

(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2011-199174

(P2011-199174A)

(43) 公開日 平成23年10月6日(2011.10.6)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H O 1 L 51/50 (2006.01)	H O 5 B 33/14 B	3 K 1 0 7
H O 5 B 33/10 (2006.01)	H O 5 B 33/10	

審査請求 未請求 請求項の数 12 O L (全 51 頁)

(21) 出願番号	特願2010-66666 (P2010-66666)	(71) 出願人	306037311
(22) 出願日	平成22年3月23日 (2010. 3. 23)		富士フイルム株式会社
			東京都港区西麻布2丁目26番30号
		(74) 代理人	100107515
			弁理士 廣田 浩一
		(74) 代理人	100107733
			弁理士 流 良広
		(74) 代理人	100115347
			弁理士 松田 奈緒子
		(74) 代理人	100136858
			弁理士 池田 浩
		(72) 発明者	日向 浩彰
			神奈川県足柄上郡開成町牛島577番地
			富士フイルム株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発光層形成用固形材料、並びに有機電界発光素子及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 1種の固形材料を使用して、蒸着源の加熱温度を変化させることにより、蒸着膜の組成を調整でき、制御困難な共蒸着が不要になり、素子性能のばらつきが低減し、繰り返し再現性を向上できる発光層形成用固形材料、並びに有機電界発光素子及び有機電界発光素子の製造方法の提供。

【解決手段】 白色発光する単層の発光層を蒸着法により形成するための発光層形成用固形材料であって、少なくとも1種のホスト材料と、少なくとも1種の発光材料とを含有する発光層形成用固形材料である。該少なくとも2種の発光材料を含む態様、少なくとも2種の発光材料が異なる色で発光する態様、少なくとも1種の発光材料が燐光発光材料である態様などが好ましい。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

白色発光する単層の発光層を蒸着法により形成するための発光層形成用固形材料であって、

少なくとも 1 種のホスト材料と、少なくとも 1 種の発光材料とを含有することを特徴とする発光層形成用固形材料。

【請求項 2】

少なくとも 2 種の発光材料を含む請求項 1 に記載の発光層形成用固形材料。

【請求項 3】

少なくとも 2 種の発光材料が異なる色で発光する請求項 2 に記載の発光層形成用固形材料。

10

【請求項 4】

少なくとも 1 種の発光材料が燐光発光材料である請求項 1 から 3 のいずれかに記載の発光層形成用固形材料。

【請求項 5】

ホスト材料の昇華温度と、発光材料の昇華温度との差が、絶対値で 20 以下である請求項 1 から 4 のいずれかに記載の発光層形成用固形材料。

【請求項 6】

ホスト材料の昇華温度と、発光材料の昇華温度との差が、絶対値で 10 以下である請求項 1 から 5 のいずれかに記載の発光層形成用固形材料。

20

【請求項 7】

少なくとも 1 種の非昇華性の熱伝導性材料を含有し、該熱伝導性材料の熱伝導率が、他の材料の熱伝導率よりも高い請求項 1 から 6 のいずれかに記載の発光層形成用固形材料。

【請求項 8】

蒸着源の加熱温度により、蒸着膜の組成が変化する請求項 1 から 7 のいずれかに記載の発光層形成用固形材料。

【請求項 9】

所望の蒸着源の加熱温度で所望の組成の蒸着膜が得られるように、該蒸着膜の組成が調整されている請求項 8 に記載の発光層形成用固形材料。

【請求項 10】

発光層形成用固形材料の組成と、該固形材料を蒸着して得られる蒸着膜の組成が異なる請求項 1 から 9 のいずれかに記載の発光層形成用固形材料。

30

【請求項 11】

請求項 1 から 10 のいずれかに記載の発光層形成用固形材料を蒸着させて発光層を形成する発光層形成工程を少なくとも含むことを特徴とする有機電界発光素子の製造方法。

【請求項 12】

請求項 11 に記載の有機電界発光素子の製造方法により製造されたことを特徴とする有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

40

【0001】

本発明は、発光層形成用固形材料、並びに有機電界発光素子（以下、「有機エレクトロルミネッセンス素子」、「有機 EL 素子」と称することもある）及び有機電界発光素子の製造方法に関する。

【背景技術】**【0002】**

従来より、単層の白色発光層の形成には、1 質量 % 以下のドーブ濃度の制御が必要であり、通常の共蒸着法では大規模生産ができないという問題があった（特許文献 1 及び特許文献 2 参照）。

そこで、複数の発光層をそれぞれに対応する発光層形成用固形材料を使用し形成して白

50

色を得る方法がある。この方法によれば、共蒸着法よりは改善されるものの、それぞれの発光層に対応する固形材料が個別に必要なこと、また蒸着セルも個別に必要なことから、蒸着設備が複雑になる、更に材料の装填に手間がかかる等の問題があった（特許文献3参照）。

また、複数の材料を混合した混合物のペレットでは、各構成材料の昇華温度が異なっていることにより、蒸着膜の組成が予期した組成と異なってしまうという問題があった。この問題について従来技術では、固形材料組成の設計が十分になされておらず、特に、発光材料として燐光発光材料を使用する場合には、個別の粉末を使用して共蒸着する方法では、表面に吸着されている水分や酸素の影響を強く受け、素子特性が安定しないという問題があった。

10

【0003】

また、有機発光材料と伝熱性材料とを固形ペレット化することが提案されている（特許文献4参照）。しかし、この提案には、有機発光材料として燐光発光材料を用いることについて記載はなく、実施例では、緑色発光材料であるAlqを使用しており、1種の固形材料を蒸着するだけで、白色発光する単層の発光層を形成できるものではなかった。

【0004】

したがって1種の発光層形成用固形材料を使用して、蒸着源の加熱温度（蒸着セル温度）を変化させることにより、蒸着膜の組成を調整でき、制御困難な共蒸着が不要になり、素子性能のばらつきが低減し、繰り返し再現性を向上できる発光層形成用固形材料、並びに有機電界発光素子及び有機電界発光素子の製造方法の速やかな提供が望まれているのが現状である。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】米国特許第5683823号明細書

【特許文献2】特開2004-228088号公報

【特許文献3】特開2004-228088号公報

【特許文献4】特開2003-249359号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

30

【0006】

本発明は、従来における前記諸問題を解決し、以下の目的を達成することを課題とする。即ち、本発明は、1種の発光層形成用固形材料を使用して、蒸着源の加熱温度を変化させることにより、蒸着膜の組成を調整でき、制御が困難な共蒸着が不要になり、素子性能のばらつきが低減し、繰り返し再現性を向上できる発光層形成用固形材料、並びに有機電界発光素子及び有機電界発光素子の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

前記課題を解決するため本発明者が鋭意検討を重ねた結果、1種の発光層形成用固形材料を使用して、蒸着源の加熱温度を変化させることにより、蒸着膜の組成を調整でき、制御が困難な共蒸着が不要になり、素子性能のばらつきが低減し、繰り返し再現性が向上することを知見した。

40

また、燐光発光材料を使用した場合には、固形材料化することで、水分、酸素の表面吸着を低減できるので、素子特性（発光効率、寿命）向上効果が、蛍光発光材料を使用した場合よりも大きいことを知見した。

更に、発光層に熱伝導性材料を添加すると、該熱伝導性材料が電気伝導性を有するため、静電気の発生をより抑制でき、静電気による埃や不純物の吸着を抑制できることを知見した。

本発明においては、所望の蒸着速度で、所望組成の単層の白色発光層が得られるように、発光層形成用固形材料の組成質量比が調整されており、各構成材料の昇華性を考慮して

50

いる。また、蒸着源の加熱温度を調整することで、単層の白色発光層の組成を変えて、調整することができ、白色発光スペクトルを変化させて色温度や演色性を調整できることを知見した。

【0008】

本発明は、本発明者による前記知見に基づくものであり、前記課題を解決するための手段としては、以下の通りである。即ち、

< 1 > 白色発光する単層の発光層を蒸着法により形成するための発光層形成用固形材料であって、

少なくとも1種のホスト材料と、少なくとも1種の発光材料とを含有することを特徴とする発光層形成用固形材料である。

< 2 > 少なくとも2種の発光材料を含む前記< 1 >に記載の発光層形成用固形材料である。

< 3 > 少なくとも2種の発光材料が異なる色で発光する前記< 2 >に記載の発光層形成用固形材料である。

< 4 > 少なくとも1種の発光材料が燐光発光材料である前記< 1 >から< 3 >のいずれかに記載の発光層形成用固形材料である。

< 5 > ホスト材料の昇華温度と、発光材料の昇華温度との差が、絶対値で20以下である前記< 1 >から< 4 >のいずれかに記載の発光層形成用固形材料である。

< 6 > ホスト材料の昇華温度と、発光材料の昇華温度との差が、絶対値で10以下である前記< 1 >から< 5 >のいずれかに記載の発光層形成用固形材料である。

< 7 > 少なくとも1種の非昇華性の熱伝導性材料を含有し、該熱伝導性材料の熱伝導率が、他の材料の熱伝導率よりも高い前記< 1 >から< 6 >のいずれかに記載の発光層形成用固形材料である。

< 8 > 蒸着源の加熱温度により、蒸着膜の組成が変化する前記< 1 >から< 7 >のいずれかに記載の発光層形成用固形材料である。

< 9 > 所望の蒸着源の加熱温度で所望の組成の蒸着膜が得られるように、該蒸着膜の組成が調整されている前記< 8 >に記載の発光層形成用固形材料である。

< 10 > 発光層形成用固形材料の組成と、該固形材料を蒸着して得られる蒸着膜の組成が異なる前記< 1 >から< 9 >のいずれかに記載の発光層形成用固形材料である。

< 11 > 前記< 1 >から< 10 >のいずれかに記載の発光層形成用固形材料を蒸着させて発光層を形成する発光層形成工程を少なくとも含むことを特徴とする有機電界発光素子の製造方法である。

< 12 > 前記< 11 >に記載の有機電界発光素子の製造方法により製造されたことを特徴とする有機電界発光素子である。

【発明の効果】

【0009】

本発明によると、従来における問題を解決することができ、1種の発光層形成用固形材料を使用して、蒸着源の加熱温度を変化させることにより、蒸着膜の組成を調整でき、制御困難な共蒸着が不要になり、素子性能のばらつきが低減し、繰り返し再現性を向上できる発光層形成用固形材料、並びに有機電界発光素子及び有機電界発光素子の製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】図1は、本発明の有機電界発光素子の一例を示す概略断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0011】

(発光層形成用固形材料)

本発明の発光層形成用固形材料は、白色発光する単層の発光層を蒸着法により形成するための固形材料であって、

少なくとも1種のホスト材料と、少なくとも1種の発光材料とを含有してなり、熱伝導

10

20

30

40

50

性材料、更に必要に応じてその他の成分を含有してなる。

【 0 0 1 2 】

< ホスト材料 >

前記ホスト材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば正孔輸送性に優れる正孔輸送性ホスト材料及び電子輸送性に優れる電子輸送性ホスト材料を用いることができる。

【 0 0 1 3 】

- 正孔輸送性ホスト材料 -

前記正孔輸送性ホスト材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、ピロール、インドール、カルバゾール、アザインドール、アザカルバゾール、ピラゾール、イミダゾール、ポリアリールアルカン、ピラゾリン、ピラズロン、フェニレンジアミン、アリールアミン、アミノ置換カルコン、スチリルアントラセン、フルオレノン、ヒドラゾン、スチルベン、シラザン、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリデン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリ(N - ビニルカルバゾール)、アニリン系共重合体、チオフエンオリゴマー、ポリチオフエン等の導電性高分子オリゴマー、有機シラン、カーボン膜、又はそれらの誘導体、などが挙げられる。

これらの中でも、インドール誘導体、カルバゾール誘導体、アザインドール誘導体、アザカルバゾール誘導体、芳香族第三級アミン化合物、チオフエン誘導体が好ましく、分子内にインドール骨格、カルバゾール骨格、アザインドール骨格、アザカルバゾール骨格、又は芳香族第三級アミン骨格を有するものがより好ましく、カルバゾール骨格を有する化合物が特に好ましい。

また、本発明においては、前記ホスト材料の水素を一部又はすべて重水素に置換したホスト材料を用いることができる（特願 2 0 0 8 - 1 2 6 1 3 0 号明細書、特表 2 0 0 4 - 5 1 5 5 0 6 号公報）。

【 0 0 1 4 】

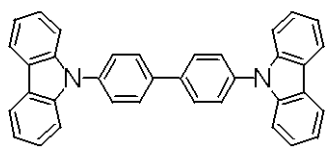
このような正孔輸送性ホスト材料としての具体的化合物としては、例えば下記のものが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

10

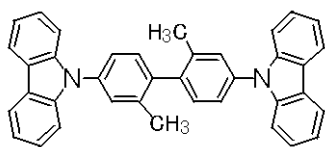
20

【化 1】

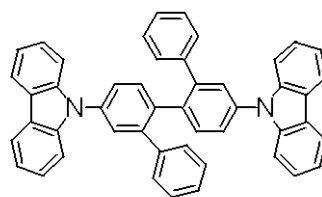
H-1



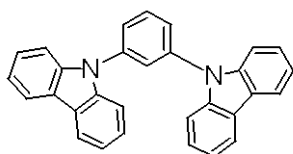
H-2



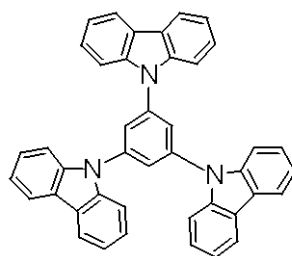
H-3



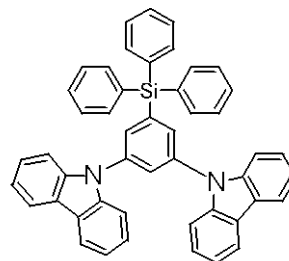
H-4



H-5

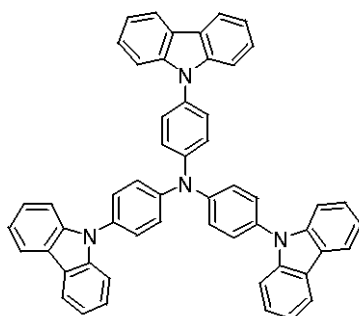


H-6

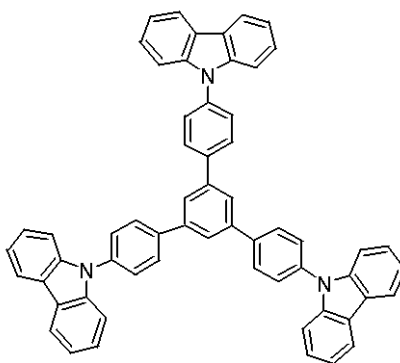


10

H-7



H-8

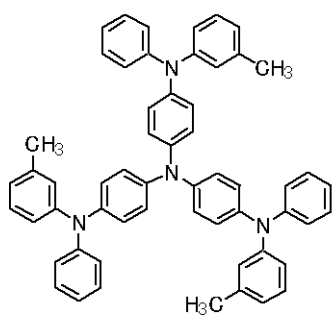


20

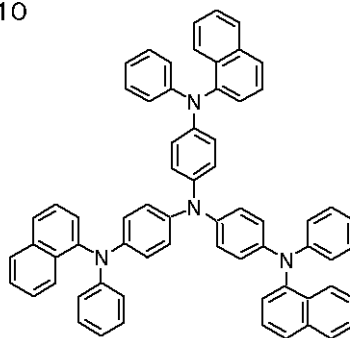
30

【化 2】

H-9

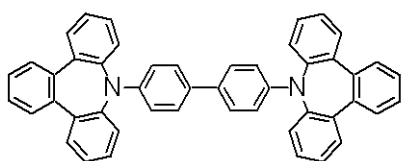


H-10

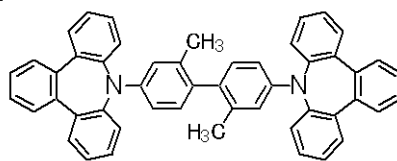


10

H-11

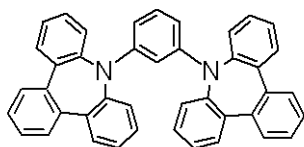


H-12

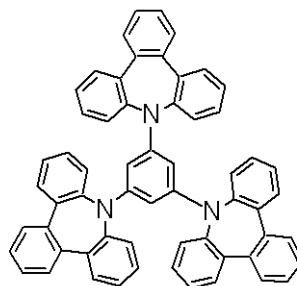


20

H-13

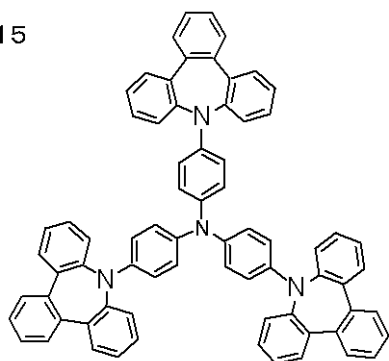


H-14

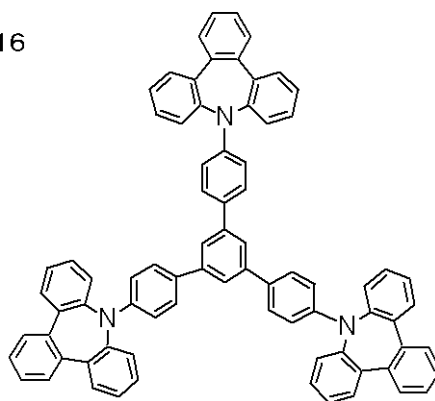


30

H-15



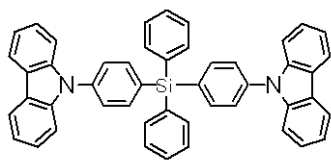
H-16



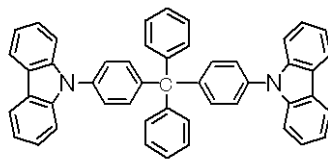
40

【化 3】

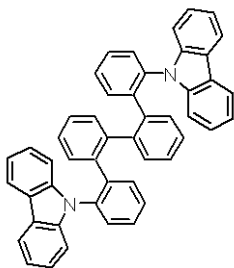
H-17



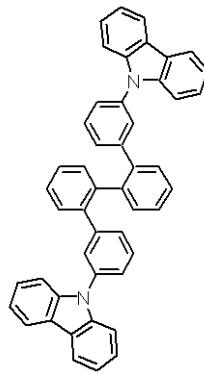
H-18



H-19

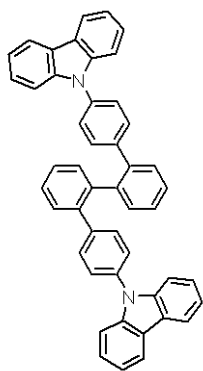


H-20

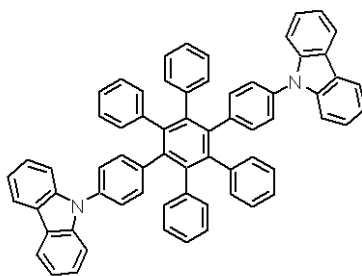


10

H-21



H-22



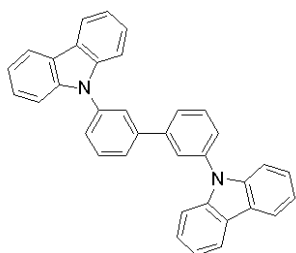
20

30

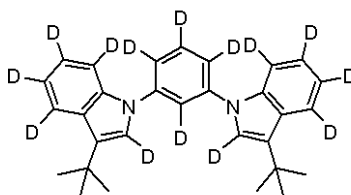
40

【化 4】

H-24

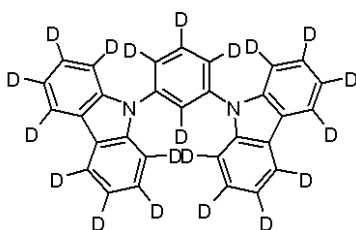


H-25

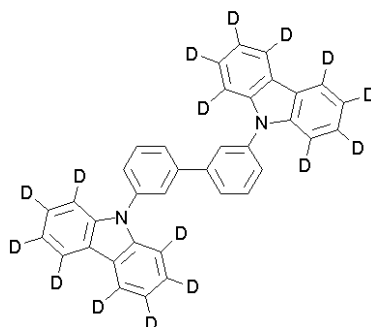


10

H-26



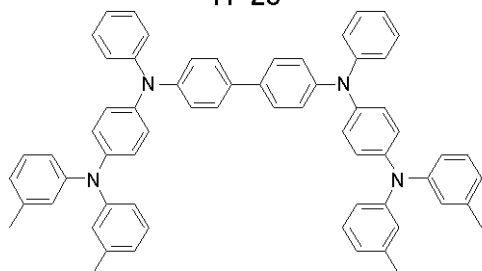
H-27



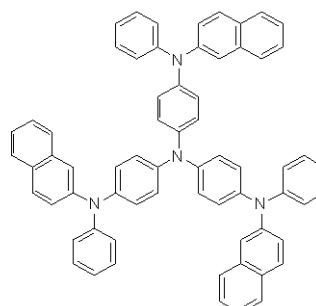
20

【化 5】

H-28

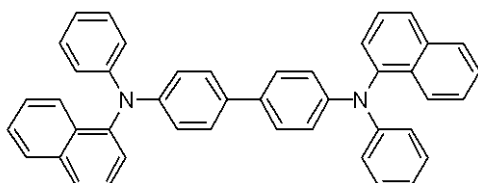


H-29



30

H-30



【0015】

40

前記正孔輸送性ホスト材料の含有量は、前記発光層形成用固形材料全量に対して、10質量%～99.9質量%であることが好ましく、20質量%～99.5質量%がより好ましく、30質量%～99質量%が更に好ましい。

【0016】

- 電子輸送性ホスト材料 -

前記電子輸送性ホスト材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えばピリジン、ピリミジン、トリアジン、イミダゾール、ピラゾール、トリアゾール、オキサール、オキサジアゾール、フルオレノン、アントラキノジメタン、アントロン、ジフェニルキノン、チオピランジオキシド、カルボジイミド、フルオレニリデンメタン、ジスチリルピラジン、フッ素置換芳香族化合物、ナフタレンペリレン等の複素環テ

50

トラカルボン酸無水物、フタロシアニン、又はそれらの誘導体（他の環と縮合環を形成してもよい）、8-キノリノール誘導体の金属錯体、メタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾール、ベンゾチアゾールを配位子とする金属錯体に代表される各種金属錯体、などが挙げられる。

【0017】

前記電子輸送性ホスト材料としては、例えば金属錯体、アゾール誘導体（ベンズイミダゾール誘導体、イミダゾピリジン誘導体等）、アジン誘導体（ピリジン誘導体、ピリミジン誘導体、トリアジン誘導体等）などが挙げられる。これらの中でも、本発明においては、耐久性の点から金属錯体化合物が好ましい。前記金属錯体化合物は、金属に配位する少なくとも1つの窒素原子又は酸素原子又は硫黄原子を有する配位子をもつ金属錯体がより好ましい。

10

前記金属錯体中の金属イオンとしては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えばベリリウムイオン、マグネシウムイオン、アルミニウムイオン、ガリウムイオン、亜鉛イオン、インジウムイオン、錫イオン、白金イオン、パラジウムイオンなどが挙げられる。これらの中でも、ベリリウムイオン、アルミニウムイオン、ガリウムイオン、亜鉛イオン、白金イオン、又はパラジウムイオンが好ましく、アルミニウムイオン、亜鉛イオン、又はパラジウムイオンがより好ましい。

【0018】

前記金属錯体中に含まれる配位子としては、特に制限はなく、種々の公知の配位子が有るが、例えば、「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」、Springer-Verlag社、H. Yersin著、1987年発行、「有機金属化学-基礎と応用-」、裳華房社、山本明夫著、1982年発行等に記載の配位子が挙げられる。

20

【0019】

前記配位子としては、例えば含窒素ヘテロ環配位子（好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数3~15であり、単座配位子であっても2座以上の配位子であってもよい。好ましくは2座以上6座以下の配位子である。また、2座以上6座以下の配位子と単座の混合配位子も好ましい。

前記配位子としては、例えばアジン配位子（例えば、ピリジン配位子、ビピリジル配位子、ターピリジン配位子などが挙げられる）、ヒドロキシフェニルアゾール配位子（例えば、ヒドロキシフェニルベンズイミダゾール配位子、ヒドロキシフェニルベンズオキサゾール配位子、ヒドロキシフェニルイミダゾール配位子、ヒドロキシフェニルイミダゾピリジン配位子などが挙げられる）、アルコキシ配位子（好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~10であり、例えばメトキシ、エトキシ、ブトキシ、2-エチルヘキシロキシなどが挙げられる）、アリーロキシ配位子（好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~20、特に好ましくは炭素数6~12であり、例えばフェニロキシ、1-ナフチロキシ、2-ナフチロキシ、2,4,6-トリメチルフェニロキシ、4-ピフェニロキシなどが挙げられる）、ヘテロアリーロキシ配位子（好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばピリジルオキシ、ピラジロキシ、ピリミジロキシ、キノリロキシなどが挙げられる）、アルキルチオ配位子（好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばメチルチオ、エチルチオなどが挙げられる）、アリールチオ配位子（好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~20、特に好ましくは炭素数6~12であり、例えばフェニルチオなどが挙げられる）、ヘテロアリールチオ配位子（好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~12であり、例えばピリジロチオ、2-ベンズイミゾリルチオ、2-ベンズオキサゾリルチオ、及び2-ベンズチアゾリルチオなどが挙げられる）、シロキシ配位子（好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数3~25、特に好ましくは炭素数6~20であり、例えば、トリフェニルシロキシ基、トリエトキシシロキシ基、及びトリイソプロピルシロキシ基などが挙げられ

30

40

50

る。)、芳香族炭化水素アニオン配位子(好ましくは炭素数6~30、より好ましくは炭素数6~25、特に好ましくは炭素数6~20であり、例えばフェニルアニオン、ナフチルアニオン、及びアントラニルアニオンなどが挙げられる)、芳香族ヘテロ環アニオン配位子(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数2~25、特に好ましくは炭素数2~20であり、例えばピロールアニオン、ピラゾールアニオン、ピラゾールアニオン、トリアゾールアニオン、オキサゾールアニオン、ベンゾオキサゾールアニオン、チアゾールアニオン、ベンゾチアゾールアニオン、チオフェンアニオン、及びベンゾチオフェンアニオンなどが挙げられる)、インドレニンアニオン配位子などが挙げられ、好ましくは含窒素ヘテロ環配位子、アリールオキシ配位子、ヘテロアリールオキシ基、又はシロキシ配位子であり、更に好ましくは含窒素ヘテロ環配位子、アリールオキシ配位子、シロキシ配位子、芳香族炭化水素アニオン配位子、又は芳香族ヘテロ環アニオン配位子である。

10

【0020】

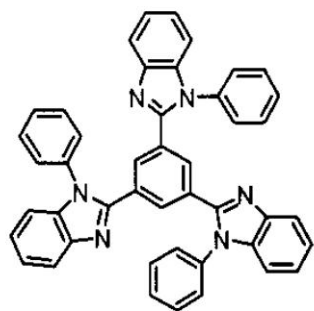
前記金属錯体電子輸送性ホスト材料としては、例えば特開2002-235076号公報、特開2004-214179号公報、特開2004-221062号公報、特開2004-221065号公報、特開2004-221068号公報、特開2004-327313号公報などに記載の化合物が挙げられる。

【0021】

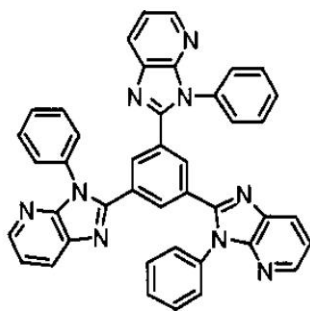
このような電子輸送性ホスト材料としては、具体的には、以下の材料を挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

【化 6】

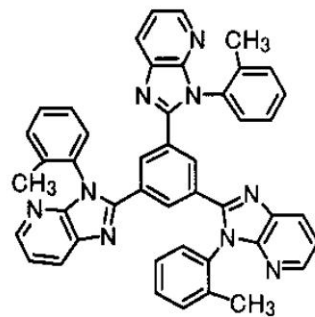
E-1



E-2

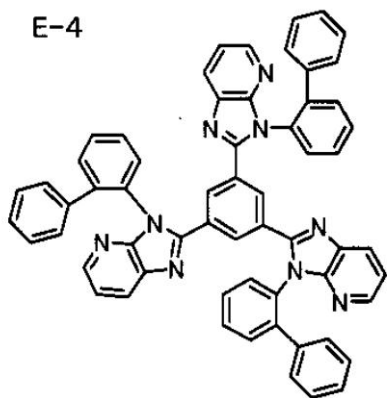


E-3

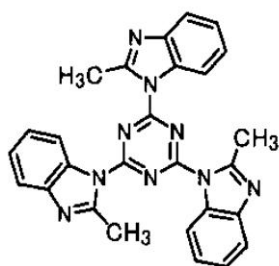


10

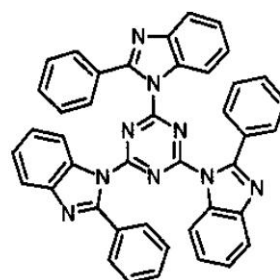
E-4



E-5

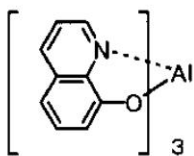


E-6

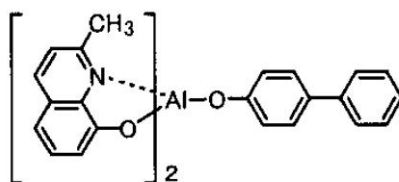


20

E-7



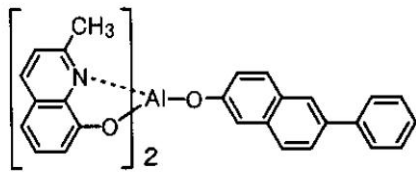
E-8



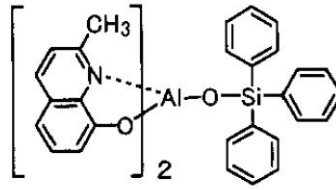
30

【化 7】

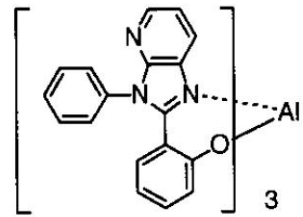
E-9



E-10

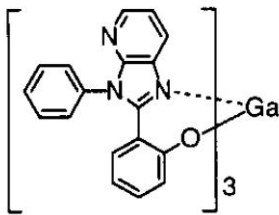


E-11

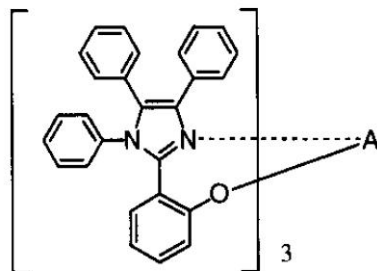


10

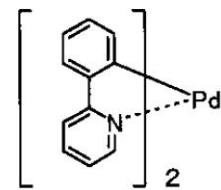
E-12



E-13

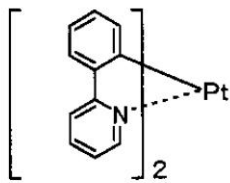


E-14

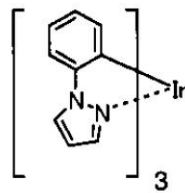


20

E-15



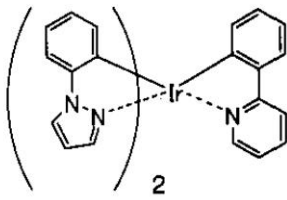
E-16



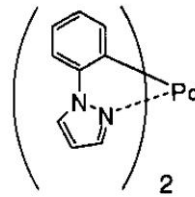
30

【化 8】

E-17

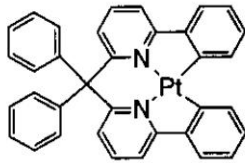


E-18

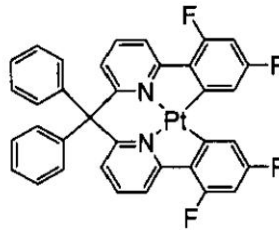


10

E-19

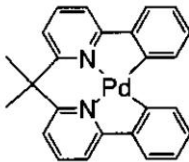


E-20

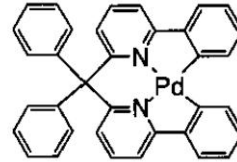


20

E-21



E-22



30

【0022】

前記電子輸送性ホスト材料の含有量は、前記発光層形成用固形材料全量に対して、10質量%～99.9質量%であることが好ましく、20質量%～99.5質量%がより好ましく、30質量%～99質量%が更に好ましい。

【0023】

< 発光材料 >

前記発光材料としては、燐光発光材料及び蛍光発光材料のいずれも用いることができるが、蛍光発光材料に比較して燐光発光材料の方が、発光効率が高いこと、また、蛍光発光材料に比較して燐光発光材料は水分や酸素の影響を受けやすく、固形材料化することで外界からの水分や酸素の影響を最小限に抑制でき、従来法の粉末状態で使用する場合に比較して性能（発光効率、寿命）向上効果が大きい点で燐光発光材料が特に好ましい。

40

【0024】

前記発光材料としては、(1) 会合発光を示し1種で白色発光する材料と、(2) 少なくとも2種の発光材料を含み、該少なくとも2種の発光材料が異なる色で発光する材料とがある。

【0025】

- (1) 会合発光を示し1種で白色発光する材料 -

前記会合発光を示し1種で白金発光する材料としては、燐光発光材料であることが好ま

50

しく、白金錯体であることがより好ましい。

【0026】

前記白金錯体の配位子としては、例えば、G. Wilkinson 等著, Comprehensive Coordination Chemistry, Pergamon Press 社 1987 年発行、H. Yersin 著, 「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」Springer-Verlag 社 1987 年発行、山本明夫著「有機金属化学 - 基礎と応用 - 」裳華房社、1982 年発行等に記載の配位子などが挙げられる。

具体的な配位子としては、ハロゲン配位子（好ましくは塩素配位子）、芳香族炭素環配位子（例えば、シクロペンタジエニルアニオン、ベンゼンアニオン、又はナフチルアニオンなど）、含窒素ヘテロ環配位子（例えば、フェニルピリジン、ベンゾキノリン、キノリノール、ピピリジル、又はフェナントロリンなど）、ジケトン配位子（例えば、アセチルアセトンなど）、カルボン酸配位子（例えば、酢酸配位子など）、アルコラト配位子（例えば、フェノラト配位子など）、一酸化炭素配位子、イソニトリル配位子、シアノ配位子などが挙げられる。これらの中でも、含窒素ヘテロ環配位子が特に好ましい。

10

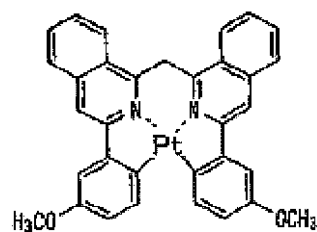
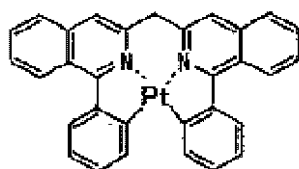
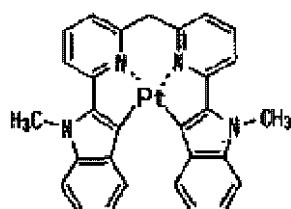
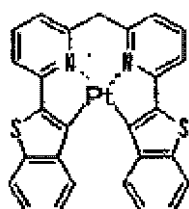
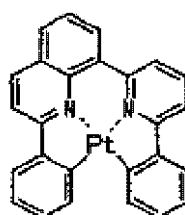
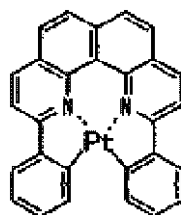
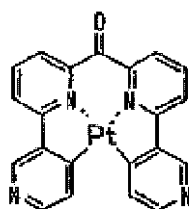
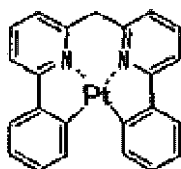
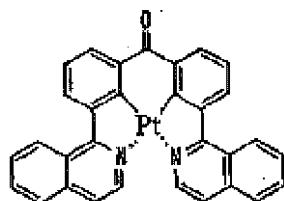
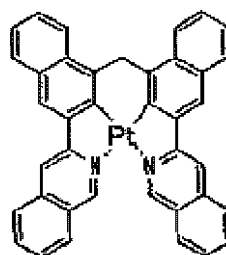
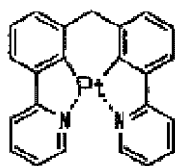
【0027】

前記錯体は、化合物中に遷移金属原子を 1 つ有していてもよいし、また、2 つ以上有するいわゆる複核錯体であってもよい。異種の金属原子を同時に含有していてもよい。これらの中でも、燐光発光材料としては、例えば下記のもの挙げられるが、これらに限定されるものではない。

20

【0028】

【化 9】



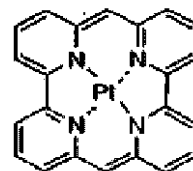
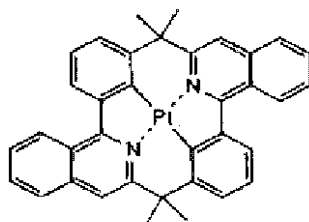
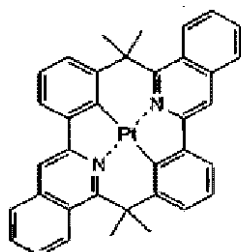
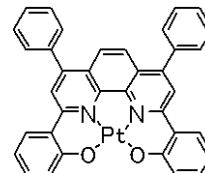
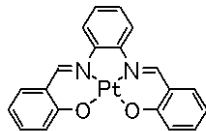
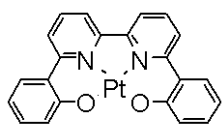
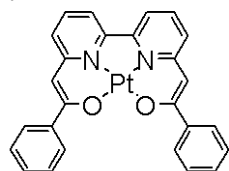
10

20

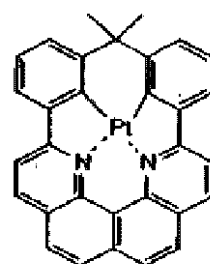
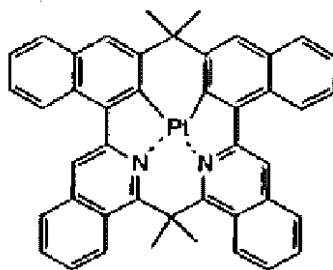
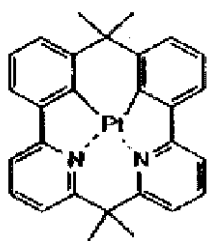
30

40

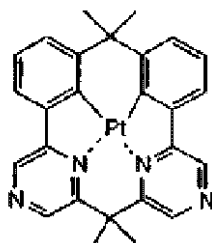
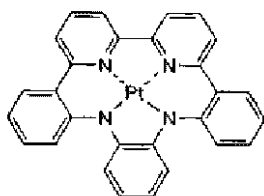
【化 10】



10

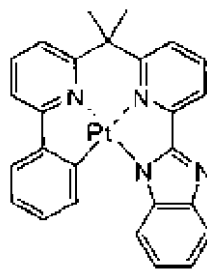
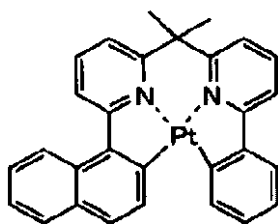
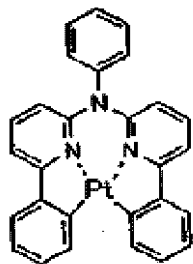


20

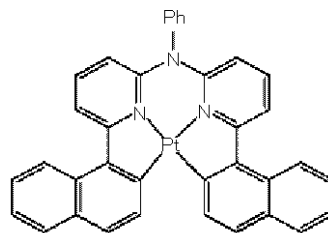
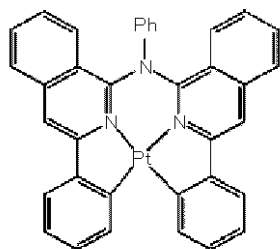
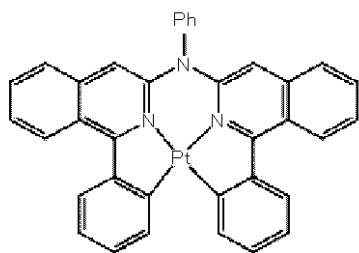


30

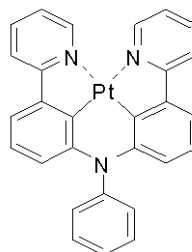
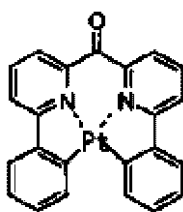
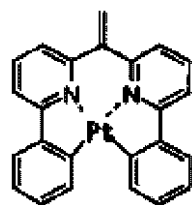
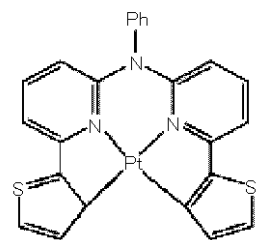
【化 1 1】



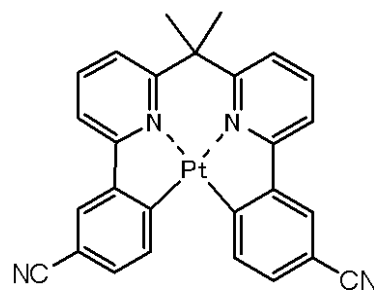
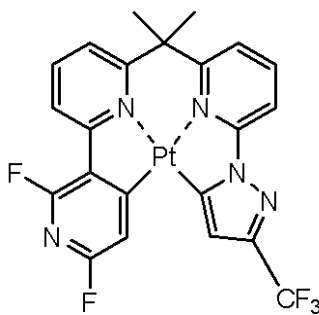
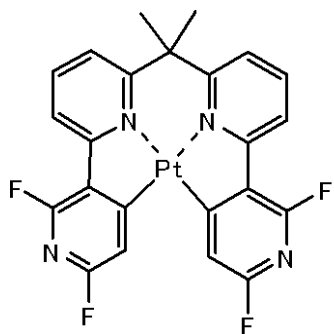
10



20

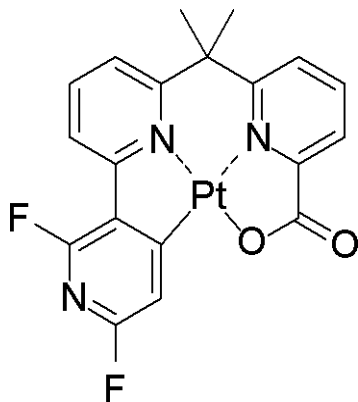


【化 1 2】



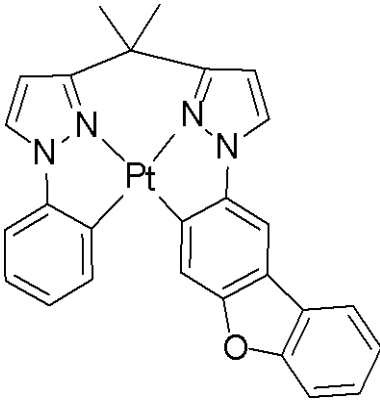
30

【化 1 3】



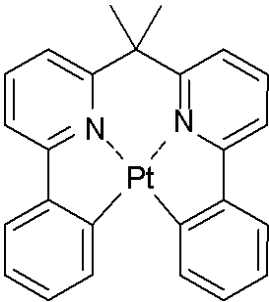
40

【化 1 4】



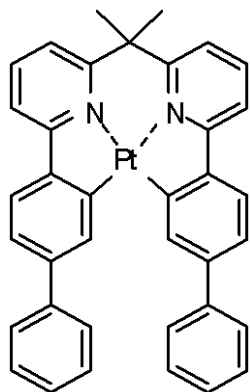
10

【化 1 5】



20

【化 1 6】



30

【 0 0 2 9 】

前記白金錯体のドーブ濃度は、前記ホスト材料に対して 1 0 質量 % ~ 9 0 質量 % であることが好ましく、2 0 質量 % ~ 6 0 質量 % であることがより好ましく、3 0 質量 % ~ 5 0 質量 % であることが更に好ましい。

【 0 0 3 0 】

- (2) 少なくとも 2 種の発光材料を含み、該少なくとも 2 種の発光材料が異なる色で発光する材料 -

40

前記少なくとも 2 種の発光材料を含み、該少なくとも 2 種の発光材料が異なる色で発光する材料としては、複数色の発光材料を混合することにより白色となるものが好ましく、赤色 (R)、緑色 (G)、及び青色 (B) の 3 色の発光材料を用いることがより好ましい。

前記 (2) の発光材料としては、燐光発光材料及び蛍光発光材料のいずれも用いることができるが、燐光発光材料が特に好ましい。

【 0 0 3 1 】

- 燐光発光材料 -

前記燐光発光材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば遷移金属原子、ランタノイド原子を含む錯体などが挙げられる。

50

前記遷移金属原子としては、例えばルテニウム、ロジウム、パラジウム、タングステン、レニウム、オスミウム、イリジウム、白金などが挙げられる。これらの中でも、レニウム、イリジウム、白金が好ましく、イリジウムが特に好ましい。

【0032】

前記錯体の配位子としては、例えば、G. Wilkinson 等著, Comprehensive Coordination Chemistry, Pergamon Press 社 1987 年発行、H. Yersin 著, 「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」Springer-Verlag 社 1987 年発行、山本明夫著「有機金属化学 - 基礎と応用 - 」裳華房社、1982 年発行等に記載の配位子などが挙げられる。

10

具体的な配位子としては、ハロゲン配位子（好ましくは塩素配位子）、芳香族炭素環配位子（例えば、シクロペンタジエニルアニオン、ベンゼンアニオン、又はナフチルアニオンなど）、含窒素ヘテロ環配位子（例えば、フェニルピリジン、ベンゾキノリン、キノリノール、ビピリジル、又はフェナントロリンなど）、ジケトン配位子（例えば、アセチルアセトンなど）、カルボン酸配位子（例えば、酢酸配位子など）、アルコラト配位子（例えば、フェノラト配位子など）、一酸化炭素配位子、イソニトリル配位子、シアノ配位子などが挙げられる。これらの中でも、含窒素ヘテロ環配位子が特に好ましい。

【0033】

前記錯体は、化合物中に遷移金属原子を 1 つ有してもよいし、また、2 つ以上有するいわゆる複核錯体であってもよい。異種の金属原子を同時に含有していてもよい。これらの中でも、燐光発光材料としては、例えば下記のもの挙げられるが、これらに限定されるものではない。

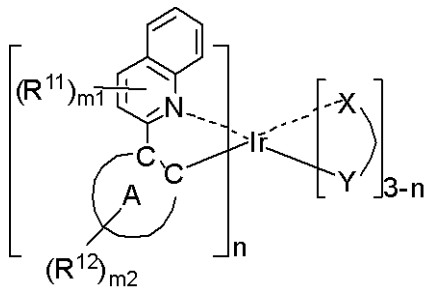
20

【0034】

前記白金錯体としては、上記（1）の白金錯体と同様のものを用いることができる。

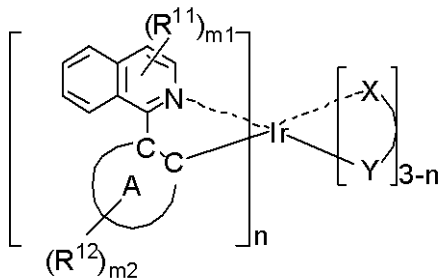
前記イリジウムを含む錯体である燐光発光材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、下記一般式（1）、（2）及び（3）のいずれかで表される化合物であることが好ましい。

【化 1 7】



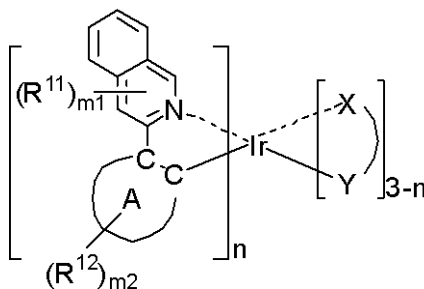
一般式(1)

10



一般式(2)

20



一般式(3)

ただし、前記一般式(1)、(2)及び(3)中、 n は、1～3の整数を表す。 $X-Y$ は、二座配位子を表す。環Aは、窒素原子、硫黄原子及び酸素原子のいずれかを含んでもよい環構造を表す。 R^{11} は、置換基を表し、 m_1 は、0～6の整数を表す。 m_1 が2以上の場合には隣接する R^{11} どうしが結合して窒素原子、硫黄原子及び酸素原子のいずれかを含んでもよい環を形成してもよく、該環は更に置換基により置換されていてもよい。 R^{12} は、置換基を表し、 m_2 は、0～4の整数を表す。 m_2 が2以上の場合には隣接する R^{12} どうしが結合して窒素原子、硫黄原子及び酸素原子のいずれかを含んでもよい環を形成してもよく、該環は更に置換基により置換されていてもよい。なお、 R^{11} と R^{12} とが結合して窒素原子、硫黄原子及び酸素原子のいずれかを含んでもよい環を形成してもよく、該環は更に置換基により置換されていてもよい。

30

【0035】

前記環Aは、窒素原子、硫黄原子及び酸素原子のいずれかを含んでもよい環構造を表し、5員環、6員環などが好適に挙げられる。該環は置換基で置換されていてもよい。

40

【0036】

$X-Y$ は、二座配位子を表し、二座のモノアニオン性配位子などが好適に挙げられる。

前記二座のモノアニオン性配位子としては、例えば、ピコリナート(pic)、アセチルアセトナート(acac)、ジピバロイルメタナート(t-ブチルacac)などが挙げられる。

上記以外の配位子としては、例えば、Lamanskyらの国際公開第2002/15645号パンフレットの89頁～91頁に記載の配位子が挙げられる。

【0037】

前記 R^{11} 及び R^{12} における置換基としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、ハロゲン原子、アルコキシ基、アミノ基、アルキル基、シク

50

ロアルキル基、窒素原子又は硫黄原子を含んでいてもよいアリール基、窒素原子又は硫黄原子を含んでいてもよいアリールオキシ基を表し、これらは更に置換されていてもよい。

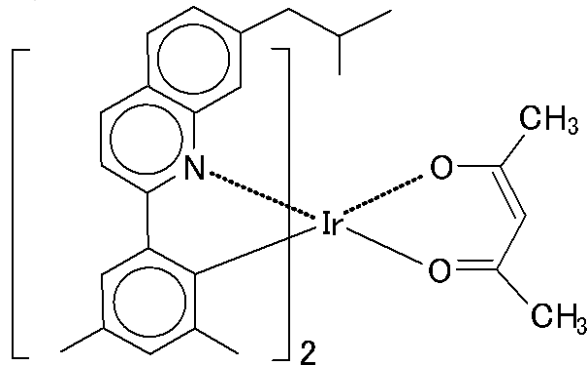
前記 R^{11} 及び R^{12} は、互いに隣接するものどうしで結合して、窒素原子、硫黄原子又は酸素原子を含んでいてもよい環を形成してもよく、5員環、6員環などが好適に挙げられる。該環は更に置換基で置換されていてもよい。

【0038】

前記一般式(1)、(2)及び(3)のいずれかで表される具体的化合物としては、例えば下記のもの挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【化18】

(I-1)

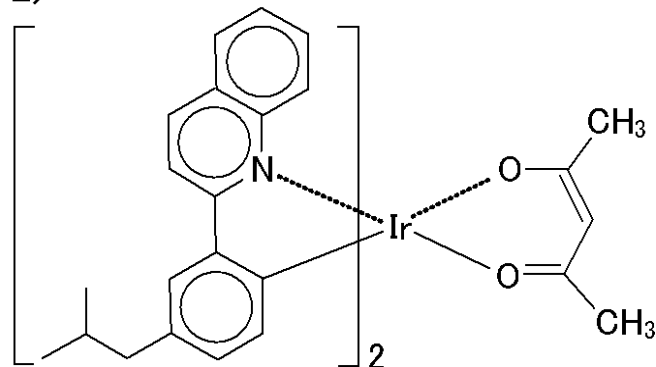


10

20

【化19】

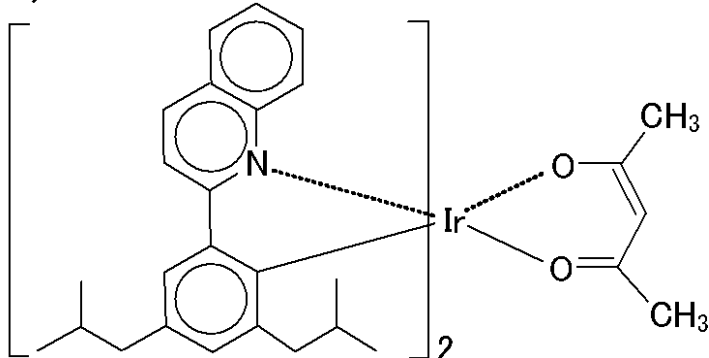
(I-2)



30

【化20】

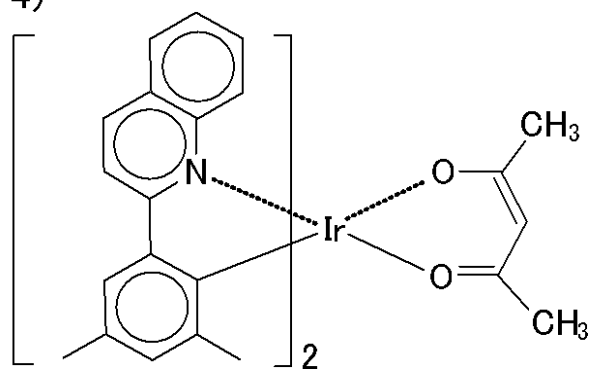
(I-3)



40

【化 2 1】

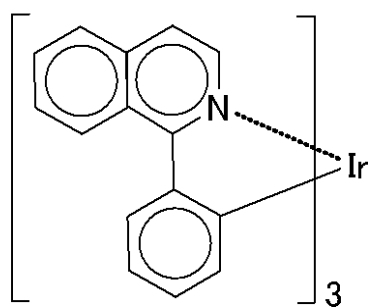
(I-4)



10

【化 2 2】

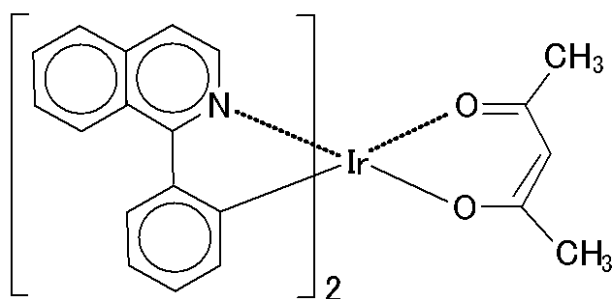
(I-5)



20

【化 2 3】

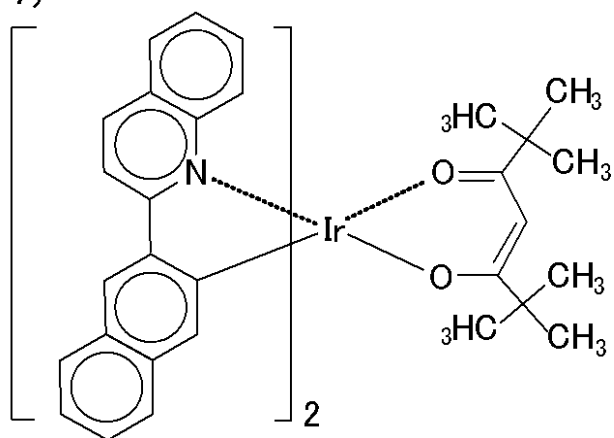
(I-6)



30

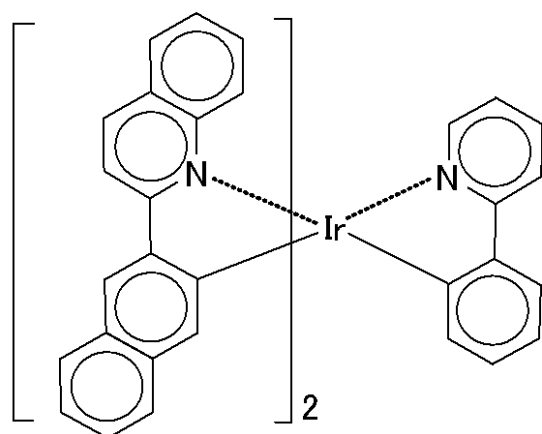
【化 2 4】

(I-7)



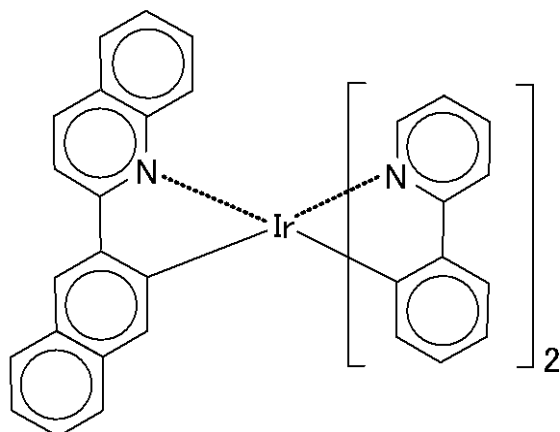
40

【化 2 5】
(I-8)



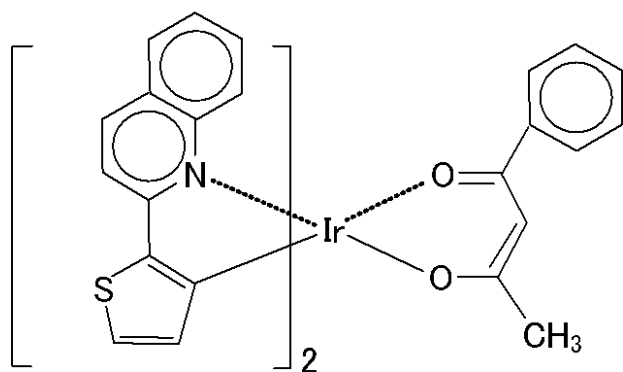
10

【化 2 6】
(I-9)



20

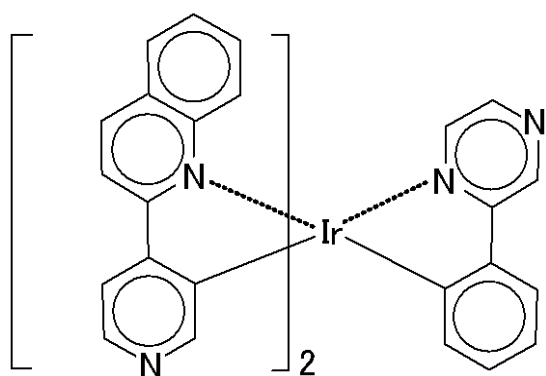
【化 2 7】
(I-10)



30

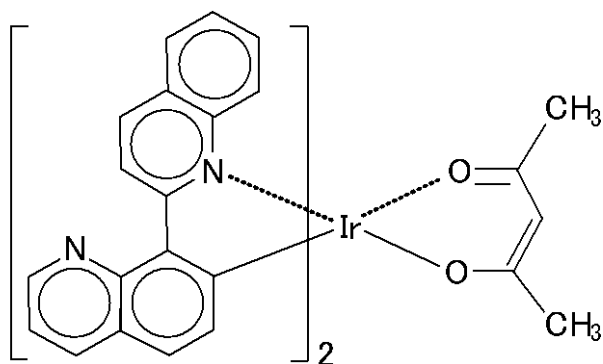
40

【化 2 8】
(I-11)



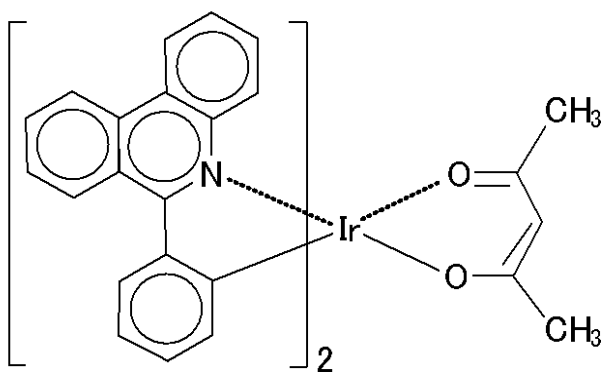
10

【化 2 9】
(I-12)



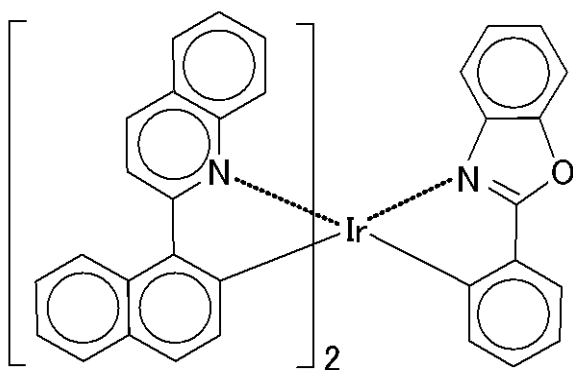
20

【化 3 0】
(I-13)



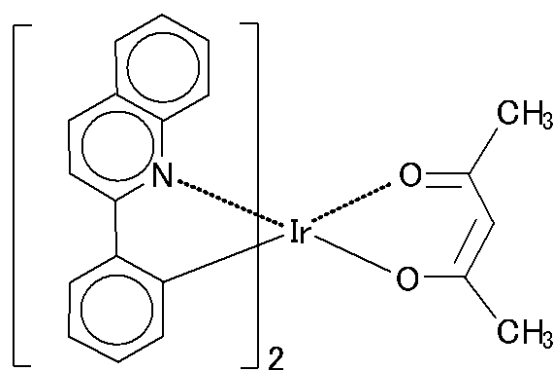
30

【化 3 1】
(I-14)



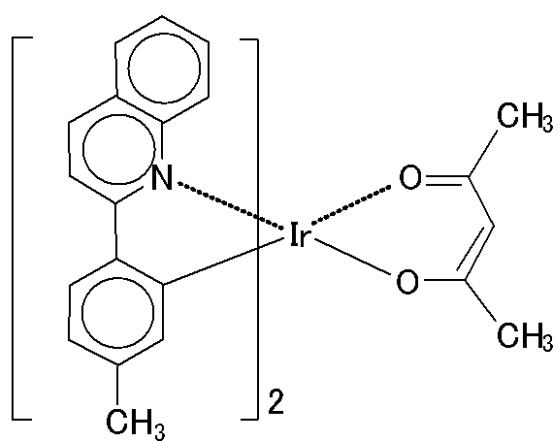
40

【化 3 2】
(I-15)



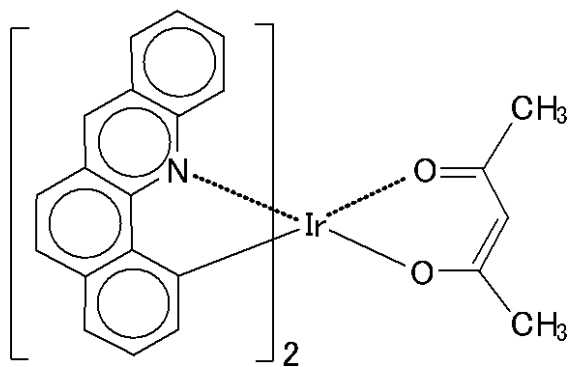
10

【化 3 3】
(I-16)



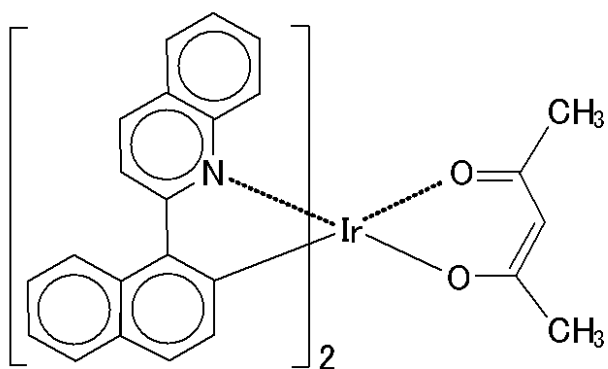
20

【化 3 4】
(I-17)



30

【化 3 5】
(I-18)

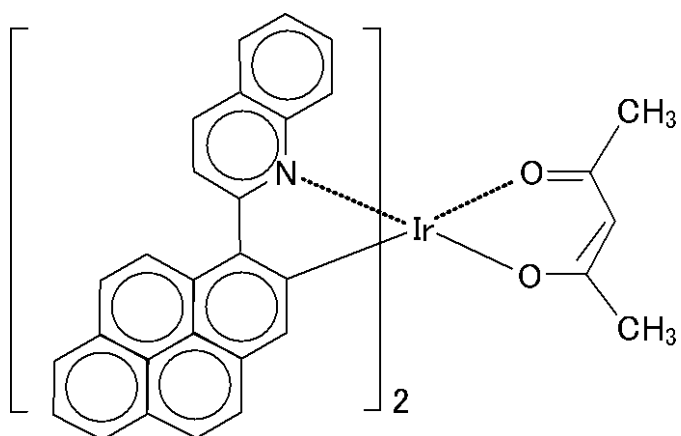


40

50

【化 3 6】

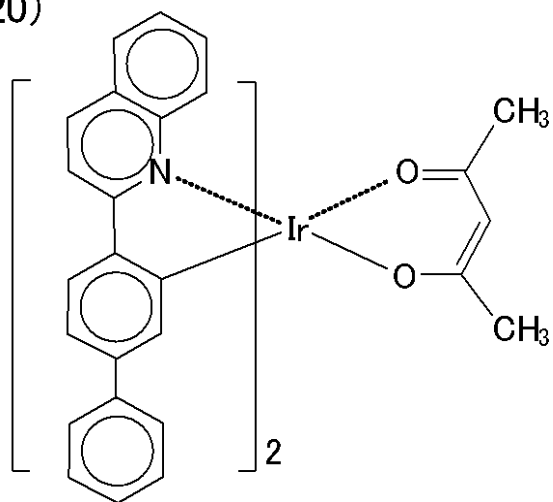
(I-19)



10

【化 3 7】

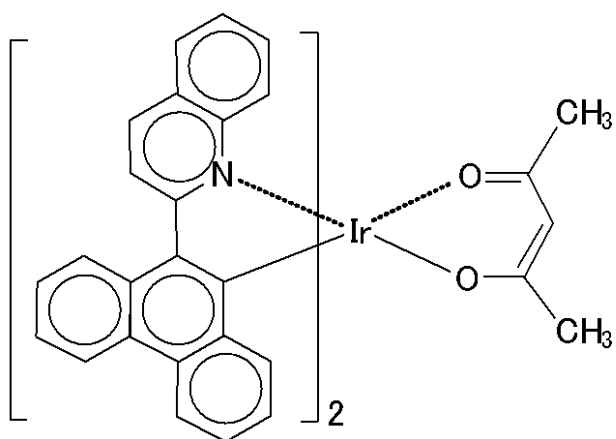
(I-20)



20

【化 3 8】

(I-21)

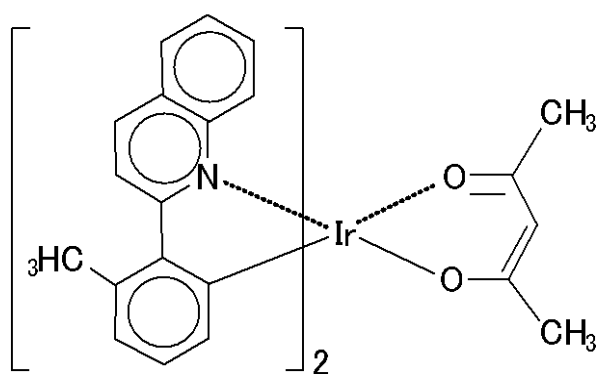


30

40

【化 3 9】

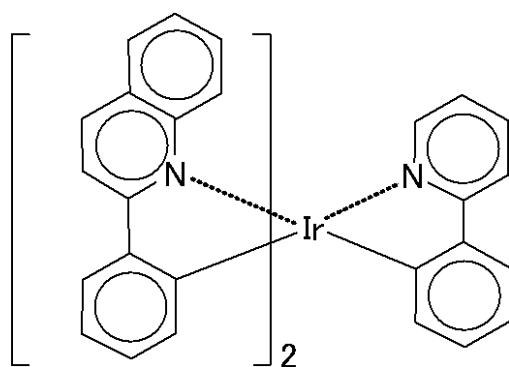
(I-22)



10

【化 4 0】

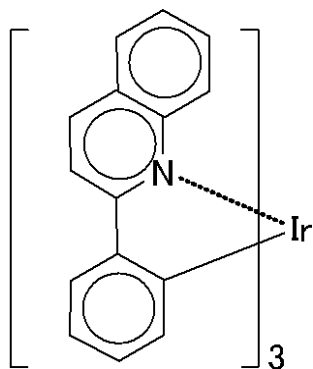
(I-23)



20

【化 4 1】

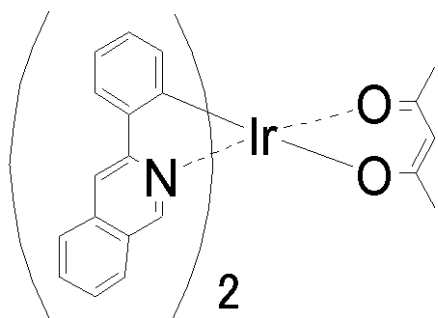
(I-24)



30

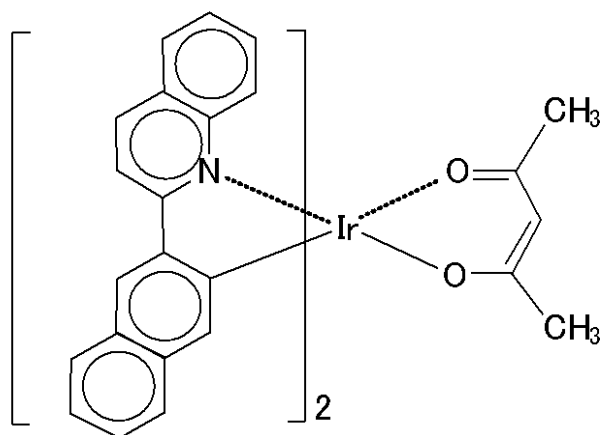
【化 4 2】

(I-25)



40

【化 4 3】
(I-26)



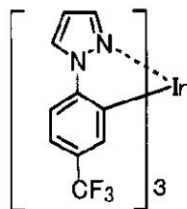
10

【 0 0 3 9 】

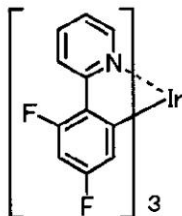
前記燐光発光材料のその他の例としては、以下のような化合物が挙げられる。

【化 4 4】

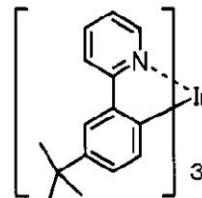
D-1



D-2

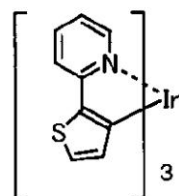


D-3

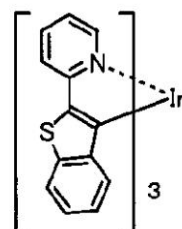


20

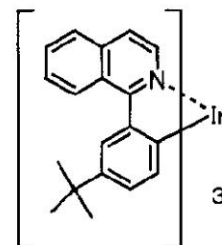
D-4



D-5

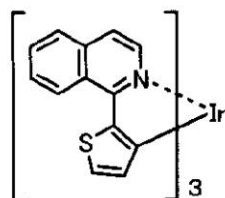


D-6

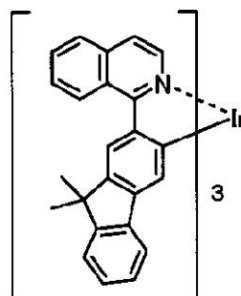


30

D-7



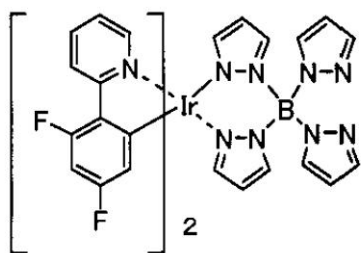
D-8



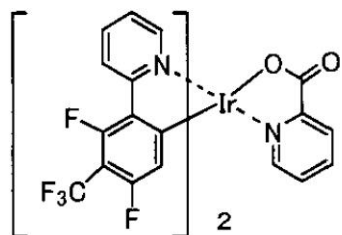
40

【化 4 5】

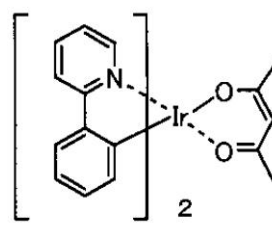
D-9



D-10

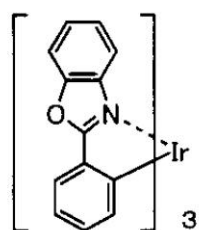


D-11

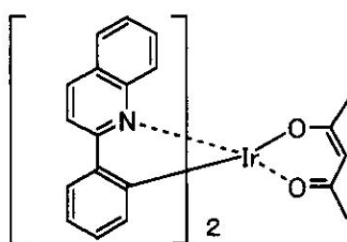


10

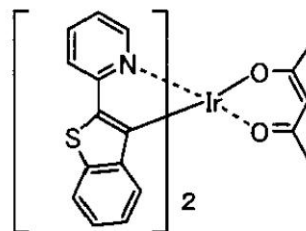
D-12



D-13

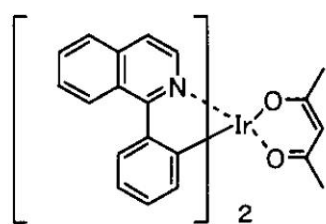


D-14

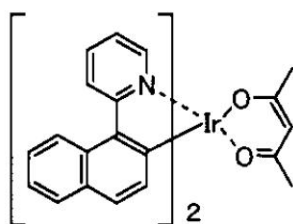


20

D-15



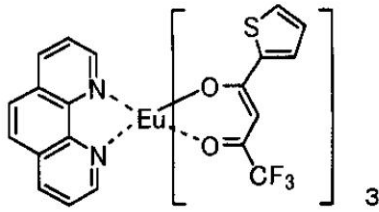
D-16



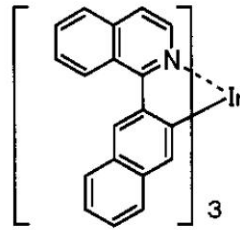
30

【化 4 6】

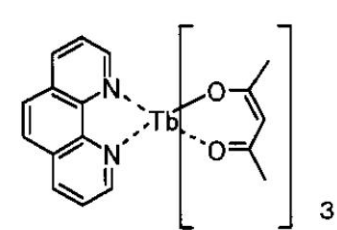
D-17



D-18

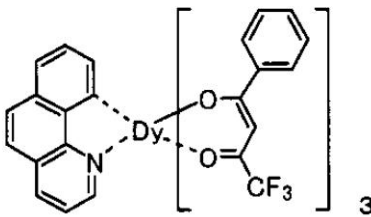


D-19

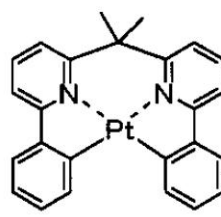


10

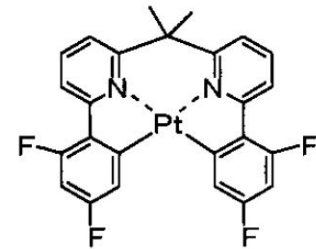
D-20



D-21

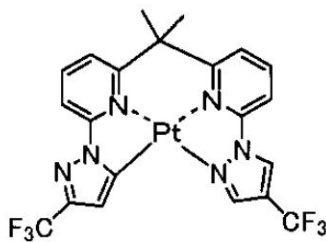


D-22

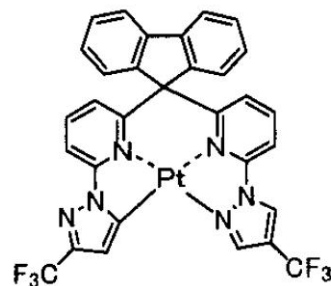


20

D-23



D-24



30

【0040】

前記燐光発光材料の合計含有量は、前記発光層形成用固形材料全量に対して、0.5質量%～30質量%であることが好ましく、0.5質量%～20質量%がより好ましく、3質量%～10質量%が更に好ましい。

【0041】

- 蛍光発光材料 -

前記蛍光発光材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えばベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾチアゾール、スチリルベンゼン、ポリフェニル、ジフェニルブタジエン、テトラフェニルブタジエン、ナフタルイミド、クマリン、ピラン、ペリノン、オキサジアゾール、アルダジン、ピラリジン、シクロペンタジエン、ビススチリルアントラセン、キナクリドン、ピロロピリジン、チアジアゾロピリジン、シクロペンタジエン、スチリルアミン、芳香族ジメチリデン化合物、縮合多環芳香族化合物（アントラセン、フェナントロリン、ピレン、ペリレン、ルブレン、ペンタセンなど）、8-キノリノールの金属錯体、ピロメテン錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体、ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフェニレンビニレン等のポリマー化合物、有機シラン又はこれらの誘導体、などが挙げられる。

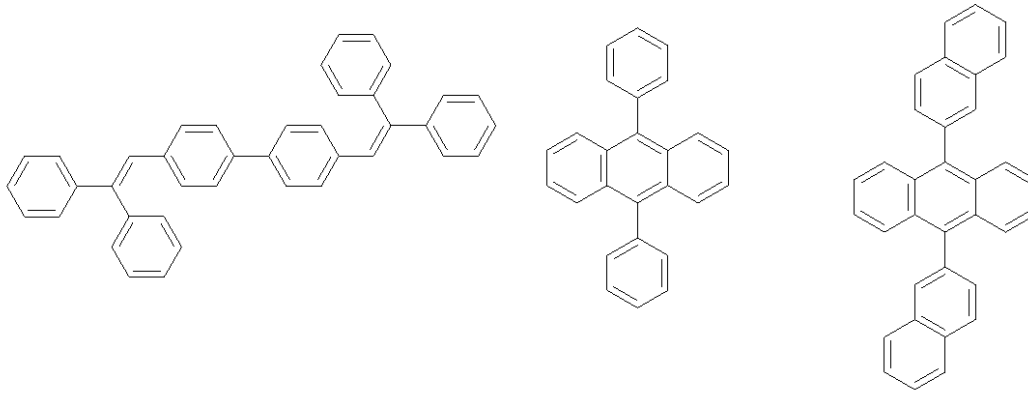
40

【0042】

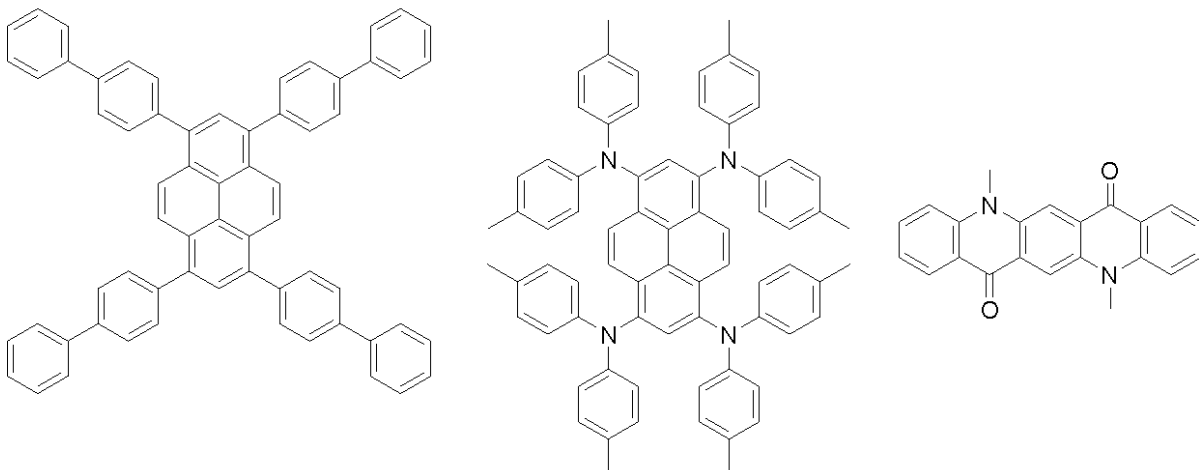
これらの中でも、前記蛍光発光材料の具体例としては、例えば下記のもの挙げられるが、これらに限定されるものではない。

50

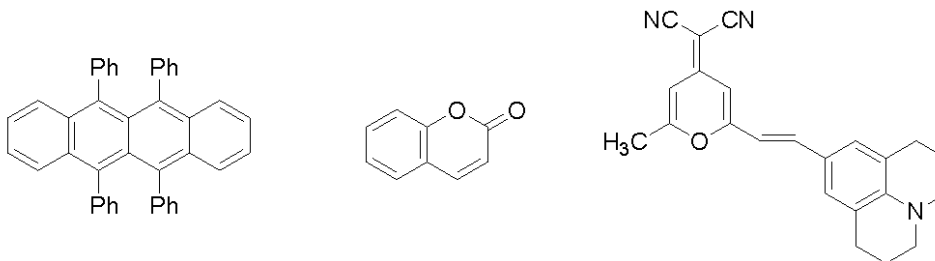
【化 4 7】



10



20



30

【0043】

前記蛍光発光材料の合計含有量は、前記発光層形成用固形材料全量に対して、0.1質量%～30質量%であることが好ましく、0.2質量%～15質量%であることがより好ましく、0.5質量%～12質量%であることが更に好ましい。

【0044】

前記ホスト材料の昇華温度と、前記発光材料の昇華温度との差が、絶対値で20℃以下であることが好ましく、10℃以下であることがより好ましい。前記ホスト材料の昇華温度と、前記発光材料の昇華温度との差が、絶対値で20℃を超えると、蒸着源の加熱温度の僅かな変動により、蒸着膜の組成比が大きく変動し、素子特性が大きくばらつくことがある。

40

ここで、前記昇華温度とは、真空におけるTG-DTA測定にて、質量が10質量%減少する時の温度を意味する。

ここで、前記蒸着源の加熱温度とは、蒸着セル温度と同じ温度であることを意味する。

【0045】

- 熱伝導性材料 -

前記発光層形成用固形材料は、少なくとも1種の非昇華性の熱伝導性材料を含有することが発光層形成用固形材料を均一に加熱でき、局所的加熱による構成材料の熱分解を抑制

50

できる点で好ましい。

前記熱伝導性材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば熱伝導性の炭化物、窒化物、金属、などが挙げられ、具体的には、SiC、ダイヤモンド、タングステン、Cu、グラファイト、BN、AlN、WC、TiCなどが挙げられる。これらの中でも、SiCが特に好ましい。

前記非昇華性の熱伝導性材料の含有量は、前記発光層形成用固形材料全量に対し、10質量%～90質量%であることが好ましい。

【0046】

前記発光層形成用固形材料には、成形性や強度を確保するために必要に応じて、バインダーを添加してもよい。

前記バインダーとしては、使用する蒸着温度で昇華や気化しない材料を選択することが好ましく、具体的には、エポキシ樹脂、ウレタン樹脂、アクリル樹脂などが挙げられる。

【0047】

前記発光層形成用固形材料の製造方法としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、例えば所望組成比にホスト材料と、発光材料と、非昇華性の熱伝導性材料とを添加後、ミキサーにて均一になるまで充分よく攪拌し、それを真空中にて60～80で加熱することで完全に脱水させ、これを不活性ガス雰囲気下もしくは真空中にて圧縮成型装置に装填し、プレス圧50kg/cm²～200kg/cm²、加熱温度100～250にて熱プレス成型処理することにより製造することができる。

【0048】

前記発光層形成用固形材料は、蒸着源の加熱温度により、蒸着膜の組成が変化することが好ましく、所望の蒸着源の加熱温度で所望の組成の蒸着膜が得られるように、該蒸着膜の組成が調製される。具体的には、蒸着源の加熱温度は、100～400であることが好ましい。

【0049】

(有機電界発光素子の製造方法)

本発明の有機電界発光素子の製造方法は発光層形成工程を少なくとも含み、更に必要に応じてその他の工程を含んでなる。

【0050】

<発光層形成工程>

前記発光層形成工程は、本発明の前記発光層形成用固形材料を蒸着させて発光層を形成する工程である。

【0051】

前記真空蒸着の条件については、その蒸着速度、蒸着圧力、蒸着源の加熱温度、蒸着源容器、基板温度、蒸着源-基板距離、蒸着源と基板面を結ぶ直線が基板面となす角度、蒸着時真空度、蒸着速度などについては特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができる。前記蒸着源容器としては、例えばアルミナるつぼ、石英セル、Mo、W等の金属ボートなどが好適である。

前記蒸着源の加熱温度は、発光層材料に応じて適宜選択することができ、100～400が好ましい。蒸着源の加熱温度とは、蒸着セル温度と同じことを意味する。

前記基板温度としては、-50～100が好ましい。

前記蒸着源-基板距離としては、5cm～70cmが好ましい。

前記蒸着源と基板面を結ぶ直線が基板面の垂線となす角度としては、0°～40°が好ましい。

前記蒸着時真空度としては、 $1 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ ～ $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ であることが好ましい。

前記蒸着速度は、0.01nm/s～10nm/sが好ましく、0.1nm/s～1nm/sがより好ましい。前記蒸着速度は、2種以上の発光層用固形材料をそれぞれ異なる蒸着速度で共蒸着する場合には、これらの蒸着速度の合計蒸着速度とする。

【0052】

前記発光層形成工程では、蒸着セルと発光層形成用固形材料との熱接触を改善するため、必要に応じて、蒸着セル内に固形材料と共に、熱伝導性が高く、かつ非昇華性の材料と一緒に装填してもよい。

前記熱伝導性材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えばSiC、ダイヤモンド、タングステン、Cu、グラファイト、BN、AlN、WC、TiC等の熱伝導性の炭化物、窒化物、金属等の粒子などが好適に利用可能である。

【0053】

なお、前記発光層以外の有機電界発光素子を構成する層、例えばホール注入層、電子注入層などを固形材料化したものを用いて製造することもできる。

【0054】

(有機電界発光素子)

本発明の有機電界発光素子は、本発明の前記有機電界発光素子の製造方法により製造される。

前記有機電界発光素子は、陽極及び陰極の間に、少なくとも発光層を有してなり、電子輸送層、電子注入層、正孔注入層、正孔輸送層、正孔ブロック層、電子ブロック層を有することが好ましく、更に必要に応じてその他の構成を有していてもよい。

【0055】

<発光層>

前記発光層は、前記発光層形成工程により形成される。

前記発光層の厚みは、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、5nm~100nmが好ましく、20nm~40nmがより好ましい。

【0056】

<電子注入層、電子輸送層>

前記電子注入層、電子輸送層は、陰極又は陰極側から電子を受け取り陽極側に輸送する機能を有する層である。

前記電子輸送層としては、前記電子輸送性ホスト材料、前記電子供与性ドーパント等の材料を含み形成される。

【0057】

前記電子注入層、電子輸送層の厚みとしては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、駆動電圧を下げるという観点から、各々500nm以下であることが好ましい。

前記電子輸送層の厚みとしては、1nm~500nmであることが好ましく、5nm~200nmであることがより好ましく、10nm~100nmであることが更に好ましい。

前記電子注入層の厚みとしては、0.1nm~200nmであることが好ましく、0.2nm~100nmであることがより好ましく、0.5nm~50nmであることが更に好ましい。

前記電子注入層、電子輸送層は、1種又は2種以上の材料からなる単層構造であってもよいし、同一組成又は異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。

【0058】

<正孔注入層、正孔輸送層>

前記正孔注入層及び正孔輸送層は、陽極又は陽極側から正孔を受け取り陰極側に輸送する機能を有する層である。該正孔注入層及び正孔輸送層は、単層構造であってもよいし、同一組成又は異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。

これらの層に用いられる正孔注入材料又は正孔輸送材料としては、低分子化合物であっても高分子化合物であってもよい。

前記正孔注入材料又は正孔輸送材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えばピロール誘導体、カルバゾール誘導体、トリアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ポリアリーラルカン誘導体、ピラゾリン誘導体、ピラゾロン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、アリール

10

20

30

40

50

アミン誘導体、アミノ置換カルコン誘導体、スチリルアントラセン誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、シラザン誘導体、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリジン系化合物、フタロシアニン系化合物、ポルフィリン系化合物、チオフエン誘導体、有機シラン誘導体、カーボン、などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

【0059】

前記正孔注入層及び正孔輸送層には、電子受容性ドーパントを含有させることができる。

前記電子受容性ドーパントとしては、電子受容性で有機化合物を酸化する性質を有すれば、無機化合物でも有機化合物でも使用できる。

前記無機化合物としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば塩化第二鉄、塩化アルミニウム、塩化ガリウム、塩化インジウム、五塩化アンチモン等のハロゲン化金属；五酸化バナジウム、三酸化モリブデン等の金属酸化物、などが挙げられる。

前記有機化合物としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば置換基としてニトロ基、ハロゲン、シアノ基、トリフルオロメチル基等を有する化合物；キノン系化合物、酸無水物系化合物、フラレーン、などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいし、2種以上を併用してもよい。

前記電子受容性ドーパントの使用量は、特に制限はなく、材料の種類によって異なるが、正孔輸送層材料又は正孔注入材料に対して0.01質量%～50質量%が好ましく、0.05質量%～30質量%がより好ましく、0.1質量%～30質量%が更に好ましい。

【0060】

前記正孔注入層及び正孔輸送層は、特に制限はなく、公知の方法に従って形成することができるが、例えば、蒸着法、スパッタ法等の乾式製膜法、湿式塗布法、転写法、印刷法、インクジェット方式、などにより好適に形成することができる。

前記正孔注入層及び正孔輸送層の厚さは、1nm～500nmが好ましく、5nm～250nmがより好ましく、10nm～200nmが更に好ましい。

【0061】

<正孔ブロック層、電子ブロック層>

前記正孔ブロック層は、陽極側から発光層に輸送された正孔が陰極側に通り返けることを防止する機能を有する層であり、通常、発光層と陰極側で隣接する有機化合物層として設けられる。

前記電子ブロック層は、陰極側から発光層に輸送された電子が陽極側に通り返けることを防止する機能を有する層であり、通常、発光層と陽極側で隣接する有機化合物層として設けられる。

前記正孔ブロック層を構成する化合物としては、例えばBA1q等のアルミニウム錯体、トリアゾール誘導体、BCP等のフェナントロリン誘導体、などが挙げられる。

前記電子ブロック層を構成する化合物としては、例えば前述の正孔輸送材料として挙げたものが利用できる。

【0062】

前記電子ブロック層及び正孔ブロック層は、特に制限はなく、公知の方法に従って形成することができるが、例えば、蒸着法、スパッタ法等の乾式製膜法、湿式塗布法、転写法、印刷法、インクジェット方式、などにより好適に形成することができる。

前記正孔ブロック層及び電子ブロック層の厚さは、1nm～200nmであるのが好ましく、1nm～50nmであるのがより好ましく、3nm～10nmであるのが更に好ましい。また、正孔ブロック層及び電子ブロック層は、上述した材料の1種又は2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成又は異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。

【0063】

<電極>

10

20

30

40

50

本発明の有機電界発光素子は、一对の電極、即ち陽極と陰極とを含む。前記有機電界発光素子の性質上、陽極及び陰極のうち少なくとも一方の電極は透明であることが好ましい。通常、陽極は有機化合物層に正孔を供給する電極としての機能を有していればよく、陰極は有機化合物層に電子を注入する電極としての機能を有していればよい。

前記電極としては、その形状、構造、大きさ等については特に制限はなく、有機電界発光素子の用途、目的に応じて公知の電極材料の中から適宜選択することができる。

前記電極を構成する材料としては、例えば、金属、合金、金属酸化物、導電性化合物、又はこれらの混合物等が好適に挙げられる。

【0064】

- 陽極 -

前記陽極を構成する材料としては、例えば、アンチモン、フッ素等をドーブした酸化錫（ATO、FTO）、酸化錫、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウム錫（ITO）、酸化亜鉛インジウム（IZO）等の導電性金属酸化物；金、銀、クロム、ニッケル等の金属；これらの金属と導電性金属酸化物との混合物又は積層物；ヨウ化銅、硫化銅等の無機導電性物質；ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロール等の有機導電性材料、又はこれらとITOとの積層物、などが挙げられる。これらの中でも、導電性金属酸化物が好ましく、生産性、高導電性、透明性等の点からはITOが特に好ましい。

【0065】

- 陰極 -

前記陰極を構成する材料としては、例えば、アルカリ金属（例えばLi、Na、K、Cs等）、アルカリ土類金属（例えばMg、Ca等）、金、銀、鉛、アルミニウム、ナトリウム - カリウム合金、リチウム - アルミニウム合金、マグネシウム - 銀合金、インジウム、イッテルビウム等の希土類金属、などが挙げられる。これらは、1種単独で使用してもよいが、安定性と電子注入性とを両立させる観点からは、2種以上を好適に併用することができる。

これらの中でも、電子注入性の点で、アルカリ金属やアルカリ土類金属が好ましく、保存安定性に優れる点で、アルミニウムを主体とする材料が好ましい。

前記アルミニウムを主体とする材料とは、アルミニウム単独、アルミニウムと0.01質量%～10質量%のアルカリ金属又はアルカリ土類金属との合金若しくはこれらの混合物（例えば、リチウム - アルミニウム合金、マグネシウム - アルミニウム合金など）を魅

【0066】

前記電極の形成方法については、特に制限はなく、公知の方法に従って行うことができ、例えば印刷方式、コーティング方式等の湿式方式；真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法等の物理的方式；CVD、プラズマCVD法等の化学的方式、などが挙げられる。これらの中でも、前記電極を構成する材料との適性を考慮し、適宜選択した方法に従って前記基板上に形成することができる。例えば、陽極の材料としてITOを選択する場合には、直流又は高周波スパッタ法、真空蒸着法、イオンプレーティング法等に従って形成することができる。陰極の材料として金属等を選択する場合には、その1種又は2種以上を同時又は順次にスパッタ法等に従って形成することができる。

【0067】

なお、前記電極を形成する際にパターンニングを行う場合は、フォトリソグラフィー等による化学的エッチングによって行ってもよいし、レーザー等による物理的エッチングによって行ってもよく、また、マスクを重ねて真空蒸着やスパッタ等をして行ってもよいし、リフトオフ法や印刷法によって行ってもよい。

【0068】

< 基板 >

本発明の有機電界発光素子は、基板上に設けられていることが好ましく、電極と基板とが直接接する形で設けられていてもよいし、中間層を介在する形で設けられていてもよい。

10

20

30

40

50

前記基板の材料としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えばイットリア安定化ジルコニア（ＹＳＺ）、ガラス（無アルカリガラス、ソーダライムガラス等）等の無機材料；ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステル；ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリエーテルスルホン、ポリアリレート、ポリイミド、ポリシクロオレフィン、ノルボルネン樹脂、ポリ（クロロトリフルオロエチレン）等の有機材料、などが挙げられる。

【 0 0 6 9 】

前記基板の形状、構造、大きさ等については、特に制限はなく、発光素子の用途、目的等に応じて適宜選択することができる。一般的には、基板の形状としては、板状であることが好ましい。基板の構造としては、単層構造であってもよいし、積層構造であってもよく、また、単一部材で形成されていてもよいし、２以上の部材で形成されていてもよい。基板は透明でも不透明でもよく、透明な場合は無色透明でも有色透明でもよい。

10

【 0 0 7 0 】

前記基板には、その表面又は裏面に透湿防止層（ガスバリア層）を設けることができる。

前記透湿防止層（ガスバリア層）の材料としては、例えば窒化珪素、酸化珪素等の無機物などが挙げられる。

前記透湿防止層（ガスバリア層）は、例えば高周波スパッタリング法などにより形成することができる。

20

【 0 0 7 1 】

- その他の構成 -

前記その他の構成としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、保護層、封止容器、樹脂封止層、封止接着剤などを挙げることができる。

前記保護層、前記封止容器、前記樹脂封止層、前記封止接着剤などの内容としては、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができ、例えば、特開 2 0 0 9 - 1 5 2 5 7 2 号公報等に記載の事項を適用することができる。

【 0 0 7 2 】

図 1 は、本発明の有機電界発光素子の層構成の一例を示す概略図である。有機 E L 素子 1 0 は、ガラス基板 1 上に形成された陽極 2（例えば I T O 電極）と、正孔注入層 3 と、正孔輸送層 4 と、発光層 5 と、第一電子輸送層 6 と、第二電子輸送層 7 と、電子注入層（不図示）、陰極 8（例えば A l - L i 電極）とをこの順に積層してなる層構成を有する。なお、陽極 2（例えば I T O 電極）と陰極 8（例えば A l - L i 電極）とは電源を介して互いに接続されている。

30

【 0 0 7 3 】

- 駆動 -

本発明の有機電界発光素子は、陽極と陰極との間に直流（必要に応じて交流成分を含んでもよい）電圧（通常 2 ボルト～ 1 5 ボルト）、又は直流電流を印加することにより、発光を得ることができる。

本発明の有機電界発光素子は、薄膜トランジスタ（ T F T ）によりアクティブマトリックスへ適用することができる。薄膜トランジスタの活性層としてアモルファスシリコン、高温ポリシリコン、低温ポリシリコン、微結晶シリコン、酸化物半導体、有機半導体、カーボンナノチューブ等を適用することができる。

40

本発明の有機電界発光素子は、例えば国際公開 2 0 0 5 / 0 8 8 7 2 6 号パンフレット、特開 2 0 0 6 - 1 6 5 5 2 9 号公報、米国特許出願公開 2 0 0 8 / 0 2 3 7 5 9 8 号明細書などに記載の薄膜トランジスタを適用することができる。

【 0 0 7 4 】

本発明の有機電界発光素子は、特に制限はなく、種々の公知の工夫により、光取り出し効率を向上させることができる。例えば、基板表面形状を加工する（例えば微細な凹凸パターンを形成する）、基板、 I T O 層、有機層の屈折率を制御する、基板、 I T O 層、有機層の厚みを制御すること等により、光の取り出し効率を向上させ、外部量子効率を向上

50

させることが可能である。

本発明の有機電界発光素子からの光取り出し方式は、トップエミッション方式であってもボトムエミッション方式であってもよい。

【0075】

本発明の有機電界発光素子は、共振器構造を有してもよい。例えば、第1の態様では、透明基板上に、屈折率の異なる複数の積層膜よりなる多層膜ミラー、透明又は半透明電極、発光層、及び金属電極を重ね合わせて有する。発光層で生じた光は多層膜ミラーと金属電極を反射板としてその間で反射を繰り返し共振する。

第2の態様では、透明基板上に、透明又は半透明電極と金属電極がそれぞれ反射板として機能して、発光層で生じた光はその間で反射を繰り返し共振する。

共振構造を形成するためには、2つの反射板の有効屈折率、反射板間の各層の屈折率と厚みから決定される光路長を所望の共振波長を得るのに最適な値となるよう調整される。

前記第1の態様の場合の計算式は、特開平9-180883号公報に記載されている。

前記第2の態様の場合の計算式は、特開2004-127795号公報に記載されている。

【0076】

- 用途 -

本発明の有機電界発光素子は、特に制限はなく、目的に応じて適宜選択することができるが、表示素子、ディスプレイ、バックライト、電子写真、照明光源、記録光源、露光光源、読み取り光源、標識、看板、インテリア、光通信等に好適に利用できる。

前記有機ELディスプレイをフルカラータイプのものとする方法としては、例えば「月刊ディスプレイ」、2000年9月号、33～37ページに記載されているように、色の3原色（青色（B）、緑色（G）、赤色（R））に対応する光をそれぞれ発光する有機EL素子を基板上に配置する3色発光法、白色発光用の有機電界発光素子による白色発光をカラーフィルタを通して3原色に分ける白色法、青色発光用の有機電界発光素子による青色発光を蛍光色素層を通して赤色（R）及び緑色（G）に変換する色変換法、などが知られている。

【実施例】

【0077】

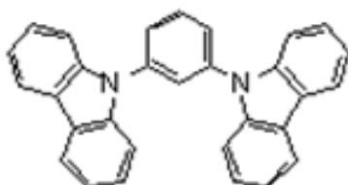
以下、本発明の実施例を説明するが、本発明は、これらの実施例に何ら限定されるものではない。

【0078】

（実施例1-1）

ホスト材料として下記構造式で表される化合物1、及び発光材料として下記構造式で表される化合物2（燐光発光材料）の粉末状原料を、質量比率（化合物1：化合物2）が30：70で、充分良く混合し、これを真空下、150℃に加熱した状態で加圧成型することで質量1gのペレット状の発光層形成用固形材料とした。

【化48】



化合物1

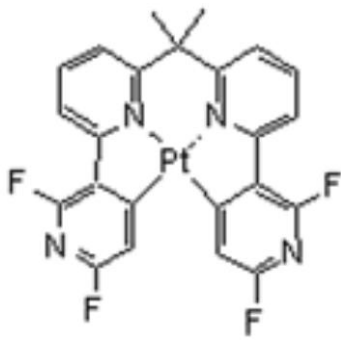
10

20

30

40

【化 4 9】



化合物2

10

化合物 2 は、ドープ濃度を高めることで、468 nm の発光ピークで発光すると同時に、625 nm 付近をピークとしたブロードな会合発光が起こり、1 種の発光材料だけで白色に発光する性質を有する燐光発光材料である。

【0079】

次に、作製した実施例 1 - 1 の発光層形成用固形材料を用いて、以下のようにして、有機電界発光素子を作製した。

20

【0080】

- 有機電界発光素子の作製 -

厚み 0.5 mm、2.5 cm 角のガラス基板を洗浄容器に入れ、中性洗剤中で超音波洗浄した後、純水中で超音波洗浄し、120℃で120分間熱処理を行った。その後、30分間UV - オゾン処理を行った。このガラス基板上に真空蒸着法にて以下の各層を蒸着した。なお、以下の実施例及び比較例における蒸着速度は、特に断りのない場合は0.2 nm / 秒である。蒸着速度は水晶振動子を用いて測定した。また、以下の各層の厚みは水晶振動子を用いて測定した。

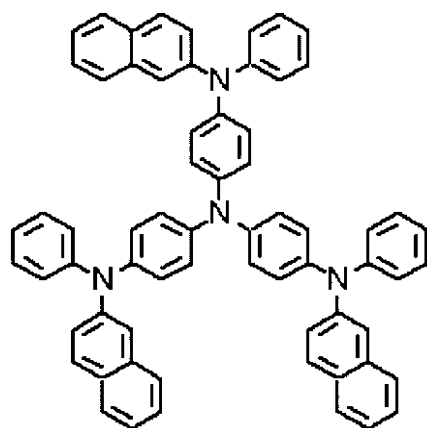
【0081】

30

まず、陽極として、ガラス基板上にITO (Indium Tin Oxide) を厚みが100 nm となるように真空蒸着法にて形成した。

次に、前記陽極 (ITO) 上に、下記構造式で表される4,4',4'' - トリス (N, N - (2 - ナフチル) - フェニルアミノ) トリフェニルアミン (2 - TNATA) に、下記構造式で表されるF4 - TCNQ を1質量%ドープした正孔注入層を厚みが45 nm になるように真空蒸着法にて形成した。

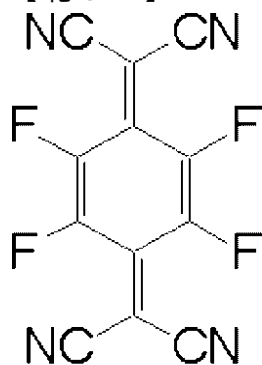
【化 5 0】



2-TNATA

10

【化 5 1】



F4-TCNQ

20

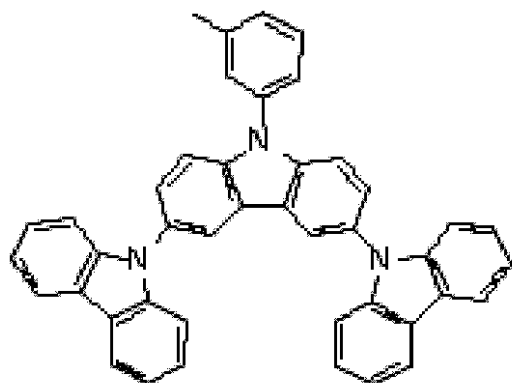
【 0 0 8 2】

30

次に、前記正孔注入層上に、正孔輸送層として α -NPD (Bis[N-(1-naphthyl)-N-phenyl]benzidine)を厚みが7nmとなるように真空蒸着法にて形成した。

次に、前記正孔輸送層上に、下記構造式で表される化合物7を真空蒸着して、厚み3nmの第二正孔輸送層を形成した。

【化 5 2】



化合物7

40

【 0 0 8 3】

次に、前記第二正孔輸送層の上に、実施例1-1で作製した固形材料を蒸着セルに装填

50

して、真空蒸着することにより、厚み 30 nm の発光層を形成した。

なお、発光層を真空蒸着により形成する際に、蒸着源の加熱温度（蒸着セル温度）は 270 に制御した。この時の発光層の組成質量比率を、同条件で作製した蒸着膜を高速液体クロマトグラフィー（HPLC）（LC-2010HT、島津製作所製）により分析することで、発光層の質量比率（化合物 1：化合物 2）が 60：40 となっていることを同定した。

【0084】

発光層の蒸着条件は、以下の通りである。

- ・蒸着装置：ALS 社製 E-200
- ・蒸着源容器：アルミナるつぼ（高さ 10 mm、直径 10 mm）
- ・基板温度：30
- ・蒸着源の加熱温度（蒸着セル温度）：270
- ・蒸着源 - 基板距離：40 cm
- ・蒸着源と基板面を結ぶ直線が基板面の垂線となす角度：20°～25°
- ・蒸着時真空度： 1×10^{-5} Pa～ 3×10^{-5} Pa
- ・蒸着速度：0.2 nm/s

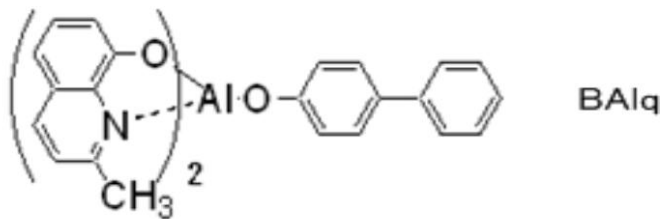
10

【0085】

次に、前記発光層上に、電子輸送層として下記構造式で表される BAlq（Bis-(2-methyl-8-quinolinolato)-4-(phenyl-phenolate)-aluminium(III)）を厚みが 30 nm となるように真空蒸着した。

20

【化 53】



【0086】

30

次に、前記電子輸送層上に、電子注入層として LiF を厚みが 0.1 nm となるように真空蒸着した。

次に、前記電子注入層上に、パターニングしたマスク（発光領域が 2 mm × 2 mm となるマスク）を設置し、金属アルミニウムを厚みが 70 nm となるように真空蒸着し、陰極とした。

作製した積層体を、窒素ガスで置換したグローブボックス内に入れ、ステンレススチール製の封止缶及び紫外線硬化型の接着剤（XNR5516HV、長瀬チバ株式会社製）を用いて封止した。以上により、実施例 1-1 の有機電界発光素子を作製した。

この実施例 1-1 の有機電界発光素子の層構成は、以下に示す通りである。（ ）内は厚みを表す。

40

<ITO (100 nm) / 2-TNATA + 1 質量% F4-TCNQ (120 nm) / α-NPD (7 nm) / 化合物 7 (3 nm) / 発光層 (30 nm) / BAlq (30 nm) / LiF (0.1 nm) / Al (70 nm) >

【0087】

実施例 1-1 の発光層形成用固形材料を使用することで、従来は蒸着源が 2 個必要であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の煩わしさがなくなるという利点がある。

【0088】

（実施例 1-2）

実施例 1-1 において、発光層を蒸着する際の蒸着セル温度を 270 から 280 に変えた以外は、実施例 1-1 と同様にして、実施例 1-2 の有機電界発光素子を作製した

50

。

この時の発光層の組成質量比率を、同条件で作製した蒸着膜を、実施例 1 - 1 と同様に分析することで、発光層の質量比率（化合物 1 : 化合物 2）が 50 : 50 となっていることを同定した。

実施例 1 - 2 の発光層形成用固形材料を使用することで、従来は蒸着源が 2 個必要であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の煩わしさがなくなるという利点がある。

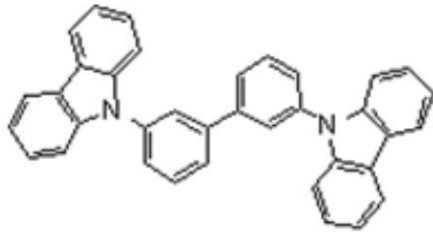
【 0 0 8 9 】

（実施例 2 - 1）

ホスト材料として下記構造式で表される化合物 3、及び発光材料として下記構造式で表される青色燐光発光材料である化合物 4、下記構造式で表される緑色燐光発光材料である化合物 5、下記構造式で表される赤色燐光発光材料である化合物 6 の 3 種の発光材料の粉末原料を、それぞれ質量比率（化合物 3 : 化合物 4 : 化合物 5 : 化合物 6）が 86 . 5 : 12 . 0 : 1 . 1 : 0 . 4 で充分良く混合し、これを真空下、200 に加熱した状態で加圧成型することで質量 1 g のペレット状の発光層形成用固形材料とした。

10

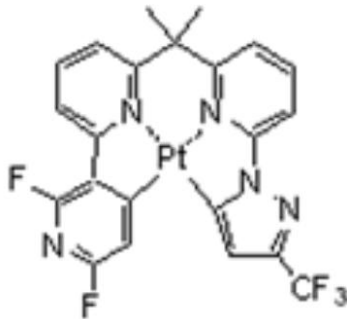
【化 5 4】



20

化合物3

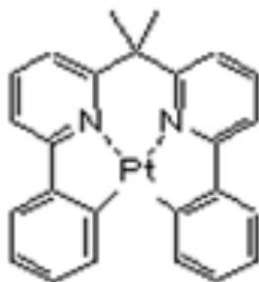
【化 5 5】



30

化合物4

【化 5 6】

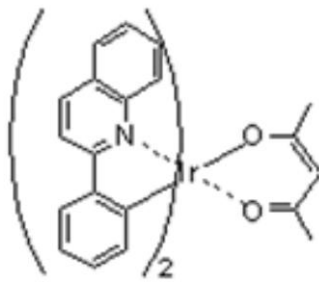


40

化合物5

50

【化 5 7】



化合物6

10

【0090】

次に、作製した実施例 2 - 1 の発光層形成用固形材料を用いて、実施例 1 - 1 と同様にして、有機電界発光素子を作製した。発光層を真空蒸着により形成する際に、蒸着セルの温度は 270 に制御した。この時の発光層の組成質量比率を、同条件で作製した蒸着膜を、実施例 1 - 1 と同様にして分析することで、発光層の組成質量比率（化合物 3 : 化合物 4 : 化合物 5 : 化合物 6）が、85.0 : 13.5 : 1.0 : 0.5 となっていることを同定した。

20

この実施例 2 - 1 の有機電界発光素子の層構成は、以下に示す通りである。（ ）内は厚みを表す。

<ITO (100 nm) / 2 - TNATA + 1 質量% F4 - TCNQ (120 nm) / α - NPD (7 nm) / 化合物 7 (3 nm) / 発光層 (30 nm) / BA1q (30 nm) / LiF (0.1 nm) / Al (70 nm) >

この実施例 2 - 1 の発光層形成用固形材料を使用することで、従来は蒸着源が 4 個必要であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の操作の煩わしさがなくなるという利点がある。

【0091】

（実施例 2 - 2）

実施例 2 - 1 において、発光層を蒸着する際の、蒸着セル温度を 270 から 280 に変えた以外は、実施例 2 - 1 と同様にして、実施例 2 - 2 の有機電界発光素子を作製した。

30

この時の発光層の組成質量比率を、同条件で作製した蒸着膜を、実施例 1 - 1 と同様にして分析することで、発光層の組成質量比率（化合物 3 : 化合物 4 : 化合物 5 : 化合物 6）が、84.5 : 14.0 : 0.9 : 0.6 となっていることを同定した。

この実施例 2 - 2 の発光層形成用固形材料を使用することで、従来は蒸着源が 4 個必要であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の操作の煩わしさがなくなるという利点がある。

【0092】

（実施例 3 - 1）

実施例 2 - 1 において、発光層用材料として、非昇華性の高熱伝導性材料である SiC 粉末を加え、化合物 3 : 化合物 4 : 化合物 5 : 化合物 6 : SiC が 42.5 : 6.7 : 0.5 : 0.3 : 50.0 となる質量比率で混合し、真空中、200 に加熱した状態で加圧成型することで、質量 2 g のペレット状の発光層形成用固形材料とした。

40

次に、作製した実施例 3 - 1 の発光層形成用固形材料を用いて、実施例 1 - 1 と同様にして、有機電界発光素子を作製した。発光層を真空蒸着により形成する際に、蒸着セルの温度は 265 に制御した。この時の発光層の組成質量比率を、同条件で作製した蒸着膜を、有機物については実施例 1 - 1 と同様にして分析し、また無機物については ICP 質量分析装置（ICPM - 8500、島津製作所製）にて分析することで、発光層の組成質量比率（化合物 3 : 化合物 4 : 化合物 5 : 化合物 6 : SiC）が 85.0 : 13.5 : 1.0 : 0.5 : 0.0（検出されず）となっていることを同定した。

50

この実施例 3 - 1 の発光層形成用固形材料を使用することで、従来は蒸着源が 4 個必要であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の操作の煩わしさがなくなるという利点がある。

【0093】

(実施例 3 - 2)

実施例 3 - 1 において、発光層を蒸着する際の蒸着セル温度を 265 から 275 に変えた以外は、実施例 3 - 1 と同様にして、実施例 3 - 2 の有機電界発光素子を作製した。

この時の発光層の組成質量比率を、同条件で作製した蒸着膜を、実施例 3 - 1 と同様にして分析することで、発光層の組成質量比率（化合物 3：化合物 4：化合物 5：化合物 6：SiC）が、84.9：13.6：1.0：0.5：0.0（検出されず）となっていることを同定した。

10

この実施例 3 - 2 の発光層形成用固形材料を使用することで、従来は蒸着源が 4 個必要であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の操作の煩わしさがなくなるという利点がある。

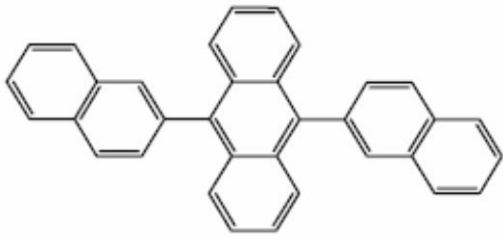
【0094】

(実施例 4 - 1)

ホスト材料として下記構造式で表される化合物 8、発光材料として青色蛍光発光材料である化合物 9、緑色蛍光発光材料である化合物 10、赤色蛍光発光材料である化合物 11 を、それぞれ質量比率（化合物 8：化合物 9：化合物 10：化合物 11）が 94.5：4.7：0.6：0.2 で充分良く混合し、これを真空下、200 に加熱した状態で加圧成型することで質量 1 g のペレット状の発光層形成用固形材料とした。

20

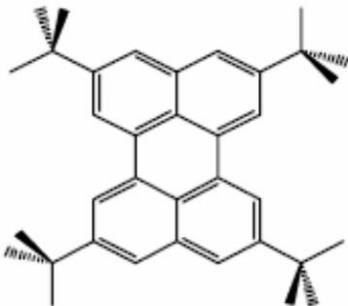
【化 5 8】



化合物8

30

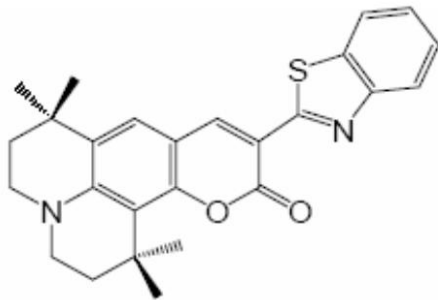
【化 5 9】



化合物9

40

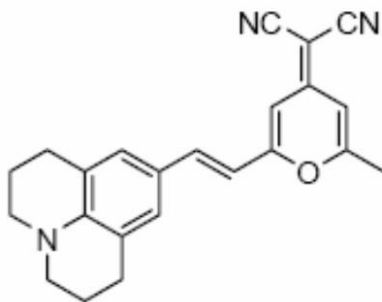
【化 6 0】



化合物10

10

【化 6 1】



化合物11

20

次に、作製した実施例 4 - 1 の発光層形成用固形材料を用いて、実施例 1 - 1 と同様に
して、有機電界発光素子を作製した。発光層を真空蒸着により形成する際に、蒸着セルの
温度は 230 に制御した。この時の発光層の組成質量比率を、同条件で作製した蒸着膜
を、実施例 1 - 1 と同様にして分析することで、発光層の組成質量比率（化合物 8 : 化
合物 9 : 化合物 10 : 化合物 11）が、94 . 3 : 5 . 0 : 0 . 5 : 0 . 2 となっていること
を同定した。

30

この実施例 4 - 1 の有機電界発光素子の層構成は、以下に示す通りである。（ ）内は
厚みを表す。

<ITO (100 nm) / 2 - TNATA + 1 質量 % F4 - TCNQ (120 nm) / α -
NPD (7 nm) / 化合物 7 (3 nm) / 発光層 (30 nm) / BA1q (30 nm)
/ LiF (0.1 nm) / Al (70 nm) >

この実施例 4 - 1 の発光層形成用固形材料を使用することで、従来は蒸着源が 4 個必要
であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の操作の煩わしさがなくなるという利点がある。

【0095】

40

（実施例 4 - 2）

実施例 4 - 1 において、発光層を蒸着する際の蒸着セル温度を 230 から 240 に
変えた以外は、実施例 4 - 1 と同様にして、実施例 4 - 2 の有機電界発光素子を作製した
。この時の発光層の組成質量比率を、同条件で作製した蒸着膜を、実施例 1 - 1 と同様に
して分析することで、発光層の組成質量比率（化合物 8 : 化合物 9 : 化合物 10 : 化合物
11）が、94 . 1 : 5 . 3 : 0 . 4 : 0 . 2 となっていることを同定した。

この実施例 4 - 2 の発光層形成用固形材料を使用することで、従来は蒸着源が 4 個必要
であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の操作の煩わしさがなくなるという利点がある。

なお、今回の実施例では、ホール注入層として、99 質量 % の 2 - TNATA に 1 質量
% の F4 - TCNQ をドーピングした構成を、共蒸着法で形成したが、このホール注入層

50

についても 2 - T N A T A と F 4 - T C N Q を混合しペレット化したものを使用してもよい。その結果、蒸着源が 2 個必要であったものが 1 個で済み、かつ共蒸着の操作の煩わしさがなくなるという利点がある。

【 0 0 9 6 】

< 化合物の昇華温度 >

発光層形成用固形材料の作製に使用した化合物 1 ~ 1 1 の昇華温度は、真空における T G - D T A 測定 (D T G - 6 0 、島津製作所製) にて、質量が 1 0 質量 % 減少する時の温度を意味する。昇温速度 2 / m i n 、開始時真空度 1.0×10^{-2} P a の条件で測定した。結果を表 1 に示す。

【 0 0 9 7 】

10

【表 1】

	化合物	昇華温度(°C)
ホスト材料	1	200
燐光発光材料	2	255
ホスト材料	3	249
燐光発光材料	4	245
燐光発光材料	5	251
燐光発光材料	6	243
ホスト材料	8	218
蛍光発光材料	9	200
蛍光発光材料	10	220
蛍光発光材料	11	211

20

表 1 の結果から、実施例 1 - 1 及び 1 - 2 では、使用している化合物 1 及び 2 の昇華温度が大きく異なるため、蒸着セルの温度を変化させることで、蒸着膜の組成比を大きく変化させる (調整する) ことができた。

実施例 4 - 1 及び 4 - 2 では、使用している化合物 8 、 9 、 1 0 、及び 1 1 の昇華温度差が、絶対値で 2 0 以下の差異に抑えられているため、蒸着セルの温度を変化させても、蒸着膜の組成比は大きく変化することはなかった。

実施例 2 - 1 、 2 - 2 、 3 - 1 及び 3 - 2 では、使用している化合物 3 、 4 、 5 、及び 6 の昇華温度の差が、絶対値で 1 0 以下の差異に抑えられているため、蒸着セルの温度を変化させても、蒸着膜の組成比は実施例 4 - 1 及び 4 - 2 の場合よりも更に変化が小さくなった。

40

以上のことから目的に応じて、昇華温度の異なる又は近い材料を組み合わせることにより、蒸着源の加熱温度 (蒸着セル温度) 変化に対する蒸着膜の組成質量比率の変化の程度を制御できることが分かった。

【 0 0 9 8 】

< 評価 >

- 実施例 1 - 1 ~ 実施例 4 - 2 -

実施例 1 - 1 ~ 実施例 4 - 2 の条件で、それぞれ連続して有機電界発光素子を 1 0 個ずつ作製した。作製した 1 0 個の有機電界発光素子について、以下のようにして外部量子効率及び半減寿命を評価し、平均値とばらつきを求めた。結果を表 2 に示す。

- 比較例 1 - 1 ~ 比較例 4 - 2 -

50

また、比較例 1 - 1 ~ 比較例 4 - 2 において、対応する各実施例の発光層形成用固形材料を用いる代わりに従来の粉末材料の共蒸着法で、それぞれ同じ組成の蒸着膜が得られる条件下で有機電界発光素子を 10 個ずつ作製した。作製した 10 個の有機電界発光素子について、以下のようにして外部量子効率及び半減寿命を評価し、平均値とばらつきを求めた。結果を表 2 に示す。

【 0 0 9 9 】

< < 外部量子効率 > >

K E I T H L E Y 社製ソースメジャーユニット 2 4 0 0 型を用いて、 $10 \text{ mA} / \text{cm}^2$ の直流電流を各素子に印加し、発光させた。発光時の輝度を、トプコン社製輝度計 B M - 8 を用いて測定した。発光スペクトルと発光波長は、浜松ホトニクス株式会社製スペクトルアナライザー P M A - 1 1 を用いて測定した。これらの数値をもとに、外部量子効率を輝度換算法により算出した。

10

【 0 1 0 0 】

< < 半減寿命 (駆動耐久性) > >

各有機電界発光素子に $10 \text{ mA} / \text{cm}^2$ の一定電流を通電し、輝度が初期輝度の半分になるまでの時間を測定した。

【 0 1 0 1 】

【表 2】

	蒸着セル温度 (°C)	外部量子効率(%)	半減寿命(h)
		10mA/cm ²	10mA/cm ²
比較例1-1	—	12.0±2.4	1200±120
実施例1-1	270	15.0±1.6	1850±80
比較例1-2	—	10.2±2.1	1050±110
実施例1-2	280	12.0±1.1	1530±70
比較例2-1	—	10.1±2.5	700±170
実施例2-1	270	12.9±1.2	1400±100
比較例2-2	—	9.7±2.6	670±150
実施例2-2	280	12.6±1.3	1370±90
比較例2-1	—	10.1±2.5	700±170
実施例3-1	265	14.1±0.7	1700±80
比較例2-2	—	9.7±2.6	670±150
実施例3-2	275	14.0±0.6	1680±80
比較例4-1	—	3.7±0.5	2200±500
実施例4-1	230	4.2±0.3	2450±170
比較例4-2	—	3.6±0.6	2100±450
実施例4-2	240	4.0±0.4	2300±150

表 2 の結果から、実施例 2 - 1 に比較して、熱伝導性材料を配合した実施例 3 - 1 では、蒸着セルの温度を 5 低い温度に設定して同様の組成比の蒸着膜を形成できた。これにより、材料の熱分解を低減できるため、有機電界発光素子の駆動耐久性（半減寿命）が向上した。

また、蛍光発光材料を用いた実施例 4 - 1 及び 4 - 2 に比較して、燐光発光材料を用いた実施例 1 - 1、1 - 2、2 - 1、2 - 2、3 - 1、及び 3 - 2 の方が、それぞれ対応する比較例（粉末材料を共蒸着する方法で作製）に対し、有機電界発光素子の駆動耐久性（半減寿命）の向上効果が大きかった。蛍光発光材料で約 1 . 1 倍に対し、燐光発光材料で約 1 . 5 ~ 2 倍の向上効果が生じた。

共蒸着で作製した比較例に対し、実施例で作製した有機電界発光素子の特性（発光効率、半減寿命）のばらつきは略 2 / 3 ~ 1 / 3 に低減した。

更に、熱伝導性材料を配合した実施例 3 - 1 及び 3 - 2 では、一層ばらつきが低減すると同時に特性（発光効率、半減寿命）が向上した。これは、蒸着時における材料の熱分解が抑制できたことによるものと思われる。

【産業上の利用可能性】

【0102】

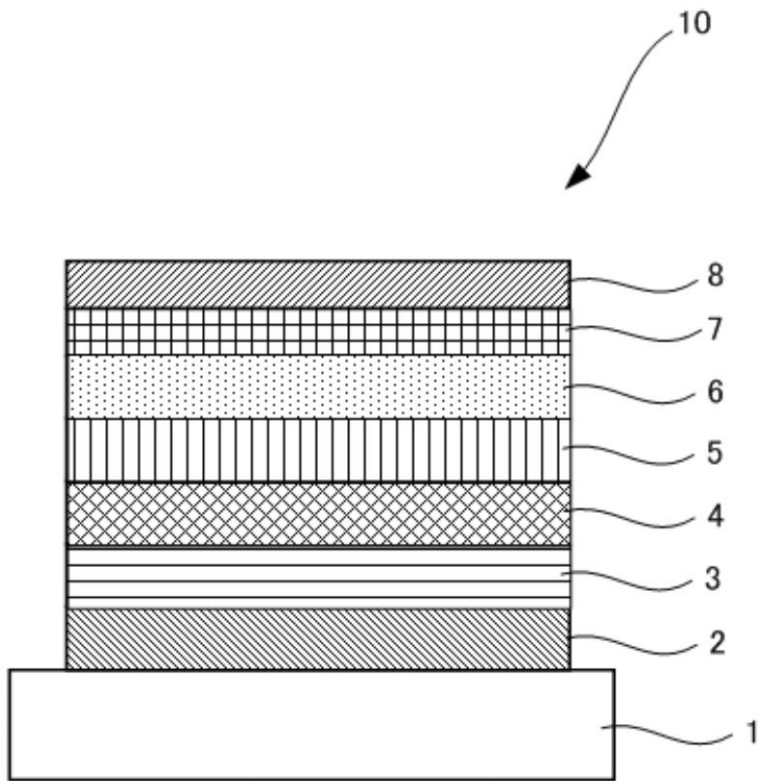
本発明の発光層形成用固形材料を用いて形成された発光層を有する有機電界発光素子は、例えば表示素子、ディスプレイ、バックライト、電子写真、照明光源、記録光源、露光光源、読み取り光源、標識、看板、インテリア、光通信などに好適に用いられる。

【符号の説明】

【 0 1 0 3 】

- | | |
|-----|----------|
| 1 | 基板 |
| 2 | 陽極 |
| 3 | 正孔注入層 |
| 4 | 正孔輸送層 |
| 5 | 発光層 |
| 6 | 第一電子輸送層 |
| 7 | 第二電子輸送層 |
| 8 | 陰極 |
| 1 0 | 有機電界発光素子 |

【図 1】



フロントページの続き

F ターム(参考) 3K107 AA01 BB01 CC09 CC31 CC45 DD53 DD58 DD67 DD68 DD69
FF05 GG04

专利名称(译)	用于形成发光层的固体材料，有机电致发光器件及其制造方法		
公开(公告)号	JP2011199174A	公开(公告)日	2011-10-06
申请号	JP2010066666	申请日	2010-03-23
[标]申请(专利权)人(译)	富士胶片株式会社		
申请(专利权)人(译)	富士胶片株式会社		
[标]发明人	日向浩彰		
发明人	日向 浩彰		
IPC分类号	H01L51/50 H05B33/10		
CPC分类号	H01L51/5016 C09K11/06 C09K11/59 C09K2211/1007 C09K2211/1029 C09K2211/1044 C09K2211/1088 C09K2211/185 H01L51/001 H01L51/50 H01L51/5024 H01L51/5036 H01L51/56 H05B33/10 Y02B20/181		
FI分类号	H05B33/14.B H05B33/10		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC09 3K107/CC31 3K107/CC45 3K107/DD53 3K107/DD58 3K107/DD67 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/FF05 3K107/GG04		
代理人(译)	广田幸一 池田 浩		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

一种发光层形成固体材料，包括至少一种主体材料和至少一种发光材料，其中所述发光层形成固体材料用于通过蒸发方法形成具有单层结构的白光发光层。

