

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-40728

(P2009-40728A)

(43) 公開日 平成21年2月26日(2009.2.26)

(51) Int.Cl.

C07F 15/00 (2006.01)
C09K 11/06 (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)

F 1

C07F 15/00
C07F 15/00
C09K 11/06
HO5B 33/14

テーマコード(参考)

3K107

4H050

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 24 頁)

(21) 出願番号

特願2007-208038 (P2007-208038)

(22) 出願日

平成19年8月9日 (2007.8.9)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

(74) 代理人 100096828

弁理士 渡辺 敏介

(74) 代理人 100110870

弁理士 山口 芳広

(72) 発明者 山田 直樹

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ

ヤノン株式会社内

(72) 発明者 豊 智宗

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ

ヤノン株式会社内

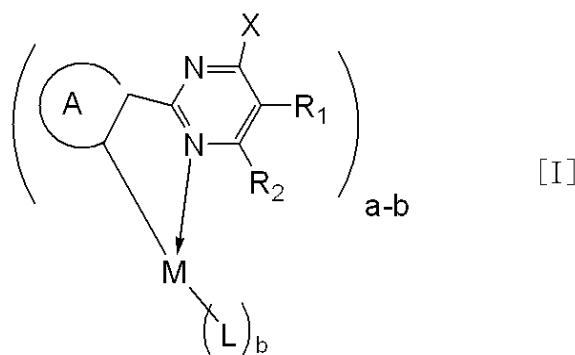
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】有機金属錯体及びこれを用いた有機発光素子

(57) 【要約】

【課題】新規な有機金属錯体、及び極めて高効率、高輝度で、かつ耐久性のある有機発光素子を提供する。

【解決手段】陽極と陰極と、該陽極と該陰極との間に挟持される有機化合物からなる層と、から構成され、該有機化合物を含む層に、下記一般式 [I] で示される有機金属錯体が少なくとも一種類含まれることを特徴とする、有機発光素子。



10

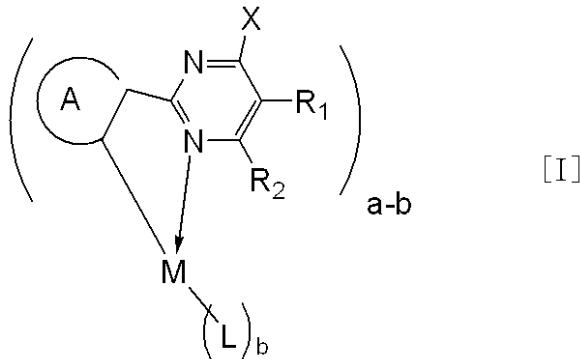
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 [I] で示されることを特徴とする、有機金属錯体。

【化 1】



10

20

30

40

50

(式 [I]において、Mは、イリジウム、白金又は金を表す。Aは、置換又は無置換のアリール基を表す。Xは、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基又はシアノ基を表す。R₁及びR₂は、それぞれ水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、アミノ基、シアノ基又はハロゲン原子を表わし、それぞれ同じであっても異なっていてもよい。またR₁及びR₂は、互いに結合し環を形成してもよい。Lは、置換基を有してもよいモノアニオン性二座配位子を表す。aは、1乃至3の整数を表し、bは、0乃至2の整数を表す。ただし、a > bである。bが2の場合、2個のLはそれぞれ同じであっても異なつてもよい。)

【請求項 2】

前記Mがイリジウム又は白金であることを特徴とする、請求項1に記載の有機金属錯体。

【請求項 3】

前記Aが置換又は無置換のフェニル基であることを特徴とする、請求項1又は2に記載の有機金属錯体。

【請求項 4】

前記Xが置換又は無置換のアルキル基であることを特徴とする、請求項1乃至4のいずれか一項に記載の有機金属錯体。

【請求項 5】

前記bが0であることを特徴とする、請求項1乃至3のいずれか一項に記載の有機金属錯体。

【請求項 6】

陽極と陰極と、

該陽極と該陰極との間に挟持される有機化合物からなる層と、から構成され、該有機化合物を含む層に、請求項1乃至5のいずれか一項に記載の有機金属錯体が少なくとも一種類含まれることを特徴とする、有機発光素子。

【請求項 7】

前記有機金属錯体が発光層に含まれることを特徴とする、請求項6に記載の有機発光素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、有機金属錯体及びこれを用いた有機発光素子に関する。

【背景技術】

【0002】

有機発光素子は、陽極と陰極との間に蛍光性有機化合物又は燐光性有機化合物を含む薄膜を挟持させてなる素子である。また、各電極からホール（正孔）及び電子を注入することにより、蛍光性化合物又は燐光性化合物の励起子が生成され、この励起子が基底状態に戻る際に、有機発光素子は光を放射する。

【0003】

有機発光素子における最近の進歩は著しく、その特徴として、低印加電圧で高輝度、発光波長の多様性、高速応答性、発光デバイスの薄型・軽量化が可能であることが挙げられる。このことから、有機発光素子は広汎な用途への可能性を示唆している。

10

【0004】

しかしながら、現状では更なる高輝度の光出力あるいは高変換効率が必要である。また、長時間の使用による経時変化や酸素を含む雰囲気気体や湿気等による劣化等の耐久性の面で未だ多くの問題がある。

【0005】

さらにはフルカラーディスプレイ等への応用を考える場合に、色純度のよい青、緑、赤の発光が必要となる。しかし、これらの問題に関してもまだ十分に解決されたとは言えない。

【0006】

これらの問題を解決する方法として、フェニルピリミジン配位子を有する有機金属錯体を有機発光素子の構成材料とすることが提案されている。フェニルピリミジン配位子を有する有機金属錯体及びこの有機金属錯体を含む有機発光素子の例として、特許文献1、特許文献2等が挙げられている。しかし、特許文献1及び特許文献2で開示されている有機発光素子は、発光効率が低く、耐久寿命が十分ではない。

20

【0007】

【特許文献1】国際特許02/02714号パンフレット

【特許文献2】特開2005-220136号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

30

本発明の目的は、新規な有機金属錯体を提供することにある。また本発明の他の目的は、極めて高効率、高輝度で、かつ耐久性のある有機発光素子を提供することにある。さらに本発明の他の目的は製造が容易でかつ比較的安価に作成可能な有機発光素子を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

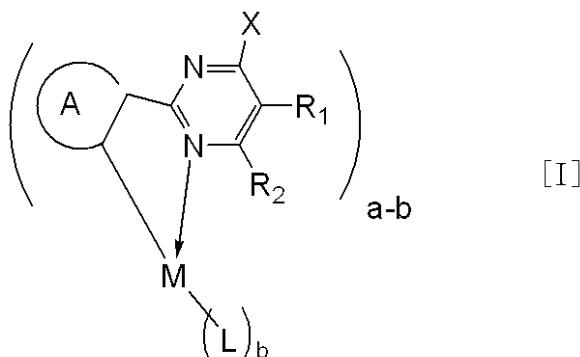
【0009】

本発明の有機金属錯体は、下記一般式[I]で示されることを特徴とする。

【0010】

【化1】

40



(式[I]において、Mは、イリジウム、白金又は金を表す。Aは、置換又は無置換のア

50

リール基を表す。Xは、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基又はシアノ基を表す。R₁及びR₂は、それぞれ水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、アミノ基、シアノ基又はハロゲン原子を表わし、それぞれ同じであっても異なっていてもよい。またR₁及びR₂は、互いに結合し環を形成してもよい。Lは、置換基を有してもよいモノアニオン性二座配位子を表す。aは、1乃至3の整数を表し、bは、0乃至2の整数を表す。ただし、a > bである。bが2の場合、2個のLはそれぞれ同じであっても異なってもよい。)

10

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、新規な有機金属錯体を提供することができる。また本発明によれば、極めて高効率、高輝度で、かつ耐久性のある有機発光素子を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

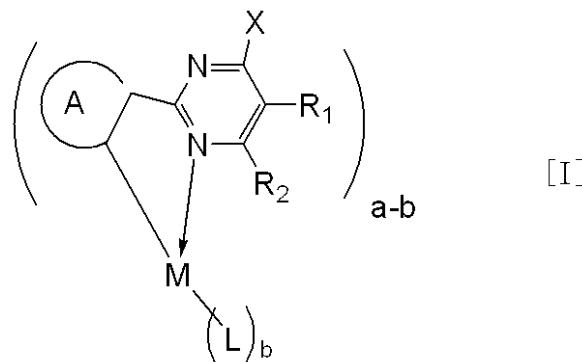
【0012】

まず本発明の有機金属錯体について説明する。本発明の有機金属錯体は、下記一般式[I]で示されることを特徴とする。

【0013】

20

【化2】



30

式[I]において、Mは、イリジウム、白金又は金を表す。好ましくは、イリジウム又は白金である。

【0014】

式[I]において、Aは、置換又は無置換のアリール基を表す。

【0015】

Aで表されるアリール基として、フェニル基、ナフチル基、ペンタレニル基、インデニル基、アズレニル基、アントリル基、ピレニル基、インダセニル基、アセナフテニル基、フェナントリル基、フェナレニル基、フルオランテニル基、アセフェナントリル基、アセアントリル基、トリフェニレニル基、クリセニル基、ナフタセニル基、ペリレニル基、ベンタセニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、フルオレニル基等が挙げられる。好ましくはフェニル基である。

40

【0016】

Aで表されるアリール基が有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基、ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基、メトキシル基、エトキシル基、プロポキシル基等のアルコキシル基、フェニル基、ビフェニル基等のアリール基、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基等の複素環基、フェノキシル基等のアリールオキシル基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジベンジルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、ジアニソリルアミノ基等のアミノ基、シアノ基等が挙げられる。

【0017】

50

式 [I]において、Xは、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基又はシアノ基を表す。好ましくは、置換あるいは無置換のアルキルである。

【0018】

Xで表されるアルキル基として、メチル基、エチル基、ノルマルプロピル基、イソプロピル基、ノルマルブチル基、ターシャリブチル基、セカンダリブチル基、オクチル基、1-アダマンチル基、2-アダマンチル基等が挙げられる。

【0019】

Xで表されるアラルキル基として、ベンジル基、フェネチル基等が挙げられる。

10

【0020】

Xで表されるアルコキシ基として、メトキシル基、エトキシル基、プロポキシル基等が挙げられる。

【0021】

Xで表されるアリール基として、フェニル基、ナフチル基、ペントアレニル基、インデニル基、アズレニル基、アントリル基、ピレニル基、インダセニル基、アセナフテニル基、フェナントリル基、フェナレニル基、フルオランテニル基、アセフェナントリル基、アセアントリル基、トリフェニレニル基、クリセニル基、ナフタセニル基、ペリレニル基、ペントセニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、フルオレニル基等が挙げられる。

20

【0022】

Xで表される複素環基として、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基、チアゾリル基、チアジアゾリル基、ターチエニル基、カルバゾリル基、アクリジニル基、フェナントロリル基等が挙げられる。

【0023】

Xで表されるアリールオキシ基として、フェノキシ基等が挙げられる。

【0024】

上記アルキル基、アラルキル基、アルコキシ基、アリール基、複素環基及びアリールオキシ基が有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基、ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基、メトキシル基、エトキシル基、プロポキシル基等のアルコキシル基、フェニル基、ビフェニル基等のアリール基、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基等の複素環基、フェノキシル基等のアリールオキシル基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジベンジルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、ジアニソリルアミノ基等のアミノ基、シアノ基等が挙げられる。

30

【0025】

式 [I]において、R₁及びR₂は、それぞれ水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、アミノ基、シアノ基又はハロゲン原子を表わす。

【0026】

R₁及びR₂で表されるアルキル基として、メチル基、エチル基、ノルマルプロピル基、イソプロピル基、ノルマルブチル基、ターシャリブチル基、セカンダリブチル基、オクチル基、1-アダマンチル基、2-アダマンチル基等が挙げられる。

40

【0027】

R₁及びR₂で表されるアラルキル基として、ベンジル基、フェネチル基等が挙げられる。

【0028】

R₁及びR₂で表されるアルコキシ基として、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等が挙げられる。

【0029】

R₁及びR₂で表されるアリール基として、フェニル基、ナフチル基、ペントアレニル基、

50

インデニル基、アズレニル基、アントリル基、ピレニル基、インダセニル基、アセナフテニル基、フェナントリル基、フェナレニル基、フルオランテニル基、アセフェナントリル基、アセアントリル基、トリフェニレニル基、クリセニル基、ナフタセニル基、ペリレニル基、ペンタセニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、フルオレニル基等が挙げられる。

【0030】

R_1 及び R_2 で表される複素環基として、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基、チアゾリル基、チアジアゾリル基、ターチエニル基、カルバゾリル基、アクリジニル基、フェナントロリル基等が挙げられる。

【0031】

R_1 及び R_2 で表されるアリールオキシ基として、フェノキシ基等が挙げられる。

【0032】

R_1 及び R_2 で表されるアミノ基として、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジベンジルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、ジアニソリルアミノ基等が挙げられる。

【0033】

R_1 及び R_2 で表されるハロゲン原子として、臭素原子、塩素原子、沃素原子等が挙げられる。

【0034】

上記アルキル基、アラルキル基、アルコキシ基、アリール基、複素環基及びアリールオキシ基が有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、プロピル基等のアルキル基、ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基、メトキシル基、エトキシル基、プロポキシル基等のアルコキシル基、フェニル基、ビフェニル基等のアリール基、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基等の複素環基、フェノキシル基等のアリールオキシル基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジベンジルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、ジアニソリルアミノ基等のアミノ基、シアノ基等が挙げられる。

【0035】

R_1 及び R_2 はそれぞれ同じであっても異なっていてもよい。また R_1 及び R_2 は、互いに結合してベンゼン環等の環を形成していてもよい。

【0036】

式[I]において、Lは、置換基を有してもよいモノアニオン性二座配位子を表す。

【0037】

Lで表される置換基を有してもよいモノアニオン性二座配位子の具体例として、アセチルアセトナト、ピコリン酸、サリチルアニリド、キノリンカルボン酸エステル、8-ヒドロキシキノリナート、L-プロリン、1,5-ジメチル-3-ピラゾールカルボン酸エステル、テトラメチルヘプタンジオネート、1-(2-ヒドロキシフェニル)ピラゾレート、フェニルピラゾール、フェニルピリジン、フェニルイソキノリン、メトキシフェニルイソキノリン、ジヒドロアザフェナントレン、テトラメチルジヒドロアザフェナントレン、ベンゾチエニルイソキノリン等が挙げられる。

【0038】

式[I]において、aは、1乃至3の整数を表す。

【0039】

式[I]において、bは、0乃至2の整数を表す。好ましくは、0である。ただし、a>bである。bが2の場合、2個のLはそれぞれ同じであっても異なってもよい。

【0040】

本発明の有機金属錯体は、フェニルピリミジン骨格を主骨格とするものである。また本発明の有機発光素子は、ピリミジン骨格に有する2個の窒素原子のうち金属と配位結合を形成しない窒素原子(配位フリー窒素)が、隣接する炭素原子に結合している立体障害の大きい置換基によって保護されていることを特徴とする。

【0041】

10

20

30

40

50

この構造的特徴により、酸素等による配位フリー窒素の酸化や、配位フリー窒素と金属との配位結合の形成を抑えることができる。また、目的とする有機金属錯体を収率よく得ることができると共に、異性体の生成も抑制できる。さらに、錯体自体の熱安定性が向上すると共に、有機発光素子の構成材料としたときに素子の寿命が向上する。

【0042】

ここで立体障害の大きい置換基としては、式 [I] 中の X で表される置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基又は置換あるいは無置換のアリールオキシ基である。好ましくは、置換あるいは無置換のアルキル基である。

10

【0043】

またこの立体障害の大きい置換基は、好ましくは、ピリミジン骨格に置換する置換基である式 [I] 中の R₂ より大きい。こうすることにより異性体生成の抑制効果が大きくなる。ただし、例えば特許文献 1 にて開示されるハロゲン原子又はハロゲン原子を含む置換基は、この立体障害の大きい置換基に含まれない。なぜなら錯体自体が不安定になると共に、燐光発光の遷移過程が - * 遷移になることにより、有機発光素子の構成材料としたときに素子の発光効率が低くなるためである。

【0044】

また本発明の有機金属錯体は、ピリミジン骨格を有する配位子を含んでいるため電子注入性を兼ね備えている。従って、有機発光素子の構成材料として使用した場合、素子の駆動電圧を低下させることができる。さらにこのピリミジン骨格を有する配位子において、ピリミジン骨格に置換基を導入することで、錯体自体の電子注入性を調節することができる。このため、ホールや電子のキャリア注入のバランスを考慮した、分子設計が可能となる。一方、ピリミジン基に置換基を導入することで青色、緑色、赤色としての発光材料の分子設計が可能である。

20

【0045】

ところで本発明の有機金属錯体は、式 [I] 中の A がアリール基であることを特徴とする。一方、A が、例えば特許文献 2 にて開示される複素環基である場合は、錯体自体が不安定になるので好ましくない。

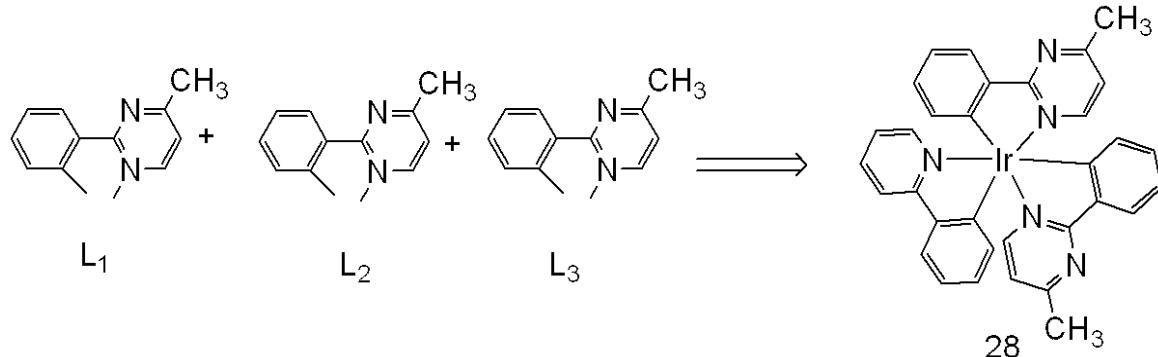
30

【0046】

次に、本発明の有機金属錯体の具体例を以下に示す。ここで、本発明の有機金属錯体は、下記に示されるように 3 つの配位子 L₁, L₂ 及び L₃ 並びに中心金属（例えば、下記に示される Ir）からなるものである。

【0047】

【化 3】



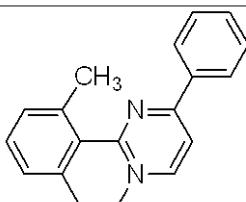
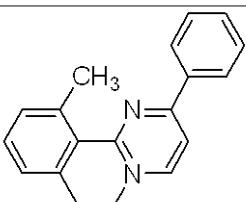
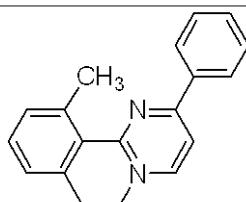
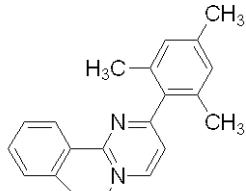
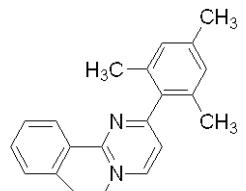
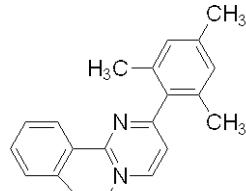
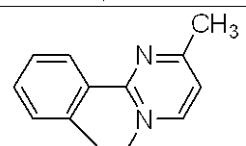
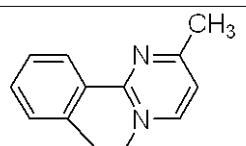
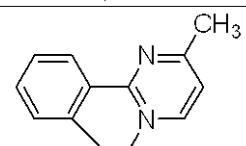
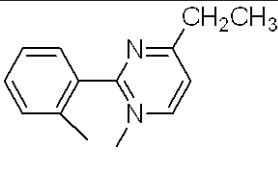
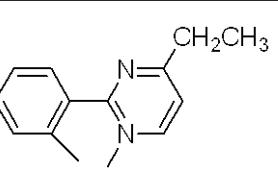
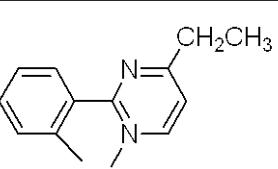
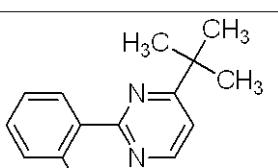
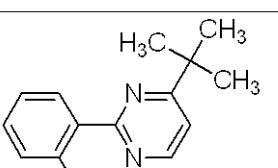
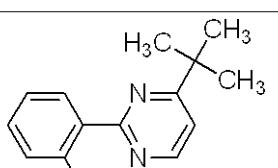
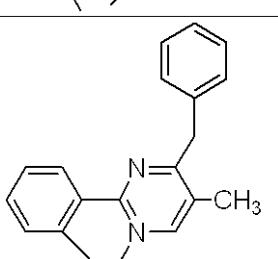
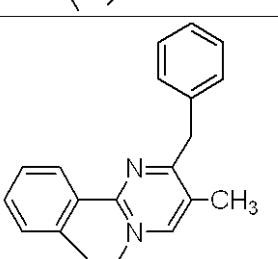
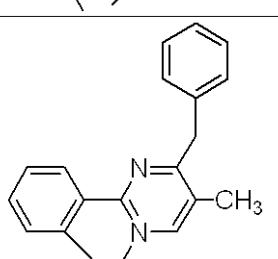
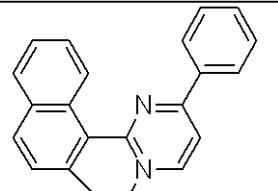
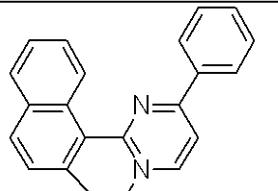
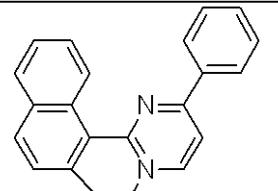
40

【0048】

そこで、各具体例について、L₁, L₂, L₃ 及び中心金属にそれぞれ分けて下記の表にて示す。しかし、本発明はこれらに限られるものではない。

【0049】

【表1】

No.	中心 金属	L ₁	L ₂	L ₃
1	Ir			
2	Ir			
3	Ir			
4	Ir			
5	Ir			
6	Ir			
7	Ir			

10

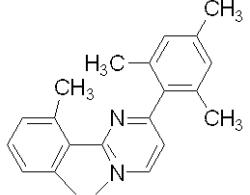
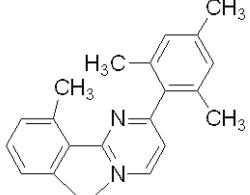
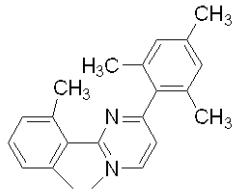
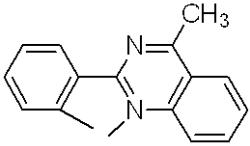
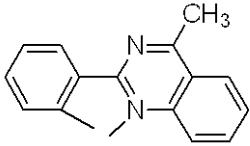
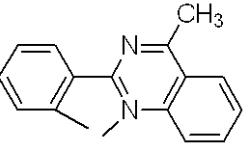
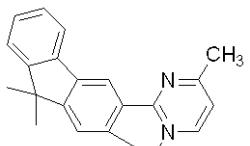
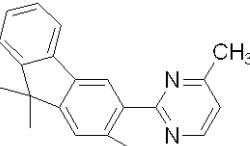
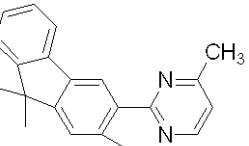
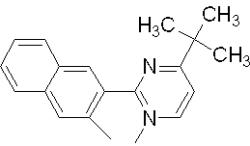
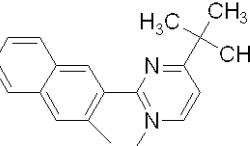
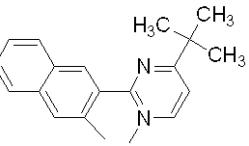
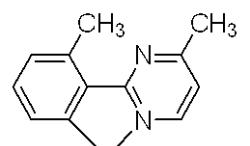
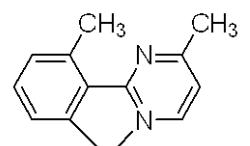
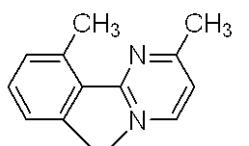
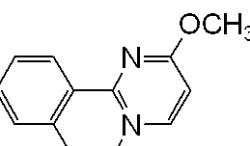
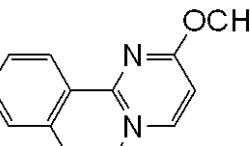
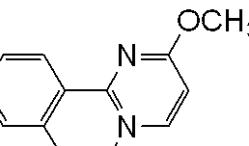
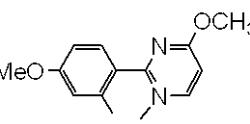
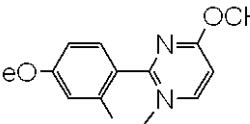
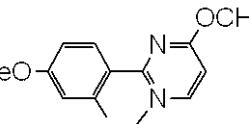
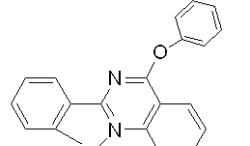
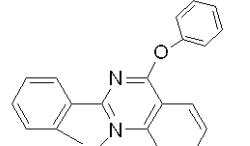
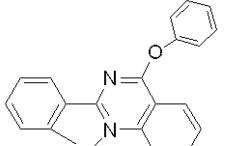
20

30

40

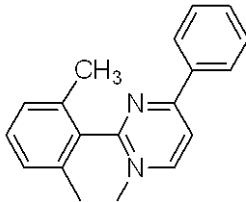
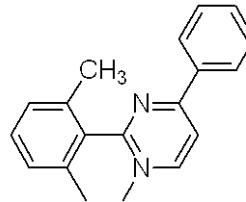
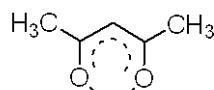
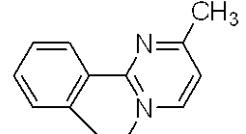
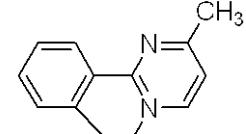
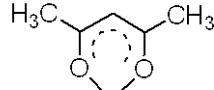
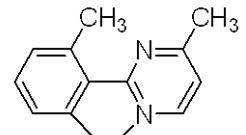
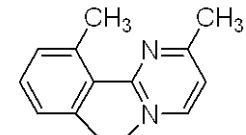
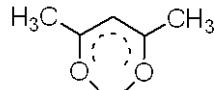
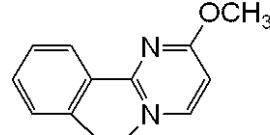
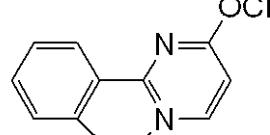
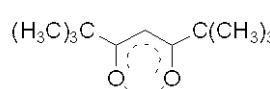
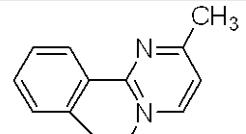
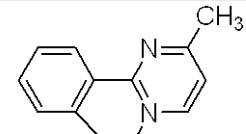
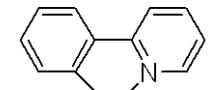
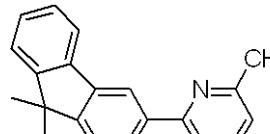
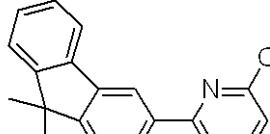
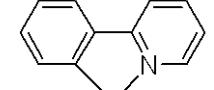
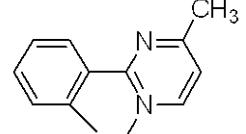
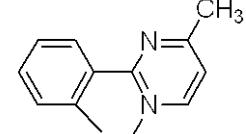
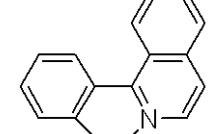
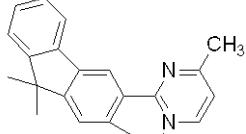
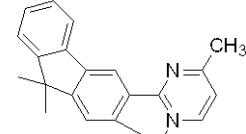
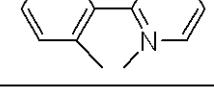
【0 0 5 0】

【表2】

No.	中心 金属	L ₁	L ₂	L ₃	
8	Ir				
9	Ir				10
10	Ir				
11	Ir				20
12	Ir				
13	Ir				30
14	Ir				
15	Ir				40

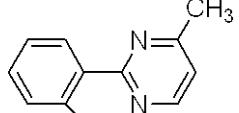
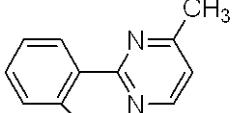
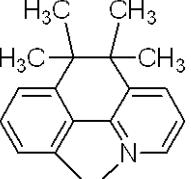
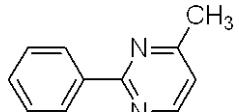
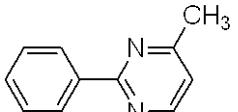
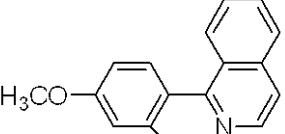
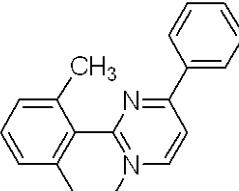
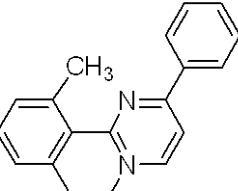
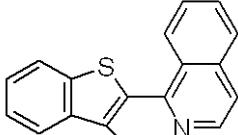
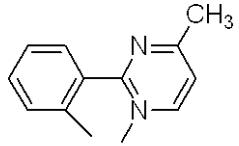
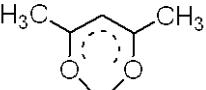
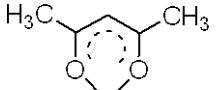
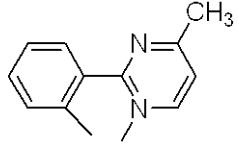
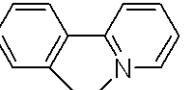
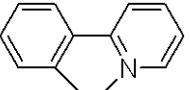
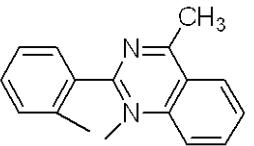
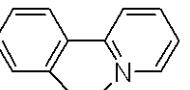
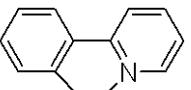
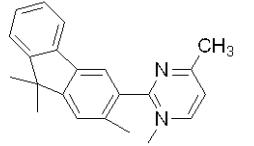
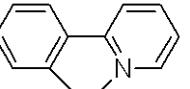
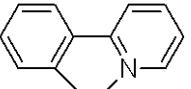
【0051】

【表3】

No.	中心 金属	L ₁	L ₂	L ₃	
16	Ir				10
17	Ir				20
18	Ir				30
19	Ir				40
20	Ir				
21	Ir				
22	Ir				
23	Ir				

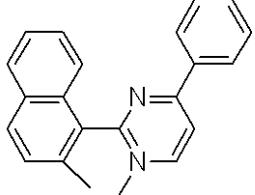
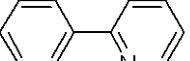
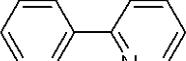
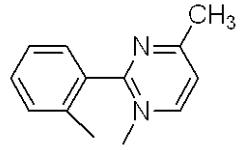
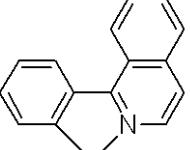
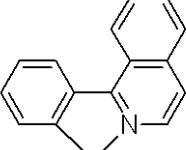
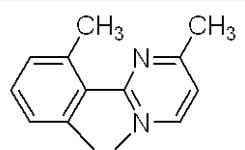
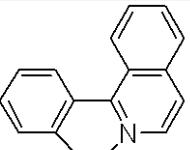
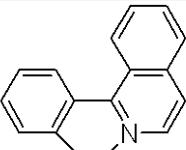
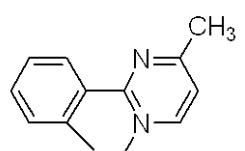
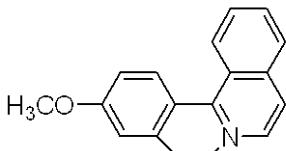
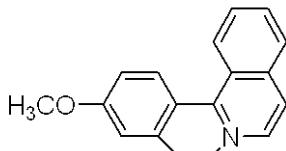
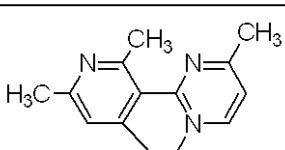
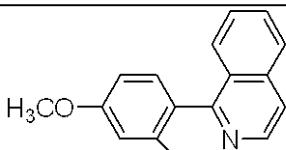
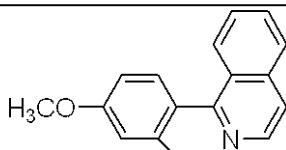
【0052】

【表4】

No.	中心 金属	L ₁	L ₂	L ₃	
24	Ir				
25	Ir				10
26	Ir				
27	Ir				20
28	Ir				
29	Ir				30
30	Ir				40

【0053】

【表5】

No.	中心 金属	L ₁	L ₂	L ₃
31	Ir			
32	Ir			
33	Ir			
34	Ir			
35	Ir			

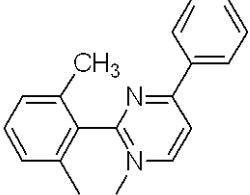
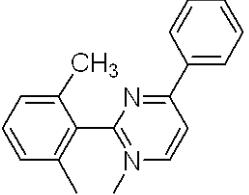
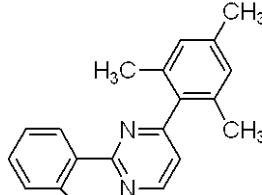
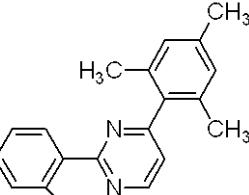
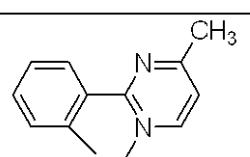
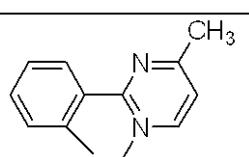
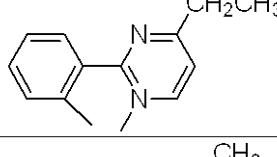
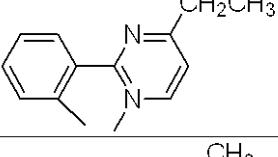
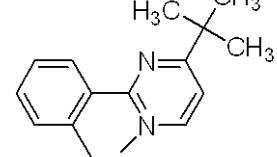
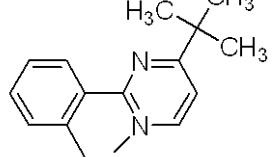
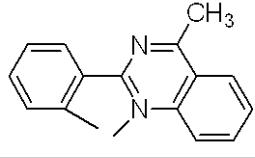
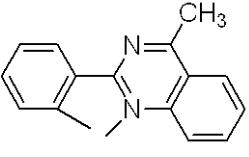
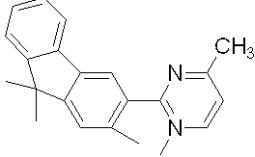
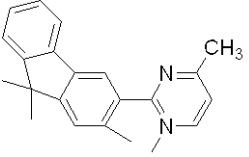
【0054】

10

20

30

【表6】

No.	中心 金属	L ₁	L ₂	L ₃	
36	Pt			—	
37	Pt			—	10
38	Pt			—	
39	Pt			—	20
40	Pt			—	
41	Pt			—	30
42	Pt			—	

【0055】

【表7】

No.	中心 金属	L ₁	L ₂	L ₃
43	Pt			—
44	Pt			—
45	Pt			—

10

【0056】

【表8】

20

No.	中心 金属	L ₁	L ₂	L ₃
50	Au			—
51	Au			—
52	Au			—

30

【0057】

次に、本発明の有機発光素子について詳細に説明する。本発明の有機発光素子は、陽極と陰極と、該陽極と該陰極との間に挟持される有機化合物からなる層と、から構成される。

40

【0058】

以下、図面を参照しながら本発明の有機発光素子を説明する。

【0059】

図1は、本発明の有機発光素子における第一の実施形態を示す断面図である。図1の有機発光素子10は、基板1上に、陽極2、発光層3及び陰極4が順次設けられている。図1の有機発光素子10は、発光層3が、ホール輸送能、電子輸送能及び発光性の性能を全て有している有機化合物で構成されている場合に有用である。また、ホール輸送能、電子輸送能及び発光性の性能のいずれかの特性を有する有機化合物を混合して構成される場合

50

にも有用である。

【0060】

図2は、本発明の有機発光素子における第二の実施形態を示す断面図である。図2の有機発光素子20は、基板1上に、陽極2、ホール輸送層5、電子輸送層6及び陰極4が順次設けられている。図2の有機発光素子20は、ホール輸送性及び電子輸送性のいずれかを備える発光性の有機化合物と電子輸送性のみ又はホール輸送性のみを備える有機化合物とを組み合わせて使用する場合に有用である。また、図2の有機発光素子20は、ホール輸送層5又は電子輸送層6が発光層を兼ねている。

【0061】

図3は、本発明の有機発光素子における第三の実施形態を示す断面図である。図3の有機発光素子30は、図2の有機発光素子20において、ホール輸送層5と電子輸送層6との間に発光層3を設けたものである。この有機発光素子30は、キャリア輸送の機能と発光の機能とを分離したものであり、ホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した有機化合物を適宜組み合わせて使用することができる。このため、材料選択の自由度が増すとともに、発光波長を異にする種々の化合物を使用することができるので、発光色相の多様化が可能になる。さらに、中央の発光層3に各キャリアあるいは励起子を有効に閉じこめて、有機発光素子30の発光効率の向上を図ることも可能になる。

10

【0062】

図4は、本発明の有機発光素子における第四の実施形態を示す断面図である。図4の有機発光素子40は、図3の有機発光素子30において、陽極2とホール輸送層5との間にホール注入層7を設けたものである。図4の有機発光素子40は、ホール注入層7を設けることにより、陽極2とホール輸送層5との密着性又はホール注入性が改善されるので、低電圧化に効果的である。

20

【0063】

図5は、本発明の有機発光素子における第五の実施形態を示す断面図である。図5の有機発光素子50は、図3の有機発光素子において、発光層3と電子輸送層6との間にホールあるいは励起子(エキシトン)が陰極4側に抜けることを阻害する層(ホール／エキシトンブロッキング層8)を設けたものである。イオン化ポテンシャルの非常に高い有機化合物をホール／エキシトンブロッキング層8として使用することにより、発光効率が向上する。

30

【0064】

ただし、図1乃至図5はあくまでごく基本的な素子構成であり、本発明の有機発光素子の構成はこれらに限定されるものではない。例えば、電極と有機層界面に絶縁性層、接着層又は干渉層を設ける、ホール輸送層がイオン化ポテンシャルの異なる2層から構成される等多様な層構成をとることができる。

40

【0065】

本発明の有機発光素子は、有機化合物からなる層に、本発明の有機金属錯体が少なくとも一種類含まれる。ここで有機化合物からなる層とは、具体的には、図1乃至図5で示される発光層3、ホール輸送層5、電子輸送層6、ホール注入層7、ホール／エキシトンブロッキング層8が挙げられる。特に、本発明の有機金属錯体は、ホール輸送層5、電子輸送層6及び発光層3を構成する材料として使用することができる。これにより素子の発光効率及び寿命が向上する。

【0066】

本発明の有機金属錯体は、好ましくは、発光層3を構成する材料として使用する。発光層を構成する材料として使用すると、種々の態様で本発明の有機金属錯体を使用したときに素子の色純度、発光効率及び寿命を向上させることができる。

【0067】

このように本発明の有機金属錯体は、有機発光素子の構成材料として使用でき、図1乃至図5のいずれの実施形態でも使用することができる。

【0068】

50

本発明の有機金属錯体は、発光層3を構成する材料として単独で使用してもよいが、ドーパントであるゲスト又は他の蛍光材料及び燐光材料のホストを組み合わせて使用することができる。本発明の有機金属錯体とゲスト又はホストとを組み合わせて使用することによって、素子の色純度、発光効率及び寿命を向上させることができる。

【0069】

ゲストとして、具体的には、トリアリールアミン誘導体、縮合環芳香族化合物（例えばナフタレン誘導体、フェナントレン誘導体、フルオレン誘導体、ピレン誘導体、テトラセントラセン誘導体、コロネン誘導体、クリセン誘導体、ペリレン誘導体、9,10-ジフェニルアントラセン誘導体、ルブレン等）、キナクリドン誘導体、アクリドン誘導体、クマリン誘導体、ピラン誘導体、ナイルレッド、ピラジン誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、スチルベン誘導体、有機金属錯体（例えば、トリス（8-キノリノラート）アルミニウム等の有機アルミニウム錯体、有機ベリリウム錯体、有機イリジウム錯体、有機プラチナ錯体等）及びポリ（フェニレンビニレン）誘導体、ポリ（フルオレン）誘導体、ポリ（フェニレン）誘導体、ポリ（チエニレンビニレン）誘導体、ポリ（アセチレン）誘導体等の高分子誘導体が挙げられる。

10

【0070】

本発明の有機金属錯体をゲストと組み合わせて使用する場合、本発明の有機金属錯体の含有率は、発光層の全重量を基準として、0.1重量%乃至40重量%である。

【0071】

ホストとして、具体的には、トリアリールアミン誘導体、フェニレン誘導体、縮合環芳香族化合物（例えばナフタレン誘導体、フェナントレン誘導体、フルオレン誘導体、ピレン誘導体、テトラセントラセン誘導体、コロネン誘導体、クリセン誘導体、ペリレン誘導体、9,10-ジフェニルアントラセン誘導体、ルブレン等）、キナクリドン誘導体、アクリドン誘導体、クマリン誘導体、ピラン誘導体、ナイルレッド、ピラジン誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、スチルベン誘導体、有機金属錯体（例えば、トリス（8-キノリノラート）アルミニウム等の有機アルミニウム錯体、有機ベリリウム錯体、有機イリジウム錯体、有機プラチナ錯体等）及びポリ（フェニレンビニレン）誘導体、ポリ（フルオレン）誘導体、ポリ（フェニレン）誘導体、ポリ（チエニレンビニレン）誘導体、ポリ（アセチレン）誘導体等の高分子誘導体が挙げられる。

20

【0072】

本発明の有機金属錯体をホストと組み合わせて使用する場合、本発明の有機金属錯体の含有率は、発光層の全重量を基準として、0.1重量%乃至40重量%である。

30

【0073】

このように本発明の有機発光素子は、特に、発光層の構成材料として、本発明の有機金属錯体を使用するものである。また本発明の有機発光素子は、本発明の有機金属錯体の他に、必要に応じてこれまで知られている低分子系及びポリマー系のホール輸送性化合物、発光性化合物あるいは電子輸送性化合物等と一緒に使用することもできる。

【0074】

ホール輸送性化合物として、具体的には、トリアリールアミン誘導体、アリールジアミン誘導体、フタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体、及びポリ（ビニルカルバゾール）、ポリ（シリレン）、ポリ（チオフェン）、その他導電性高分子が挙げられる。

40

【0075】

発光性化合物として、具体的には、本発明の有機金属錯体の他にトリアリールアミン誘導体、縮合環芳香族化合物（例えばナフタレン誘導体、フェナントレン誘導体、フルオレン誘導体、ピレン誘導体、テトラセントラセン誘導体、コロネン誘導体、クリセン誘導体、ペリレン誘導体、9,10-ジフェニルアントラセン誘導体、ルブレン等）、キナクリドン誘導体、アクリドン誘導体、クマリン誘導体、ピラン誘導体、ナイルレッド、ピラジン誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、スチルベン誘導体、有機金属錯体（例えば、トリス（8-キノリノラート）アルミニウム等

50

の有機アルミニウム錯体、有機ベリリウム錯体)及びポリ(フェニレンビニレン)誘導体、ポリ(フルオレン)誘導体、ポリ(フェニレン)誘導体、ポリ(チエニレンビニレン)誘導体、ポリ(アセチレン)誘導体等の高分子誘導体が挙げられる。

【0076】

電子輸送性化合物として、具体的には、縮合環芳香族化合物(例えばナフタレン誘導体、フェナントレン誘導体、フルオレン誘導体、ピレン誘導体、テトラセン誘導体、コロネン誘導体、クリセン誘導体、ペリレン誘導体、9,10-ジフェニルアントラセン誘導体、ルブレン等)、オキサジアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、チアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、ピラジン誘導体、トリアゾール誘導体、トリアジン誘導体、ペリレン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、フルオレノン誘導体、アントロン誘導体、フェナントロリン誘導体、有機金属錯体等が挙げられる。

10

【0077】

陰極を構成する材料として、具体的には、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、アルミニウム、インジウム、ルテニウム、チタニウム、マンガン、イットリウム、銀、鉛、錫、クロム等の金属単体が挙げられる。また、これらの金属を組み合わせて合金にしてもよい。例えば、リチウム-インジウム、ナトリウム-カリウム、マグネシウム-銀、アルミニウム-リチウム、アルミニウム-マグネシウム、マグネシウム-インジウム等の合金が使用できる。さらに、酸化錫インジウム(ITO)等の金属酸化物の利用も可能である。これらの電極物質は単独で使用してもよいし、複数併用して使用してもよい。また、陰極は一層構造でもよく、多層構造でもよい。

20

【0078】

陽極を構成する材料として、具体的には、金、白金、銀、銅、ニッケル、パラジウム、コバルト、セレン、バナジウム、タンゲステン等の金属単体又はこれらの合金、酸化錫、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化錫インジウム(ITO)、酸化亜鉛インジウム等の金属酸化物が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン、ポリフェニレンスルフィド等の導電性ポリマーも使用できる。これらの電極物質は単独で使用してもよいし、複数併用して使用してもよい。また、陽極は一層で構成されてもよく、複数の層で構成されていてもよい。

30

【0079】

本発明の有機発光素子で使用される基板としては、特に限定するものではないが、金属製基板、セラミックス製基板等の不透明性基板、ガラス、石英、プラスチックシート等の透明性基板が用いられる。

【0080】

また、基板にカラーフィルター膜、蛍光色変換フィルター膜、誘電体反射膜等を用いて発色光をコントロールする事も可能である。また、基板上に薄膜トランジスタ(FTT)を作成し、それに接続して素子を作成することも可能である。

40

【0081】

また、素子の光取り出し構成としては、ボトムエミッション構成(基板側から光を取り出す構成)及びトップエミッション構成(基板の反対側から光を取り出す構成)のいずれも可能である。

【0082】

本発明の有機発光素子は、真空蒸着法、溶液塗布法、レーザー等を用いた転写法、スプレー法によって作製することができる。特に、本発明の有機金属錯体を含む有機層を、真空蒸着法や溶液塗布法によって形成すると結晶化等が起こりにくく経時安定性に優れる。

【実施例】

【0083】

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

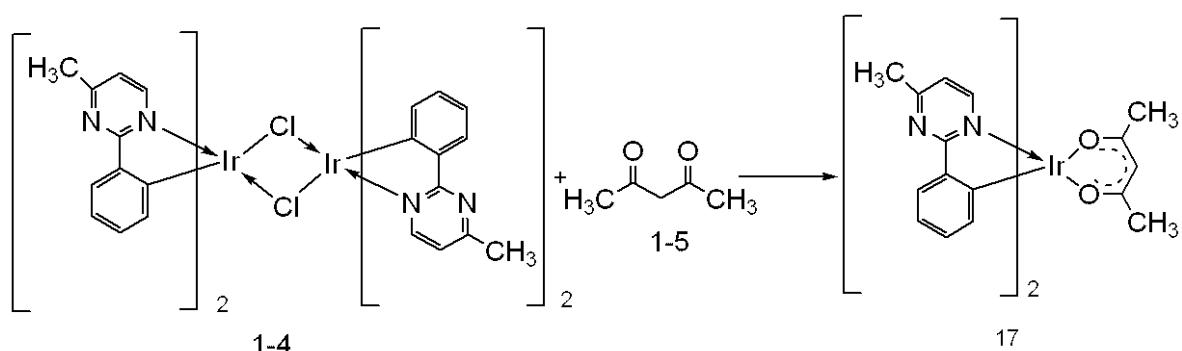
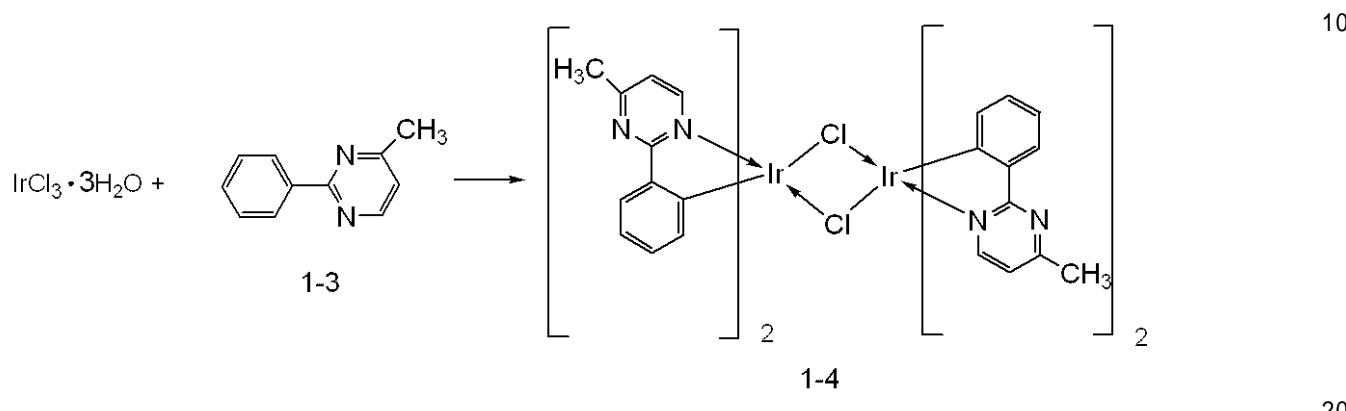
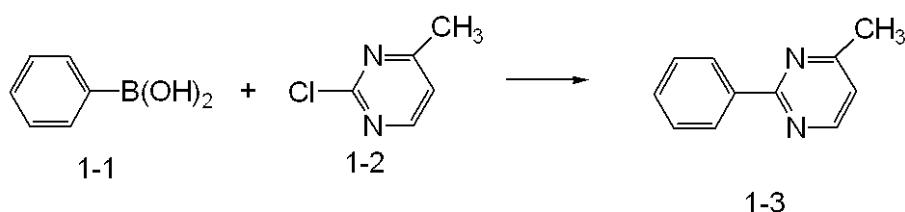
【0084】

<実施例1> 例示化合物No.17の合成

50

【0085】

【化4】



【0086】

(1) 300 ml のナスフラスコに、以下に示す試薬、溶媒を仕込んだ。

化合物 1 - 1 : 7.1 g (5.8 mmol)

化合物 1 - 2 : 5.0 g (3.9 mmol)

テトラキストリフェニルfosfinパラジウム : 3.46 g (2.99 mmol)

2 M - 炭酸ナトリウム水溶液 : 50 ml

エタノール : 20 ml

トルエン : 50 ml

30

40

【0087】

次に、反応溶液を窒素気流下で加熱還流しながら 6 時間攪拌した。反応終了後、反応溶液を室温まで冷却し、トルエン 50 ml を加えて分液した。次に有機層を単離した後、この有機層を減圧濃縮した。濃縮した物についてシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：トルエン）で精製することにより、化合物 1 - 3 を 6.22 g (収率 82%) 得た。

【0088】

(2) 100 ml の 3つ口フラスコに、以下に示す試薬、溶媒を仕込んだ。

イリジウム (III) クロライド・3水和物 : 2.67 g (7.1 mmol)

化合物 1 - 3 : 3.00 g (17.75 mmol)

50

エトキシエタノール：30ml

水：10ml

【0089】

次に、反応溶液を窒素気流下室温で30分間攪拌し、その後加熱還流しながら7時間攪拌した。反応終了後、反応溶液を室温まで冷却し、析出した沈殿物を濾取し、水、エタノールで順次洗浄した。次にこの沈殿物を室温で減圧乾燥することにより、化合物1-4を黄色粉末として5.54g(収率83%)得た。

【0090】

(3) 100mlの3つ口フラスコに以下に示す試薬、溶媒を仕込んだ。

エトキシエタノール：100ml

10

化合物1-4：4.2g(3.62mmol)

アセチルアセトン(化合物1-5)：0.90g(9.06mmol)

炭酸ナトリウム：8.0g

【0091】

次に、反応溶液を窒素気流下室温で30分攪拌し、その後7時間還流攪拌した。反応終了後、反応溶液を氷冷し、析出した沈殿物を濾取水洗した。この沈殿物をエタノールで洗浄し、クロロホルムに溶解した後、不溶物をろ過した。次に、ろ液を減圧濃縮した後、クロロホルム-メタノールで再結晶することにより、例示化合物No.17を黄色粉末として1.88g(収率82%)得た。MALDI-TOF MSにより、この化合物のM⁺である659.7を確認した。

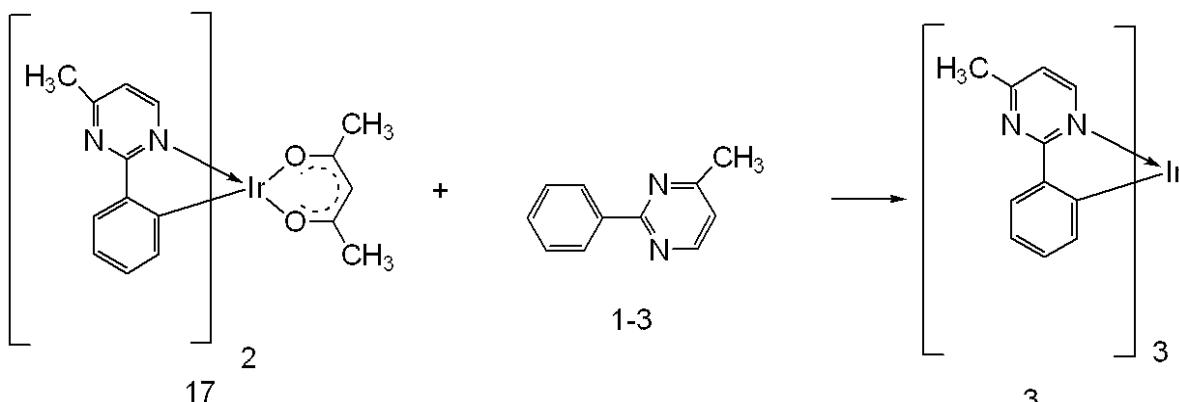
20

【0092】

<実施例2>例示化合物No.3の合成

【0093】

【化5】



30

【0094】

100mlの3つ口フラスコに以下に示す試薬、溶媒を仕込んだ。

化合物1-3：1.2g(7.11mmol)

40

例示化合物No.17：1.5g(2.37mmol)

グリセロール：30ml

【0095】

次に、反応溶液を窒素気流下180付近で加熱しながら8時間攪拌した。反応終了後、反応溶液を室温まで冷却した。次に反応溶液を1N-塩酸170mlに注入し、析出した沈殿物を濾取・水洗し、100で5時間減圧乾燥した。この沈殿物を、クロロホルムを展開溶媒としたシリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製することにより、例示化合物No.3を黄色粉末として0.18g(収率11%)得た。MALDI-TOF MSによりこの化合物のM⁺である700.2を確認した。また、¹H-NMR測定を行ったところ図6に示すスペクトルが得られたことにより、例示化合物No.3の構造を確認した。

【0096】

50

¹H-NMR (CDCl₃, 400 MHz) (ppm): 8.08 (d, 3H), 7.55 (d, 3H), 6.94-6.87 (m, 6H), 6.75 (d, 3H), 6.72 (d, 3H), 2.57 (s, 9H)

【0097】

<実施例3>

図3に示す構造の有機発光素子を以下に示す方法で作成した。

【0098】

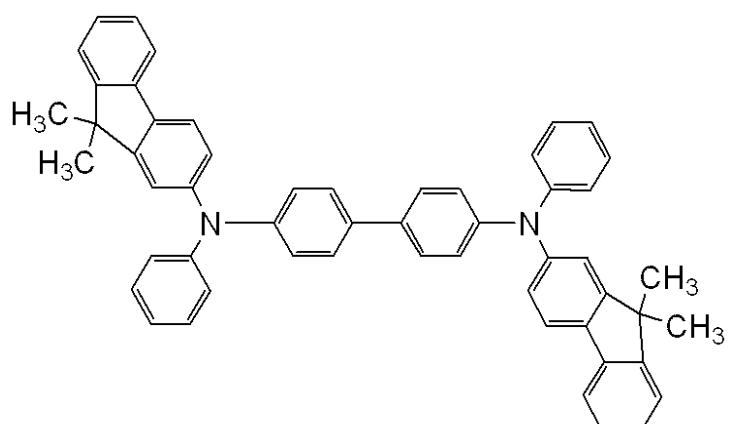
ガラス基板(基板1)上に、酸化錫インジウム(ITO)をスパッタ法にて製膜し陽極2を作製した。このとき陽極2の膜厚を120 nmとした。次に、このITOが製膜されている基板を、アセトン、イソプロピルアルコール(IPA)で順次超音波洗浄し、次いでIPAで煮沸洗浄後乾燥した。次に、UV/Oゾン洗浄した。このようにして処理した基板を、透明導電性支持基板として使用した。
10

【0099】

次に、正孔輸送材料として下記に示す化合物2-1を用いて、化合物2-1の濃度が0.1重量%であるクロロホルム溶液を調製した。

【0100】

【化6】



化合物2-1

20

30

【0101】

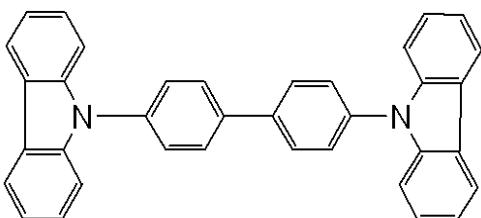
この溶液を上記のITO電極上に滴下し、最初に500 RPMの回転数で10秒、次に1000 RPMの回転数で1分間スピンドルコートを行うことにより、ホール輸送層5となる薄膜を形成した。この後真空オーブン中にて80°で10分間乾燥することにより、薄膜中の溶剤を完全に除去した。このとき形成されたホール輸送層5の膜厚は15 nmであった。

【0102】

次に、このホール輸送層5の上に、第1の化合物である例示化合物No.3と、第2の化合物である下記に示す化合物2-2とを、重量濃度比で10:90となるように共蒸着して、発光層3を設けた。このとき発光層3の膜厚を40 nmとし、蒸着時の真空度を1.0 × 10⁻⁴ Paとし、成膜速度を0.2 nm/sec乃至0.3 nm/secの条件とした。
40

【0103】

【化7】



化合物2-2

【0104】

10

次に、この発光層3の上に、2,9-[2-(9,9'-ジメチルフルオレニル)]-1,10-フェナントロリンを真空蒸着法にて製膜し、電子輸送層6を形成した。このとき電子輸送層6の膜厚を30nmとし、蒸着時の真空度を 1.0×10^{-4} Paとし、成膜速度を0.2nm/sec乃至0.3nm/secの条件とした。

【0105】

次に、真空蒸着法により、先程の電子輸送層6の上にアルミニリチウム(AlLi)の薄膜を形成した。このときアルミニリチウム膜の膜厚を0.5nmとし、蒸着時の真空度を 1.0×10^{-4} Paとし、成膜速度を0.05nm/secの条件とした。

【0106】

20

次に、真空蒸着法により、先程のアルミニリチウム膜の上にアルミニウム膜を設けた。このときアルミニウム膜の膜厚を150nmとし、蒸着時の真空度を 1.0×10^{-4} Paとし、成膜速度を1.0nm/sec乃至1.2nm/secの条件とした。ここでアルミニリチウム膜及びアルミニウム膜は電子注入電極(陰極4)として機能する。

【0107】

次に、水分の吸着による素子の劣化が起こらないように、乾燥空気雰囲気中で保護用ガラス板をかぶせ、アクリル樹脂系接着材で封止した。以上のようにして有機発光素子を作製した。

【0108】

得られた有機発光素子について、ITO電極(陽極2)を正極、Al電極(陰極4)を負極にして、4Vの印加電圧を加えると、緑色の強い発光が観測された。

30

【産業上の利用可能性】

【0109】

本発明の有機金属錯体は、発明を解決する手段において述べた設計指針に基づき開発がなされたものであり、優れた発光特性を持つ材料である。このため本発明の有機金属錯体は有機発光素子の構成材料として有用である。

【図面の簡単な説明】

【0110】

【図1】本発明の有機発光素子における第一の実施形態を示す断面図である。

【図2】本発明の有機発光素子における第二の実施形態を示す断面図である。

40

【図3】本発明の有機発光素子における第三の実施形態を示す断面図である。

【図4】本発明の有機発光素子における第四の実施形態を示す断面図である。

【図5】本発明の有機発光素子における第五の実施形態を示す断面図である。

【図6】実施例2で合成した例示化合物No.3の¹H-NMRチャートを示す図である。

。

【符号の説明】

【0111】

1 基板

2 陽極

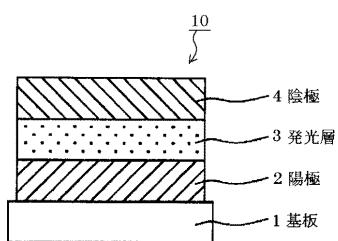
3 発光層

4 陰極

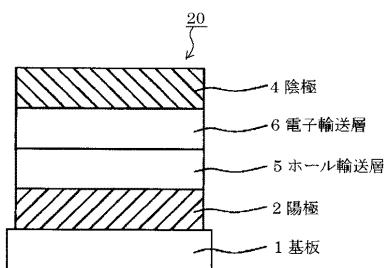
50

- 5 ホール輸送層
 6 電子輸送層
 7 ホール注入層
 8 ホール / エキシトンブロッキング層
 10, 20, 30, 40, 50 有機発光素子

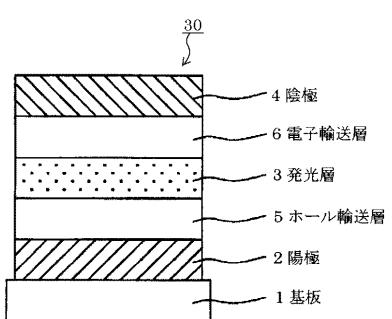
【図 1】



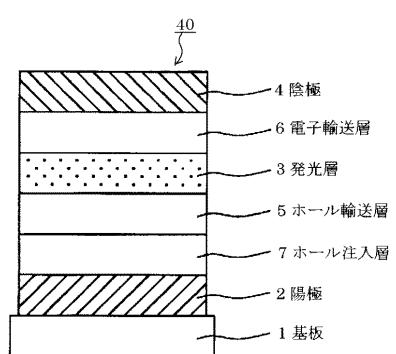
【図 2】



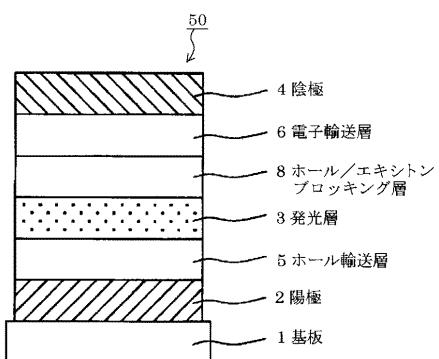
【図 3】



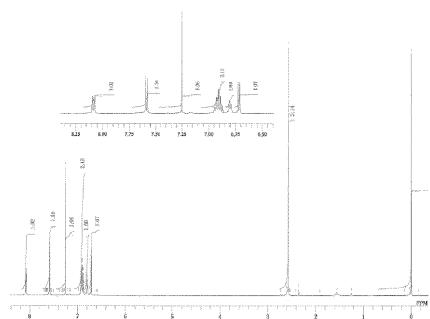
【図 4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

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

(72)発明者 中須 三奈子
東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

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

F ターム(参考) 3K107 AA01 BB01 CC02 CC04 CC21 CC45 DD59 DD64 DD67
4H050 AA01 AA03 AB92 WB11 WB13 WB14 WB21