

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl<sup>7</sup>

H05B 33/20

H05B 33/10 H03H 9/145



# [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 200410046410.6

[43] 公开日 2005 年 2 月 2 日

[11] 公开号 CN 1575068A

[22] 申请日 2004.5.28

[21] 申请号 200410046410.6

[30] 优先权

[32] 2003. 5. 29 [33] JP [31] 2003 - 153540

[32] 2003. 8. 8 [33] JP [31] 2003 - 206954

[71] 申请人 精工爱普生株式会社

地址 日本东京

[72] 发明人 筱原誉 筱原祐治 上原正光

岛津雅光 石井隆司

[74] 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任公  
司

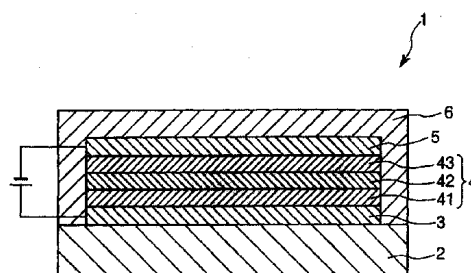
代理人 王 玮

权利要求书 4 页 说明书 23 页 附图 1 页

[54] 发明名称 发光材料、制造发光材料的方法和制备发光层的方法

[57] 摘要

在有机 EL 元件 1 中，当跨过阳极 3 和阴极 5 施加电压时，空穴在空穴传输层 41 中移动，电子在电子传输层 43 中移动，空穴和电子在发光层 42 中重组发射出光。使用发光材料形成发光层 42。当使用该发光材料形成发光层 42 时，发光层含有一种或多种金属杂质，但是该层含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量为 2.5ppm 或更低，或当该发光材料溶解在一种液体中使其浓度为 2.0wt% 时，该液体含有一种或多种金属杂质，但是该液体含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量为 50ppb 或更低。通过使用这样的发光材料，能抑制有机 EL 元件 1 的发光亮度的下降。



I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

1. 一种用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料，发光材料特征在于，当使用该发光材料形成发光层时，发光层含有一种或多种金属杂质，但是该层含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量为 2.5ppm 或更低。

2. 如权利要求 1 所述的发光材料，其特征在于该发光层含有的金属杂质总量为 10ppm 或更低。

3. 如权利要求 1 所述的发光材料，其特征在于金属杂质包括金属元素和金属离子。

4. 如权利要求 3 所述的发光材料，其特征在于金属元素为主族元素。

5. 如权利要求 1 所述的发光材料，其特征在于该发光材料在室温下为固体形式或半固体形式。

6. 如权利要求 1 所述的发光材料，其特征在于有机 EL 元件包括透明电极、由发光材料形成的薄膜、配置在透明电极上厚度为 50nm 的薄膜和配置在薄膜上的金属电极，其中当向有机 EL 元件施加 6V 电压时，得到高于  $10\text{cd/m}^2$  的发光。

7. 如权利要求 1 所述的发光材料，其特征在于该发光材料包括低分子发光材料。

8. 如权利要求 7 所述的发光材料，其特征在于该低分子发光材料选自包括苯为基础的化合物、萘为基础的化合物、菲为基础的化合物、蒽为基础的化合物、花为基础的化合物、蔻为基础的化合物、葱为基础的化合物、芘为基础的化合物、吡喃为基础的化合物、吡啶为基础的化合物、芪为基础的化合物、噻吩为基础的化合物、苯并噻唑为基础的化合物、苯并咪唑为基础的化合物、苯并噻唑为基础的化合物、丁二烯为基础的化合物、萘酰亚胺为基础的化合物、香豆素为基础的化合物、茚酮为基础的化合物、噻二唑为基础的化合物、醛连氮为基础的化合物、环戊二烯为基础的化合物、喹吡啶酮为基础的化合物、吡啶为基础的化合物、螺环化合物、金属或非金属酞菁为基础的化合物、茆为基础的化合物和各种金属络合物的组中。

9. 如权利要求 1 所述的发光材料，其特征在于发光材料包括高分子发光材料。

10. 如权利要求 9 所述的发光材料，其特征在于该高分子发光材料选自包括

聚乙炔为基础的化合物、聚对亚苯基亚乙烯基为基础的化合物、聚噻吩为基础的化合物、聚茱为基础的化合物、聚对亚苯基为基础的化合物、聚咪唑为基础的化合物和聚硅烷为基础的化合物的组中。

11. 如权利要求 1 所述的发光材料, 其特征在于发光层的厚度在 10-150nm 的范围内。

12. 一种要用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料, 发光材料的特征在于当发光材料溶解在液体中使其浓度为 2.0wt%时, 该液体包含一种或多种金属杂质, 但是该液体含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量为 50ppb 或更低。

13. 如权利要求 12 所述的发光材料, 其特征在于液体含有的金属杂质的总量为 200 ppb 或更低。

14. 如权利要求 12 所述的发光材料, 其特征在于金属杂质包括金属元素和金属离子。

15. 如权利要求 12 所述的发光材料, 其特征在于金属元素为主族元素。

16. 如权利要求 12 所述的发光材料, 其特征在于发光材料在室温下为固体形式或半固体形式。

17. 如权利要求 12 所述的发光材料, 其特征在于有机 EL 元件包括透明电极、发光材料形成的薄膜、配置在透明电极上厚度为 50nm 的薄膜和配置在薄膜上的金属电极, 其中当向有机 EL 元件施加 6V 电压时得到高于  $10\text{cd/m}^2$  的发光。

18. 如权利要求 12 所述的发光材料, 其特征在于发光材料包括低分子发光材料。

19. 如权利要求 18 所述的发光材料, 其特征在于低分子发光材料选自包括苯为基础的化合物、萘为基础的化合物、菲为基础的化合物、蒽为基础的化合物、花为基础的化合物、蔻为基础的化合物、葱为基础的化合物、芘为基础的化合物、吡喃为基础的化合物、吡啶为基础的化合物、茈为基础的化合物、噻吩为基础的化合物、苯并噻唑为基础的化合物、苯并咪唑为基础的化合物、苯并噻唑为基础的化合物、丁二烯为基础的化合物、萘酰亚胺为基础的化合物、香豆素为基础的化合物、茈酮为基础的化合物、噻二唑为基础的化合物、醛连氮为基础的化合物、环戊二烯为基础的化合物、喹吡啶酮为基础的化合物、吡啶为基础的化合物、螺环化合物、金属或非金属酞菁为基础的化合物、茱为基础的化合物和各种金属络合物的组中。

20. 如权利要求 12 所述的发光材料，其特征在于发光材料包括高分子发光材料。

21. 如权利要求 20 所述的发光材料，其特征在于高分子发光材料选自包括聚乙炔为基础的化合物、聚对亚苯基亚乙烯基为基础的化合物、聚噻吩为基础的化合物、聚芴为基础的化合物、聚对亚苯基为基础的化合物、聚咔唑为基础的化合物和聚硅烷为基础的化合物的组中。

22. 如权利要求 12 所述的发光材料，其特征在于发光层的厚度在 10-150nm 的范围内。

23. 一种制备用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料的方法，包括以下步骤：

制备其中发光材料溶解在溶剂中的液体；和

采用分离或除去金属杂质的除去装置将液体中含有的一种或多种金属杂质除去，然后从该液体中除去溶剂，从而精制发光材料以得到精制的用于有机 EL 元件的发光层的发光材料。

24. 一种制备用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料的方法，包括以下步骤：

制备发光材料溶解在溶剂中的液体；和

采用分离或除去金属杂质的除去装置将液体中含有的一种或多种金属杂质除去，然后从该液体中除去溶剂，从而精制发光材料以得到精制的用于有机 EL 元件的发光层的发光材料；

其中这样获得的精制的发光材料的特征在于，当使用发光材料形成发光层时，发光层含有一种或多种金属杂质，但是该层中含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的含量为 2.5ppm 或更低。

25. 一种制备用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料的方法，包括以下步骤：

制备发光材料溶解在溶剂中的液体；和

采用分离或除去金属杂质的除去装置将液体中含有的一种或多种金属杂质除去，然后从该液体中除去溶剂，从而精制发光材料以获得用于有机 EL 元件的精制的发光材料；

其中这样获得的精制的发光材料的特征在于，当发光材料溶解在液体中使其浓度为 2.0wt% 时，该液体含有一种或多种金属杂质，但是该液体中含有的金

---

属杂质中含量最大的金属杂质的量为 50ppb 或更低。

26. 一种形成配置在有机 EL 元件中的发光层的方法，包括以下步骤：  
制备如权利要求 1-16 中任一个所限定的发光材料；  
制备该发光材料溶解在溶剂中的液体；和  
通过施用该液体形成有机 EL 元件的发光层，然后干燥它。

## 发光材料、制备发光材料的方法和制备发光层的方法

### 技术领域

本发明涉及一种用于配置在有机电致发光元件中的发光层的发光材料、制备发光材料的方法和形成发光层的方法。

### 背景技术

有机电致发光元件（后面称为“有机 EL 元件”）是已知的。有机 EL 元件具有在阴极和阳极之间配置至少一层发光有机层（有机电致发光层）的结构。这样的有机 EL 元件和无机 EL 元件相比能明显地减少施加的电压。而且制备能供应多种发光颜色的元件也是可能的。

现在为了获得较高性能的有机 EL 元件，许多研究者正积极地进行所用材料及其元件结构的开发和改进。

直到现在已经开发出了能供应多种发光颜色的有机 EL 元件或高亮度高效率的有机 EL 元件。但是，为了实现它们的各种实际应用例如应用于显示器或光源的图像元素，正进行进一步的研究。

但是，从实际应用的角度，现在的有机 EL 元件仍然存在当其长期使用其发光亮度下降或变差的问题，因此需要建立技术措施解决该问题。

关于抑制有机 EL 元件的发光亮度下降的方法，使用高纯度有机化合物的方法已被提出（例如见日本专利延迟公开第 2002-175885 号）。日本专利延迟公开第 2002-175885 号公开了一种有机 EL 元件，其中包含在组成该元件的材料中的含卤化合物（杂质）的含量低于 1,000ppm，从而抑制了它经长期使用发生的发光亮度下降。

但是，有机 EL 元件发光亮度的下降和使用的组成材料中含有的杂质种类及其含量之间关系的具体指标还没有建立起来。因此正进行朝着实现实际应用的进一步研究。

### 发明内容

因此本发明的一个目的是提供一种能抑制有机 EL 元件发光亮度下降的发光材料、制备该发光材料的方法和能容易可靠地提供一种具有优越发光性能的发光层的发光层形成方法。

为了获得上述目的,本发明旨在用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料,其中该发光材料的特征在于当使用该发光材料形成发光层时,该发光层包含一种或多种金属杂质,但是在该层含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量为 2.5ppm 或更低。

根据上述的发明,提供一种能抑制有机 EL 元件发光亮度下降的发光材料是可能的。

在上述发光材料中,优选该发光层中含有的金属杂质总量为 10ppm 或更低。这使得更可靠地抑制有机 EL 元件的发光亮度下降成为可能。

而且被除去的金属杂质包括金属元素和金属离子。通过除去这样的金属杂质,可能提供一种更可靠地抑制有机 EL 元件中发光亮度下降的发光材料。

在这种情况下,优选金属元素为主族元素。通过除去这些金属的金属杂质,抑制发光亮度下降的效果能特别显著地表现出来。

而且,也优选该发光材料在室温下为固体形式或半固体形式。这使得阻止或抑制有机 EL 元件随着时间变化和变差成为可能,从而能改进抑制发光亮度下降的效果。

而且在本发明中,也优选有机 EL 元件包括透明电极、该发光材料形成的薄膜、配置在透明电极上厚度为 50nm 的薄膜、和配置在薄膜上的金属电极,其中当将 6V 电压施加到有机 EL 元件上时,获得高于  $10\text{cd/m}^2$  的发光。例如当使用该发光材料制备的有机 EL 元件应用到显示器上时,获得高清晰度(visibility)的图像是可能的。

而且在本发明中,优选该发光材料包含低分子发光材料。这样的低分子发光材料的使用使得提供一层致密发光层成为可能,因此能改进发光层的发光性能。

在这种情况下,优选低分子发光材料选自包含苯为基础的化合物、萘为基础的化合物、菲为基础的化合物、屈(在本发明中,用“屈”来表示“带有草字头的蒿”)为基础的化合物、茛为基础的化合物、薹为基础的化合物、葱为基础的化合物、茈为基础的化合物、吡喃为基础的化合物、吡啶为基础的化合物、芪为基础的化合物、噻吩为基础的化合物、苯并噁唑为基础的化合物、苯并咪

唑为基础的化合物、苯并噻唑为基础的化合物、丁二烯为基础的化合物、萘二甲酰亚胺为基础的化合物、香豆素为基础的化合物、茈萘(perylene)为基础的化合物、噁二唑为基础的化合物、醛连氮为基础的化合物、环戊二烯为基础的化合物、喹吡啶酮为基础的化合物、吡啶为基础的化合物、螺环化合物、金属或非金属酞菁为基础的化合物、芴(fluorene)为基础的化合物和各种金属络合物的组中。

而且在本发明中，也优选发光材料包括高分子发光材料。由于这样的高分子发光材料相当容易地溶解在溶剂中，用各种涂布方法例如喷墨印刷方法等形成发光层是可能的。

在这种情况下，该高分子发光材料优先选自包括聚乙炔为基础的化合物、聚对亚苯基亚乙烯基为基础的化合物、聚噻吩为基础的化合物、聚芴为基础的化合物、聚对亚苯基为基础的化合物、聚吡唑为基础的化合物和聚硅烷为基础的化合物的组中。

而且在本发明中优选发光层的厚度在 10-150nm 的范围内。本发明的发光材料在形成这样相当薄的发光层中是特别有用的。

本发明的另一个方面旨在用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料，其中该发光材料的特征在于，当该发光材料溶解在液体中使其浓度为 2.0wt%时，该液体包括一种或多种金属杂质，但是液体中含有的金属杂质的含量最大的金属杂质的量为 50ppb 或更低。

根据上述的发明，提供一种能抑制有机 EL 元件中的发光亮度下降的发光材料是可能的。

在上面的发光材料中，优选包含在液体中的金属杂质的总量为 200ppb 或更低。这使更可靠地抑制有机 EL 元件中的发光亮度下降成为可能。

而且要被除去的金属杂质包括金属元素和金属离子。通过除去这样的金属杂质，提供一种能够更可靠地抑制有机 EL 元件中的发光亮度下降的发光材料是可能的。

在这种情况下，优选金属元素为主族元素。通过除去这些金属的金属杂质，抑制发光亮度下降的效果能特别明显地表现出来。

而且也优选发光材料在室温下为固体形式或半固体形式。这使阻止或抑制有机 EL 元素随着时间变化和变差成为可能，从而能改进抑制发光亮度下降的效果。



而且在本发明中,也优选有机 EL 元件包括透明电极、该发光材料形成的薄膜、配置在透明电极上厚度为 50nm 的薄膜、和配置在薄膜上的金属电极,其中当将 6V 电压施加到有机 EL 元件上时,获得高于  $10\text{cd/m}^2$  的发光。例如当使用该发光材料制备的有机 EL 元件应用到显示器上时,获得高清晰度的图像是可能的。

而且在本发明中,优选发光材料包含低分子发光材料。这样的低分子发光材料的使用使得提供一层致密发光层成为可能,因此能改进发光层的发光性能。

在这种情况下,低分子发光材料优先选自包含苯为基础的化合物、萘为基础的化合物、菲为基础的化合物、蒽为基础的化合物、茈为基础的化合物、蔻为基础的化合物、葱为基础的化合物、芘为基础的化合物、吡喃为基础的化合物、吡啶为基础的化合物、茋为基础的化合物、噻吩为基础的化合物、苯并噁唑为基础的化合物、苯并咪唑为基础的化合物、苯并噻唑为基础的化合物、丁二烯为基础的化合物、萘二甲酰亚胺为基础的化合物、香豆素为基础的化合物、茈酮为基础的化合物、噁二唑为基础的化合物、醛连氮为基础的化合物、环戊二烯为基础的化合物、喹吡啶酮为基础的化合物、吡啶为基础的化合物、螺环化合物、金属或非金属酞菁为基础的化合物、芴为基础的化合物和各种金属络合物的组中。

而且在本发明中,也优选发光材料包括高分子发光材料。由于这样的高分子发光材料相当容易地溶解在溶剂中,用各种涂布方法例如喷墨印刷方法等形成发光层是可能的。

在这种情况下,该高分子发光材料优先选自包括聚乙炔为基础的化合物、聚对亚苯基亚乙烯基为基础的化合物、聚噻吩为基础的化合物、聚芴为基础的化合物、聚对亚苯基为基础的化合物、聚吡唑为基础的化合物和聚硅烷为基础的化合物的组中。

而且在本发明中优选发光层的厚度在 10-150nm 的范围内。本发明的发光材料在形成这样的相当薄的发光层中是特别有用的。

而且本发明的另一个方面旨在一种制备用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料的方法,包括以下步骤:

制备一种发光材料溶解在溶剂中的液体;和

采用分离或除去金属杂质的除去装置除去液体含有的一种或多种金属杂质,然后从该液体中除去溶剂,从而精制了发光材料以得到一种用于有机 EL 元

件的发光层的精制的发光材料。

根据上述的本发明的制备方法，在相当短的时间内容易地除去发光材料含有的金属杂质是可能的。而且经合适地选择所用除去装置的种类，有效地可靠地除去目标金属杂质是可能的。

本发明也旨在一种制备用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料的方法，包括以下步骤：

制备一种发光材料溶解在溶剂中的液体；

采用分离或除去金属杂质的除去装置除去液体中包含的一种或多种金属杂质，然后从该液体中除去溶剂，从而精制发光材料以获得一种用于有机 EL 元件的发光层的精制的发光材料；

其中这样得到的精制发光材料的特征在于，当使用该发光材料形成发光层时，该发光层包含一种或多种金属杂质，但是该层中包含的金属杂质中的含量最大的金属杂质的量为 2.5ppm 或更低。

而且本发明也旨在一种制备用于配置在有机 EL 元件中的发光层的发光材料的方法，包括以下步骤：

制备一种发光材料溶解在溶剂中的液体；和

采用分离或除去金属杂质的除去装置除去液体包含的一种或多种金属杂质，然后从液体中除去溶剂，从而精制发光材料以获得一种用于有机 EL 元件的精制的发光材料；

其中这样得到的精制发光材料的特征在于，当发光材料溶解在一种液体中使其浓度为 2.0wt% 时，该液体包含一种或多种金属杂质，但是该液体包含的金属杂质中的含量最大的金属杂质的量为 50ppb 或更低。

本发明的另一个方面旨在一种形成配置在有机 EL 元件中的发光层的方法，包括以下步骤：

制备一种权利要求 1-16 中任一项所限定的发光材料；

制备一种发光材料溶解在溶剂中的液体；和

施用该液体形成有机 EL 元件的发光层，然后干燥它。

根据上述的方法，容易地可靠地形成具有优越发光性能的发光层是可能的。

参照附图并结合下面的发明及其实施例的详细描述，本发明的这些和其它目的、结构和优点将更为明显。

## 附图的简要描述

图 1 为表示有机 EL 元件的一个实施例的剖面图。

## 具体实施方式

首先在讨论发光材料的细节前，描述制备这样的发光材料的方法、形成本发明的发光层的方法、具有使用本发明的发光材料形成的发光层的有机 EL 元件（有机电致发光元件）的例子。

<有机 EL 元件>

图 1 为表示有机 EL 元件的一个实施例的剖面图。

图 1 表示的有机 EL 元件 1 包括透明基材 2、配置在基材 2 上的阳极 3、配置在阳极 3 上的有机 EL 层 4、配置在有机 EL 层 4 上的阴极 5 和配置的保护层 6 以覆盖这些层 3、4 和 5。

基材 2 起着有机 EL 元件 1 的载体作用，上述的层形成在这个基材 2 上。

作为基材 2 的组成材料，可以使用具有光传导性质和良好光学性质的材料。这样的材料的例子包括各种树脂材料例如聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚萘二甲酸乙二醇酯（聚萘）、聚丙烯、环烯烃聚合物、聚酰胺、聚醚砜、聚甲基丙烯酸甲酯、聚碳酸酯和多芳基化合物、各种玻璃材料等。这些材料可以单独地或者以它们的两种或多种组合地使用。

基材 2 的厚度不局限于任何特定值，但是优选在约 0.1-30mm 的范围内，更优选在约 0.1-10mm 的范围内。

阳极 3 为注入空穴到有机 EL 层 4 的电极（即注入到后面描述的空穴传输层 41 中）。并且这个阳极 3 被制成实际上透明的（包括无色和透明、有色和透明、或半透明的）使得可以从视觉上辨认来自有机 EL 层 4（即来自后面描述的发光层 42）的发光。

从这个角度看，具有高功函（work function）、优越传导性和光传输性质的材料优先用作阳极 3 的组成材料（此后称为“阳极材料”）。

这样的阳极材料的例子包括氧化物例如 ITO（氧化锡铟）、 $\text{SnO}_2$ 、含 Sb 的  $\text{SnO}_2$  和含 Al 的  $\text{ZnO}$ 、Au、Pt、Ag、Cu 和含有它们中两种或多种的合金。这些材料可以单独地或它们中两种或多种组合地使用。

阳极 3 的厚度不局限于任何特定值，但是优选在约 10-200nm 的范围内，更优选在约 50-150nm 的范围内。如果阳极 3 的厚度太薄，恐怕作为阳极 3 的功能

不能充分地表现出来。另一方面，如果阳极 3 的厚度太厚，恐怕依赖于所用阳极材料种类等的光传导性被明显地降低，这样导致有机 EL 元件不能合适地用于实际应用。

应该注意，例如导电树脂如聚噻吩、聚吡咯等也能用于阳极材料。

另一方面，阴极 5 为注入电子到有机 EL 层 4（即注入到后面描述的电子传输层 43）的电极。

作为阴极 5 的组成材料（此后称为“阴极材料”），优先使用具有低功函(work function)的材料。

这样的阴极材料的例子包括 Li、Mg、Ca、Sr、La、Ce、Er、Eu、Sc、Y、Yb、Ag、Cu、Al、Cs、Rb 和含有它们中两种或多种的合金。这些材料可以单独地或它们中两种或多种组合地使用。

特别地在使用合金作为阴极材料的情况下，优先使用含有稳定金属元素例如 Ag、Al 或 Cu 的合金，即例如 MgAg、AlLi 或 CuLi 的合金。这样的合金作为阴极材料的使用使得改进电子注入效率和阴极 5 的稳定性成为可能。

阴极 5 的厚度优选在约 1nm~1 $\mu$ m 的范围内，更优选在约 100-400nm 的范围内。如果阴极 5 的厚度太薄，恐怕作为阴极 5 的功能不能充分地表现出来。另一方面如果阴极 5 的厚度太厚，恐怕发光效率被降低。

在阳极 3 和阴极 5 之间配置有机 EL 层 4。有机 EL 层 4 包括空穴传输层 41、发光层 42 和电子传输层 43。这些层 41、42 和 43 依次形成在阳极 3 上。

空穴传输层 41 具有传输空穴的功能，所述空穴被从阳极 3 注入到发光层 42。

这样的空穴传输层 41 的组成材料（此后称为“空穴传输材料”）的例子包括：芳基环烷烃为基础的化合物例如 1,1-二(4-双-对-三氨基苯基)环己烷和 1,1'-二(4-双-对-甲苯基氨基苯基)-4-苯基环己烷；芳胺为基础的化合物例如 4,4',4''-三甲基三苯基胺、N,N,N',N'-四苯基-1,1'-二苯基-4,4'-二胺、N,N'-二苯基-N,N'-二(3-甲基苯基)-1,1'-二苯基-4,4'-二胺(TPD1)、N,N'-二苯基-N,N'-二(4-甲氧基苯基)-1,1'-二苯基-4,4'-二胺(TPD2)、N,N,N',N'-四(4-甲氧基苯基)-1,1'-二苯基-4,4'-二胺(TPD3)、N,N'-二(1-萘基)-N,N'-二苯基-1,1'-二苯基-4,4'-二胺( $\alpha$ -NPD)；亚苯基二胺为基础的化合物例如 N,N,N',N'-四苯基-对-亚苯基二胺、N,N,N',N'-四(对-甲苯基)-对-亚苯基二胺和 N,N,N',N'-四(间-甲苯基)-间-亚苯基二胺(PDA)；咪唑为基础的化合物例如咪唑、N-异丙基咪唑和 N-苯基咪唑；芪为基础的化合物例如芪，和 4-双-对-甲苯基氨基芪；噻唑为基础的化

合物；三苯基甲烷为基础的化合物例如三苯基甲烷；吡啶为基础的化合物例如1-苯基-3-(对-二甲基氨基苯基)吡啶；挥发油(环己二烯)为基础的化合物；三唑为基础的化合物例如三唑；咪唑为基础的化合物例如咪唑；噁二唑为基础的化合物例如噁二唑、1,3,4-噁二唑和2,5-二(4-双甲基氨基苯基)-1,3,4-噁二唑；葱为基础的化合物例如葱和9-(4-双乙基氨基苯乙烯基)葱；芴酮为基础的化合物例如芴酮、2,4,7-三硝基-9-芴酮和2,7-二(2-羟基-3-(2-氯代苯基氨基甲酰基)-1-萘基偶氮)芴酮；苯胺为基础的化合物例如聚苯胺；硅烷为基础的化合物；噻吩为基础的化合物例如聚噻吩和聚(噻吩亚乙烯基)；吡咯为基础的化合物例如聚(2,2'-噻吩基吡咯)和1,4-二硫酮基-3,6-二苯基-吡咯并-(3,4-c)吡咯并吡咯；卟啉为基础的化合物例如卟啉和金属四苯基卟啉；喹吡啶酮为基础的化合物例如喹吡啶酮；金属或非金属酞菁为基础的化合物例如酞菁、铜酞菁、四叔丁基铜酞菁、和铁酞菁；金属或非金属萘菁(naphthalocyanine)为基础的化合物例如铜萘菁、氧钒基萘菁(vanadyl naphthalocyanine)和一氯镓萘菁；和对二氨基联苯为基础的化合物例如N,N'-二(萘-1-基)-N,N'-二苯基-对二氨基联苯和N,N,N',N'-四苯基对二氨基联苯。这些化合物可以单独地或者以两种或多种组合地使用。

这些化合物可以用作单体或低聚体(低分子空穴传输材料)或在其主链或侧链中含有这些化合物的预聚物或聚合物(其为高分子空穴传输材料)。

除了上述材料,例如聚(3,4-亚乙基二氧基噻吩/苯乙烯磺酸)(PEDOT/PSS)等也可以用作空穴传输材料。

而且能用作空穴传输材料的上面提及的化合物可以单独地或以它们中两种或多种组合地使用。

空穴传输层41的厚度不局限于任何特定值,但是优选在约10-150nm范围内,更优选在约50-100nm范围内。如果空穴传输层41的厚度太薄,恐怕会产生针孔,引起短路。另一方面如果空穴传输层41的厚度太厚,恐怕空穴传输层41带有颜色使得有机EL元件1的发光颜色的色度(色调)被改变。

电子传输层43具有传输电子的功能,电子被从阴极5注入到发光层42。

电子传输层43的组成材料(电子传输材料)的例子包括:苯为基础的化合物(starburst为基础的化合物)例如1,3,5-三[(3-苯基-6-三氟甲基)喹啉-2-基]苯(TPQ1)和1,3,5-三[{3-(4-叔丁基苯基)-6-三氟甲基}喹啉-2-基]苯(TPQ2);萘为基础的化合物例如萘;菲为基础的化合物例如菲;蒽为基础的化

合物例如蒽；茈为基础的化合物例如茈；蒽为基础的化合物例如蒽；茈为基础的化合物例如茈；吡啶为基础的化合物例如吡啶；茈为基础的化合物例如茈；噻吩为基础的化合物；丁二烯为基础的化合物例如丁二烯；香豆素为基础的化合物例如香豆素；喹啉为基础的化合物例如喹啉；联苯乙烯为基础的化合物例如联苯乙烯；吡嗪为基础的化合物例如吡嗪和联苯乙烯基吡嗪；喹啉为基础的化合物例如喹啉；苯醌为基础的化合物例如苯醌，和 2,5-二苯基-对-苯醌；萘醌为基础的化合物例如萘醌；噻二唑为基础的化合物例如噻二唑、2-(4-联苯基)-5-(4-叔丁基苯基)-1,3,4-噻二唑 (PBD)；三唑为基础的化合物例如三唑和 3,4,5-三苯基-1,2,4-三唑；噻唑为基础的化合物；蒽酮为基础的化合物例如蒽酮；茈酮为基础的化合物例如茈酮和 1,3,8-三硝基茈酮 (TNF)；联苯酚并苯醌为基础的化合物例如联苯酚并苯醌和 MBDQ；茈并苯醌为基础的化合物例如茈并苯醌和 MBSQ；蒽醌并二甲烷为基础的化合物；二氧化噻喃为基础的化合物；亚茈基甲烷为基础的化合物；二苯基二氰基乙烯为基础的化合物；金属和非金属酞菁染料为基础的化合物例如酞菁染料、铜酞菁和铁酞菁；和各种金属络合物例如 8-羟基喹啉铝 ( $Alq_3$ ) 和带有苯并噻唑或苯并噻吩为配体的络合物。

而且上面提及的能用作电子传输材料的化合物可以单独或以它们中两种或多种组合地使用。

电子传输层 43 的厚度不局限于任何特定值，但是优选在约 1-100nm 的范围内，更优选在约 20-50nm 的范围内。如果电子传输层 43 的厚度太薄，恐怕会产生针孔，引起短路。另一方面如果电子传输层 43 的厚度太厚，恐怕电阻值变高。

当电流在阳极 3 和阴极 5 之间流动（即跨过阳极 3 和阴极 5 施加电压）时，空穴在空穴传输层 41 中移动，电子在电子传输层 43 中移动，然后空穴和电子在发光层 42 中重组。然后在发光层 42 中重组时释放出的能量产生激发子，激发子释放能量（以荧光或磷光的形式）或当返回到基态时发射出光。

任何材料，只要能在施加电压允许空穴和电子重组期间提供从阳极 3 注入空穴和从阴极 5 注入电子的场，都能用作发光层 42 的组成材料（发光材料）。

而且优选发光材料在室温下或者为固体形式或者为半固体形式。这样的发光材料使得阻止或抑制有机 EL 元件 1 随时间变化和变差成为可能，其结果是，改进抑制有机 EL 元件发光亮度下降的效果是可能的。

而且优选在厚度为 50nm 的薄膜在透明电极上作为发光层形成以及在薄膜

上配置金属电极的情况下,在施加 6V 电压时发光材料获得高于  $10\text{cd/m}^2$  的发光。当由这样的发光材料组成的有机 EL 元件 1 例如应用到显示器上时,获得具有高清晰度(visibility)的图像是可能的。

作为能满足上面条件的发光材料,已经知道有下面提及的各种低分子发光材料和各种高分子发光材料。在本发明中,这些材料可以单独地或它们中两种或多种组合地使用。

在这一点上,应该注意这样低分子发光材料的使用使得获得致密发光层 42 成为可能,从而改进发光层 42 的发光效率。而且由于这样的高分子发光材料相当容易地溶解在溶剂中,用各种涂布方法例如喷墨印刷方法等容易地形成发光层 42 是可能的。而且,如果一起使用低分子发光材料和高分子发光材料,可能获得增效作用,即具有优越发光效率的致密发光层 42 可以用各种涂布方法例如喷墨印刷等容易地形成。

这样的低分子发光材料的例子包括:苯为基础的化合物例如二苯乙烯基苯(DSB)和二氨基二苯乙烯基苯(DADSB);萘为基础的化合物例如萘和尼罗红;菲为基础的化合物例如菲;蒽为基础的化合物例如蒽和 6-硝基蒽;茚为基础的化合物例如茚和 N,N'-二(2,5-二叔丁基苯基)-3,4,9,10-茚基-二-碳酰亚胺(BPPC);薹为基础的化合物例如薹;蒽为基础的化合物例如蒽和二苯乙烯基蒽;芘为基础的化合物例如芘;吡喃为基础的化合物例如 4-(二氰甲基)-2-甲基-6-(对二甲基氨基苯乙烯基)-4H-吡喃(DCM);吡啶为基础的化合物例如吡啶;茈为基础的化合物例如茈;噻吩为基础的化合物例如 2,5-二苯并噻吩噻吩;苯并噻吩为基础的化合物例如苯并噻吩;苯并咪唑为基础的化合物例如苯并咪唑;苯并噻唑为基础的化合物例如 2,2'-(对亚苯基二亚乙烯基)联苯并噻唑;丁二烯为基础的化合物例如双苯乙烯基(1,4-二苯基-1,3-丁二烯)和四苯基丁二烯;萘酰亚胺为基础的化合物例如萘酰亚胺;香豆素为基础的化合物例如香豆素;茚酮为基础的化合物例如茚酮;噻二唑为基础的化合物例如噻二唑;醛连氮为基础的化合物;环戊二烯为基础的化合物例如 1,2,3,4,5-五苯基-1,3-环戊二烯(PCPC);喹吡啶酮为基础的化合物例如喹吡啶酮和喹吡啶酮红;吡啶为基础的化合物例如吡咯并吡啶和噻二唑并吡啶;螺环化合物例如 2,2',7,7'-四苯基-9,9'-螺环联茈;金属或非金属酞菁为基础的化合物例如酞菁( $\text{H}_2\text{Pc}$ )和铜酞菁;茈为基础的化合物例如茈;和各种金属络合物例如 8-羟基喹啉铝( $\text{Alq}_3$ )、三(4-甲基-8-喹啉酸(quinolinolate))铝(III)( $\text{Almq}_3$ )、三(4-甲基-8-羟基喹啉)铝

和三(5-氯-8-羟基-喹啉酸)铝、8-羟基喹啉锌( $Znq_2$ )、(1,10-邻二氮杂菲)-三(4,4,4-三氟-1-(2-噻吩基)-丁烷-1,3-二酮化)铈(III)( $Eu(TTA)_3(phen)$ )、fac-三(2-苯基吡啶)铱( $Ir(ppy)_3$ )和2,3,7,8,12,13,17,18-八乙基-21H,23H-卟吩铂(II)。这些材料可以单独或以它们中两种或多种组合地使用。

高分子发光材料的例子包括聚乙炔为基础的化合物例如反式聚乙炔、顺式聚乙炔、聚(二苯基乙炔)(PDPA)和聚(烷基苯基乙炔)(PAPA);聚对亚苯基亚乙烯基为基础的化合物例如聚对亚苯基亚乙烯基(PPV)、聚(2,5-二烷氧基-对-亚苯基亚乙烯基)(RO-PPV)、氰基取代的聚(对亚苯基亚乙烯基)(CN-PPV)、聚(2-二甲基辛基甲硅烷基-对-亚苯基亚乙烯基)(DMOS-PPV)和聚(2-甲氧基-5-(2'-乙基己氧基(hexoxy))-对-亚苯基亚乙烯基)(MEH-PPV);聚噻吩为基础的化合物例如聚(3-烷基噻吩)(PAT)和聚(氧丙烯)三醇(POPT);聚芴为基础的化合物例如聚(9,9-二烷基芴)(PDAF)、聚(9,9'-二己基-2,7-(2-氰基亚乙烯基)芴烯(fluorenylene))、聚(9,9'-二辛基-2,7-二亚乙烯基芴烯)-交替-共(双苯基-4,4'-二基);聚对亚苯基为基础的化合物例如聚对亚苯基(PPP)和聚(1,5-二烷氧基-对-亚苯基)(RO-PPP);聚咔唑为基础的化合物例如聚(N-乙基基咔唑)(PVK);和聚硅烷为基础的化合物例如聚甲基苯基硅烷(PMPS)、聚(萘基苯基硅烷)(PNPS)和聚(联苯基苯基硅烷)(PBPS)。这些化合物可以单独或它们中两种或多种组合地使用。而且当这些化合物以它们中两种或多种组合地使用时,优选它们用作共聚物。当然这些两种或多种化合物可以以混合物或聚合物合金等使用。由于这些类型的化合物可溶于溶剂,它们特别适合用各种施用方法例如喷墨印刷等使用。

发光层42的厚度不局限于任何特定值,但是优选在约10-150nm的范围内,更优选在约50-100nm的范围内。将发光层的厚度设定为上述范围内的值,有效地发生空穴和电子的重组,从而能使发光层42的发光效率进一步改进。

而且当形成这样的相当薄的发光层42时,本发明的发光材料特别有用。

尽管在本发明实施方案中分别地提供发光层42、空穴传输层41和电子传输层43的每一个,但是它们可以形成到可传输空穴的发光层中,所述可传输空穴的发光层将空穴传输层41和发光层42组合起来,或形成到可传输电子的发光层中,所述可传输电子的发光层将电子传输层43和发光层42组合起来。在这种情况下,在可传输空穴发光层和电子传输层43之间的界面附近区域或可传输电子发光层和空穴传输层41之间的界面附近区域起发光层42的功能。在这个



修改方案中，关于可传输空穴发光层和可传输电子发光层的组成材料，具有传输电子和空穴功能的发光材料（即载体）能从上面提及的本发明的发光材料中合适地选择这样的材料使用。

如上述，本发明的发光材料不仅包括仅贡献发光的材料而且包括拥有附加功能例如载体注入功能和载体传输功能的材料。

而且在使用可传输空穴发光层的情况下，从阳极注入到可传输空穴发光层的空穴被电子传输层俘获，在使用可传输电子发光层的情况下，从阴极注入到可传输电子发光层的电子在可传输电子发光层中被俘获。在这两种情况下，都有改进空穴和电子的重组效率的优点。

而且在层 3、4 和 5 中的邻接层之间，可以根据其目的配置任一附加层。例如用铜酞菁等制成的空穴注入层可以配置在空穴传输层 41 和阳极 3 之间，或 LiF 等制成的电子注入层可以配置在电子传输层 43 和阴极 5 之间。

配置保护层 6 以覆盖组成有机 EL 元件 1 的层 3、4 和 5。这个保护层 6 具有密封组成有机 EL 元件 1 的层 3、4 和 5 以切断氧气和水分的功能。经配置这种保护层 6，获得改进有机 EL 元件 1 的可靠性的效果和阻止有机 EL 元件 1 变化和变差的效果是可能的。

保护层 6 的组成材料的例子包括 Al、Au、Cr、Nb、Ta 和 Ti、含它们的合金、氧化硅、各种树脂材料等。在这一点上，应该注意，在导电材料用作保护层 6 的组成材料的情况下，如果需要，优选在保护层 6 与层 3、4 和 5 中的每一个之间配置绝缘膜防止它们之间的短路。

这个有机 EL 元件 1 例如能用于显示器，但是也能用于各种光学目的例如光源等。

在有机 EL 元件 1 用于显示器的情况下，其驱动系统没有特别的限制，可以使用有源矩阵系统和无源矩阵系统中任一个。

如上述有机 EL 元件 1 例如可按下列方式加工。

<1>首先制备基材 2，然后在基材 2 上形成阳极 3。

例如可以用化学蒸汽沉积（CVD）如等离子体 CVD、热 CVD 或激光 CVD、干法镀敷如真空沉积、溅射或离子镀敷、湿法镀敷如电解镀敷、沉浸镀敷、或无电镀敷、溅射、溶胶—凝胶法、MOD 法、金属片的粘结等形成阳极 3。

<2>接着在阳极 3 上形成空穴传输层 41。

例如在阳极 3 上涂覆经在溶剂中溶解上面提及的空穴传输材料获得的空穴

传输层材料形成空穴传输层 41。

在空穴传输层材料的涂覆中，可以使用各种涂布方法例如旋转涂覆法、铸造法、微照相凹板式涂覆法、照相凹板式涂覆法、棒涂法、滚动涂覆法、绕线棒刮涂法、浸涂法、喷涂法、丝网印刷法、橡皮凸版印刷法、胶印法、喷墨印刷法等。根据这样的涂覆方法，相当容易地形成空穴传输层 41 是可能的。

溶解空穴传输材料的溶剂的例子包括：无机溶剂例如硝酸、硫酸、氨水、双氧水、水、二硫化碳、四氯化碳和碳酸亚乙酯；和各种有机溶剂例如酮为基础的溶剂如甲基乙基酮（MEK）、丙酮、二乙基酮、甲基异丁基酮（MIBK）、甲基异丙基酮（MIPK）和环己酮，醇为基础的溶剂如甲醇、乙醇、异丙醇、乙二醇、二乙二醇（DEG）和丙三醇，醚为基础的溶剂如二乙醚、二异丙基醚、1,2-二甲氧基乙烷（DME）、1,4-二氧杂环己烷、四氢呋喃（THF）、四氢吡喃（THP）、苯甲醚、二乙二醇二甲醚（二甘醇二甲醚）和二乙二醇乙醚（卡必醇），溶纤剂为基础的溶剂如甲基溶纤剂、乙基溶纤剂和苯基溶纤剂，脂肪烃为基础的溶剂如己烷、戊烷、庚烷和环己烷，芳烃为基础的溶剂如甲苯、二甲苯和苯，芳族杂环化合物为基础的溶剂如吡啶、吡嗪、呋喃、吡咯、噻吩和甲基吡咯烷酮，酰胺为基础的溶剂如 N,N-二甲基甲酰胺（DMF）和 N,N-二甲基乙酰胺（DMA），卤化合物为基础的溶剂如二氯甲烷、氯仿和 1,2-二氯乙烷，酯为基础的溶剂如乙酸乙酯、乙酸甲酯和甲酸乙酯，硫化物为基础的溶剂如二甲基亚砷（DMSO）和环丁砷，腈为基础的溶剂如乙腈、丙腈和丙烯腈，有机酸为基础的溶剂如甲酸、乙酸、三氯乙酸和三氟乙酸，含它们的混合溶剂。

如果需要，获得的涂覆例如可以在空气或惰性气氛或减压（或真空）下进行热处理。这使例如干燥涂层（除去溶剂或分散介质）或聚合空穴传输材料成为可能。在这方面应注意涂覆可以在没有热处理时干燥。

而且在使用低分子空穴传输材料的情况下，如果需要，可以向空穴传输层材料中添加粘合剂（高分子粘合剂）。

作为粘合剂，优先使用那些不非常地抑制电荷传输和对可见光辐射具有低吸收的粘合剂。具体地，这样的粘合剂的例子包括聚环氧乙烷、聚偏二氟乙烯、聚碳酸酯、聚丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸酯、聚甲基丙烯酸甲酯、聚苯乙烯、聚氯乙烯、聚硅氧烷等，它们可以单独或它们中两种或多种组合地使用。另外，上面提及的高分子空穴传输材料可以用作粘合剂。

应注意在使用低分子空穴传输材料的情况下，例如用真空沉积等也可以形

成空穴传输层 41。

<3>接着在空穴传输层 41 上形成发光层 42。

发光层 42 能用空穴传输层 41 的相同方式形成。即使用上面提及的发光材料按上述方式参照空穴传输层 41 形成发光层 42。

具体地，将发光材料溶解在溶剂中获得的发光层材料涂覆到空穴传输层 41，然后再将其干燥形成发光层 42。

<4>接着在发光层 42 上形成电子传输层 43。

电子传输层 43 能用空穴传输层 41 的相同方式形成。即使用上面提及的电子传输材料按上述方式参照空穴传输层 41 形成电子传输层 43。

<5>接着在电子传输层 43 上形成阴极 5。

阴极 5 可以使用例如真空沉积、溅射、金属片的粘结等形成。

<6>接着形成保护层 6 以覆盖阳极 3、有机 EL 层 4 和阴极 5。

保护层 6 例如可以使用各种可固化树脂（粘合剂）粘结由上面提及的材料组成的箱式保护盖形成（配置）。

关于可固化树脂，所有的热固树脂、光固树脂、反应性固化树脂和厌氧固化树脂都可以使用。

有机 EL 元件 1 经过上述这些过程制成。

接着，将叙述本发明的发光材料和制备该发光材料的方法。

<发光材料>

本发明的发光材料用于上述有机 EL 元件 1 中的发光层 42。

为了抑制有机 EL 元件 1 的发光亮度的下降，本发明人已经进行了广泛的研究，并对组成有机 EL 元件 1 的所有层的组成材料进行了研究，特别注意了组成材料中的发光材料。结果，本发明人发现通过控制发光材料含有的杂质的量，特别是金属杂质的量在预定量内能有效地抑制有机 EL 元件 1 的发光亮度的下降，从而完成本发明。

具体地，本发明需要满足下列条件（A）和（B）中至少一个。

（A）当使用本发明的发光材料形成发光层 42 时，发光层 42 中含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量应该为 2.5ppm 或更低（优选 1.0ppm 或更低）。

（B）当本发明的发光层材料溶解在液体中使其浓度为 2.0wt% 时，该液体含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量为 500ppb 或更低（优选 400ppb 或更低）。

满足这些条件中至少一个的,抑制有机EL元件1发光亮度的下降是可能的。结果提供一个能长时间维持优越发光性质的有机EL元件1成为可能。

认为获得这样效果的原因源于由杂质引起的次反应可被抑制的事实,它被认为是这种效果的较大因素之一。

而且当发光材料含有两种或多种金属杂质时,优选发光层42含有的金属杂质的总量为10ppm或更低,更优选5ppm或更低。进一步地优选2.0wt%溶液含的金属杂质总量为200ppb或更低,更优选100ppb或更低。

通过控制发光层42和2.0wt%溶液中所含的金属杂质总量在上面提及的范围内,更可靠地抑制有机EL元件1发光亮度的下降是可能的。

在这种情况下,优选待除去的金属杂质包括金属元素和金属离子。通过除去这些金属杂质,提供一种能够更可靠地抑制有机EL元件1发光亮度的下降的发光材料成为可能。

组成这些金属杂质的金属的例子包括主族金属元素例如Li、Na、K、Rb、Sc、Fr、Be、Mg、Ca、Sr、Ba、Ra、Al、Ga、In、Ti和Pb和过渡金属元素例如Sc、Y、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd和Hg。在这些元素中,特别优选Mg、Ca、Al和Na。通过除去这些金属的金属杂质,有机EL元件1的发光亮度的下降效果能特别明显地表现出来。

#### <精制发光材料的方法>

关于从发光材料中除去金属杂质的方法(除去方法),例如对低分子空穴传输材料和高分子空穴传输材料可以分别使用下列方法。

具体地,在低分子发光材料的情况下,这样的除去方法的例子包括电解分离方法、中和方法、升华精制方法、重结晶方法、重沉淀方法、和使用能分离或除去金属杂质的除去装置的方法。这些方法可以单独或它们中两种或多种组合地使用。

这里,除去装置的例子包括过滤器、柱填料、渗透膜(透析器)和具有密度梯度的介质。具体地,使用除去装置的除去方法的例子包括:过滤方法;各种色谱方法例如吸附色谱方法、离子交换色谱方法、分配(正相或反相)色谱方法、分子筛色谱方法(凝胶过滤)、逆向分布色谱方法和小滴逆向分布色谱方法;离心分离方法例如密度梯度离心;超过滤方法;和透析方法。

另一方面,在高分子发光材料的情况下,合适地使用采用除去装置的除去

方法例如过滤方法、超过滤方法或透析方法。

在这些方法中，作为除去金属杂质的方法，优选使用采用除去装置的除去方法（即精制本发明中使用的发光材料的方法），特别优选采用过滤方法。根据这样的方法，短时间内从发光材料中相当容易地除去金属杂质是可能的。而且通过仅选择适合使用的过滤器种类（除去装置），能有效地可靠地除去目标金属杂质。

此后，基于使用过滤方法的典型情况就除去金属杂质的方法将进行详细的描述。

根据过滤方法，在溶剂中溶解发光材料得到的用于精制的溶液通过过滤器以从用过滤器精制的溶液中分离和除去金属杂质，然后除去溶剂，从而精制了该发光材料。这样，该发光材料含有的金属杂质的量就被调整落在目标范围内（优选在上述范围内）。根据这个方法，将发光材料含有的金属杂质的量容易地调整在上述范围内是可能的。

当制备用于精制的溶液时，参照制备有机 EL 元件 1 的方法（形成空穴传输层 41 的过程）可以使用提及的相同溶剂。

关于在过滤方法中使用的过滤器，可以使用各种过滤器，特别地合适地使用采用阳离子交换树脂作为主组份形成的过滤器。通过使用这样的过滤器，从发光材料中有效地除去目标金属杂质是可能的。

这样的阳离子交换树脂的例子包括强酸阳离子交换树脂、弱酸阳离子交换树脂和能选择地除去重金属的螯合树脂。例如向各种聚合物例如苯乙烯为基础的聚合物、甲基丙烯酸酯聚合物和丙烯酸酯聚合物的主链中引入各种功能基团例如  $-\text{SO}_3\text{M}$ 、 $-\text{COOM}$  和  $-\text{N}=(\text{CH}_2\text{COO})_2\text{M}$  得到的那些可以被使用。在这一点上，应注意根据阳离子交换树脂的种类等合适地选择功能基团。

用于精制的溶液通过过滤器时的速度（此后称为“液体通过速度”）不局限于任何特定值，但是优选在约 1-1000ml/min 的范围内，更优选在约 50-100 ml/min 的范围内。经将用于精制的溶液的液体通过速度设定为上面范围内的一个值，更有效地进行金属杂质的除去是可能的。

而且用于精制的溶液的温度（此后称为“溶液温度”）也不局限于任何特定值，但是在不干扰除去金属杂质操作的范围内优选温度尽可能地高。即溶液温度优选在约 0°C-80°C 的范围内，更优选在约 10°C-25°C 的范围内。通过设定溶液温度为上面范围内的一个值，更有效地进行除去金属杂质是可能的。

在这种情况下，用于精制的溶液不仅可以一次而且可以两次或多次通过过滤器，或它也可以通过两种或多种不同种类的过滤器。而且这些过滤操作可以组合地进行。通过这样做，更有效地除去金属杂质是可能的。

在这一点上，应注意精制过程后的用于精制的溶液在没有除去溶剂时也可以用于制备有机 EL 元件 1。

尽管描述了本发明的空穴传输材料和制备空穴传输材料的方法，但是应该理解本发明不局限于这些。

### 实施例

接着描述本发明的实际的例子。

#### <空穴传输材料的精制>

##### (实施例 1)

作为发光材料，制备聚(9,9'-二己基-2,7-(2-氰基亚乙烯基)芴烯(fluorenylene))(具有重量平均分子量 120,000)。

接着将这个发光材料溶解在甲苯中使其浓度为 2.0wt%，制备用于精制的发光材料溶液。

接着在溶液温度为 20℃下，将这个溶液以液体通过速度 50ml/min 通过配有六个过滤器的塔，以除去金属杂质。

在这一点上，应注意所有的过滤器都由苯乙烯为基础的磺酸型强酸阳离子交换树脂制成。

##### (实施例 2)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行，不同的是所有六个过滤器用由甲基丙烯酸为基础的羧酸型弱酸阴离子交换树脂制成的过滤器代替。

##### (实施例 3)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行，不同的是所有六个过滤器用丙烯酸为基础的羧酸型弱酸阴离子交换树脂制成的过滤器代替。

##### (实施例 4)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行，不同的是六个过滤器用与实施例 1 相同的三个过滤器和与实施例 2 相同的三个过滤器代替。

##### (实施例 5)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行，不同的是六个过滤器用与实施

例 1 相同的三个过滤器和与实施例 3 相同的三个过滤器代替。

(实施例 6)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行,不同的是六个过滤器用与实施例 2 相同的三个过滤器和与实施例 3 相同的三个过滤器代替。

(实施例 7)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行,不同的是六个过滤器用与实施例 1 相同的二个过滤器、与实施例 2 相同的二个过滤器和与实施例 3 相同的二个过滤器代替。

(实施例 8)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行,不同的是六个过滤器用与实施例 1 相同的二个过滤器、与实施例 2 相同的二个过滤器和二个由苯乙烯为基础的亚氨基二乙酸型螯合树脂制成的过滤器代替。

(实施例 9)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行,不同的是六个过滤器用与实施例 1 相同的二个过滤器、与实施例 3 相同的二个过滤器和二个由苯乙烯为基础的亚氨基二乙酸型螯合树脂制成的过滤器代替。

(实施例 10)

发光材料的精制以实施例 1 相同方式进行,不同的是六个过滤器用与实施例 2 相同的二个过滤器、与实施例 3 相同的二个过滤器和二个由苯乙烯为基础的亚氨基二乙酸型螯合树脂制成的过滤器代替。

(实施例 11-20)

发光材料的精制分别以实施例 1-10 相同方式进行,不同的是将与实施例 1 相同的发光材料和聚(9,9'-二辛基-2,7-二亚乙烯基芴烯-交替-共(联苯基-4,4'-二基))(具有重量平均分子量 20,000)以 50:50(重量比)的比例混合获得的发光材料用作实施例 11-20 每一个的空穴传输材料。

(实施例 21-30)

发光材料的精制分别以实施例 1-10 相同方式进行,不同的是将与实施例 1 相同的发光材料和三(4-甲基-8-羟基喹啉)铝以 90:10(重量比)的比例混合获得的发光材料用作实施例 21-30 每一个的空穴传输材料。

(实施例 31-40)

发光材料的精制分别以实施例 1-10 相同方式进行,不同的是将与实施例 1

相同的发光材料和三（4-甲基-8-羟基喹啉）铝以及三（5-氯-8-羟基喹啉酸）铝以 85:10:5（重量比）的比例混合获得的发光材料用作实施例 31-40 每一个的空穴传输材料。

（对比例 1）

尽管制备和实施例 1 相同的发光材料，但是忽略其精制。

（对比例 2）

尽管制备和实施例 11 相同的发光材料，但是忽略其精制。

（对比例 3）

尽管制备和实施例 21 相同的发光材料，但是忽略其精制。

（对比例 4）

尽管制备和实施例 31 相同的发光材料，但是忽略其精制。

<评价>

## 1. 金属杂质量的测定

在实施例 1-40 的每一个中得到的精制的发光材料溶液含有的金属杂质的量和对比例 1-4 的每一个中得到的未精制的发光材料溶液含有的金属杂质的量分别用感耦等离子体质谱方法（ICP-MS 法）测定。

具体地说，在石英坩埚中称量 0.5g 发光材料溶液，连续地用电热板和电炉进行灰化处理。接着灰化的物质用硝酸进行热分解，然后用稀硝酸补充至恒定体积。恒定体积得到的溶液用 ICP-MS 法分析。

根据金属杂质的量按下列八个标准评价分析结果。

+：高于 1ppb，但不高于 10ppb 或更低

2+：高于 10ppb，但不高于 20ppb 或更低

3+：高于 20ppb，但不高于 30ppb 或更低

4+：高于 30ppb，但不高于 40ppb 或更低

5+：高于 40ppb，但不高于 50ppb 或更低

6+：高于 50ppb，但不高于 100ppb 或更低

7+：高于 100ppb，但不高于 200ppb 或更低

8+：高于 200ppb

## 2. 有机 EL 元件发光亮度下降的评价

分别使用实施例 1-40 得到的精制的发光材料和对比例 1-4 得到的未精制的



发光材料按下列方式制备有机 EL 元件。

首先，制备具有平均厚度 0.5mm 的透明玻璃基材。

接着，使用真空沉积方法在基材上形成平均厚度为 100nm 的 ITO 电极（阳极）。

接着，用旋转涂覆方法将聚噻吩为基础的化合物（由 Bayer Corp. 制备，“Baytron P”的产品名）的 2.0wt% 的水溶液涂覆到 ITO 电极上，然后干燥形成平均厚度为 50nm 的空穴传输层。

接着，用旋转涂覆方法将发光材料溶液涂覆到空穴传输层上，然后干燥形成平均厚度为 50nm 的发光层。

接着，用 3,4,5-三苯基-1,2,4-三唑的真空沉积在发光层上形成平均厚度为 20nm 的电子传输层。

接着，用真空沉积方法在电子传输层上形成平均厚度为 300nm 的 AlLi 电极（阴极）。

接着，涂覆聚碳酸酯制成的保护覆盖层以覆盖所形成的层，用紫外线固化树脂固定和密封，完成该有机 EL 元件。

跨过以上述方式制备的每个有机 EL 元件的 ITO 电极和 AlLi 电极施加 6V 电压，测定发光亮度确定在发光亮度的初始值下降至一半（半寿期）前所用的时间。

金属杂质量的测定结果和每个有机 EL 元件发光亮度的下降的评价结果表示在下面的表 1-4 中。

应注意表 1-4 中每一个表示了 Na、Mg、Al 和 Ca 金属杂质中每一个的量和金属杂质的总量。

在这个关系中，应注意在用于制备发光材料溶液的甲苯中用 ICP-MS 法没有检测到金属杂质。因此可以认为得到的结果来源于发光材料含有的金属杂质。

而且每个有机 EL 元件的发光亮度下降的评价结果被使用每个实施例和对比例的发光材料制备的有机 EL 元件的发光亮度的半寿期相对值表示出来。在这一点上，应注意将使用每个相应的对比例的未精制发光材料制备的有机 EL 元件的发光亮度的半寿期定义为“1”来确定每个值。

表 1

	金属杂质的量	发光亮度下降的评价
--	--------	-----------

	Na	Mg	Al	Ca	总和	半寿期（相对值）
实施例 1	4+	+	+	2+	6+	1.4
实施例 2	4+	+	+	2+	6+	1.4
实施例 3	5+	+	+	3+	6+	1.3
实施例 4	5+	+	+	2+	6+	1.4
实施例 5	5+	+	+	3+	6+	1.5
实施例 6	5+	+	+	3+	6+	1.3
实施例 7	5+	+	+	3+	6+	1.3
实施例 8	4+	+	+	3+	6+	1.4
实施例 9	5+	+	+	3+	6+	1.2
实施例 10	4+	+	+	3+	6+	1.3
对比例 1	7+	+	3+	6+	8+	1

表 2

	金属杂质的量					发光亮度下降的评价
	Na	Mg	Al	Ca	总和	半寿期（相对值）
实施例 11	5+	+	+	3+	6+	1.3
实施例 12	4+	+	2+	2+	6+	1.4
实施例 13	4+	+	+	2+	6+	1.4
实施例 14	5+	+	2+	2+	6+	1.3
实施例 15	5+	+	2+	4+	7+	1.2
实施例 16	4+	+	+	2+	6+	1.4
实施例 17	5+	+	+	3+	6+	1.3
实施例 18	5+	+	+	2+	6+	1.2
实施例 19	5+	+	+	4+	7+	1.2
实施例 20	5+	+	+	3+	6+	1.4
对比例 2	7+	+	4+	6+	8+	1

表 3

	金属杂质的量					发光亮度下降的评价
	Na	Mg	Al	Ca	总和	半寿期（相对值）
实施例 21	5+	+	2+	3+	6+	1.2
实施例 22	4+	+	+	2+	6+	1.3
实施例 23	4+	+	+	2+	6+	1.3
实施例 24	5+	+	2+	4+	6+	1.2
实施例 25	4+	+	+	2+	6+	1.2

实施例 26	4+	+	2+	2+	6+	1.3
实施例 27	5+	+	2+	3+	7+	1.2
实施例 28	5+	+	+	4+	7+	1.3
实施例 29	5+	+	+	3+	7+	1.2
实施例 30	5+	+	+	4+	6+	1.3
对比例 3	6+	+	4+	6+	8+	1

表 4

	金属杂质的量					发光亮度下降的评价
	Na	Mg	Al	Ca	总和	半寿期（相对值）
实施例 31	4+	+	2+	2+	6+	1.4
实施例 32	5+	+	2+	3+	6+	1.4
实施例 33	4+	+	2+	4+	6+	1.3
实施例 34	4+	+	2+	3+	6+	1.4
实施例 35	5+	+	+	4+	6+	1.3
实施例 36	4+	+	+	3+	6+	1.4
实施例 37	5+	+	2+	4+	6+	1.4
实施例 38	5+	+	+	5+	7+	1.2
实施例 39	5+	+	+	4+	7+	1.3
实施例 40	5+	+	+	4+	7+	1.2
对比例 4	6+	+	3+	6+	8+	1

如表 1-4 所示，在每个实施例的精制的发光材料溶液的情况中，金属杂质的量被减少，其含的 Na、Mg、Al 和 Ca 的量被控制在 50ppb 或更低。

而且尽管表 1-4 没有表示，溶液含有的除 Na、Mg、Al 和 Ca 外的金属杂质的量也为 50ppb 或更低（尤其为 10ppb 或更低）。

而且在每个实施例的精制的发光材料溶液的情况中，金属杂质的总量控制在 200 ppb 或更低。

而且从结果看出，当从每个实施例的发光材料溶液含有的金属杂质的量计算得到发射层中金属杂质的量时，在每个实施例的有机 EL 元件中每个金属杂质的量控制在 2.5ppm 或更低，金属杂质的总量也控制在 10 ppm 或更低。

和这相反，在没有精制的对比例的发光材料溶液中，溶液含有的金属杂质含量最大的金属杂质的量超出 50ppb，金属杂质的总量超出 200ppb（特别的，300ppb）。

而且和使用每个对比例的发光材料制备的有机 EL 元件相比，使用每个实施例的发光材料制备的有机 EL 元件具有较长的发光亮度半寿期，即发光亮度的下降被抑制。

而且每个表表明有机 EL 元件的发光亮度的半寿期随金属杂质的量的减少而延长的趋势。

如上述，已经发现，使用本发明的发光材料的有机 EL 元件（其含有的每个金属杂质的量在 2.0wt% 溶液中控制在 50ppb 或更低和在发光层中控制在 2.5ppm 或更低）是优异的元件。即在这样的有机 EL 元件中，发光亮度的下降被抑制，优越的发光性质被维持了一长段时间。

在这一点，应注意使用实施例和每个对比例的发光材料溶液形成的有机 EL 元件具有初值为  $1000\text{cd/m}^2$  的发光亮度。

最后，应该注意本发明不局限于上述的方案和实施例，在没有脱离本发明范围下可以进行任何添加或变化。

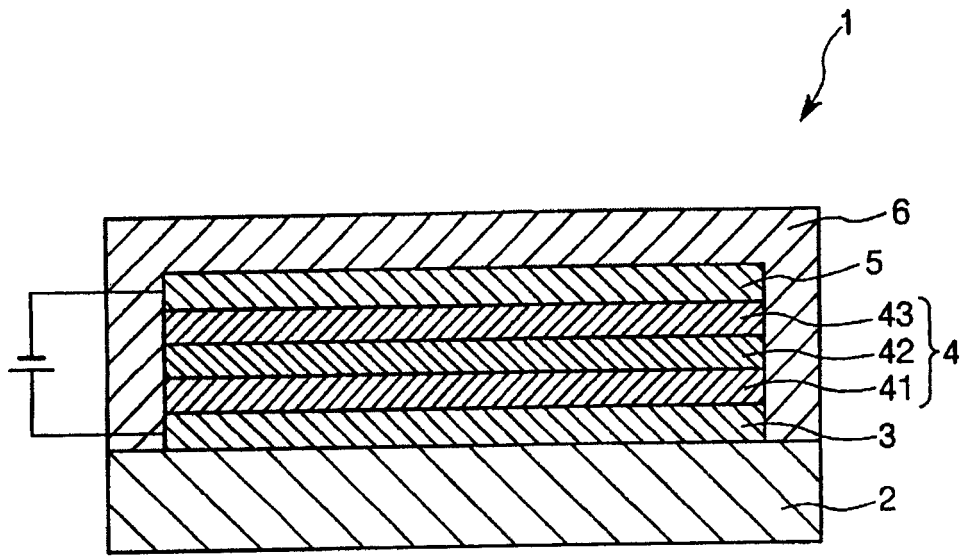


图 1

专利名称(译)	发光材料、制造发光材料的方法和制备发光层的方法		
公开(公告)号	<a href="#">CN1575068A</a>	公开(公告)日	2005-02-02
申请号	CN200410046410.6	申请日	2004-05-28
[标]申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
[标]发明人	彼原誉 彼原祐治 上原正光 岛津雅光 石井隆司		
发明人	彼原誉 彼原祐治 上原正光 岛津雅光 石井隆司		
IPC分类号	H05B33/10 C09K11/06 H01L51/00 H01L51/50 H05B33/14 H05B33/20 H03H9/145		
CPC分类号	H01L51/5012 H05B33/14 C09K11/06 C09K2211/14 H01L51/0025 Y10S428/917		
代理人(译)	王玮		
优先权	2003206954 2003-08-08 JP 2003153540 2003-05-29 JP		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a> <a href="#">SIPO</a>		

摘要(译)

在有机EL元件1中，当跨过阳极3和阴极5施加电压时，空穴在空穴传输层41中移动，电子在电子传输层43中移动，空穴和电子在发光层42中重组发射出光。使用发光材料形成发光层42。当使用该发光材料形成发光层42时，发光层含有一种或多种金属杂质，但是该层含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量为2.5ppm或更低，或当该发光材料溶解在一种液体中使其浓度为2.0wt%时，该液体含有一种或多种金属杂质，但是该液体含有的金属杂质中含量最大的金属杂质的量为50ppb或更低。通过使用这样的发光材料，能抑制有机EL元件1的发光亮度的下降。

