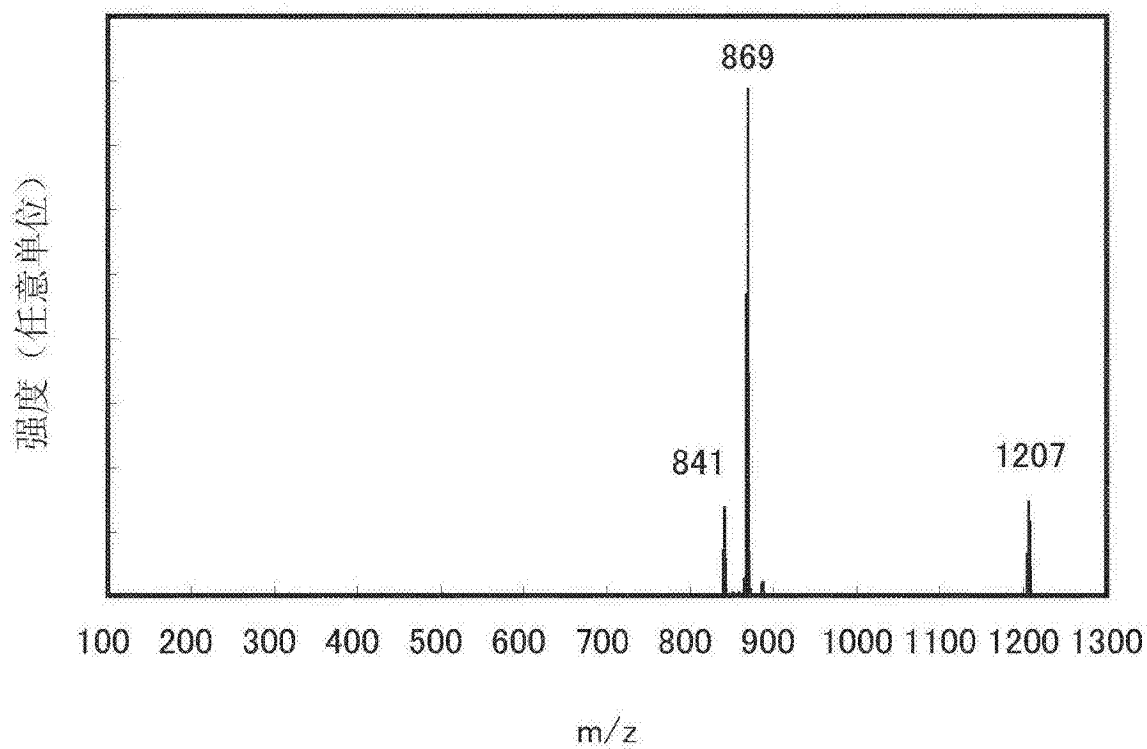


图36

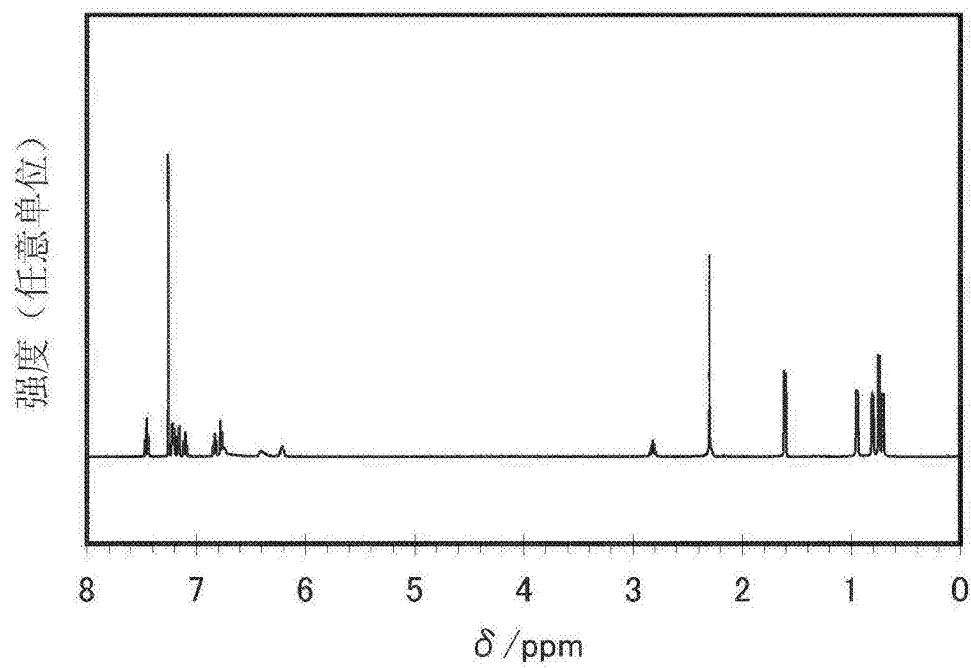


图37

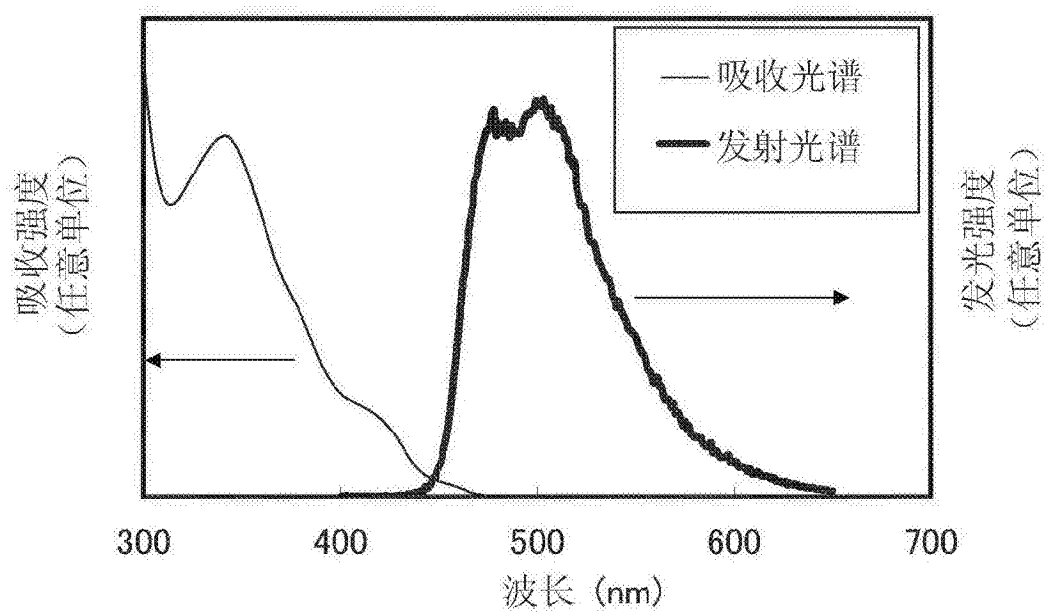


图38

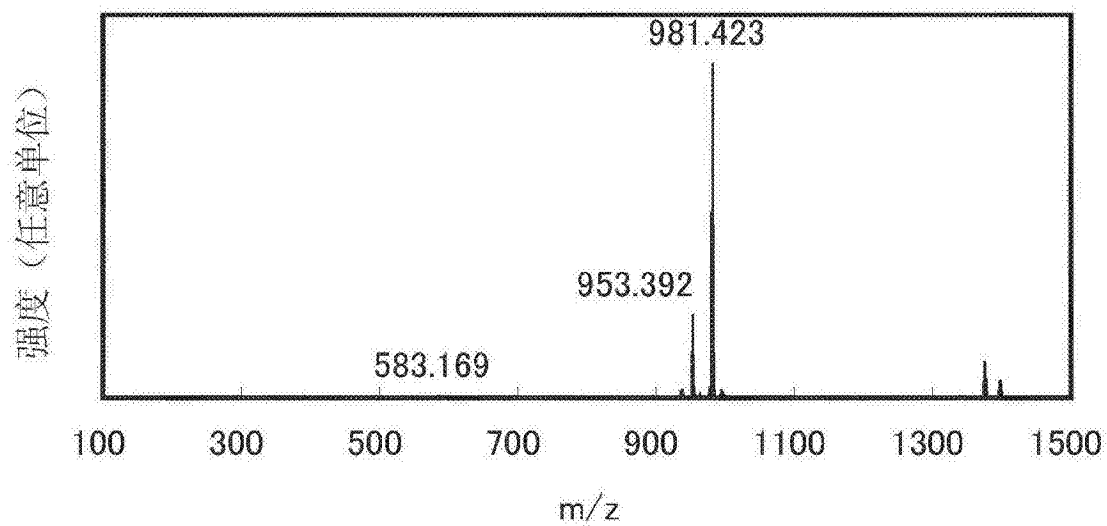


图39

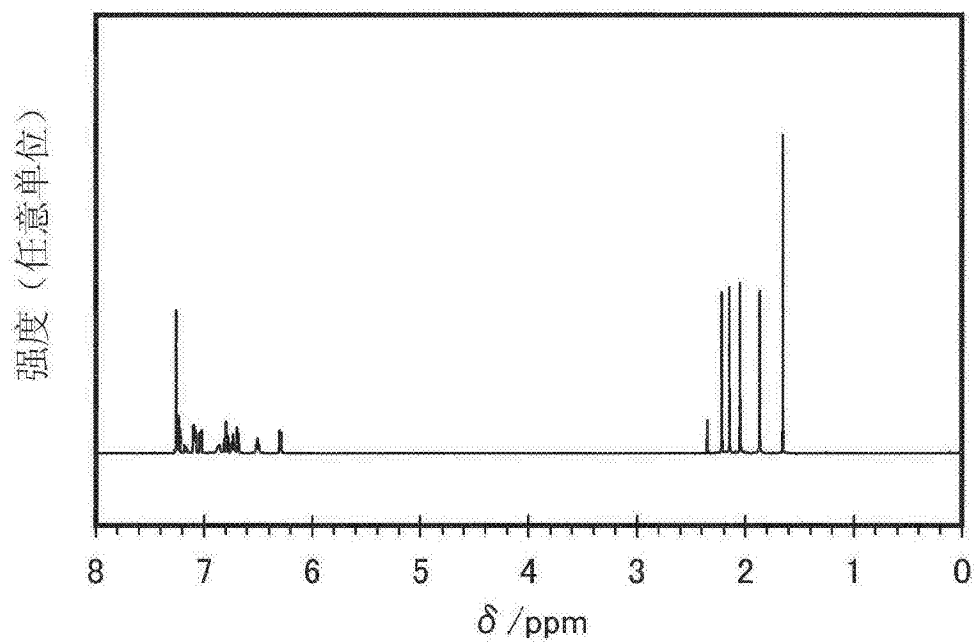


图40

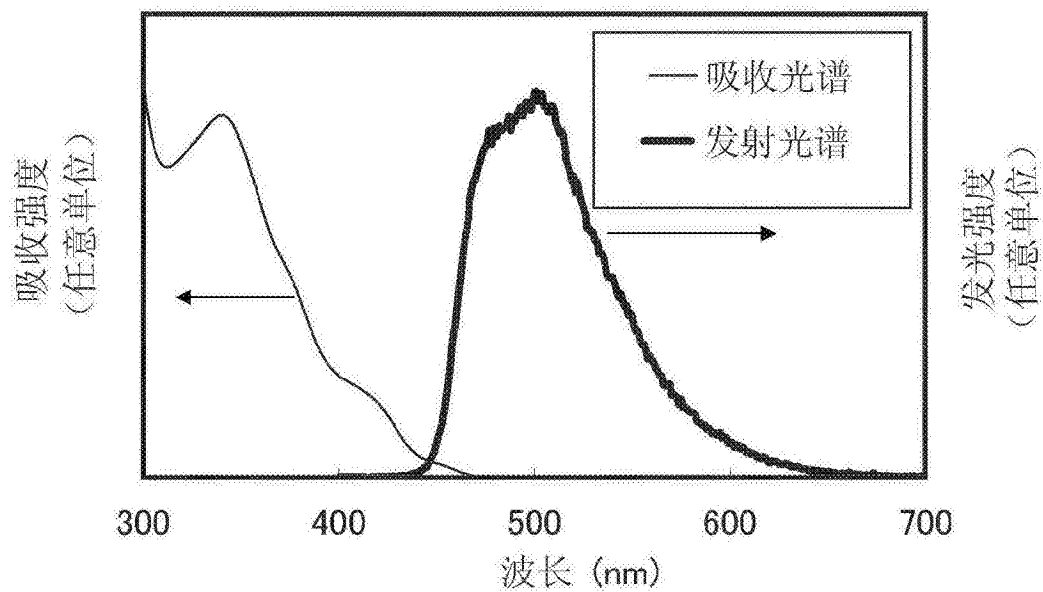


图41

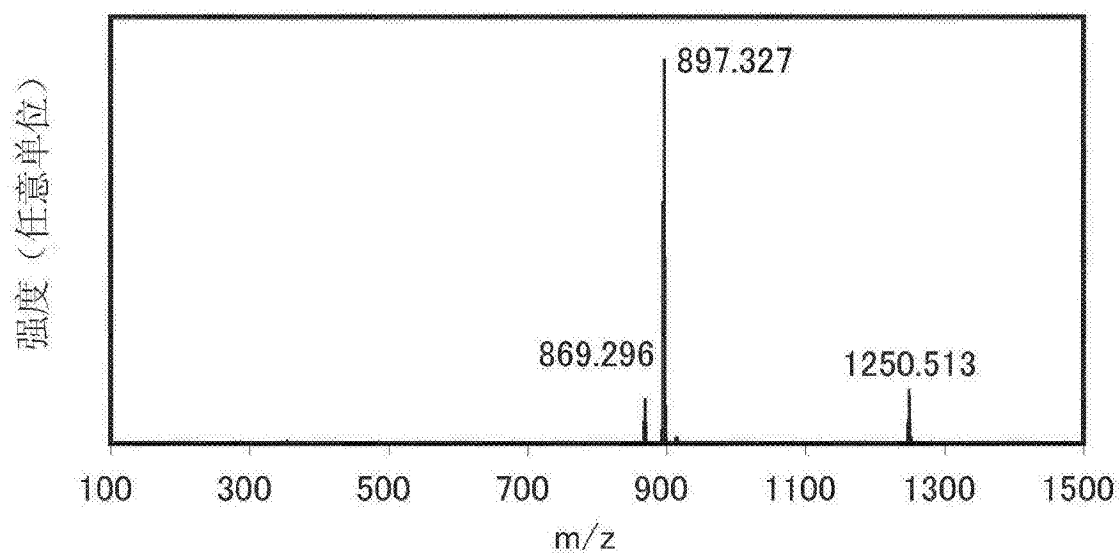


图42

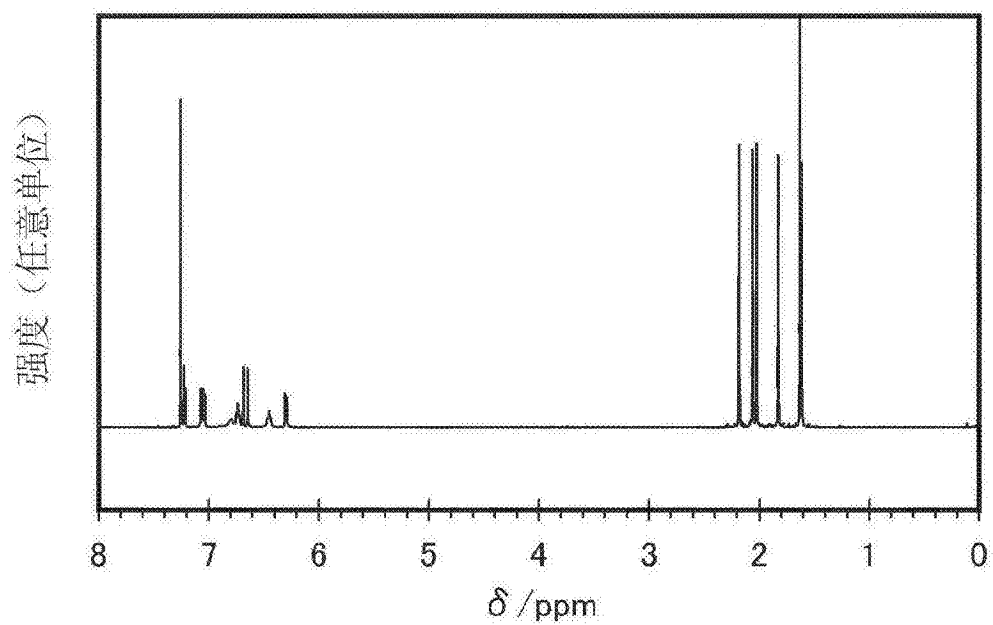


图43

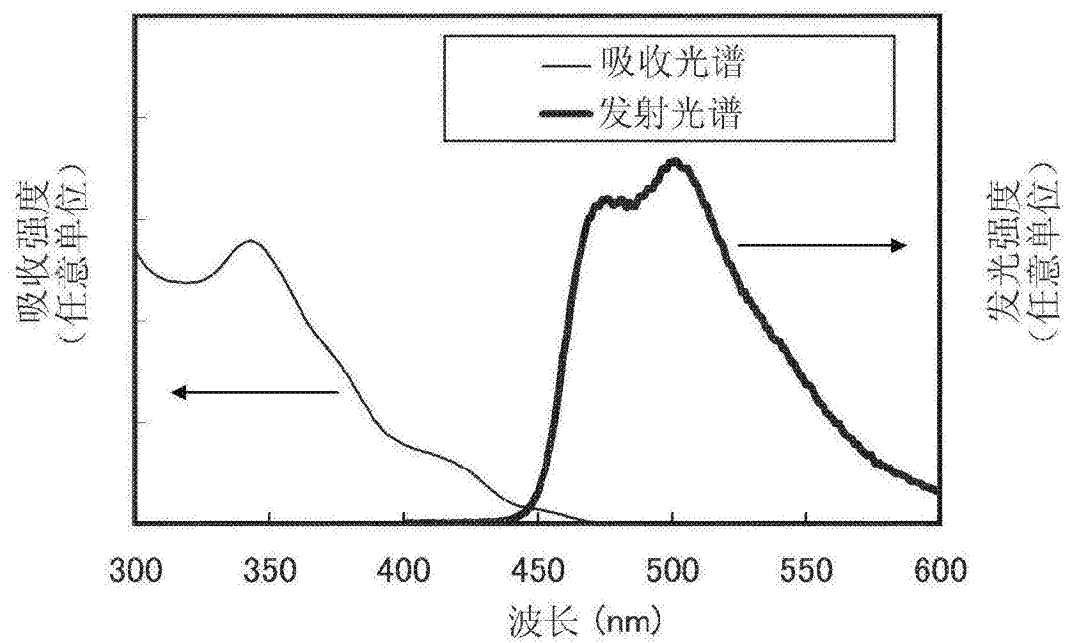


图44

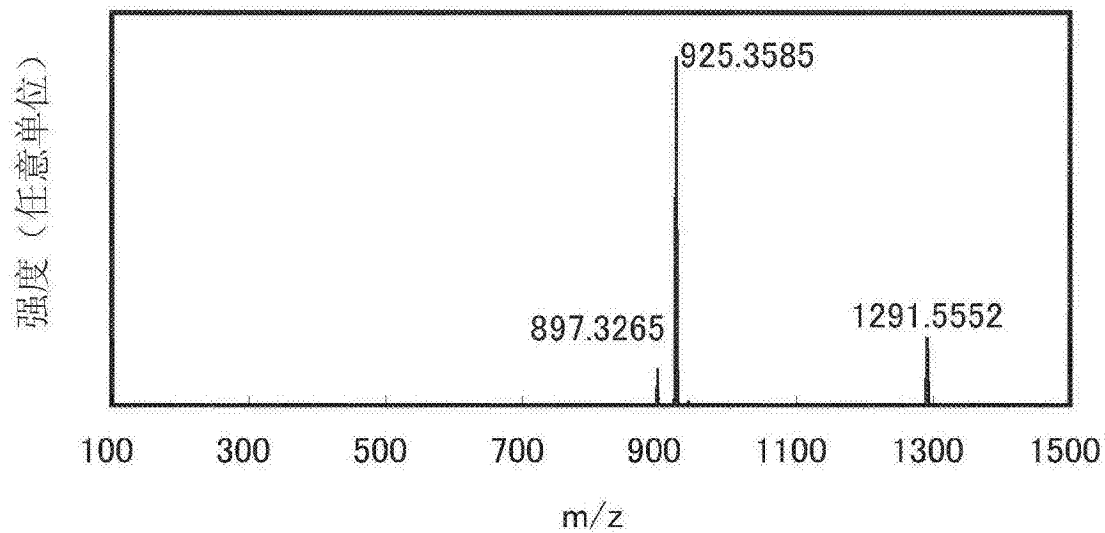


图45

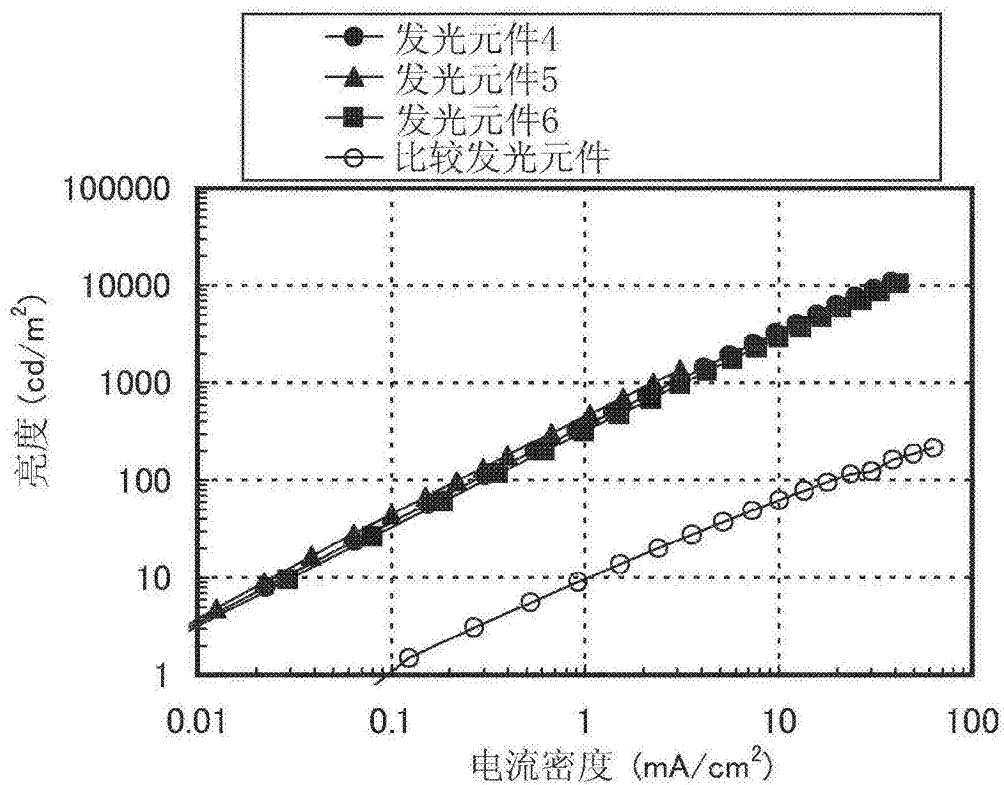


图46

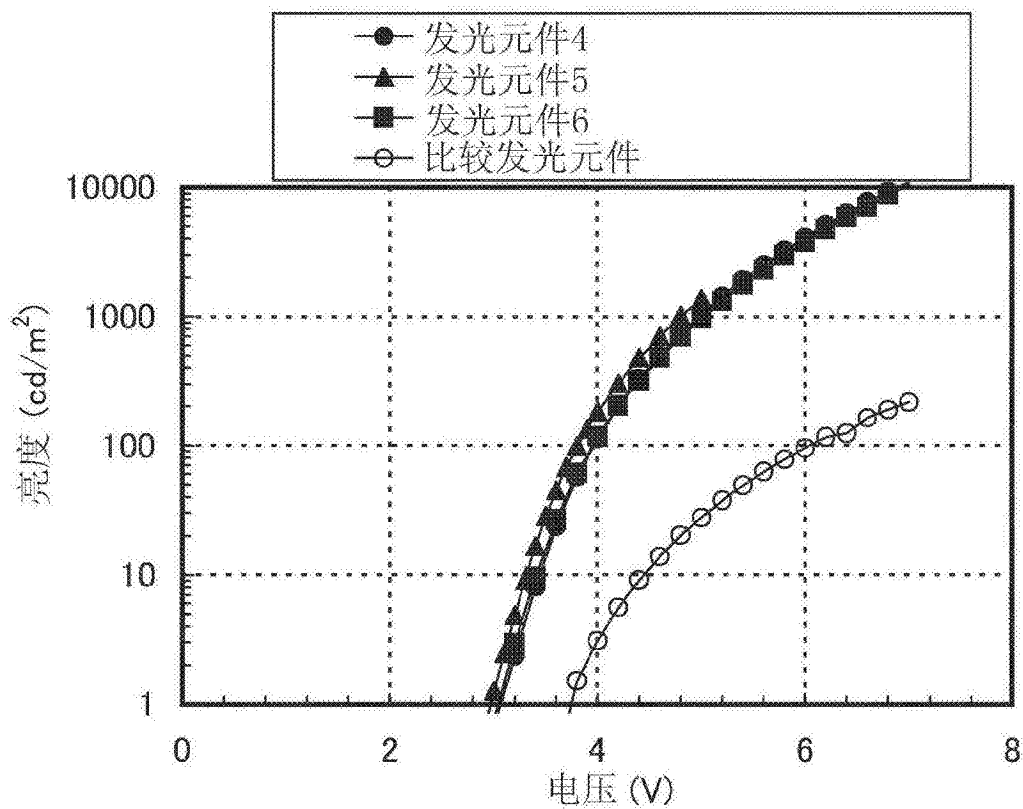


图47

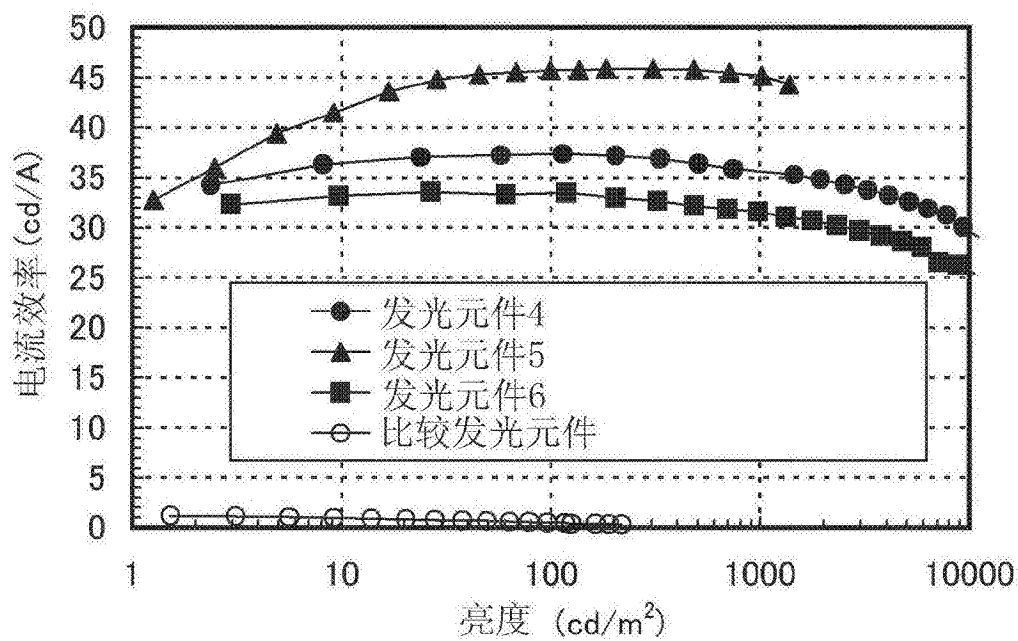


图48

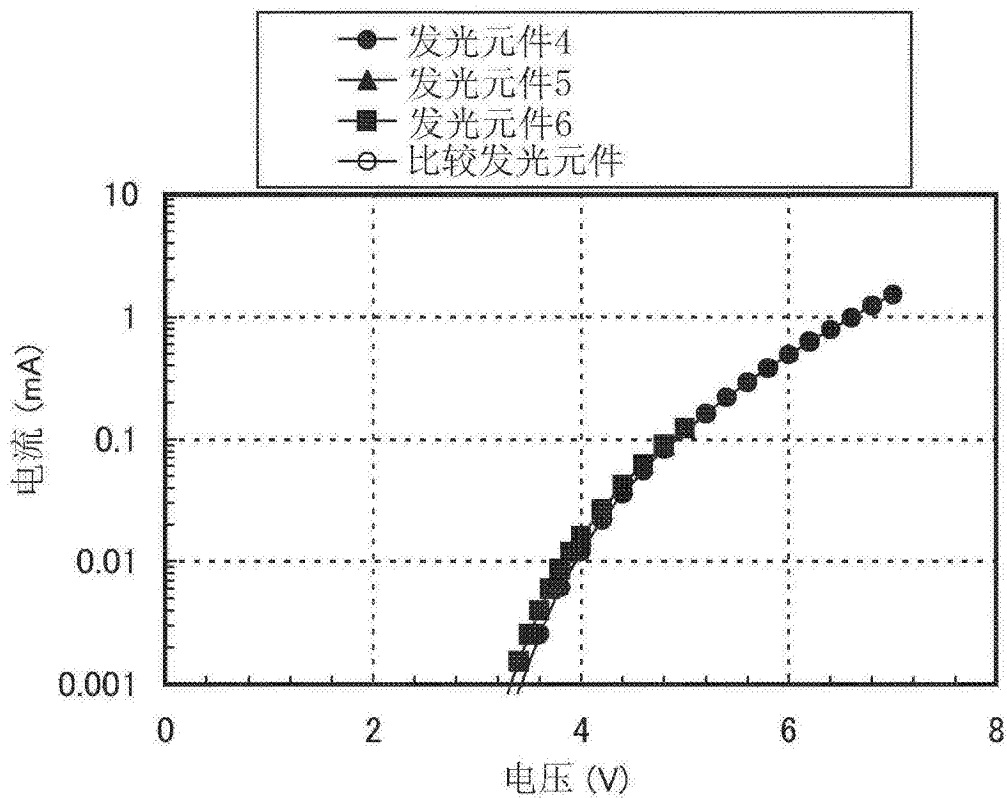


图49

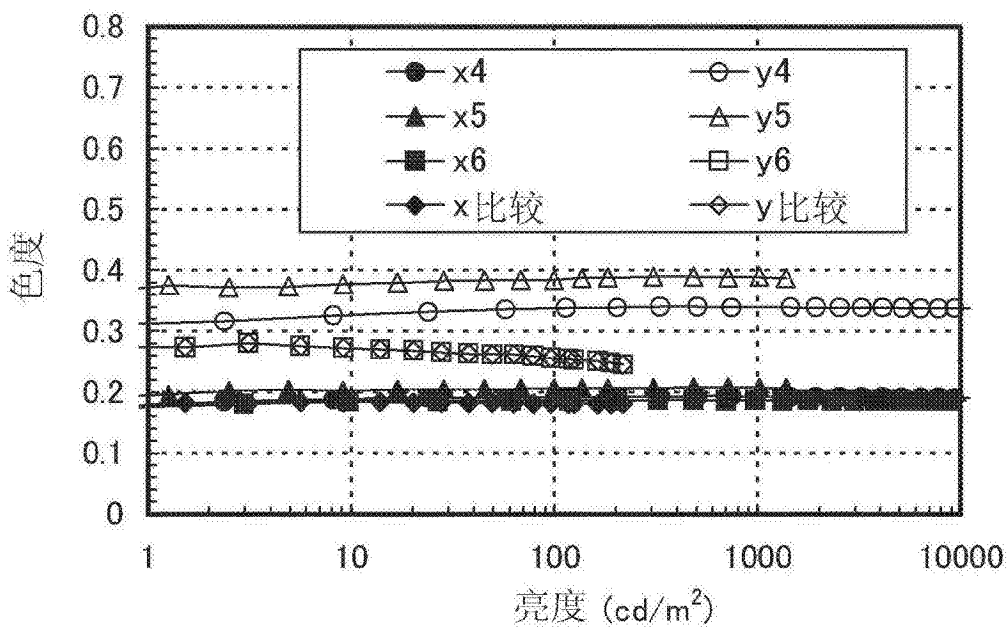


图50

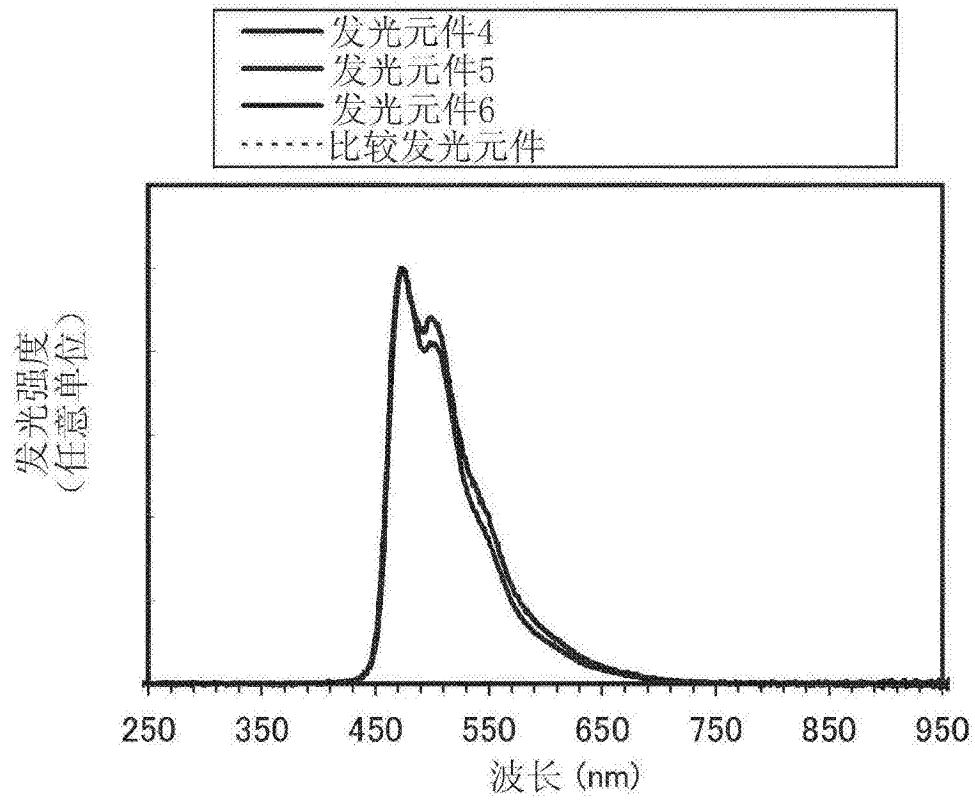


图51