

(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2009-221442

(P2009-221442A)

(43) 公開日 平成21年10月1日(2009.10.1)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09K 11/06 (2006.01)	C09K 11/06 610	3K107
C07D 209/86 (2006.01)	C09K 11/06 690	4C037
C07D 239/26 (2006.01)	C09K 11/06 645	4C056
C07D 333/18 (2006.01)	C09K 11/06 650	4C063
C07D 307/40 (2006.01)	C09K 11/06 635	4C069

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 101 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2008-70526 (P2008-70526)
 (22) 出願日 平成20年3月19日 (2008. 3. 19)

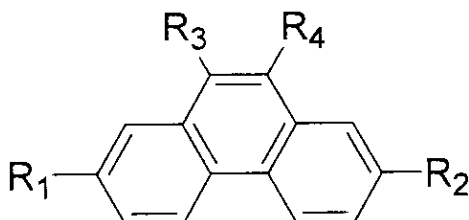
(71) 出願人 000222118
 東洋インキ製造株式会社
 東京都中央区京橋2丁目3番13号
 (72) 発明者 岩田 貫
 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋
 インキ製造株式会社内
 (72) 発明者 高田 泰行
 東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋
 インキ製造株式会社内
 Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 CC02 CC03
 CC12 CC21 CC24 DD53 DD58
 DD59 DD67
 4C037 GA05 HA04 PA06
 4C056 AA01 AB01 AC02 AD03 AE03
 CA03 CC01 CD03
 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子用材料ならびに有機エレクトロルミネッセンス素子

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】高輝度、高効率、低電圧駆動、長寿命、耐熱性などの優れた特性を示す有機EL素子用材料および、それを用いた有機EL素子の提供。

【解決手段】下記一般式[1]で示される有機EL素子用材料。一般式[1]



(式中、 R_1 は置換若しくは無置換の芳香族基、または複素環基を表す。 R_2 は置換若しくは無置換の縮合多環基、または複素環基を表す。 R_3 および R_4 は、それぞれ独立に水素原子、置換もしくは無置換のアルキル基、または芳香族基を表す。) 該有機EL素子用材料は、有機EL素子の発光層の発光材料あるいはホスト材料として用いられる。

【選択図】なし

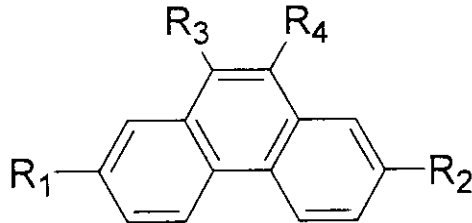
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 [1] で示される有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

一般式 [1]

【化 1】



10

(式中、 R_1 は置換若しくは無置換の芳香族基、または、置換若しくは無置換の複素環基を表す。

R_2 は置換若しくは無置換の縮合多環基、または、置換もしくは無置換の複素環基を表す。

20

R_3 および R_4 は、それぞれ独立に水素原子、置換もしくは無置換のアルキル基、または、置換若しくは無置換の芳香族基を表す。)

【請求項 2】

請求項 1 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子用発光層材料。

【請求項 3】

陽極と陰極とからなる一对の電極間に一層または多層の有機層を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、少なくとも一層が請求項 1 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を含有する層である有機エレクトロルミネッセンス素子。

30

【請求項 4】

請求項 2 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用発光層材料を含有する層が発光層である、請求項 3 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 5】

発光層がさらに縮合多環芳香族化合物を含有する請求項 4 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 6】

発光層がさらにリン光発光材料を含有する請求項 4 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は平面光源や表示に利用される有機エレクトロルミネッセンス素子用材料およびこれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【背景技術】

【0002】

陰極から注入された電子と、陽極から注入された正孔とが、これら両極に挟まれた有機蛍光体内で再結合する際に発光する有機エレクトロルミネッセンス(以下、有機EL)素子は、固体発光型の表示素子としての用途が有望視され、近年活発に研究開発が行われて

50

いる。

【0003】

この研究は、イーストマン・コダック社のC. W. Tang氏らにより有機薄膜を積層したEL素子に端を発しており、この報告では、金属キレート錯体を発光層、アミン系化合物を正孔注入層に使用することで、6～10Vの直流電圧での輝度が数1000 (cd/m²)、最大発光効率が1.5 (lm/W)の緑色発光を得ている(非特許文献1)。現在、様々な研究機関でフルカラーディスプレイの実用化に向けて、有機EL素子の高効率化、高耐久化の研究が進められており、有機EL素子用材料としてさまざまな構造の材料が検討されている。

【0004】

特に、青色発光素子に関しては、耐久性の優れた素子を提供する青色発光材料は少ない。一例として、アントラセン化合物を青色発光素子に用いる技術が開示されている。各種のアントラセン化合物(特許文献1～4)を用いた青色発光素子が報告されているが、いずれも熱や酸素に対する耐久性は不十分である。

【0005】

また、有機EL素子は、これまで様々な材料を用いた素子の研究が進められてきたが、ホスト材料の中に微量のドーパント材料を共蒸着などの方法によって混入させて発光層を形成し、ドーパントからの発光を得るという方法が有効な方法として検討されており、フェナントレン誘導体を用いた方法も検討されている(特許文献5～10)。

【0006】

【非特許文献1】Appl. Phys. Lett., 第51巻, 913頁, 1987年

【特許文献1】特開2003-306454号公報

【特許文献2】特開2004-002351号公報

【特許文献3】WO2005/113531号パンフレット

【特許文献4】特開2007-63501号公報

【特許文献5】特開1991-037991号公報

【特許文献6】WO2002/052905号パンフレット

【特許文献7】特開2007-109988号公報

【特許文献8】WO2007/017995号パンフレット

【特許文献9】特開2000-012229号公報

【特許文献10】特開平6-346049号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明の課題は、高輝度、高効率、低電圧駆動、長寿命、耐熱性などの優れた特性を示す有機エレクトロルミネッセンス素子用材料および、それを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、前記諸問題を解決するために、鋭意研究を重ねた結果、本発明に至った。

【0009】

すなわち本発明は、下記一般式[1]で表される化合物であることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。

【0010】

一般式[1]

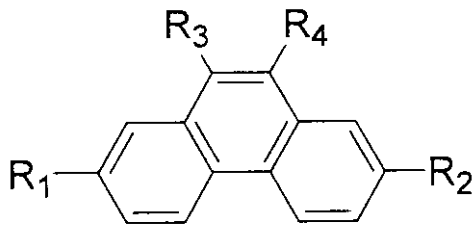
10

20

30

40

【化 1】



10

【0011】

(式中、 R_1 は置換若しくは無置換の芳香族基、または、置換若しくは無置換の複素環基を表す。

R_2 は置換若しくは無置換の縮合多環基、または、置換もしくは無置換の複素環基を表す。

R_3 および R_4 は、それぞれ独立に水素原子、置換もしくは無置換のアルキル基、または、置換若しくは無置換の芳香族基を表す。)

【0012】

また、本発明は、上記の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子用発光層材料に関する。

20

【0013】

また、本発明は、陽極と陰極とからなる一对の電極間に一層または多層の有機層を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において少なくとも一層が上記の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を含有する層である上記の有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【0014】

また、本発明は、上記の有機エレクトロルミネッセンス素子用発光層材料を含有する層が発光層である、上記の有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【0015】

また、本発明は、発光層がさらに縮合多環芳香族化合物を含有する上記の有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

30

【0016】

また、本発明は、発光層がさらにリン光発光材料を含有する上記の有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【発明の効果】

【0017】

本発明の一般式[1]で表わされる化合物は、強い発光を示すことから、有機エレクトロルミネッセンス素子の発光層に含有させる発光材料として有用であることはもちろんのこと、有機エレクトロルミネッセンスにおける発光層ホスト材料、発光層ドーパント材料、電子注入材料としても有用であり、さらにその発光特性を利用して、微量成分を検出する蛍光指示薬としても用いることができる。これら有機エレクトロルミネッセンス用素子用材料を利用した有機エレクトロルミネッセンス素子は、低い電圧で駆動し、かつ、長寿命であるため、壁掛けテレビ等のフラットパネルディスプレイや平面発光体として好適に使用することができ、複写機やプリンター等の光源、液晶ディスプレイや計器類等の光源、表示板、標識灯等への応用が可能である。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、詳細にわたって本発明を説明する。

【0019】

50

本発明における一般式 [1] の R_1 は置換若しくは無置換の芳香族基、または、置換若しくは無置換の複素環基で表される。

【 0 0 2 0 】

R_1 において、置換若しくは無置換の芳香族基としては、好ましくは炭素数 6 ~ 40 を有する置換もしくは未置換の単環または縮合多環芳香族基であり、更に好ましくは炭素数 6 ~ 18 を有する置換もしくは未置換の単環または縮合多環芳香族基であり、例えば、フェニル基、1 - ナフチル基、2 - ナフチル基、p - ビフェニル基、m - ビフェニル基、2 - アントリル基、9 - アントリル基、2 - フェナントリル基、3 - フェナントリル基、9 - フェナントリル基、2 - フルオレニル基、3 - フルオレニル基、9 - フルオレニル基、1 - プレニル基、2 - プレニル基、3 - ペリレニル基、o - トリル基、m - トリル基、p - トリル基、4 - メチルビフェニル基、ターフェニル基、4 - メチル - 1 - ナフチル基、4 - tert - ブチル - 1 - ナフチル基、2 - トリフルオロメチル - 1 - ナフチル基、4 - ナフチル - 1 - ナフチル基、6 - フェニル - 2 - ナフチル基、10 - フェニル - 9 - アントリル基、スピロフルオレニル基などが挙げられる。

10

【 0 0 2 1 】

R_1 において、置換もしくは未置換の複素環基としては、好ましくはヘテロ原子として O、N、S を含有する 5 員または 6 員環の複素環基、または、縮合多環複素環基が挙げられる。複素環基としては、好ましくは炭素数 4 ~ 40 を有する複素環基であり、更に好ましくは炭素数 4 ~ 20 を有する複素環基であり、例えば、チエニル基、フリル基、ピリジル基、ピリジニル基、ピラジニル基、ピリミジニル基、ピリダジニル基、トリアジニル基、インドリニル基、キノリル基、キノキサリル基、アクリジニル基、ピロリル基、ピラニル基、チオピラニル基、ジオキサニル基、ペペリジニル基、モルホリニル基、ピペラジニル基、カルバゾリル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基、ベンゾオキサゾリル基、チアゾリル基、チアジアゾリル基、ベンゾチアゾリル基、トリアゾリル基、イミダゾリル基、イミダゾピリジル基、ベンゾイミダゾリル基、プラニル基、モルホリル基、ピペリジル基、ピペラジニル基、ベンゾフリル基、2 - ベンゾチエニル基、インドリル基、アクリジニル基、フェナントロリル基、などが挙げられる。

20

【 0 0 2 2 】

本発明における一般式 [1] の R_2 は置換若しくは無置換の縮合多環基、または、置換もしくは無置換の複素環基で表される。

30

【 0 0 2 3 】

R_2 において、置換若しくは無置換の縮合多環基としては、好ましくは炭素数 9 ~ 40 を有する置換もしくは未置換の縮合多環基であり、更に好ましくは炭素数 9 ~ 18 を有する置換もしくは未置換の縮合多環基であり、例えば、1 - ナフチル基、2 - ナフチル基、2 - アントリル基、9 - アントリル基、2 - フェナントリル基、3 - フェナントリル基、9 - フェナントリル基、2 - フルオレニル基、3 - フルオレニル基、9 - フルオレニル基、1 - プレニル基、2 - プレニル基、3 - ペリレニル基、4 - メチル - 1 - ナフチル基、4 - tert - ブチル - 1 - ナフチル基、2 - トリフルオロメチル - 1 - ナフチル基、4 - ナフチル - 1 - ナフチル基、6 - フェニル - 2 - ナフチル基、10 - フェニル - 9 - アントリル基、スピロフルオレニル基などが挙げられる。

40

【 0 0 2 4 】

R_2 において、置換もしくは無置換の複素環基は、上述の R_1 で示した、置換もしくは無置換の複素環基と同義である。

【 0 0 2 5 】

本発明における一般式 [1] の式中、 R_3 および R_4 は、それぞれ独立に水素原子、置換もしくは無置換のアルキル基、または、置換若しくは無置換の芳香族基を表す。

【 0 0 2 6 】

R_3 および R_4 において、置換もしくは未置換のアルキル基としては、好ましくは炭素数 1 ~ 40 を有するアルキル基であり、更に好ましくは炭素数 1 ~ 20 を有する置換アルキル基であり、例えば、メチル基、エチル基、n - プロピル基、イソプロピル基、n - ブチ

50

ル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ステアシル基等の未置換直鎖状又は分枝状アルキル基の他、エトキシエチル基、エトキシメチル基、メトキシメチル基、メトキシエチル基、2-フェニルイソプロピル基、トリクロロメチル基、トリフルオロメチル基、ベンジル基、 α -フェノキシベンジル基、 β -ジメチルベンジル基、 α -メチルフェニルベンジル基、 β -ジトリフルオロメチルベンジル基、トリフェニルメチル基、 α -ベンジルオキシベンジル基などが挙げられる。

【0027】

R_3 および R_4 において、置換若しくは無置換の芳香族基は、上述の R_1 で示した、置換若しくは無置換の芳香族基と同義である。

10

【0028】

以上、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料である一般式[1]で表される化合物について説明したが、これら化合物の分子量としては、2000以下が好ましく、1500以下がさらに好ましく、1000以下が特に好ましい。この理由として、分子量が大きいと、蒸着によって素子を作成する場合の蒸着性が悪くなる懸念が考えられるためである。

【0029】

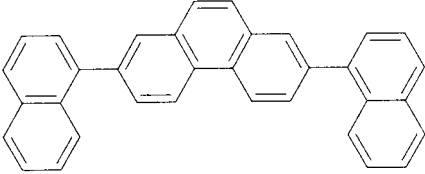
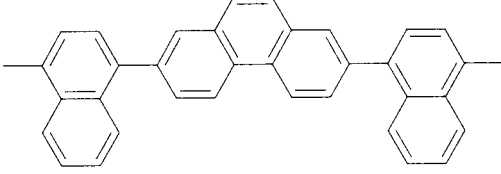
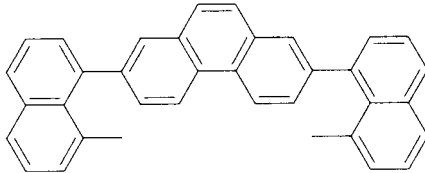
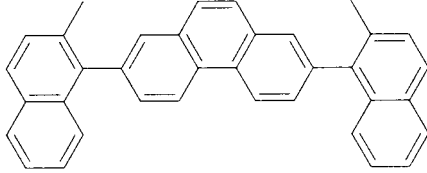
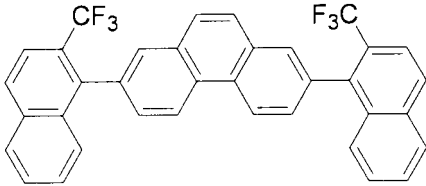
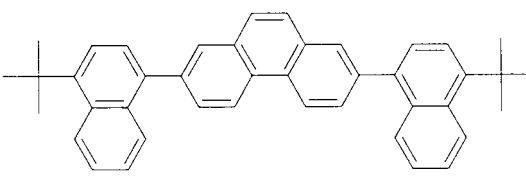
本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料である一般式[1]で表わされる化合物の代表例を、以下の表1に示すが、本発明は、なんらこの代表例に限定されるものではない。

20

【0030】

表1

【表 1】

1	2
	
3	4
	
5	6
	

10

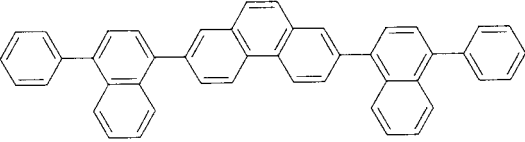
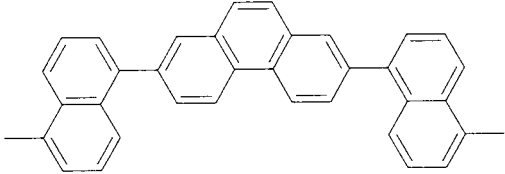
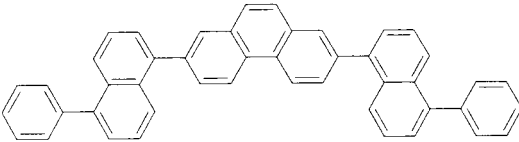
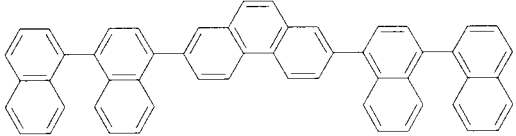
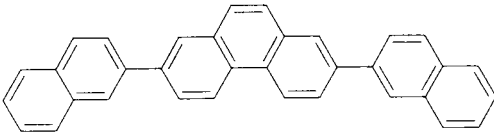
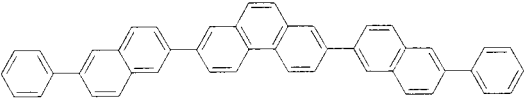
20

30

40

【 0 0 3 1 】

【表 1】

7	8
	
9	10
	
11	12
	

10

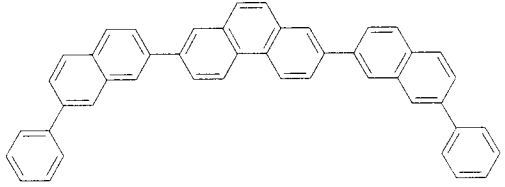

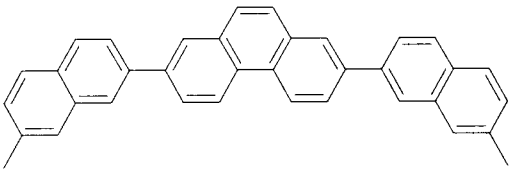
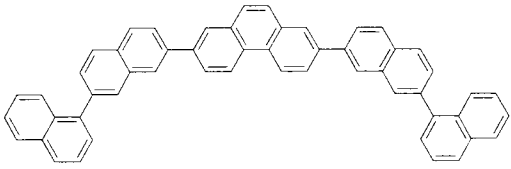
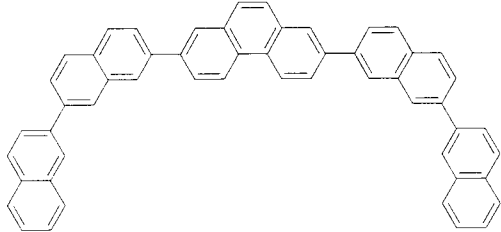

20

30

40

【 0 0 3 2 】

【表 1】

13	14
	
15	16
	
17	18
	

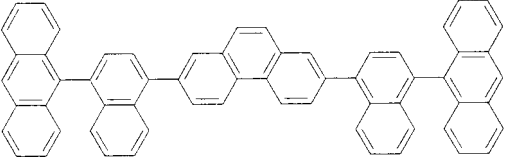
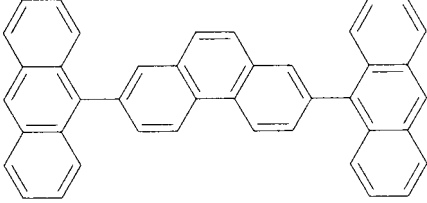
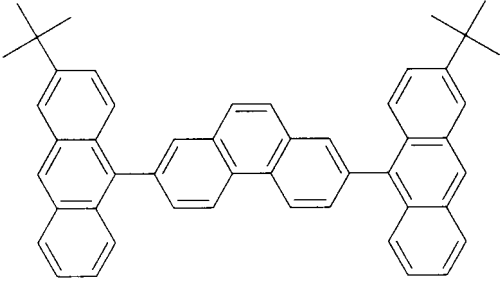
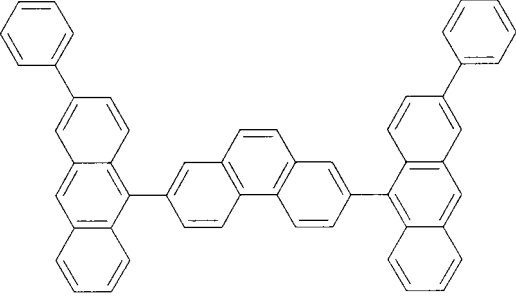
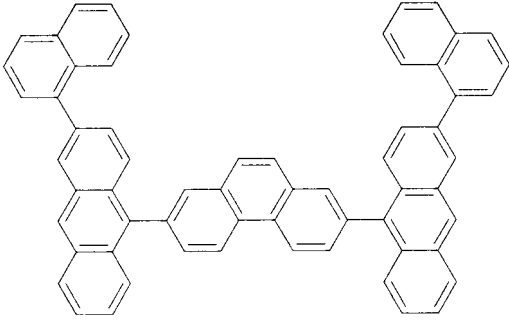
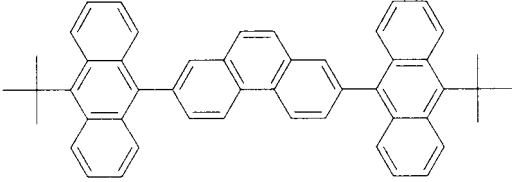
10

20

30

40

【表 1】

19	20
	
21	22
	
23	24
	

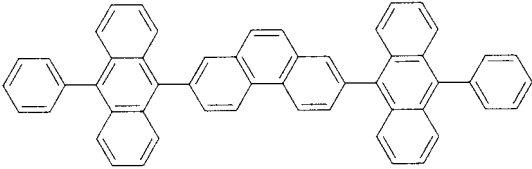
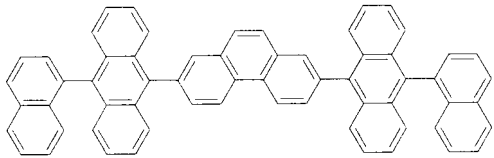
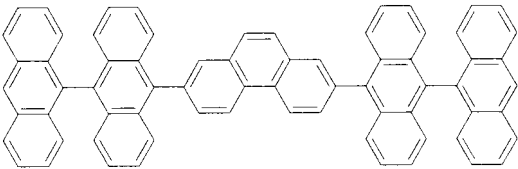
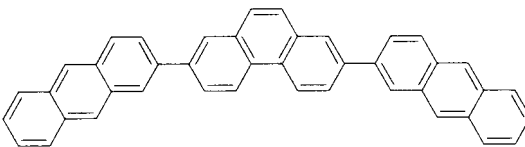
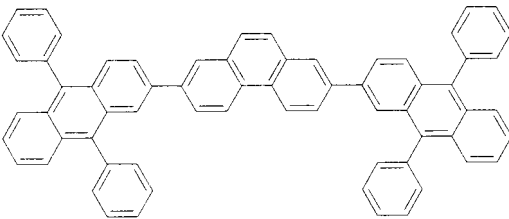
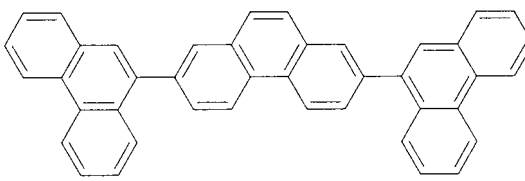
10

20

30

40

【表 1】

25	26
	
27	28
	
29	30
	

10


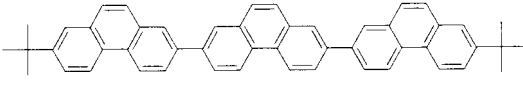
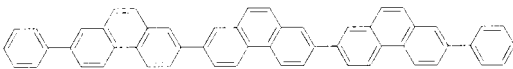
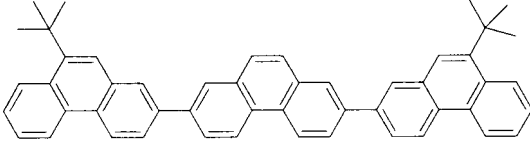
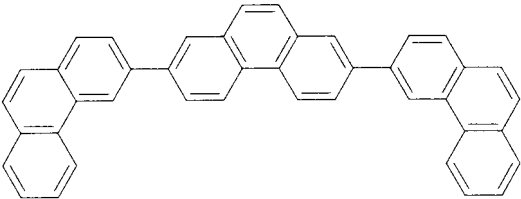
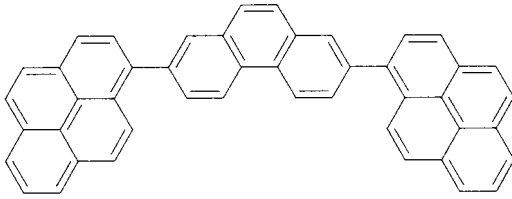
20

30

40

【 0 0 3 5 】

【表 1】

31	32
	
33	34
	
35	36
	

10

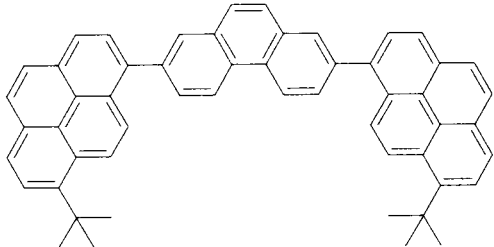
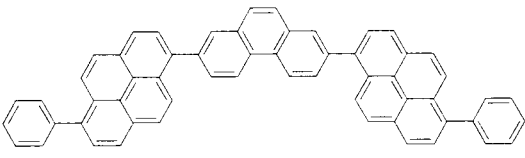
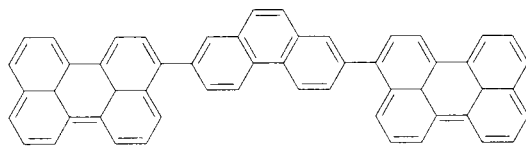
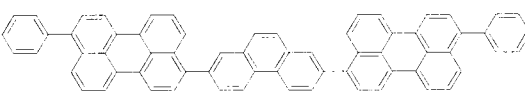

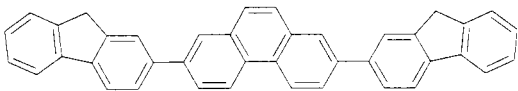
20

30

40

【 0 0 3 6 】

【表 1】

37	38
	
39	40
	
41	42
	

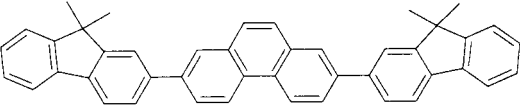

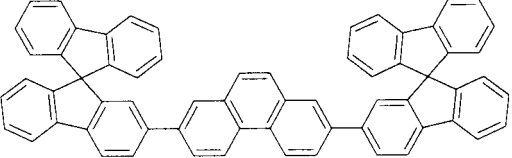
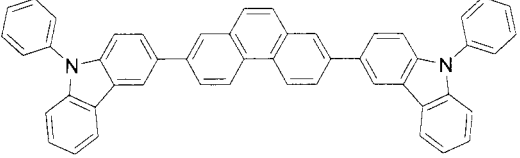
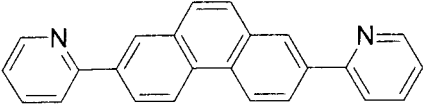
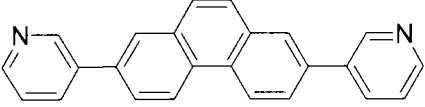
10

20

30

40

【表 1】

43	44
	
45	46
	
47	48
	

10

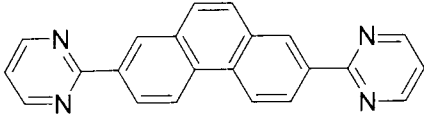
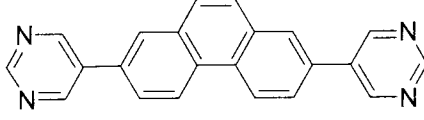
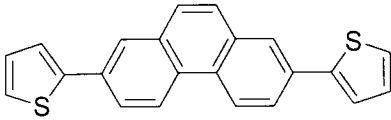
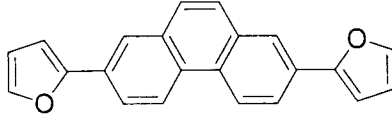
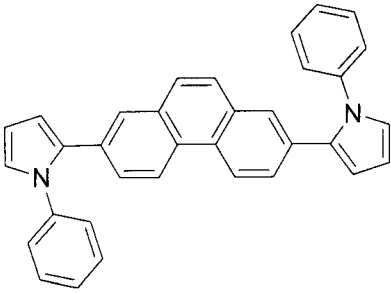
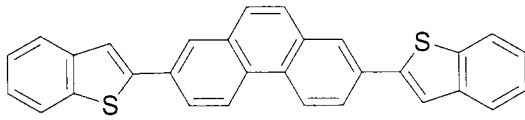
20

30

40

【 0 0 3 8 】

【表 1】

49	50
	
51	52
	
53	54
	

10

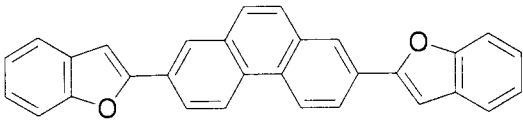
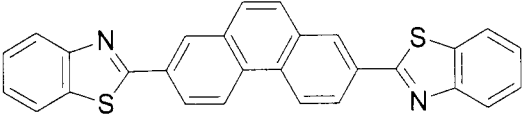
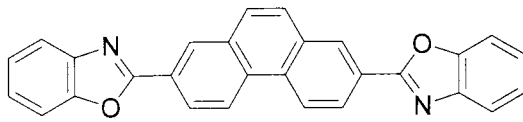
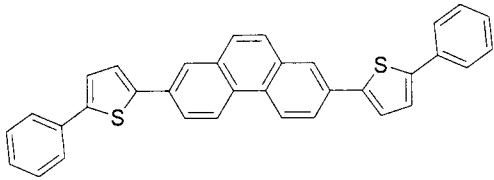
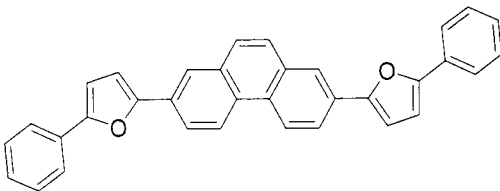
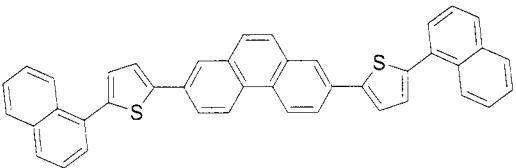
20

30

40

【 0 0 3 9 】

【表 1】

55	56
	
57	58
	
59	60
	

10

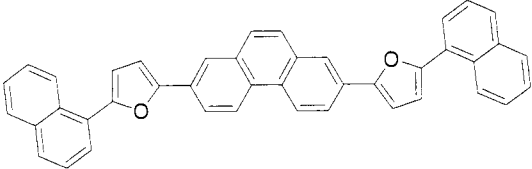
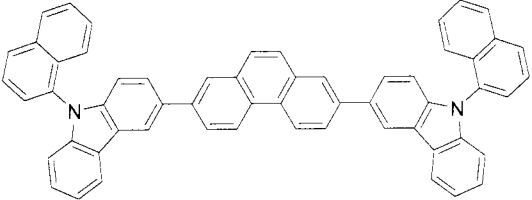
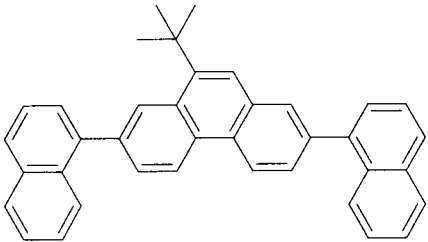
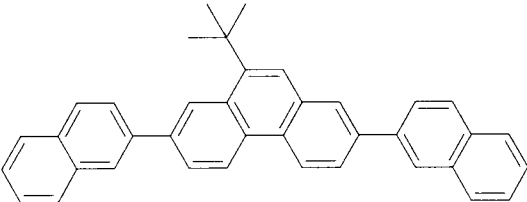
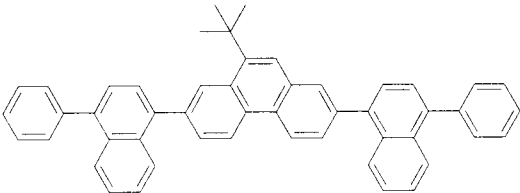
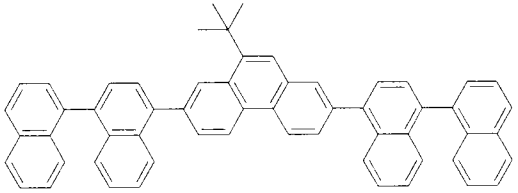
20

30

40

【 0 0 4 0 】

【表 1】

61	62
	
63	64
	
65	66
	

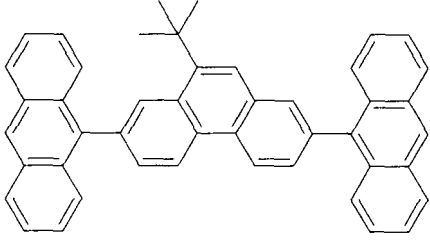
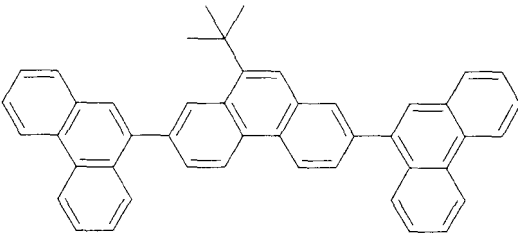
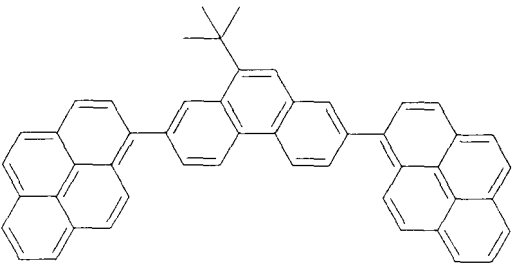
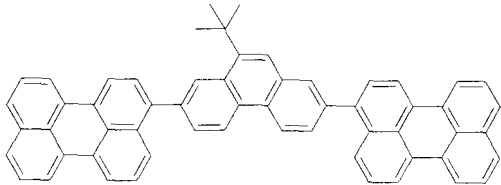
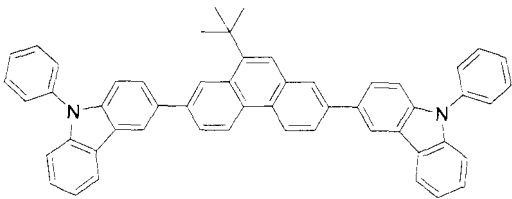
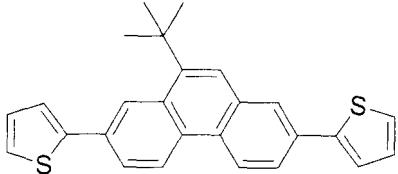
10

20

30

40

【表 1】

67	68
	
69	70
	
71	72
	

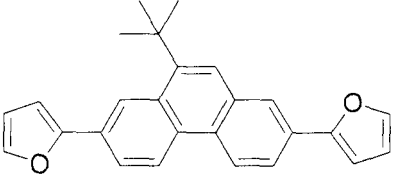
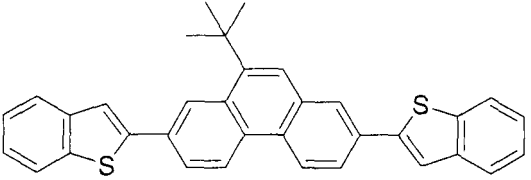
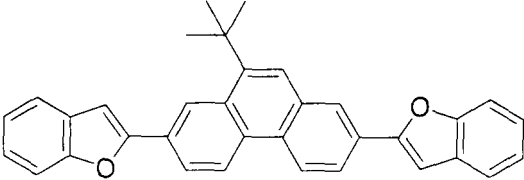
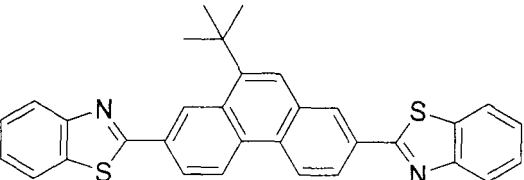
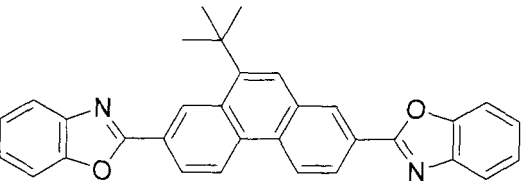
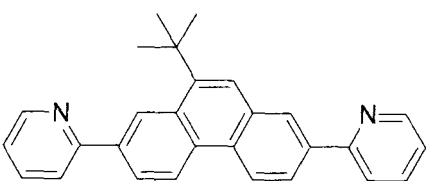
10

20

30

40

【表 1】

73	74
	
75	76
	
77	78
	

10

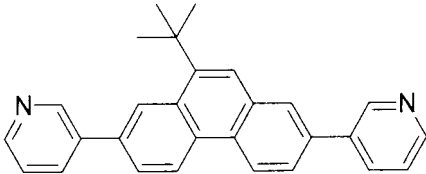
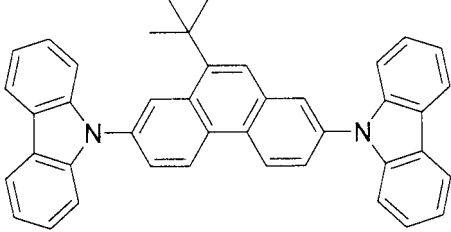
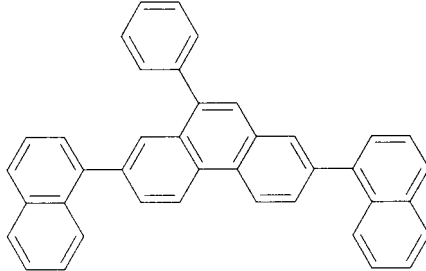
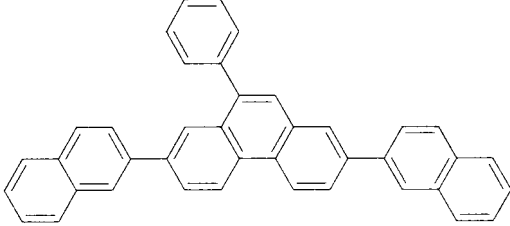
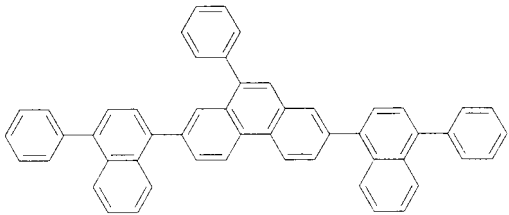
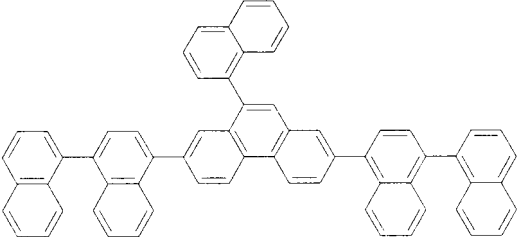
20

30

40

【 0 0 4 3 】

【表 1】

79	80
	
81	82
	
83	84
	

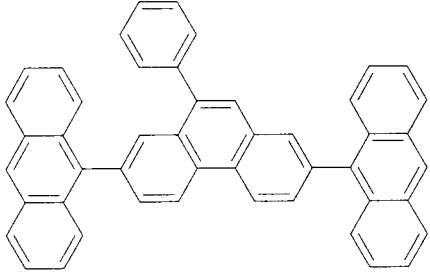
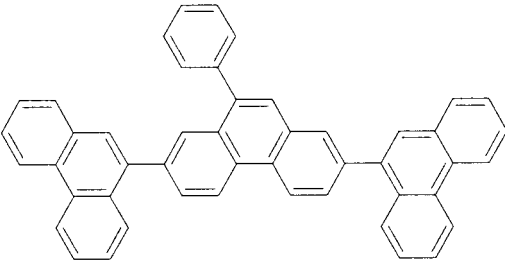
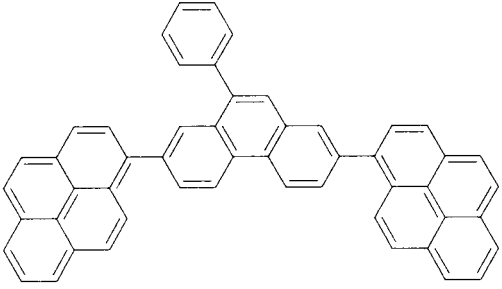
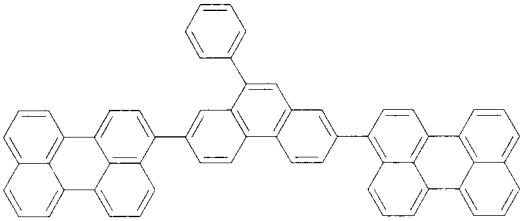
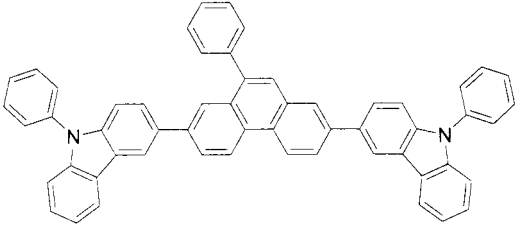
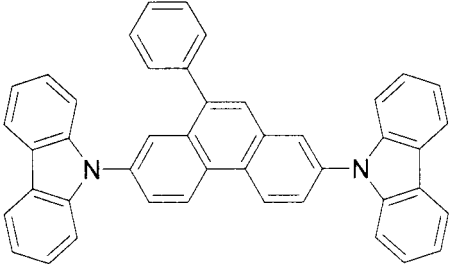
10

20

30

40

【表 1】

85	86
	
87	88
	
89	90
	

10

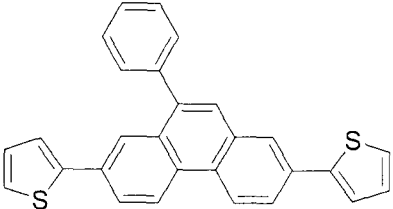
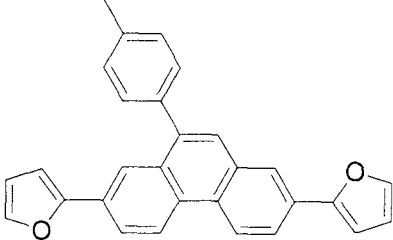
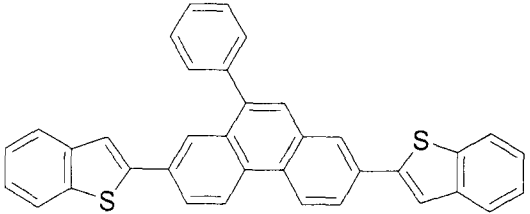
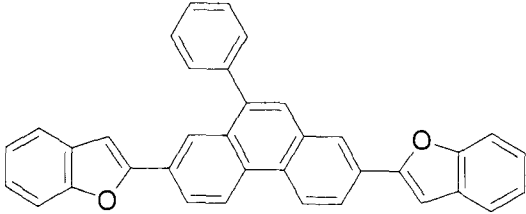
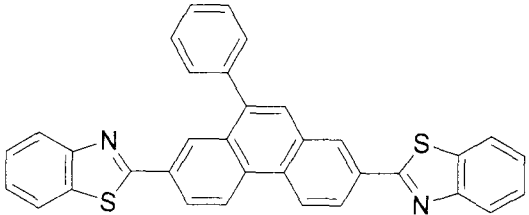
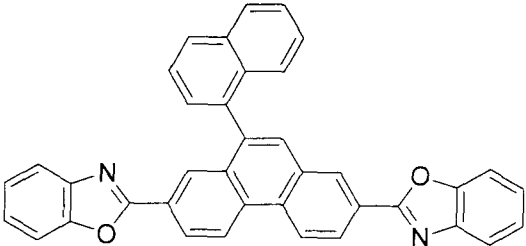
20

30

40

【 0 0 4 5 】

【表 1】

91	92
	
93	94
	
95	96
	

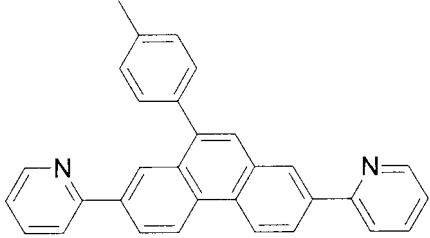
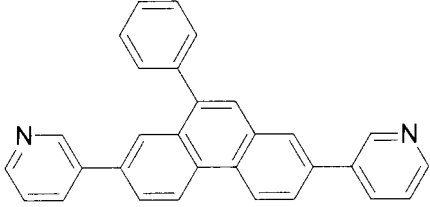
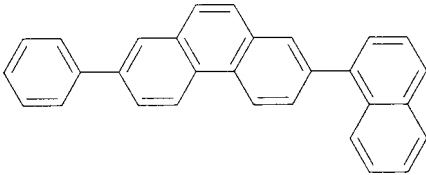
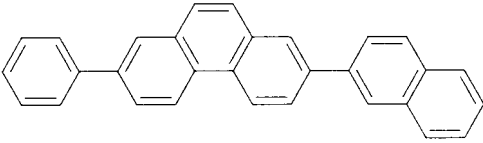
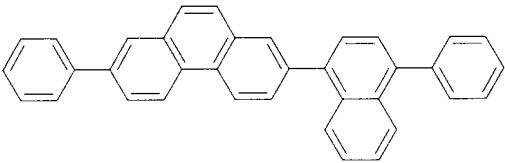
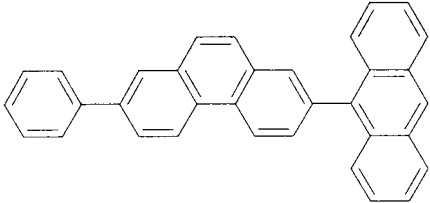
10

20

30

40

【表 1】

97	98
	
99	100
	
101	102
	

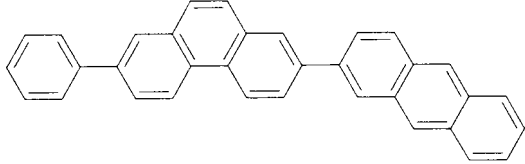
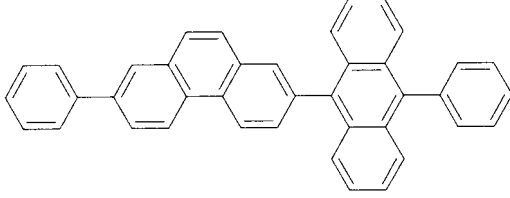
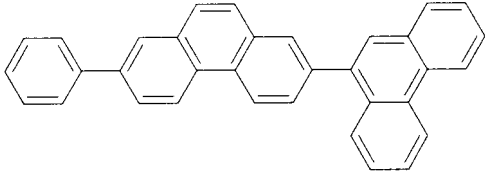
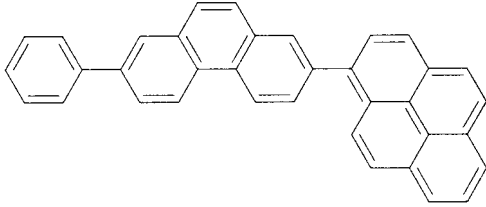
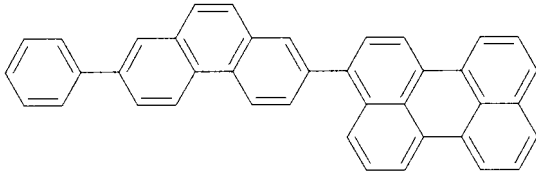
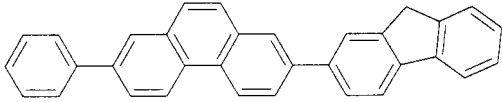
10

20

30

40

【表 1】

103	104
	
105	106
	
107	108
	

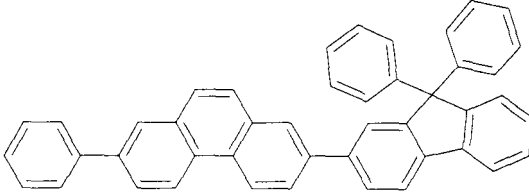
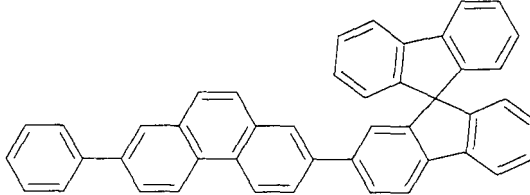
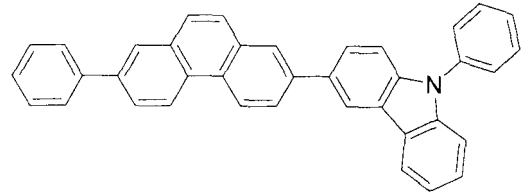
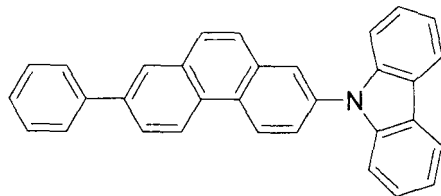
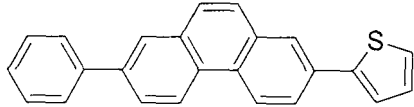
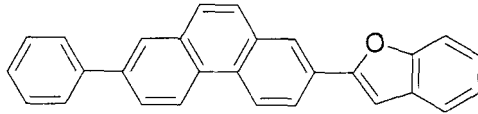
10

20

30

40

【表 1】

109	110
	
111	112
	
113	114
	

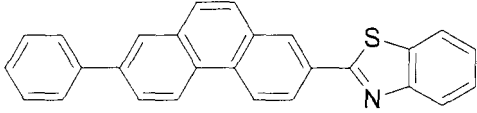
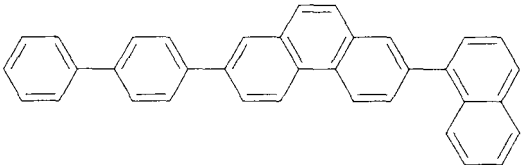
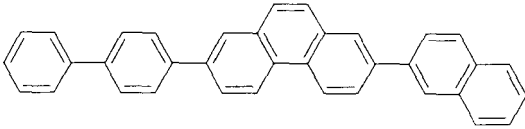
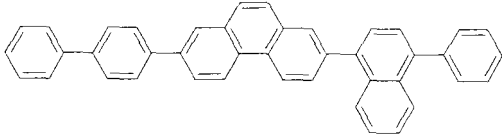
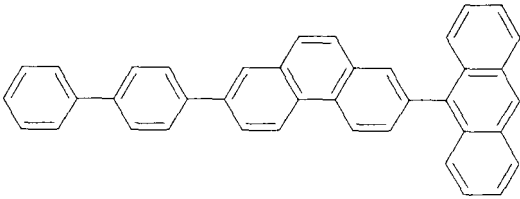
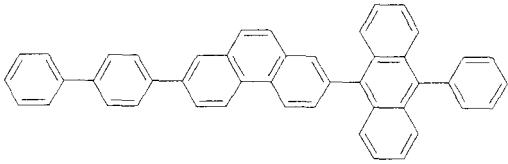
10

20

30

40

【表 1】

115	116
	
117	118
	
119	120
	

10

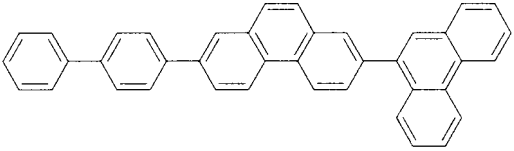
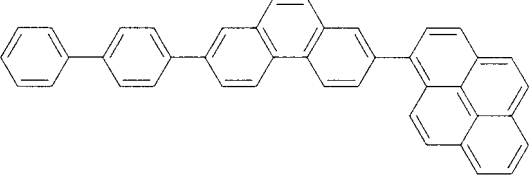
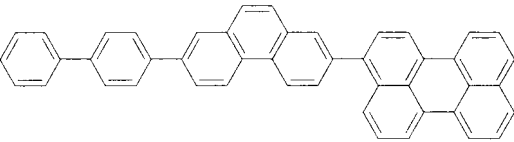
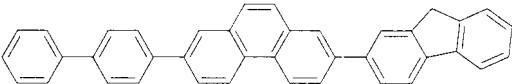

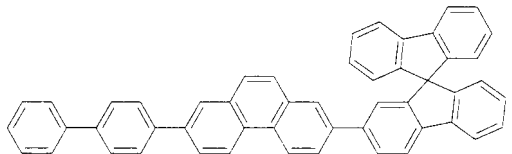
20

30

40

【 0 0 5 0 】

【表 1】

121	122
	
123	124
	
125	126
	

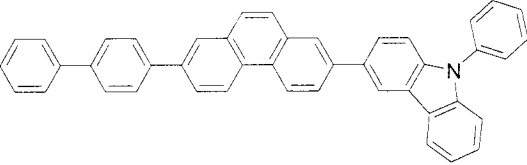
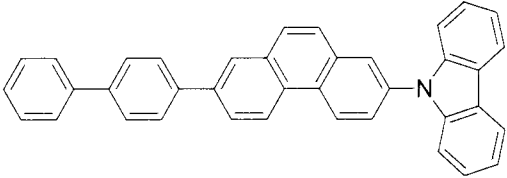
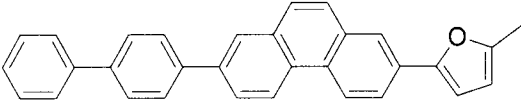
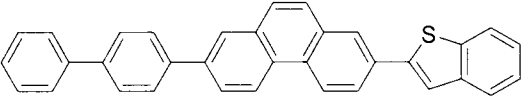
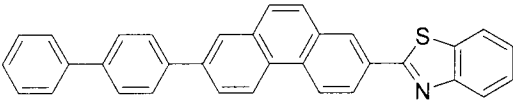
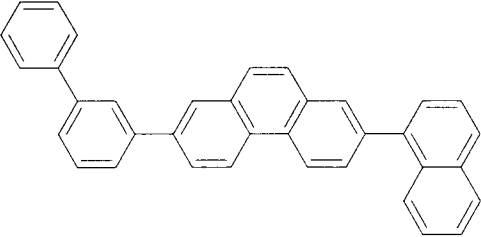
10

20

30

40

【表 1】

127	128
	
129	130
	
131	132
	

10

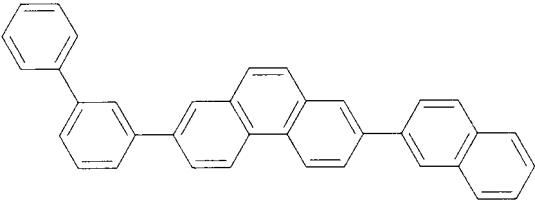
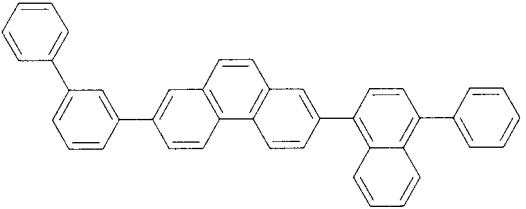
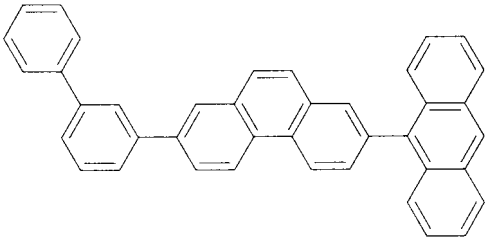
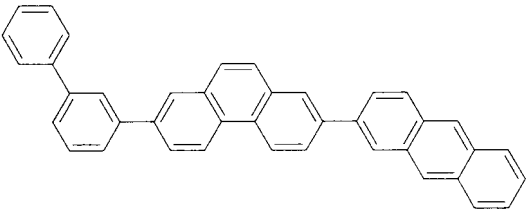
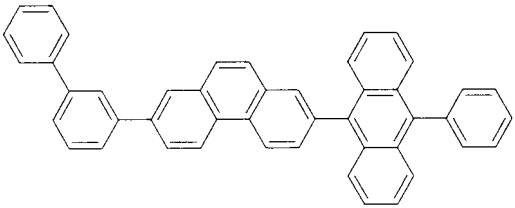
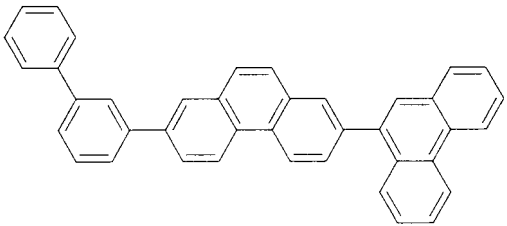
20

30

40

【 0 0 5 2 】

【表 1】

133	134
	
135	136
	
137	138
	

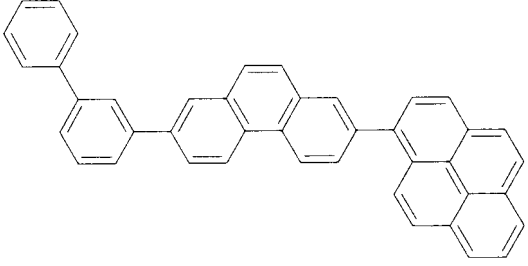
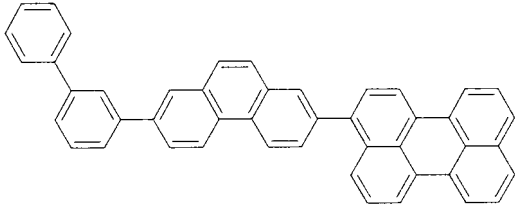
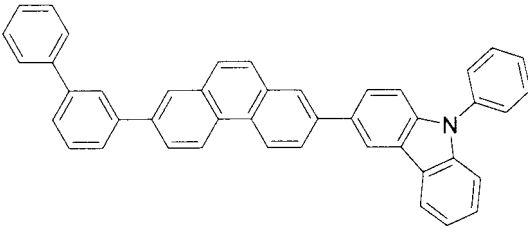
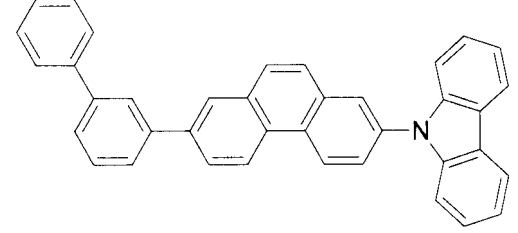
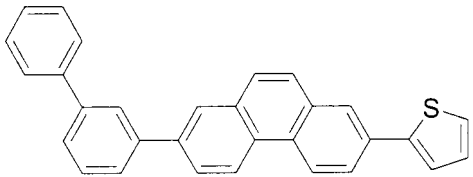
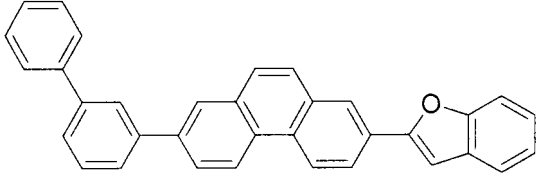
10

20

30

40

【表 1】

139	140
	
141	142
	
143	144
	

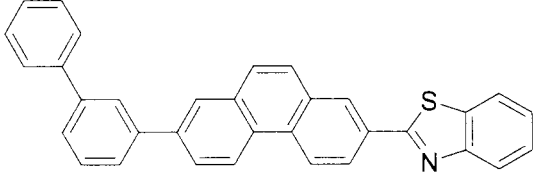
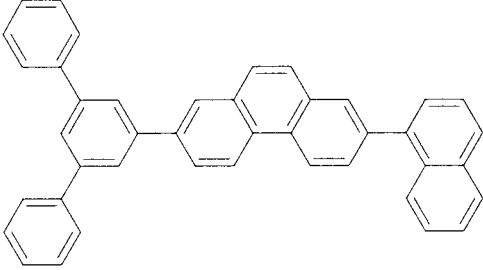
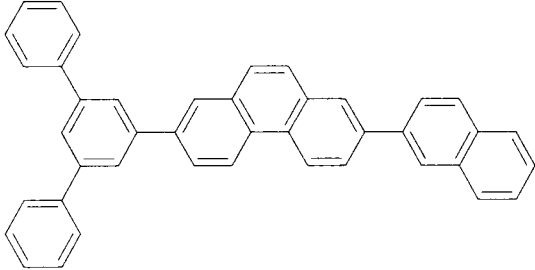
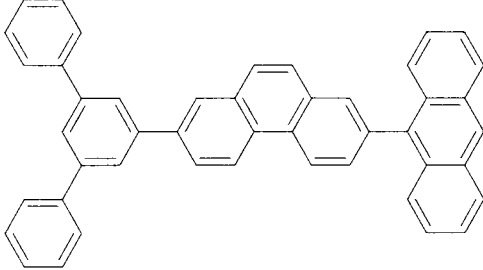
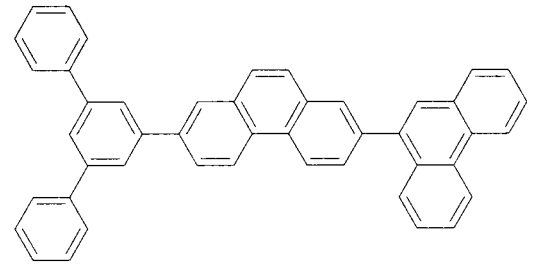
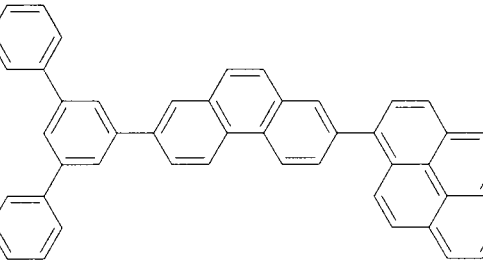
10

20

30

40

【表 1】

145	146
	
147	148
	
149	150
	

10

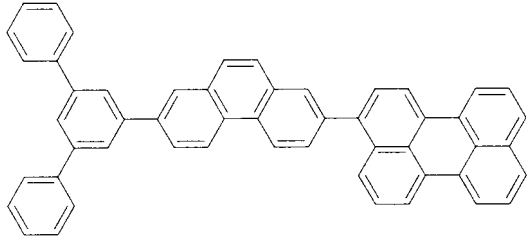
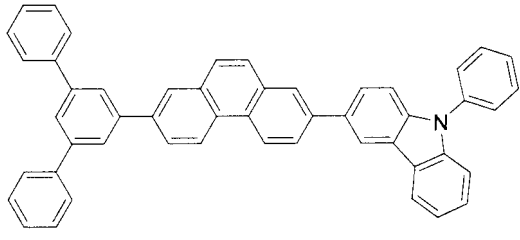
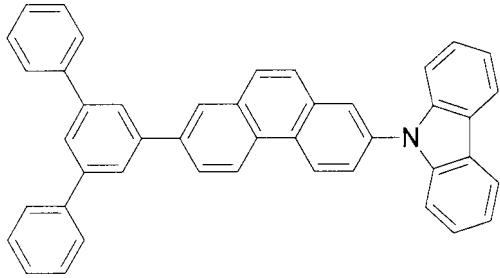
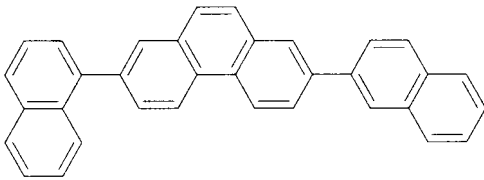
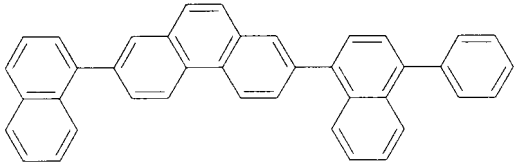
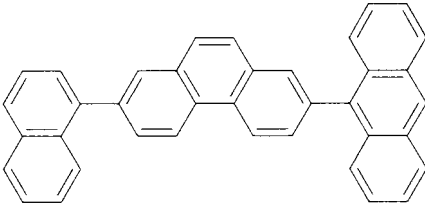
20

30

40

【 0 0 5 5 】

【表 1】

151	152
	
153	154
	
155	156
	

10

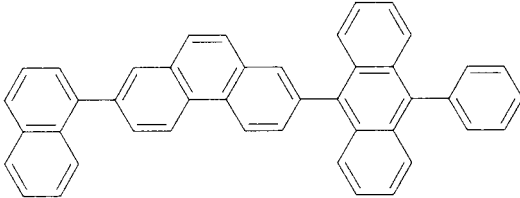
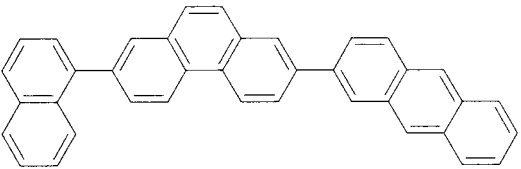
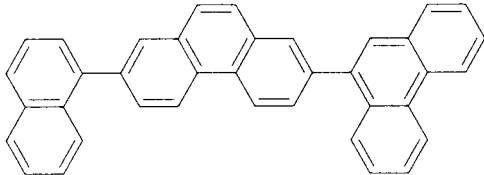
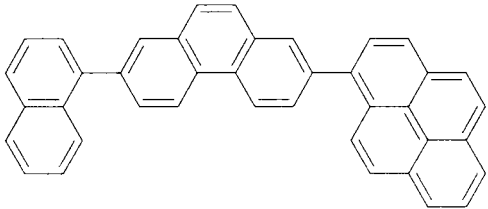
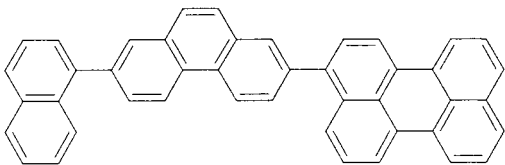
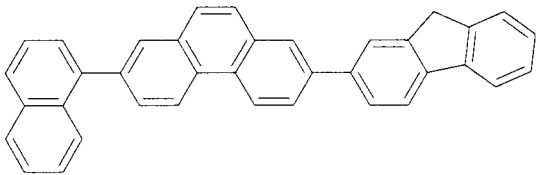
20

30

40

【 0 0 5 6 】

【表 1】

157	158
	
159	160
	
161	162
	

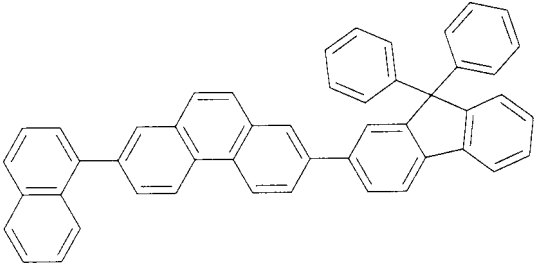
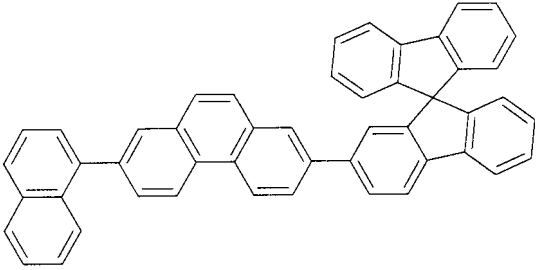
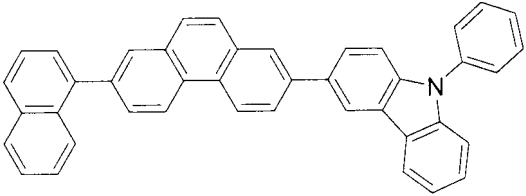
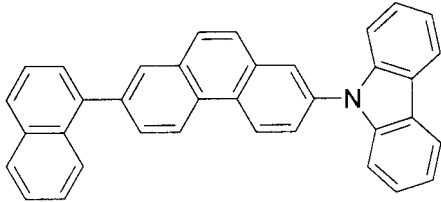
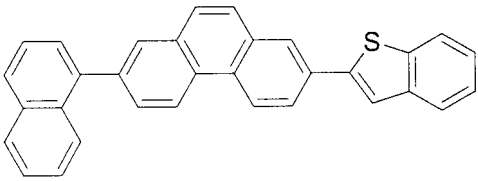
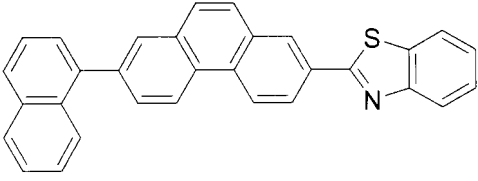
10

20

30

40

【表 1】

163	164
	
165	166
	
167	168
	

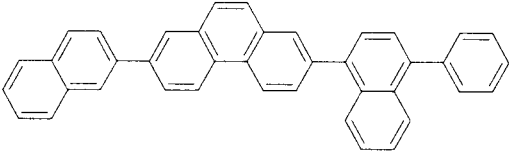
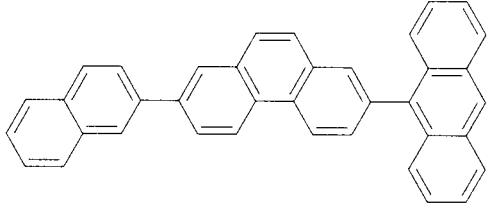
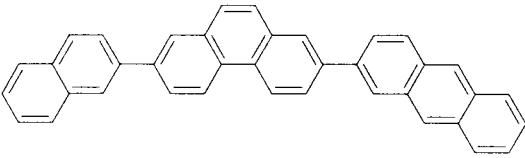
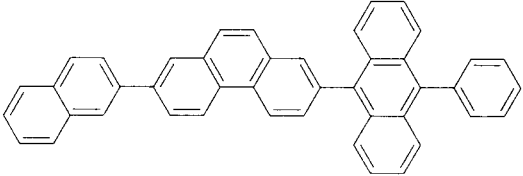
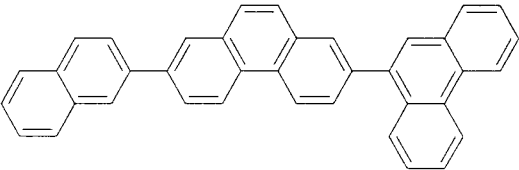
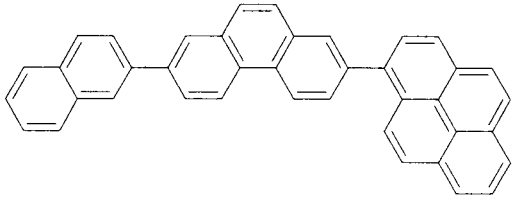
10

20

30

40

【表 1】

169	170
	
171	172
	
173	174
	

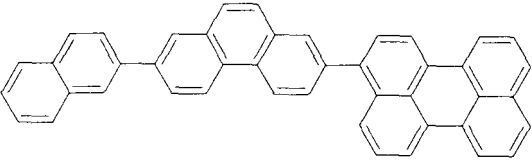
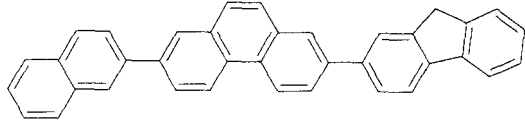
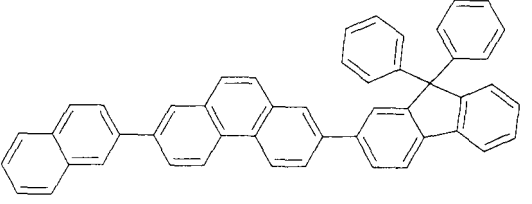
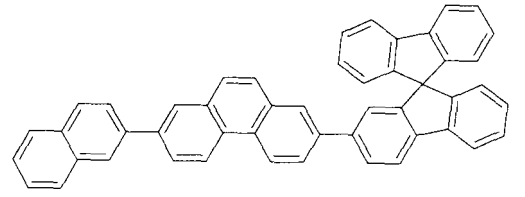
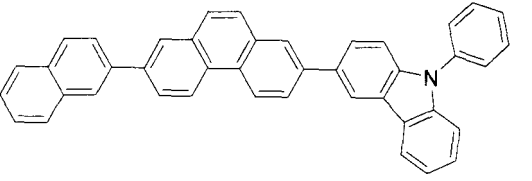
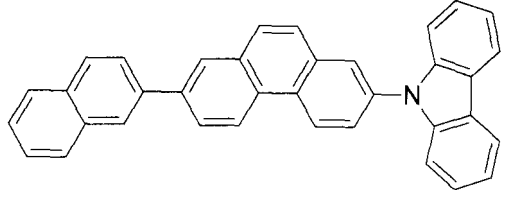
10

20

30

40

【表 1】

175	176
	
177	178
	
179	180
	

10

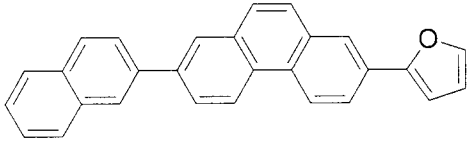
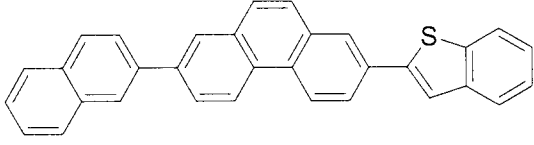
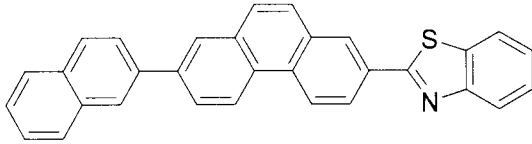
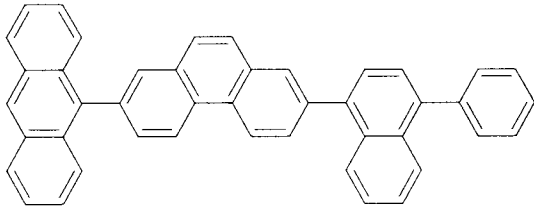
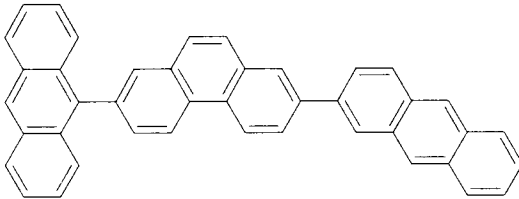
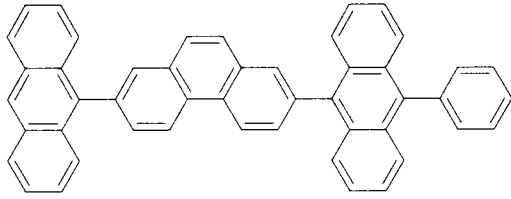
20

30

40

【 0 0 6 0 】

【表 1】

181	182
	
183	184
	
185	186
	

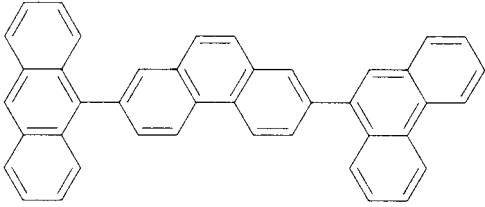
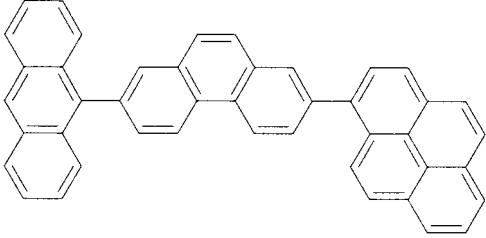
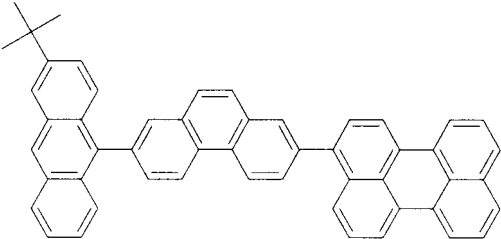
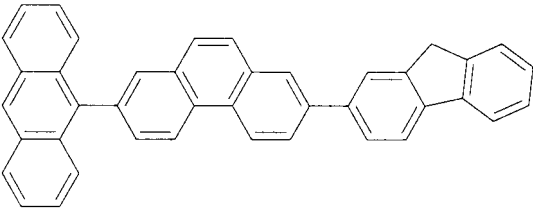
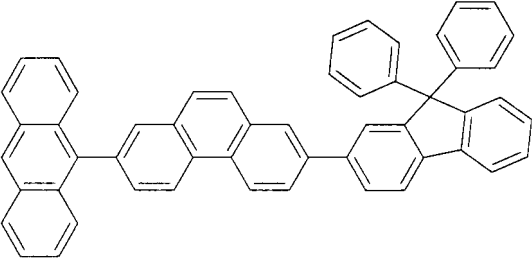
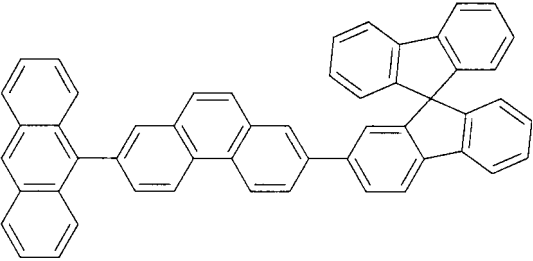
10

20

30

40

【表 1】

187	188
	
189	190
	
191	192
	

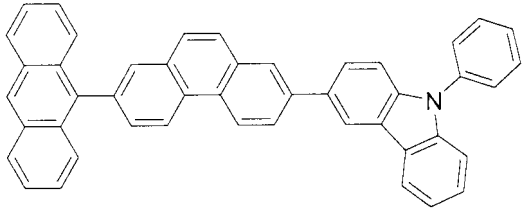
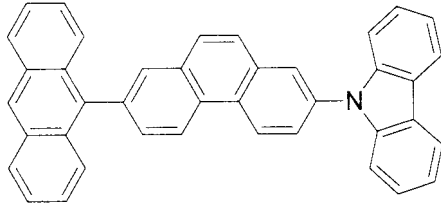
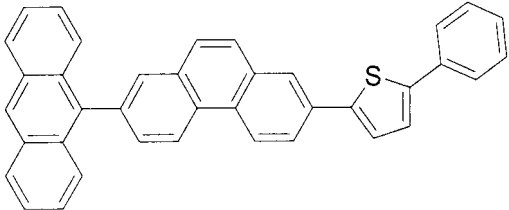
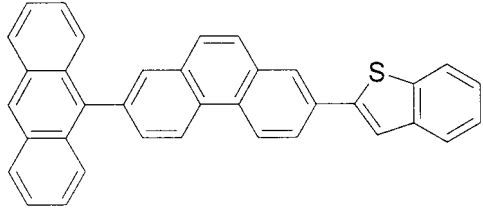
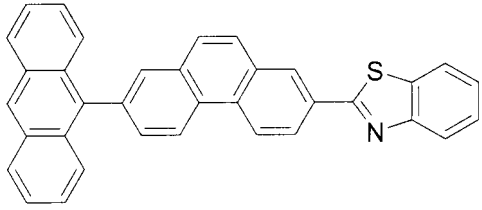
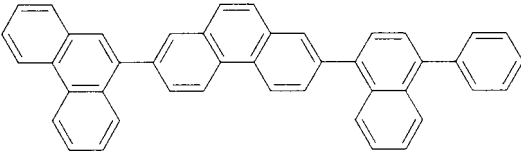
10

20

30

40

【表 1】

193	194
	
195	196
	
197	198
	

10

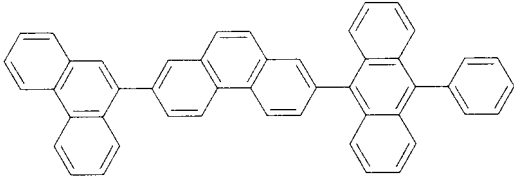
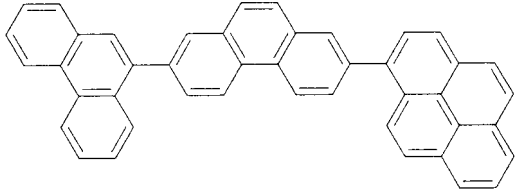
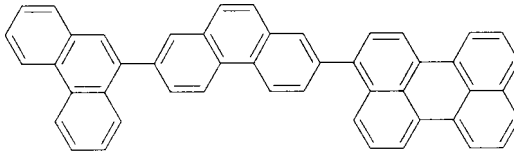
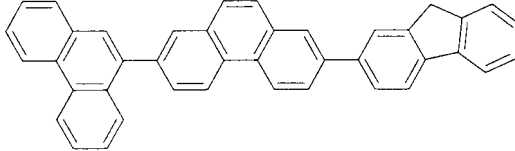
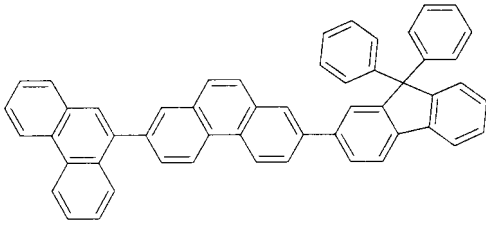
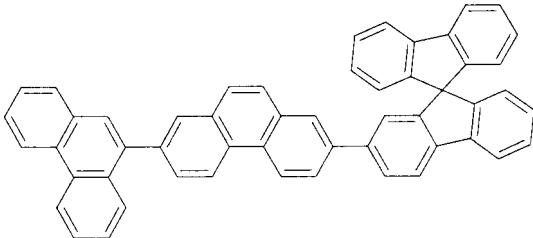
20

30

40

【 0 0 6 3 】

【表 1】

199	200
	
201	202
	
203	204
	

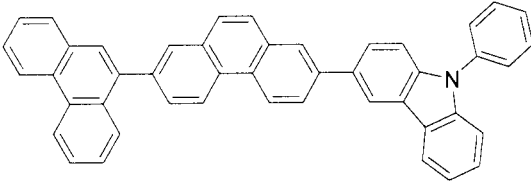
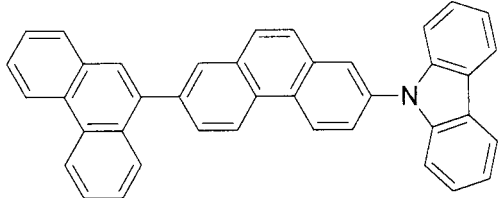
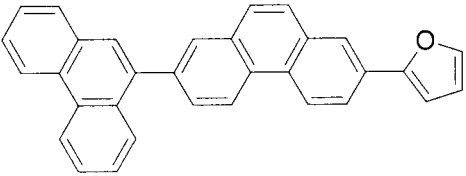
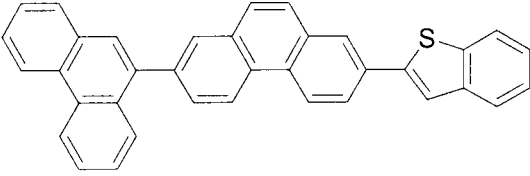
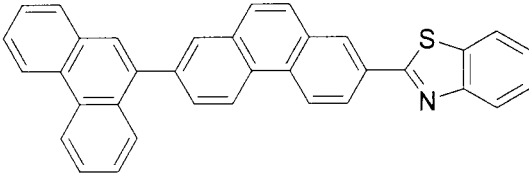
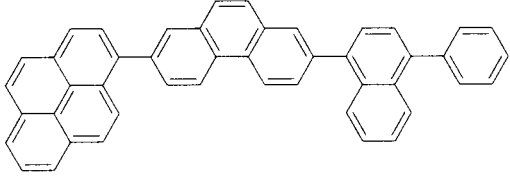
10

20

30

40

【表 1】

205	206
	
207	208
	
209	210
	

10

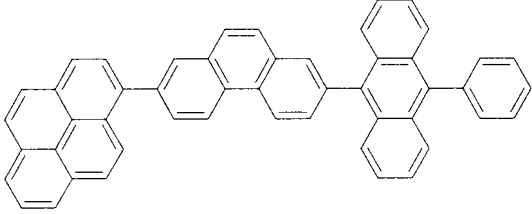
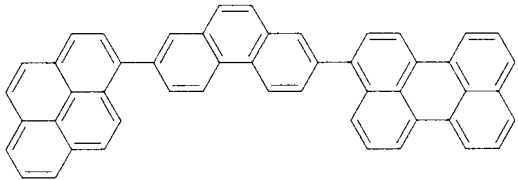
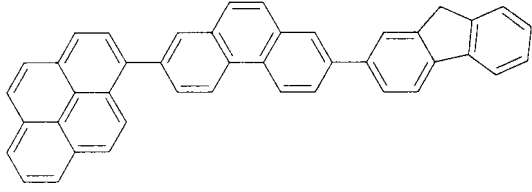
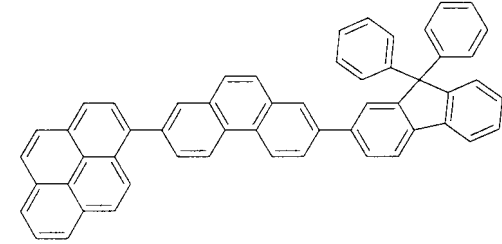
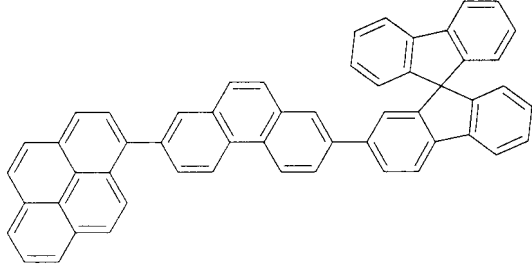
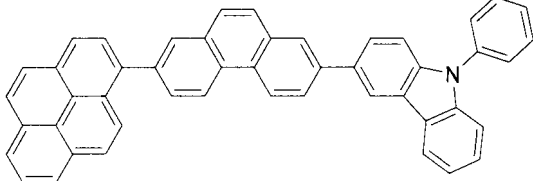
20

30

40

【 0 0 6 5 】

【表 1】

211	212
	
213	214
	
215	216
	

10

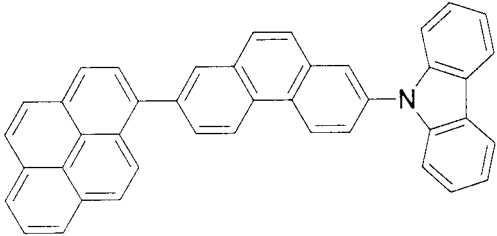
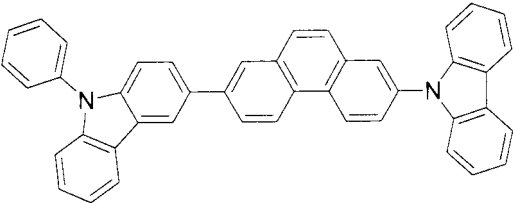
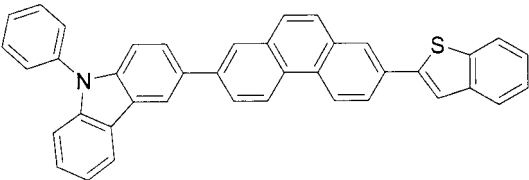
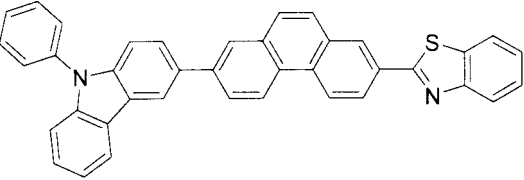
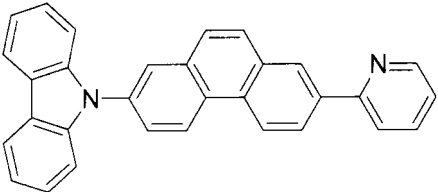
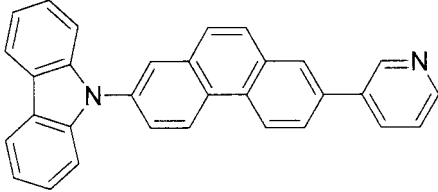
20

30

40

【 0 0 6 6 】

【表 1】

217	218
	
219	220
	
221	222
	

10

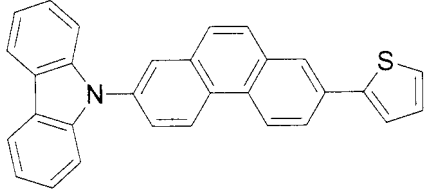
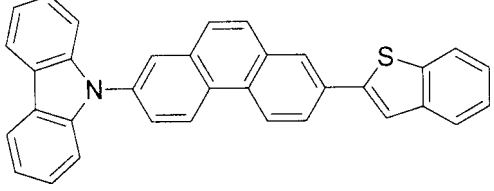
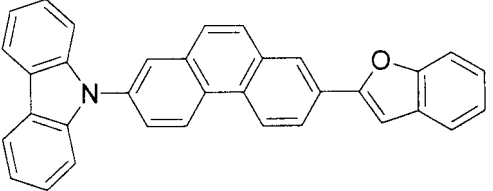
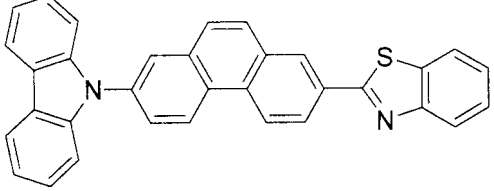
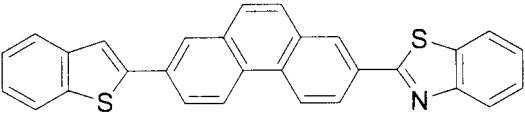
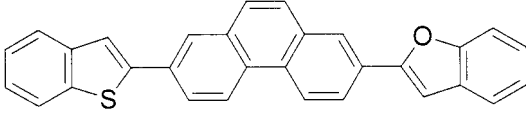
20

30

40

【 0 0 6 7 】

【表 1】

223	224
	
225	226
	
227	228
	

10

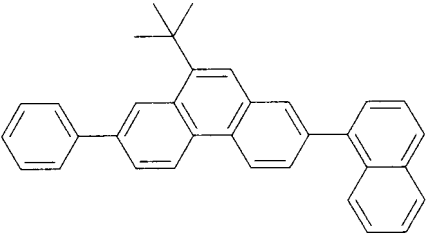
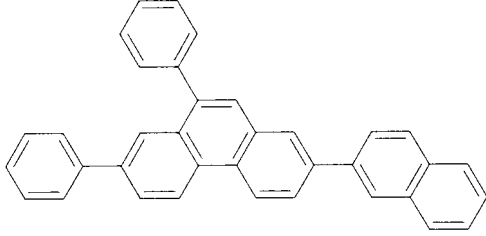
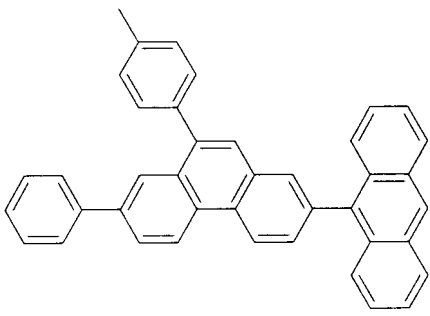
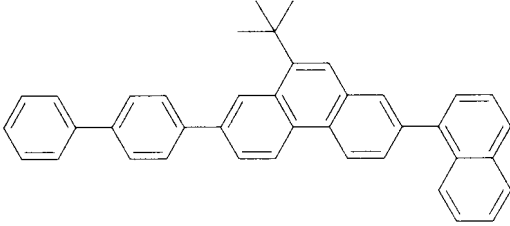
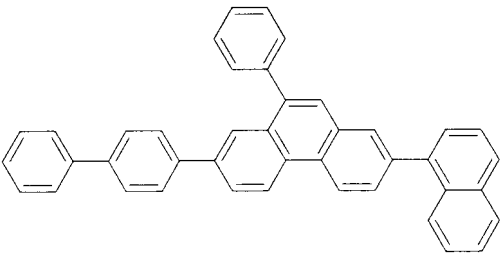
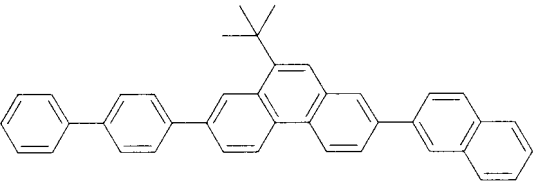
20

30

40

【 0 0 6 8 】

【表 1】

229	230
	
231	232
	
233	234
	

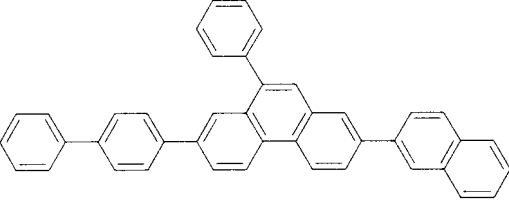
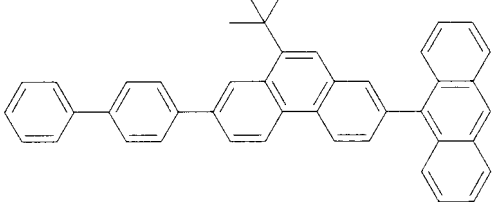
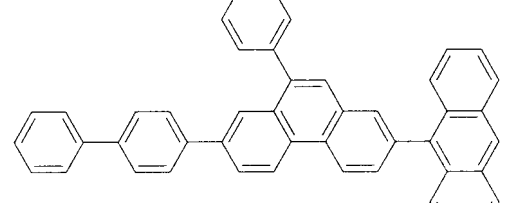
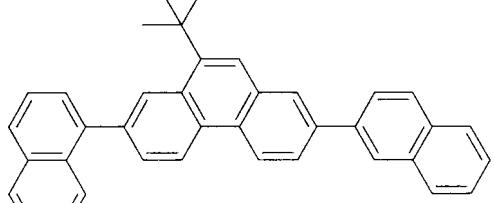
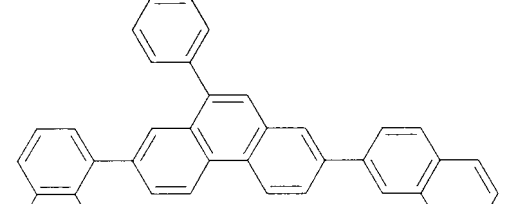
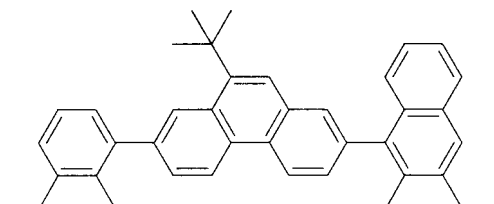
10

20

30

40

【表 1】

235	236
	
237	238
	
239	240
	

10

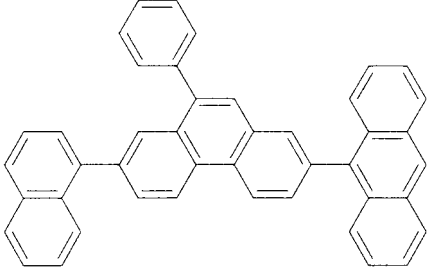
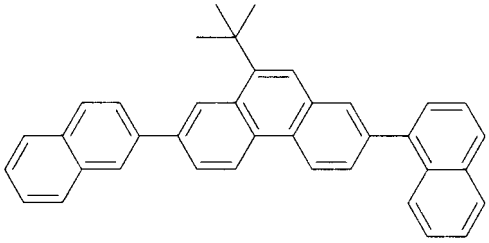
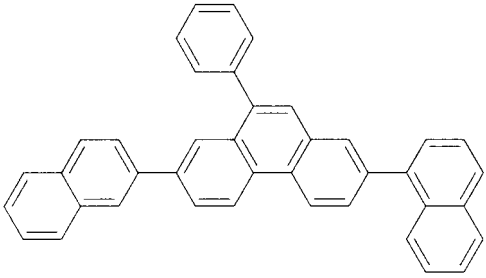
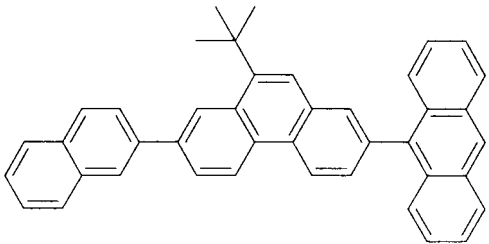
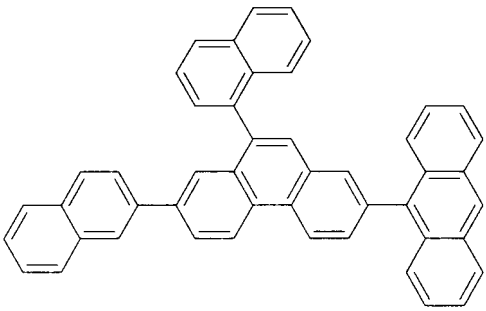
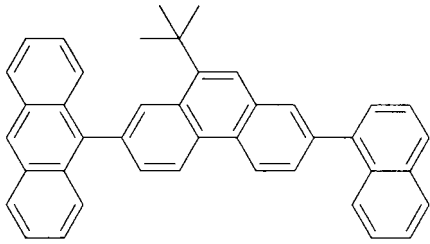
20

30

40

【 0 0 7 0 】

【表 1】

241	242
	
243	244
	
245	246
	

10

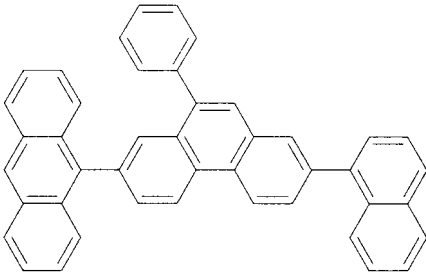
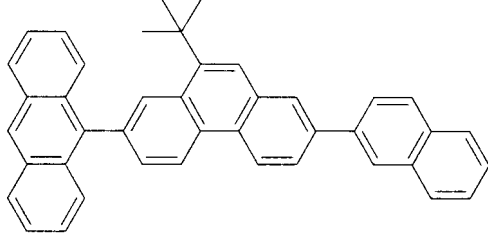
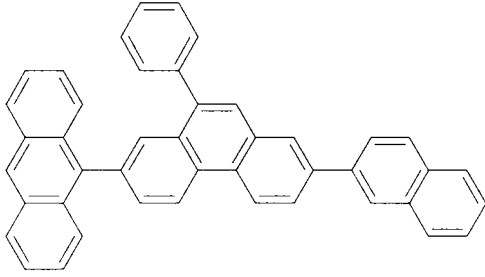
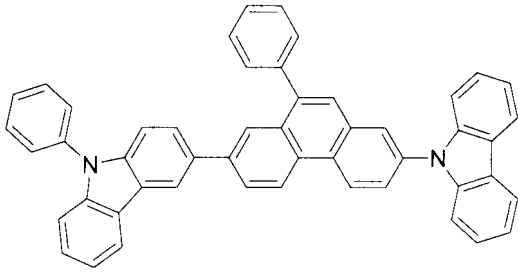
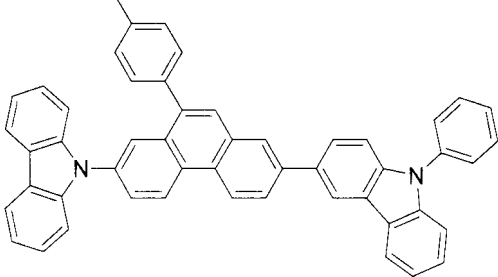
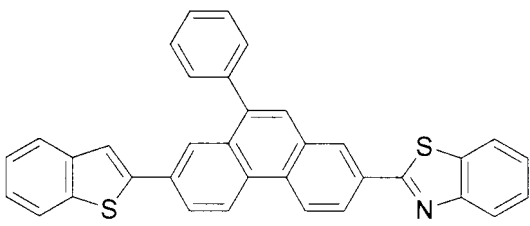
20

30

40

【 0 0 7 1 】

【表 1】

247	248
	
249	250
	
251	252
	

10

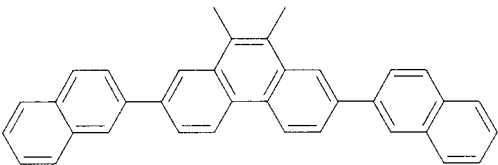
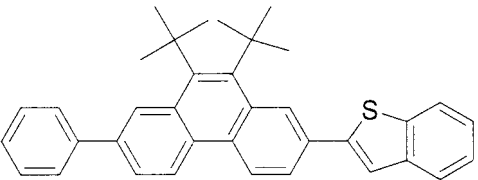
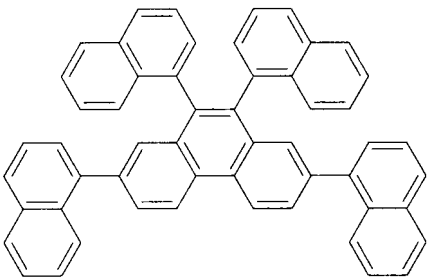
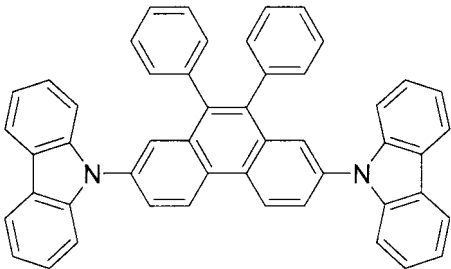
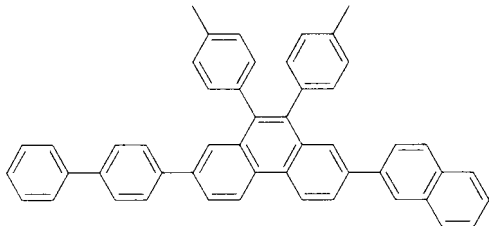
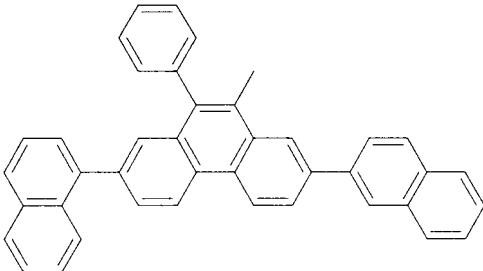
20

30

40

【 0 0 7 2 】

【表 1】

253	254
	
255	256
	
257	258
	

10

20

30

40

【0073】

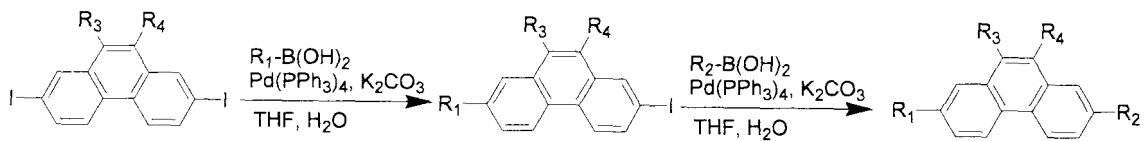
一般式[1]で表わされる化合物群は、公知の方法で得ることができ、例えば下記反応式1のように、2,7-ジヨードフェナントレン誘導体を出発原料として、ボロン酸誘導体と1または2段階の反応を経て得ることが出来る。(Synthesis Communication, 1981, Vol. 11, 513 参照)

【0074】

反応式1

50

【化 2】



【0075】

有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、高純度の材料が要求されるが、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、昇華精製法や再結晶法、再沈殿法、ゾーンメルティング法、カラム精製法、吸着法など、あるいはこれら方法を組み合わせて行うことができる。これら精製法の中でも再結晶法によるのが好ましい。昇華性を有する化合物においては、昇華精製法によるのが好ましい。昇華精製においては、目的化合物が昇華する温度より低温で昇華ポートを維持し、昇華する不純物を予め除去する方法を採用するのが好ましい。また昇華物を採集する部分に温度勾配を施し、昇華物が不純物と目的物に分散するようにするのが望ましい。以上のような昇華精製は不純物を分離するような精製であり、本発明に適用しうるものである。また、昇華精製を行うことにより、材料の蒸着性の難易度を予測するのに役立つ。

10

【0076】

ここで、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を用いて作成することができる有機エレクトロルミネッセンス素子について詳細に説明する。

20

【0077】

有機エレクトロルミネッセンス素子は、陽極と陰極間に一層または多層の有機層を形成した素子から構成されるが、ここで、一層型有機エレクトロルミネッセンス素子とは、陽極と陰極との間に発光層のみからなる素子を指す。一方、多層型有機エレクトロルミネッセンス素子とは、発光層の他に、発光層への正孔や電子の注入を容易にしたり、発光層内での正孔と電子との再結合を円滑に行わせたりすることを目的として、正孔注入層、正孔輸送層、正孔阻止層、電子注入層などを積層させたものを指す。したがって、多層型有機エレクトロルミネッセンス素子の代表的な素子構成としては、(1)陽極/正孔注入層/発光層/陰極、(2)陽極/正孔注入層/正孔輸送層/発光層/陰極、(3)陽極/正孔注入層/発光層/電子注入層/陰極、(4)陽極/正孔注入層/正孔輸送層/発光層/電子注入層/陰極、(5)陽極/正孔注入層/発光層/正孔阻止層/電子注入層/陰極、(6)陽極/正孔注入層/正孔輸送層/発光層/正孔阻止層/電子注入層/陰極、(7)陽極/発光層/正孔阻止層/電子注入層/陰極、(8)陽極/発光層/電子注入層/陰極等の多層構成で積層した素子構成が考えられる。

30

【0078】

また、上述した各有機層は、それぞれ二層以上の層構成により形成されても良く、いくつかの層が繰り返し積層されていても良い。そのような例として、近年、光取り出し効率の向上を目的に、上述の多層型有機エレクトロルミネッセンス素子の一部の層を多層化する「マルチ・フォトン・エミッション」と呼ばれる素子構成が提案されている。これは例えば、ガラス基板/陽極/正孔輸送層/電子輸送性発光層/電子注入層/電荷発生層/発光ユニット/陰極から構成される有機エレクトロルミネッセンス素子に於いて、電荷発生層と発光ユニットの部分を複数層積層するといった方法が挙げられる。

40

【0079】

本発明の有機EL素子用材料は、上述したいかなる層に用いても構わないが、特に発光層に好適に使用することができる。

【0080】

発光層には、必要があれば、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に加えて、さらなる公知の発光材料、ドーピング材料、正孔注入材料や電子注入材料を使用することもでき、発光層に用いる材料の種類およびその組成によって、発光輝度や発光効率の

50

向上、赤色や青色、緑色など多様な発光色を得ることもできる。また、複数の発光材料を組み合わせることで、白色の発光を得ることもできる。

【0081】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料と共に発光層に使用できる発光材料またはドーピング材料としては、アントラセン誘導体、ナフタレン誘導体、フェナントレン誘導体、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、フルオレセイン誘導体、ペリレン誘導体、フタロペリレン誘導体、ナフタロペリレン誘導体、ペリノン誘導体、フタロペリノン誘導体、ナフタロペリノン誘導体、ジフェニルプタジエン誘導体、テトラフェニルプタジエン誘導体、クマリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、アルダジン誘導体、ビスベンゾキサゾリン誘導体、ビススチリル誘導体、ジケトピロロピロール誘導体、ピラジン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、キノリン金属錯体誘導体、ジフェニルエチレン誘導体、ビニルアントラセン誘導体、カルバゾール誘導体、ピラン誘導体、チオピラン誘導体、ポリメチン誘導体、メロシアニン誘導体、イミダゾールキレート化オキシノイド化合物、キナクリドン誘導体、ルブレン誘導体や、色素レーザー用や増白用の蛍光色素等があるが、これらに限定されるものではない。

10

【0082】

上記材料の中でも好適に使用することのできる発光層構成材料としては、ナフタレン誘導体、アントラセン誘導体、フェナントレン誘導体、ピレン誘導体、テトラセン誘導体、ペリレン誘導体、カルバゾール誘導体、ベンゾチオフエン誘導体、ベンゾフラン誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、ピフェニル誘導体、ジケトピロロピロール誘導体、キノリン系金属錯体があげられる。

20

【0083】

また、発光層には、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリアクリレート、ポリエステル、ポリアミド、ポリウレタン、ポリスルホン、ポリメチルメタクリレート、ポリメチルアクリレート、セルロース等の絶縁性樹脂およびそれらの共重合体、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリシラン等の光導電性樹脂、ポリチオフエン、ポリピロール等の導電性樹脂などの高分子に、本発明の材料や上記発光層構成材料、また、成膜性向上、膜のピンホール防止等のため、酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤等を混合したものも使用できる。

【0084】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料および共に発光層に使用できる上記の化合物の発光層中での存在比率はどれが主成分であってもよい。つまり、上記の化合物および本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子用材料のそれぞれの組み合わせにより、本発明における化合物は発光層を形成する主材料にも他の主材料中へのドーピング材料にも成り得る。

30

【0085】

正孔注入層には、発光層に対して優れた正孔注入効果を示し、かつ陽極界面との密着性と薄膜形成性に優れた正孔注入層を形成できる正孔注入材料が用いられる。また、このような材料を多層積層させ、正孔注入効果の高い材料と正孔輸送効果の高い材料とを多層積層させた場合、それぞれに用いる材料を正孔注入材料、正孔輸送材料と呼ぶことがある。本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、正孔注入材料、正孔輸送材料いずれにも好適に使用することができる。これら正孔注入材料や正孔輸送材料は、正孔移動度が大きく、イオン化エネルギーが通常 5.5 eV 以下と小さい必要がある。このような正孔注入層としては、より低い電界強度で正孔を発光層に輸送する材料が好ましく、さらに正孔の移動度が、例えば $10^4 \sim 10^6 \text{ V/cm}$ の電界印加時に、少なくとも $10^{-6} \text{ cm}^2 / \text{V} \cdot \text{秒}$ であるものが好ましい。本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料と混合して使用することができる、他の正孔注入材料および正孔輸送材料としては、上記の好ましい性質を有するものであれば特に制限はなく、従来、光導伝材料において正孔の電荷輸送材料として慣用されているものや、有機エレクトロルミネッセンス素子の正孔注入層に使用されている公知のものの中から任意のものを選択して用いることができる。

40

50

【0086】

このような正孔注入材料や正孔輸送材料としては、具体的には、例えばトリアゾール誘導体（米国特許3, 112, 197号明細書等参照）、オキサジアゾール誘導体（米国特許3, 189, 447号明細書等参照）、イミダゾール誘導体（特公昭37-16096号公報等参照）、ポリアリアルカン誘導体（米国特許3, 615, 402号明細書、同第3, 820, 989号明細書、同第3, 542, 544号明細書、特公昭45-555号公報、同51-10983号公報、特開昭51-93224号公報、同55-17105号公報、同56-4148号公報、同55-108667号公報、同55-156953号公報、同56-36656号公報等参照）、ピラゾリン誘導体およびピラゾロン誘導体（米国特許第3, 180, 729号明細書、同第4, 278, 746号明細書、特開昭55-88064号公報、同55-88065号公報、同49-105537号公報、同55-51086号公報、同56-80051号公報、同56-88141号公報、同57-45545号公報、同54-112637号公報、同55-74546号公報等参照）、フェニレンジアミン誘導体（米国特許第3, 615, 404号明細書、特公昭51-10105号公報、同46-3712号公報、同47-25336号公報、特開昭54-53435号公報、同54-110536号公報、同54-119925号公報等参照）、アリアルアミン誘導体（米国特許第3, 567, 450号明細書、同第3, 180, 703号明細書、同第3, 240, 597号明細書、同第3, 658, 520号明細書、同第4, 232, 103号明細書、同第4, 175, 961号明細書、同第4, 012, 376号明細書、特公昭49-35702号公報、同39-27577号公報、特開昭55-144250号公報、同56-119132号公報、同56-22437号公報、西独特許第1, 110, 518号明細書等参照）、アミノ置換カルコン誘導体（米国特許第3, 526, 501号明細書等参照）、オキサゾール誘導体（米国特許第3, 257, 203号明細書等に掲載のもの）、スチリルアントラセン誘導体（特開昭56-46234号公報等参照）、フルオレノン誘導体（特開昭54-110837号公報等参照）、ヒドラゾン誘導体（米国特許第3, 717, 462号明細書、特開昭54-59143号公報、同55-52063号公報、同55-52064号公報、同55-46760号公報、同55-85495号公報、同57-11350号公報、同57-148749号公報、特開平2-311591号公報等参照）、スチルベン誘導体（特開昭61-210363号公報、同第61-228451号公報、同61-14642号公報、同61-72255号公報、同62-47646号公報、同62-36674号公報、同62-10652号公報、同62-30255号公報、同60-93455号公報、同60-94462号公報、同60-174749号公報、同60-175052号公報等参照）、シラザン誘導体（米国特許第4, 950, 950号明細書）、ポリシラン系（特開平2-204996号公報）、アニリン系共重合体（特開平2-282263号公報）、特開平1-211399号公報に開示されている導電性高分子オリゴマー（特にチオフェンオリゴマー）等をあげることができる。

10

20

30

【0087】

正孔注入材料や正孔輸送材料としては上記のものを使用することができるが、ポルフィリン化合物（特開昭63-2956965号公報）、芳香族第三級アミン化合物およびスチリルアミン化合物（米国特許第4, 127, 412号明細書、特開昭53-27033号公報、同54-58445号公報、同54-149634号公報、同54-64299号公報、同55-79450号公報、同55-144250号公報、同56-119132号公報、同61-295558号公報、同61-98353号公報、同63-295695号公報等参照）を用いることもできる。例えば、米国特許第5, 061, 569号に記載されている2個の縮合芳香族環を分子内に有する4, 4'-ビス（N-（1-ナフチル）-N-フェニルアミノ）ピフェニル等や、特開平4-308688号公報に記載されているトリフェニルアミンユニットが3つスターバースト型に連結された4, 4', 4''-トリス（N-（3-メチルフェニル）-N-フェニルアミノ）トリフェニルアミン等をあげることができる。また、正孔注入材料として銅フタロシアニンや水素フタロシアニン

40

50

等のフタロシアニン誘導体も挙げられる。さらに、その他、芳香族ジメチリデン系化合物、p型Si、p型SiC等の無機化合物も正孔注入材料や正孔輸送材料として使用することができる。

【0088】

芳香族三級アミン誘導体の具体例としては、例えば、N, N' - ジフェニル - N, N' - (3 - メチルフェニル) - 1, 1' - ビフェニル - 4, 4' - ジアミン、N, N, N', N' - (4 - メチルフェニル) - 1, 1' - フェニル - 4, 4' - ジアミン、N, N, N', N' - (4 - メチルフェニル) - 1, 1' - ビフェニル - 4, 4' - ジアミン、N, N' - ジフェニル - N, N' - ジナフチル - 1, 1' - ビフェニル - 4, 4' - ジアミン、N, N' - (メチルフェニル) - N, N' - (4 - n - プチルフェニル) - フェナン
 10
 トレン - 9, 10 - ジアミン、N, N - ビス(4 - ジ - 4 - トリルアミノフェニル) - 4 - フェニル - シクロヘキサン、N, N' - ビス(4' - ジフェニルアミノ - 4 - ビフェニル) - N, N' - ジフェニルベンジジン、N, N' - ビス(4' - ジフェニルアミノ - 4 - フェニル) - N, N' - ジフェニルベンジジン、N, N' - ビス(4' - ジフェニルアミノ - 4 - フェニル) - N, N' - ジ(1 - ナフチル)ベンジジン、N, N' - ビス(4' - フェニル(1 - ナフチル)アミノ - 4 - フェニル) - N, N' - ジフェニルベンジジン、N, N' - ビス(4' - フェニル(1 - ナフチル)アミノ - 4 - フェニル) - N, N' - ジ(1 - ナフチル)ベンジジン等があげられ、これらは正孔注入材料、正孔輸送材料いずれにも使用することができる。

【0089】

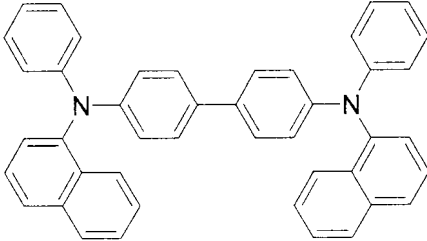
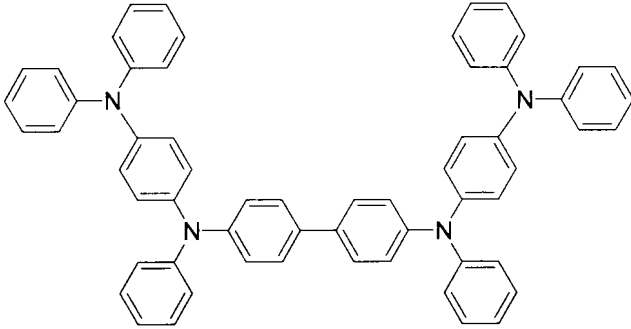
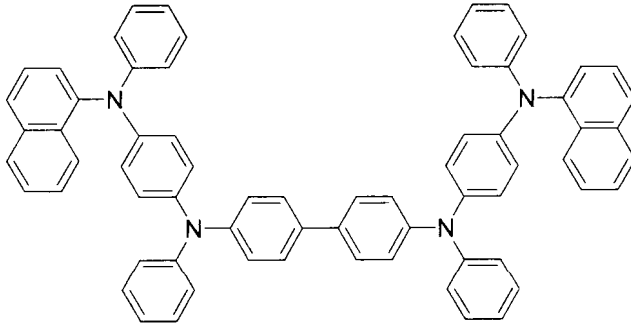
正孔注入材料として、特に好ましい例を表2に示す。

20

【0090】

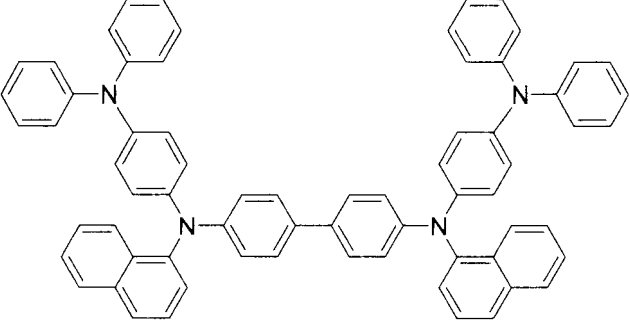
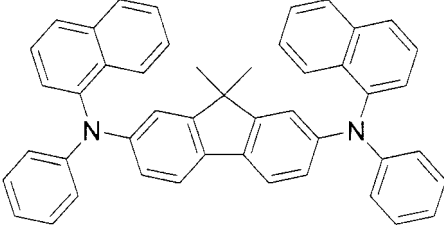
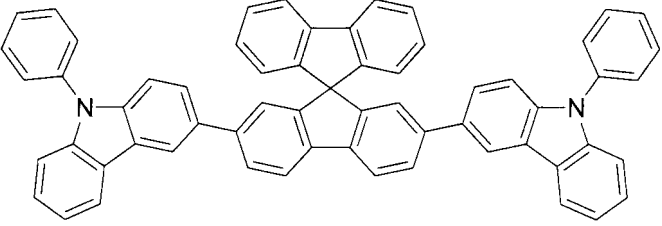
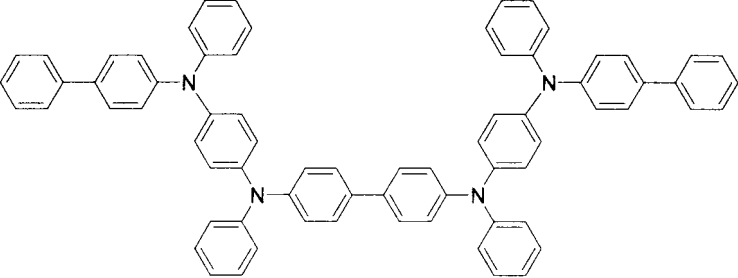
表2

【表 2】

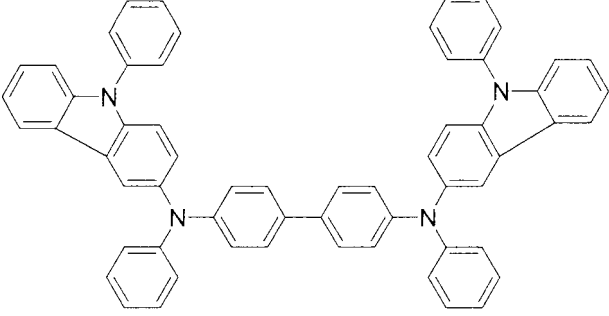
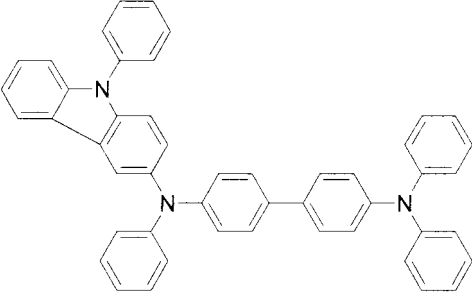
化合物	化学構造	
HIM1		10
HIM2		20
HIM3		30

【 0 0 9 1 】

【表 2】

HIM4		10
HIM5		20
HIM6		30
HIM7		40

【表 2】

HIM8		10
HIM9		20

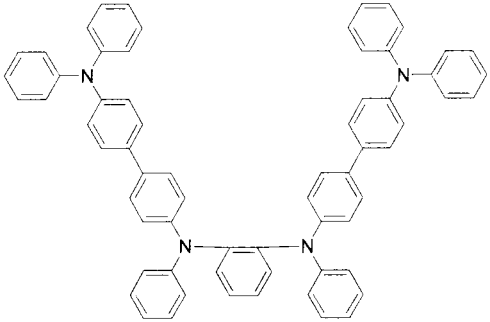
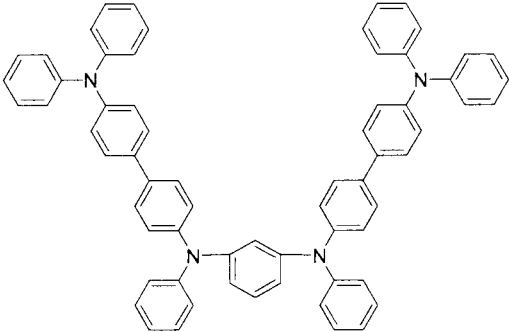
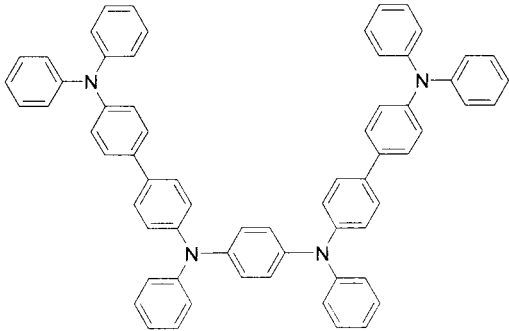
【0093】

また、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料と共に用いることができる正孔輸送材料としては、下記表3に示す化合物も挙げられる。

【0094】

表3

【表 3】

化合物	化学構造
HTM1	
HTM2	
HTM3	

10

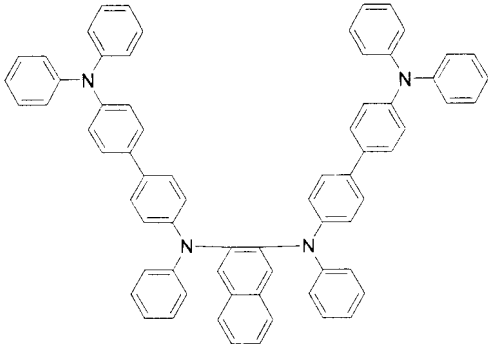
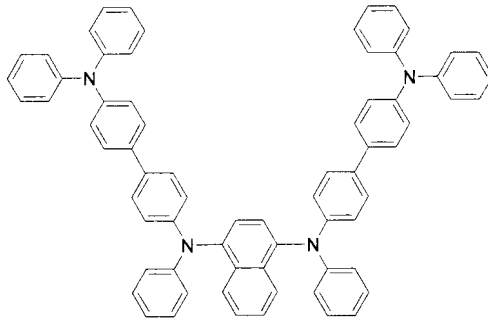
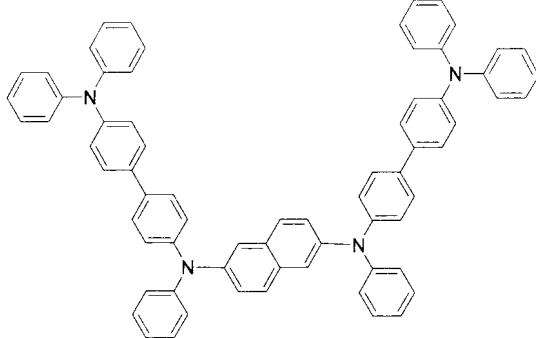
20

30

【 0 0 9 5 】

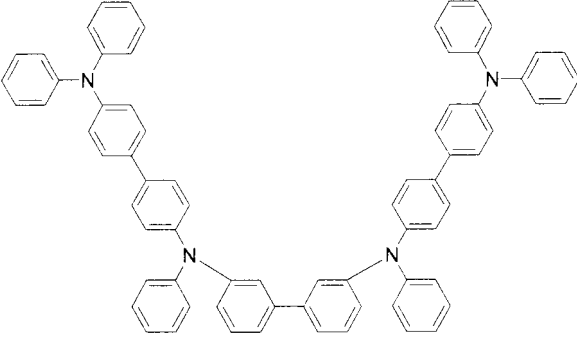
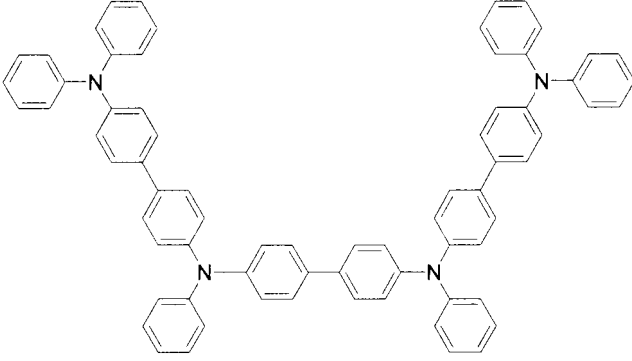
40

【表 3】

HTM4		10
HTM5		20
HTM6		30

【 0 0 9 6 】

【表 3】

HTM7		10
HTM8		20

【0097】

30

上に説明した正孔注入層を形成するには、上述の化合物を、例えば真空蒸着法、スピンコート法、キャスト法、LB法等の公知の方法により薄膜化する。正孔注入層の膜厚は、特に制限はないが、通常は5nm～5μmである。

【0098】

一方、電子注入層には、発光層に対して優れた電子注入効果を示し、かつ陰極界面との密着性と薄膜形成性に優れた電子注入層を形成できる電子注入材料が用いられる。そのような電子注入材料の例としては、金属錯体化合物、含窒素五員環誘導体、フルオレノン誘導体、アントラキノジメタン誘導体、ジフェノキノン誘導体、チオピランジオキソド誘導体、ペリレンテトラカルボン酸誘導体、フレオレニリデンメタン誘導体、アントロン誘導体、シロール誘導体、トリアリールホスフィンオキソド誘導体、カルシウムアセチルアセトナート、酢酸ナトリウムなどが挙げられる。また、セシウム等の金属をバソフェナントロリンにドーブした無機/有機複合材料（高分子学会予稿集，第50巻，4号，660頁，2001年発行）や、第50回応用物理学関連連合講演会講演予稿集，No. 3，1402頁，2003年発行記載のBCP、TPP、T5MPyTZ等も電子注入材料の例として挙げられるが、素子作成に必要な薄膜を形成し、陰極からの電子を注入できて、電子を輸送できる材料であれば、特にこれらに限定されるものではない。

40

【0099】

上記電子注入材料の中で好ましいものとしては、金属錯体化合物、含窒素五員環誘導体、シロール誘導体、トリアリールホスフィンオキソド誘導体が挙げられる。本発明に使用可能な好ましい金属錯体化合物としては、8-ヒドロキシキノリンまたはその誘導体の金

50

属錯体が好適である。8 - ヒドロキシキノリンまたはその誘導体の金属錯体の具体例としては、トリス(8 - ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(2 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(4 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(5 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(5 - フェニル - 8 - ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)(1 - ナフトラート)アルミニウム、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)(2 - ナフトラート)アルミニウム、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)アルミニウム、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)(4 - シアノ - 1 - ナフトラート)アルミニウム、ビス(4 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(1 - ナフトラート)アルミニウム、ビス(5 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(2 - ナフトラート)アルミニウム、ビス(5 - フェニル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)アルミニウム、ビス(5 - シアノ - 8 - ヒドロキシキノリナート)(4 - シアノ - 1 - ナフトラート)アルミニウム、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)クロロアルミニウム、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)(o - クレゾラート)アルミニウム等のアルミニウム錯体化合物、トリス(8 - ヒドロキシキノリナート)ガリウム、トリス(2 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)ガリウム、トリス(4 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)ガリウム、トリス(5 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)ガリウム、トリス(2 - メチル - 5 - フェニル - 8 - ヒドロキシキノリナート)ガリウム、ビス(2 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(1 - ナフトラート)ガリウム、ビス(2 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(2 - ナフトラート)ガリウム、ビス(2 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)ガリウム、ビス(2 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(4 - シアノ - 1 - ナフトラート)ガリウム、ビス(2, 4 - ジメチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(1 - ナフトラート)ガリウム、ビス(2, 5 - ジメチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(2 - ナフトラート)ガリウム、ビス(2 - メチル - 5 - フェニル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)ガリウム、ビス(2 - メチル - 5 - シアノ - 8 - ヒドロキシキノリナート)(4 - シアノ - 1 - ナフトラート)ガリウム、ビス(2 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)クロロガリウム、ビス(2 - メチル - 8 - ヒドロキシキノリナート)(o - クレゾラート)ガリウム等のガリウム錯体化合物の他、8 - ヒドロキシキノリナートリチウム、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)銅、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)マンガン、ビス(10 - ヒドロキシベンゾ[h]キノリナート)ベリリウム、ビス(8 - ヒドロキシキノリナート)亜鉛、ビス(10 - ヒドロキシベンゾ[h]キノリナート)亜鉛等の金属錯体化合物が挙げられる。

【0100】

また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、好ましい含窒素五員環誘導体としては、オキサゾール誘導体、チアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体があげられ、具体的には、2, 5 - ビス(1 - フェニル) - 1, 3, 4 - オキサゾール、2, 5 - ビス(1 - フェニル) - 1, 3, 4 - チアゾール、2, 5 - ビス(1 - フェニル) - 1, 3, 4 - オキサジアゾール、2 - (4' - tert - ブチルフェニル) - 5 - (4" - ビフェニル) 1, 3, 4 - オキサジアゾール、2, 5 - ビス(1 - ナフチル) - 1, 3, 4 - オキサジアゾール、1, 4 - ビス[2 - (5 - フェニルオキサジアゾリル)]ベンゼン、1, 4 - ビス[2 - (5 - フェニルオキサジアゾリル) - 4 - tert - ブチルベンゼン]、2 - (4' - tert - ブチルフェニル) - 5 - (4" - ビフェニル) - 1, 3, 4 - チアジアゾール、2, 5 - ビス(1 - ナフチル) - 1, 3, 4 - チアジアゾール、1, 4 - ビス[2 - (5 - フェニルチアジアゾリル)]ベンゼン、2 - (4' - tert - ブチルフェニル) - 5 - (4" - ビフェニル) - 1, 3, 4 - トリアゾール、2, 5 - ビス(1 - ナフチル) - 1, 3, 4 - トリアゾール、1, 4 - ビス[2 - (5 - フェニルトリアゾリル)]ベンゼン等が挙げられる。

【0101】

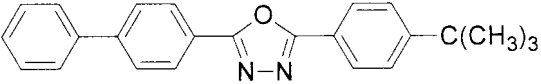
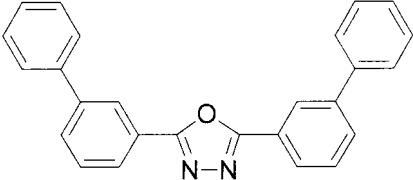
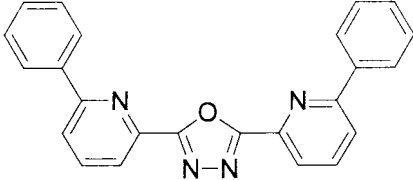
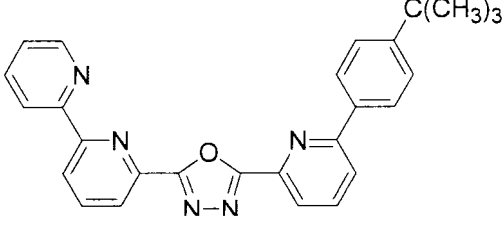
また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、特に好ましいオキサジアゾール誘導体の

具体例を表 4 に示す。

【 0 1 0 2 】

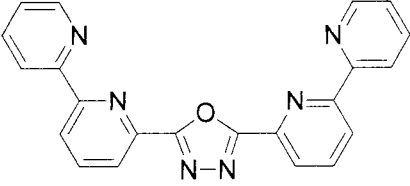
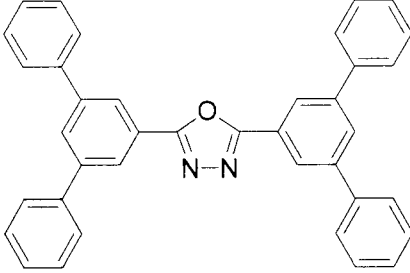
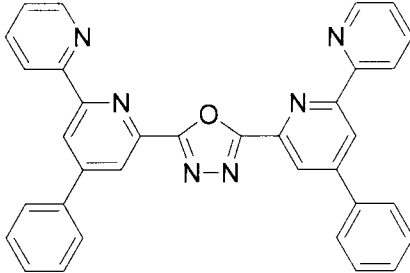
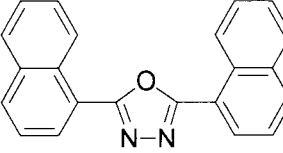
表 4

【 表 4 】

化合物	化学構造	10
EIMO1		10
EIMO2		20
EIMO3		30
EIMO4		40

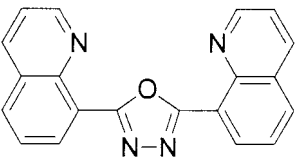
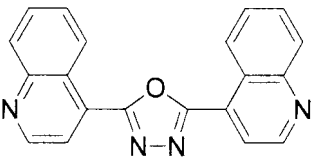
【 0 1 0 3 】

【表 4】

EIMO5		10
EIMO6		20
EIMO7		30
EIMO8		40

【 0 1 0 4 】

【表 4】

EIMO9	
EIMO10	

10

20

【0105】

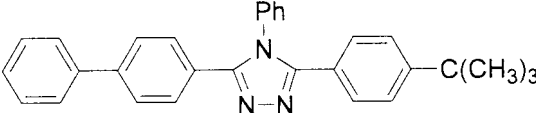
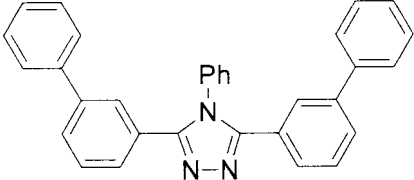
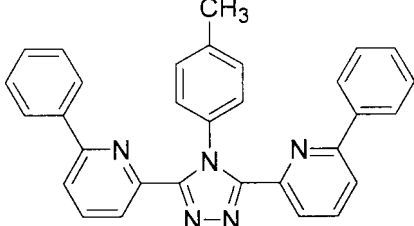
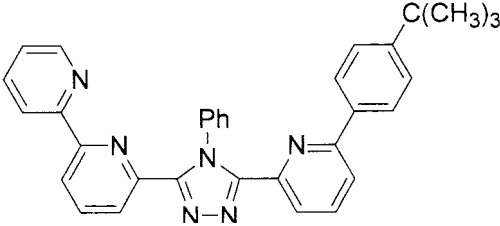
また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、特に好ましいトリアゾール誘導体の具体例を表5に示す。表5中、Phは、フェニル基を表わす。

【0106】

表5

30

【表 5】

化合物	化学構造
EIMT1	
EIMT2	
EIMT3	
EIMT4	

10

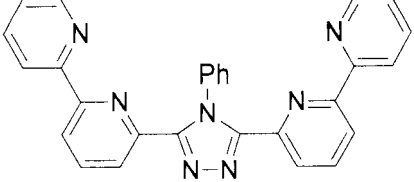
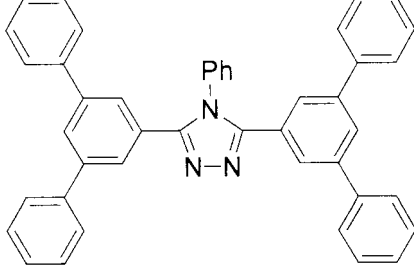
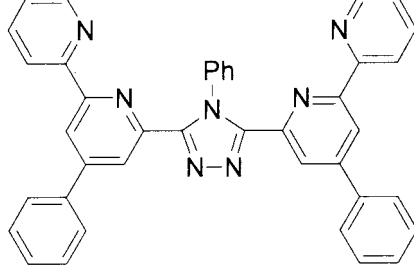
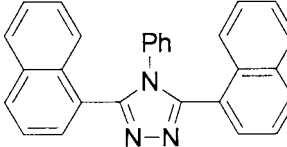
20

30

40

【 0 1 0 7 】

【表 5】

EIMT5	
EIMT6	
EIMT7	
EIMT8	

10

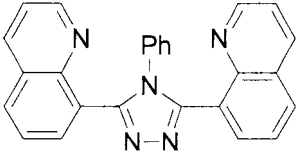
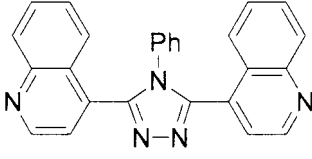
20

30

40

【 0 1 0 8 】

【表 5】

EIMT9	
EIMT10	

10

20

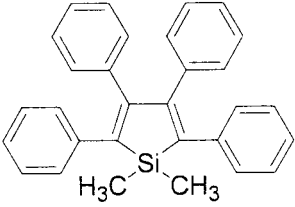
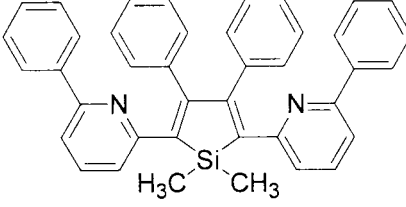
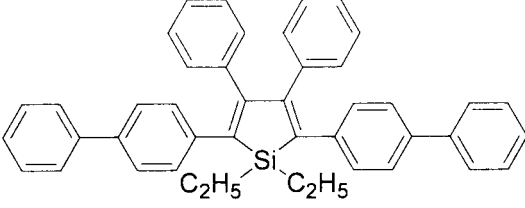
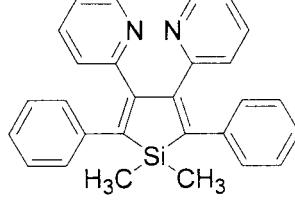
【0109】

また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、特に好ましいシロール誘導体としての具体例を、表6に示す。

【0110】

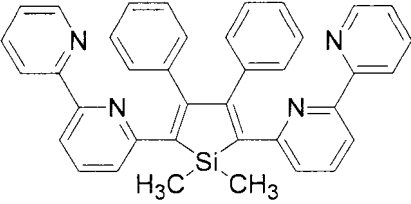
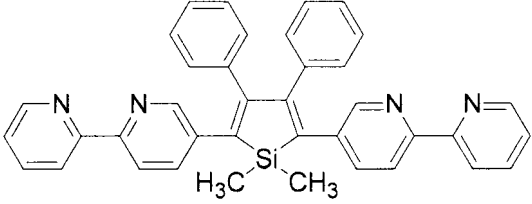
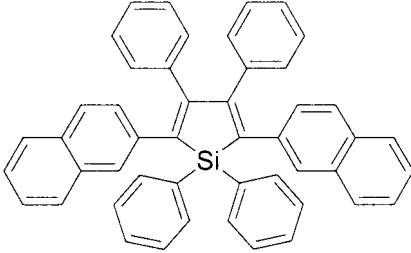
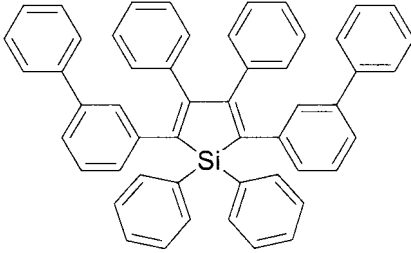
表6

【表 6】

化合物	化学構造	
EIMS1		10
EIMS2		20
EIMS3		30
EIMS4		40

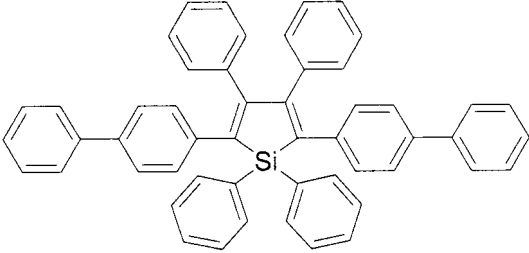
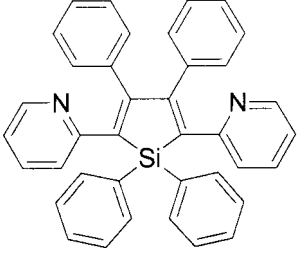
【 0 1 1 1 】

【表 6】

EIMS5		10
EIMS6		20
EIMS7		30
EIMS8		40

【 0 1 1 2 】

【表 6】

EIMS9	
EIMS10	

10

20

【0113】

さらに、正孔阻止層には、発光層を經由した正孔が電子注入層に達するのを防ぎ、薄膜形成性に優れた層を形成できる正孔阻止材料が用いられる。そのような正孔阻止材料の例としては、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウム等のアルミニウム錯体化合物や、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(4-フェニルフェノラート)ガリウム等のガリウム錯体化合物、2,9-ジメチル-4,7-ジフェニル-1,10-フェナントロリン(BCP)等の含窒素縮合芳香族化合物が挙げられる。

30

【0114】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の発光層としては、以下の機能を併せ持つものが好適である。

注入機能；電界印加時に陽極または正孔注入層より正孔を注入することができ、陰極または電子注入層より電子を注入することができる機能

輸送機能；注入した電荷(電子と正孔)を電界の力で移動させる機能

発光機能；電子と正孔の再結合の場を提供し、これを発光につなげる機能

ただし、正孔の注入されやすさと電子の注入されやすさには、違いがあってもよく、また正孔と電子の移動度で表される輸送能に大小があってもよい。

40

【0115】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、発光層として好適に用いることができる。本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を発光層中のホスト材料又はドーパント材料として使用し、他の化合物と組み合わせて発光層を形成することができるが、特に青色発光素子を作成する際のドーパント材料として好適に用いることができる。

【0116】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を用いて、青色から緑色の発光を得るために、ベンゾチアゾール系、ベンゾイミダゾール系、ベンゾオキサゾール系等の蛍光増白剤、金属キレート化オキシノイド化合物、スチリルベンゼン系化合物を用いることが

50

できる。これら化合物の具体例としては、例えば特開昭59-194393号公報に開示されている化合物をあげることができる。さらに他の有用な化合物は、ケミストリー・オブ・シンセティック・ダイズ(1971)628~637頁および640頁に列挙されている。

【0117】

前記金属キレート化オキシノイド化合物としては、例えば、特開昭63-295695号公報に開示されている化合物を用いることができる。その代表例としては、トリス(8-キノリノール)アルミニウム等の8-ヒドロキシキノリン系金属錯体や、ジリチウムエピントリジオン等が好適な化合物としてあげることができる。

【0118】

また、前記スチリルベンゼン系化合物としては、例えば、欧州特許第0319881号明細書や欧州特許第0373582号明細書に開示されているものを用いることができる。そして、特開平2-252793号公報に開示されているジスチリルピラジン誘導体も、発光層の材料として用いることができる。このほか、欧州特許第0387715号明細書に開示されているポリフェニル系化合物も発光層の材料として用いることができる。

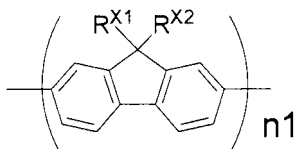
【0119】

さらに、上述した蛍光増白剤、金属キレート化オキシノイド化合物およびスチリルベンゼン系化合物等以外に、例えば12-フタロペリノン(J. Appl. Phys., 第27巻, L713(1988年))、1,4-ジフェニル-1,3-ブタジエン、1,1,4,4-テトラフェニル-1,3-ブタジエン(以上Appl. Phys. Lett., 第56巻, L799(1990年))、ナフタルイミド誘導体(特開平2-305886号公報)、ペリレン誘導体(特開平2-189890号公報)、オキサジアゾール誘導体(特開平2-216791号公報、または第38回応用物理学関係連合講演会で浜田らによって開示されたオキサジアゾール誘導体)、アルダジン誘導体(特開平2-220393号公報)、ピラジリン誘導体(特開平2-220394号公報)、シクロペンタジエン誘導体(特開平2-289675号公報)、ピロロピロール誘導体(特開平2-296891号公報)、スチリルアミン誘導体(Appl. Phys. Lett., 第56巻, L799(1990年))、クマリン系化合物(特開平2-191694号公報)、国際特許公報WO90/13148やAppl. Phys. Lett., vol 58, 18, P1982(1991)に記載されているような高分子化合物、9,9',10,10'-テトラフェニル-2,2'-ピアントラセン、PPV(ポリパラフェニレンビニレン)誘導体、ポリフルオレン誘導体やそれら共重合体等、例えば、下記一般式[2]~一般式[4]の構造をもつものが挙げられる。

【0120】

一般式[2]

【化3】



【0121】

(式中、 R^{X1} および R^{X2} は、それぞれ独立に、1価の脂肪族炭化水素基を、 $n1$ は、3~100の整数を表す。)

【0122】

一般式[3]

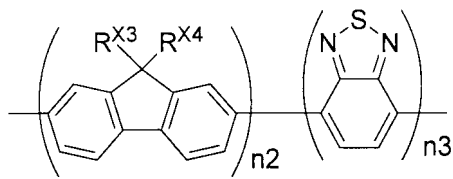
10

20

30

40

【化4】



【0123】

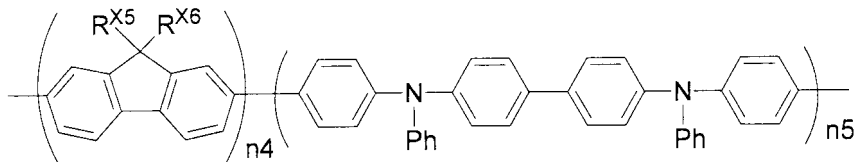
(式中、 R^{X3} および R^{X4} は、それぞれ独立に、1価の脂肪族炭化水素基を、 $n2$ および $n3$ は、それぞれ独立に、3～100の整数を表す。)

10

【0124】

一般式[4]

【化5】



20

【0125】

(式中、 R^{X5} および R^{X6} は、それぞれ独立に、1価の脂肪族炭化水素基を、 $n4$ および $n5$ は、それぞれ独立に、3～100の整数を表す。Phはフェニル基を表す。)

【0126】

また、特開平5-258862号公報等に記載されている一般式 $(R_s - Q)_2 - Al - O - L3$ (式中、L3はフェニル部分を含んでなる炭素原子6～24個の炭化水素であり、O-L3はフェノレート配位子であり、Qは置換8-キノリノレート配位子を示し、 R_s はアルミニウム原子に置換8-キノリノレート配位子が2個を上回り結合するのを立体的に妨害するように選ばれた8-キノリノレート環置換基を示す)で表される化合物も挙げられる。具体的には、ビス(2-メチル-8-キノリノレート)(パラ-フェニルフェノレート)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノレート)(1-ナフトレート)アルミニウム(III)等が挙げられる。

30

【0127】

白色の発光を得る場合の発光層としては特に制限はないが、下記のものを用いることができる。

有機エレクトロルミネッセンス積層構造体の各層のエネルギー準位を規定し、トンネル注入を利用して発光させるもの(欧州特許第0390551号公報)。

同じくトンネル注入を利用する素子で実施例として白色発光素子が記載されているもの(特開平3-230584号公報)。

40

二層構造の発光層が記載されているもの(特開平2-220390号公報および特開平2-216790号公報)。

発光層を複数に分割してそれぞれ発光波長の異なる材料で構成されたもの(特開平4-51491号公報)。

青色発光体(蛍光ピーク380～480nm)と緑色発光体(480～580nm)とを積層させ、さらに赤色発光体を含有させた構成のもの(特開平6-207170号公報)。

青色発光層が青色蛍光色素を含有し、緑色発光層が赤色蛍光色素を含有した領域を有し、さらに緑色発光体を含有する構成のもの(特開平7-142169号公報)。

これらの中では、上記の構成のものが特に好ましい。

50

【 0 1 2 8 】

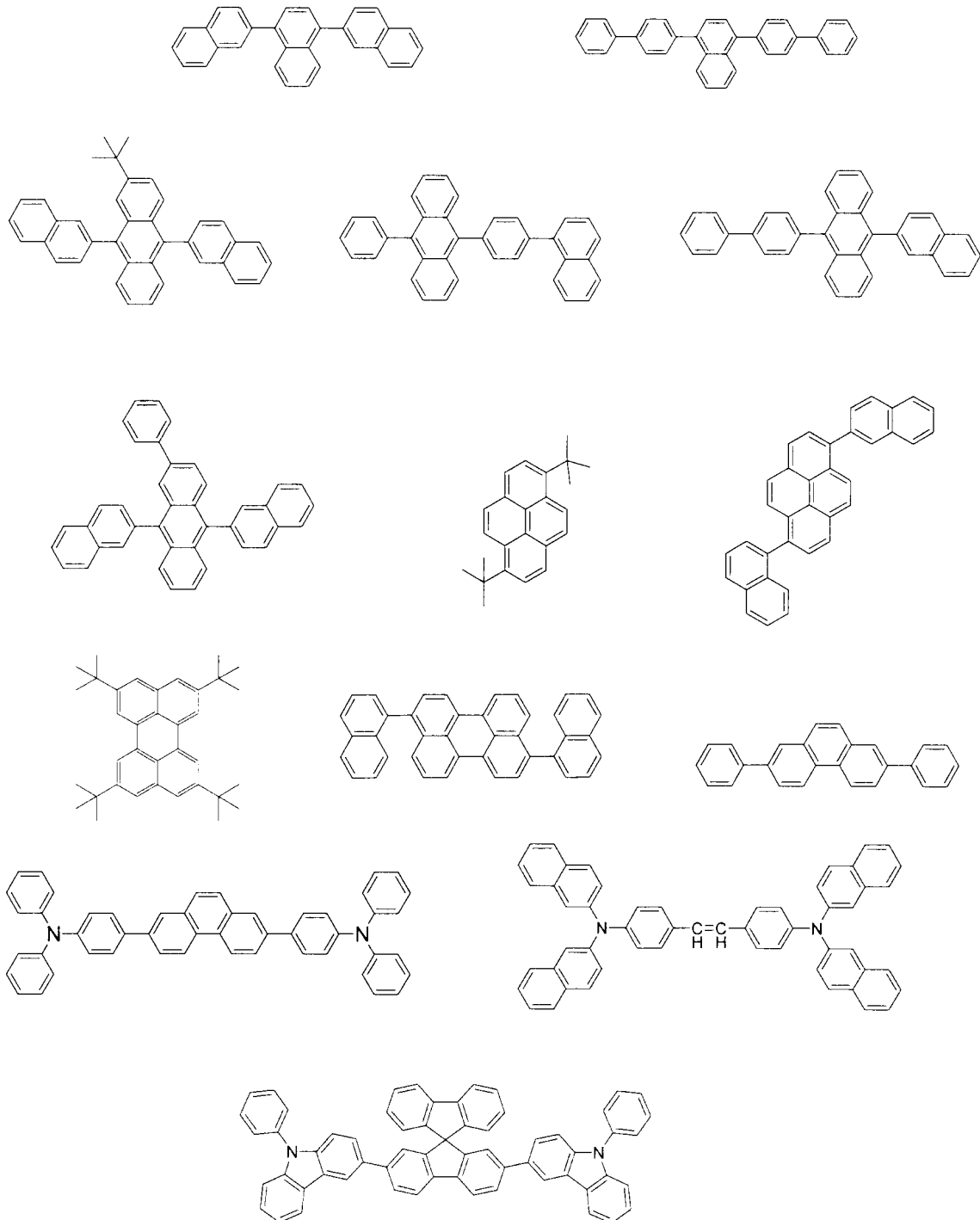
また、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子では、本発明の化合物を用いて発光層を形成しても良く、このとき発光層は、本発明の化合物 1 つを用いた単独発光層、または、本発明の化合物 2 つ以上を用いた混合発光層とすることができる。

【 0 1 2 9 】

また、本発明の化合物と縮合多環芳香族化合物との混合層を発光層とすることができる。この場合、本発明の化合物はドーパント材料、ホスト材料の両者として用いることができる。また混合層を形成する際、複数種の本発明の化合物または、複数種の縮合多環芳香族化合物を使用してもよい。ここでいう縮合多環芳香族化合物とは、ナフタレン誘導体、アントラセン誘導体、フェナントレン誘導体、ピレン誘導体、ペリレン誘導体、フルオレン誘導体、カルバゾール誘導体、縮合芳香族複素環誘導体などが挙げられる。例えば、下記に示す公知の化合物が好適に用いられるが、本発明は、なんらこの代表例に限定されるものではない。

【 0 1 3 0 】

【化 6】



10

20

30

40

【 0 1 3 1】

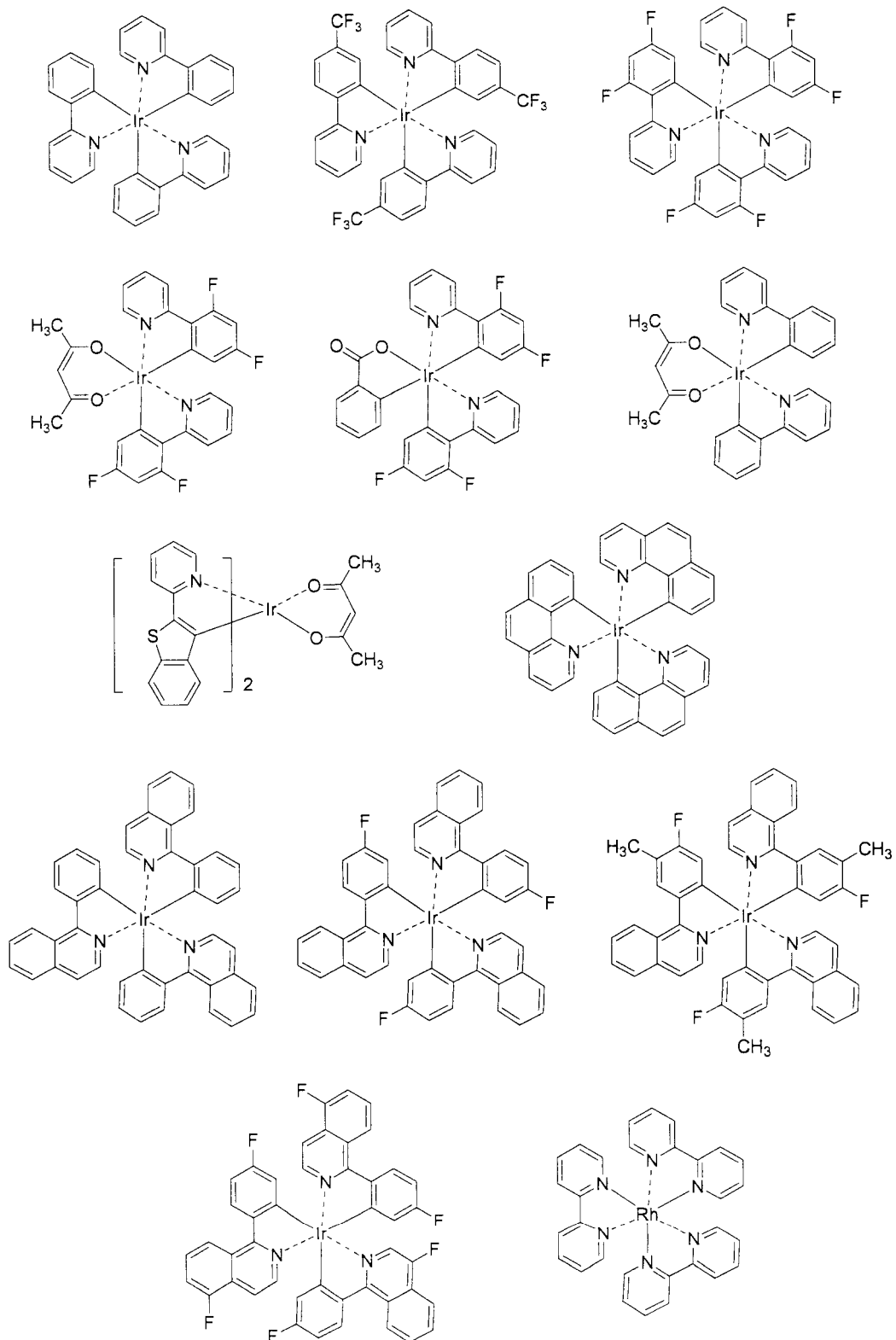
また、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子では、本発明の化合物とリン光発光材料との混合層を発光層とすることができる。この場合、本発明の化合物は発光層中のホスト材料として用いることができる。また混合層を形成する際、複数種のリン光発光材料を使用してもよい。ここでいうリン光発光材料とは、励起三重項状態から基底状態へ遷移する際に発光する化合物を意味する。本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子に使用できるリン光発光材料は、例えば有機金属錯体があげられ、ここで金属原子は通常、遷移金属であり、好ましくは周期では第5周期または第6周期、族では6族から11族、さらに好ましくは8族から10族の元素が対象となる。具体的にはイリジウムや白金などである。また、配位子としては2-フェニルピリジンや2-(2'-ベンゾチエニル)ピリジ

50

ンなどがあり、これらの配位上の炭素原子が金属と直接結合しているのが特徴である。別の例としてはポルフィリンまたはテトラアザポルフィリン環錯体などがあり、中心金属としては白金などが挙げられる。例えば、下記に示す公知の化合物がリン光発光材料として好適に用いられるが、本発明は、なんらこの代表例に限定されるものではない。(図中、Phはフェニル基を表す)。

【 0 1 3 2 】

【 化 7 】



【 0 1 3 3 】

10

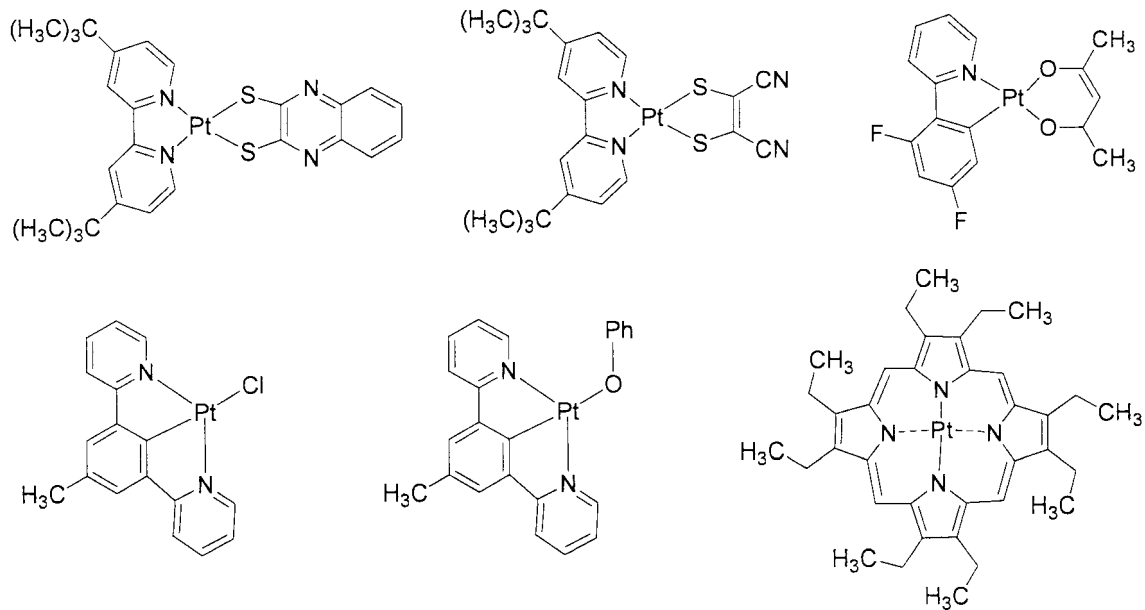
20

30

40

50

【化 8】



10

20

【 0 1 3 4 】

さらに、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の陽極に使用される材料は、仕事関数の大きい（4 eV以上）金属、合金、電気伝導性化合物またはこれらの混合物を電極物質とするものが好ましく用いられる。このような電極物質の具体例としては、Au等の金属、CuI、ITO、SnO₂、ZnO等の導電性材料が挙げられる。この陽極を形成するには、これらの電極物質を、蒸着法やスパッタリング法等の方法で薄膜を形成させることができる。この陽極は、上記発光層からの発光を陽極から取り出す場合、陽極の発光に対する透過率が10%より大きくなるような特性を有していることが望ましい。また、陽極のシート抵抗は、数百 / 以下としてあるものが好ましい。さらに、陽極の膜厚は、材料にもよるが通常10 nm ~ 1 μm、好ましくは10 ~ 200 nmの範囲で選択される。

30

【 0 1 3 5 】

また、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の陰極に使用される材料は、仕事関数の小さい（4 eV以下）金属、合金、電気伝導性化合物およびこれらの混合物を電極物質とするものが用いられる。このような電極物質の具体例としては、ナトリウム、ナトリウム・カリウム合金、マグネシウム、リチウム、マグネシウム・銀合金、アルミニウム/酸化アルミニウム、アルミニウム・リチウム合金、インジウム、希土類金属などが挙げられる。この陰極はこれらの電極物質を蒸着やスパッタリング等の方法により薄膜を形成させることにより、作製することができる。ここで、発光層からの発光を陰極から取り出す場合、陰極の発光に対する透過率は10%より大きくすることが好ましい。また、陰極としてのシート抵抗は数百 / 以下が好ましく、さらに、膜厚は通常10 nm ~ 1 μm、好ましくは50 ~ 200 nmである。

40

【 0 1 3 6 】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子を作製する方法については、上記の材料および方法により陽極、発光層、必要に応じて正孔注入層、および必要に応じて電子注入層を形成し、最後に陰極を形成すればよい。また、陰極から陽極へ、前記と逆の順序で有機エレクトロルミネッセンス素子を作製することもできる。

【 0 1 3 7 】

この有機エレクトロルミネッセンス素子は、透光性の基板上に作製する。この透光性基板は有機エレクトロルミネッセンス素子を支持する基板であり、その透光性については、

50

400～700nmの可視領域の光の透過率が50%以上、好ましくは90%以上であるものが望ましく、さらに平滑な基板を用いるのが好ましい。

【0138】

これら基板は、機械的、熱的強度を有し、透明であれば特に限定されるものではないが、例えば、ガラス板、合成樹脂板などが好適に用いられる。ガラス板としては、特にソーダ石灰ガラス、バリウム・ストロンチウム含有ガラス、鉛ガラス、アルミノケイ酸ガラス、ホウケイ酸ガラス、バリウムホウケイ酸ガラス、石英などで成形された板が挙げられる。また、合成樹脂板としては、ポリカーボネート樹脂、アクリル樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリエーテルサルファイド樹脂、ポリサルフォン樹脂などの板が挙げられる。

10

【0139】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の各層の形成方法としては、真空蒸着、電子線ビーム照射、スパッタリング、プラズマ、イオンプレーティング等の乾式成膜法、もしくはスピニング、ディッピング、フローコーティング等の湿式成膜法のいずれかの方法を適用することができる。また、特表2002-534782や、S. T. Lee, et al., Proceedings of SID'02, p. 784 (2002)に記載されているLITI (Laser Induced Thermal Imaging、レーザー熱転写)法や、印刷(オフセット印刷、フレキソ印刷、グラビア印刷、スクリーン印刷)、インクジェット等の方法を適用することもできる。

【0140】

有機層は、特に分子堆積膜であることが好ましい。ここで分子堆積膜とは、気相状態の材料化合物から沈着され形成された薄膜や、溶液状態または液相状態の材料化合物から固体化され形成された膜のことであり、通常この分子堆積膜は、LB法により形成された薄膜(分子累積膜)とは凝集構造、高次構造の相違や、それに起因する機能的な相違により区分することができる。また特開昭57-51781号公報に開示されているように、樹脂等の結着剤と材料化合物とを溶剤に溶かして溶液とした後、これをスピニング法等により薄膜化することによっても、有機層を形成することができる。各層の膜厚は特に限定されるものではないが、膜厚が厚すぎると一定の光出力を得るために大きな印加電圧が必要となり効率が悪くなり、逆に膜厚が薄すぎるとピンホール等が発生し、電界を印加しても十分な発光輝度が得にくくなる。したがって、各層の膜厚は、1nmから1μmの範囲が適しているが、10nmから0.2μmの範囲がより好ましい。

20

30

【0141】

また、有機エレクトロルミネッセンス素子の温度、湿度、雰囲気等に対する安定性向上のために、素子の表面に保護層を設けたり、樹脂等により素子全体を被覆や封止を施したりしても良い。特に素子全体を被覆や封止する際には、光によって硬化する光硬化性樹脂が好適に使用される。

【0142】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子に印加する電流は通常、直流であるが、パルス電流や交流を用いてもよい。電流値、電圧値は、素子破壊しない範囲内であれば特に制限はないが、素子の消費電力や寿命を考慮すると、なるべく小さい電気エネルギーで効率良く発光させることが望ましい。

40

【0143】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の駆動方法は、パッシブマトリクス法のみならず、アクティブマトリクス法での駆動も可能である。また、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子から光を取り出す方法としては、陽極側から光を取り出すボトム・エミッションという方法のみならず、陰極側から光を取り出すトップ・エミッションという方法にも適用可能である。これらの方法や技術は、城戸淳二著、「有機エレクトロルミネッセンスのすべて」、日本実業出版社(2003年発行)に記載されている。

【0144】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子のフルカラー化方式の主な方式としては、

50

3色塗り分け方式、色変換方式、カラーフィルター方式が挙げられる。3色塗り分け方式では、シャドウマスクを使った蒸着法や、インクジェット法や印刷法が挙げられる。また、特表2002-534782や、S. T. Lee, et al., Proceedings of SID'02, p. 784 (2002)に記載されているレーザー熱転写法(Laser Induced Thermal Imaging、LITI法ともいわれる)も用いることができる。色変換方式では、青色発光の発光層を使って、蛍光色素を分散した色変換(CCM)層を通して、青色より長波長の緑色と赤色に変換する方法である。カラーフィルター方式では、白色発光の有機エレクトロルミネッセンス素子を使って、液晶用カラーフィルターを通して3原色の光を取り出す方法であるが、これら3原色に加えて、一部白色光をそのまま取り出して発光に利用することで、素子全体の発光効率をあげることもできる。

10

【0145】

さらに、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子は、マイクロキャビティ構造を採用しても構わない。これは、有機エレクトロルミネッセンス素子は、発光層が陽極と陰極との間に挟持された構造であり、発光した光は陽極と陰極との間で多重干渉を生じるが、陽極及び陰極の反射率、透過率などの光学的な特性と、これらに挟持された有機層の膜厚とを適当に選ぶことにより、多重干渉効果を積極的に利用し、素子より取り出される発光波長を制御するという技術である。これにより、発光色度を改善することも可能となる。この多重干渉効果のメカニズムについては、J. Yamada等によるAM-LCD Digest of Technical Papers, OD-2, p. 77~80 (2002)に記載されている。

20

【0146】

以上述べたように、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子は、低い駆動電圧で長時間の発光を得ることが可能である。故に、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子は、壁掛けテレビ等のフラットパネルディスプレイや各種の平面発光体として、さらには、複写機やプリンター等の光源、液晶ディスプレイや計器類等の光源、表示板、標識灯等への応用が考えられる。

【実施例】

【0147】

実施例に先立ち、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料として用いる化合物の合成について説明する。

30

【0148】

合成例1

化合物1の合成方法

300mlフラスコに2,7-ジヨードフェナントレン(4.02g)、1-ナフタレンボロン酸(3.70g)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)(0.8g)、THF(140ml)、2M炭酸カリウム水溶液(100ml)を入れ、窒素雰囲気下6時間64で攪拌した。反応液を冷却後、有機層を分離し、水層をトルエンで抽出(50ml×3回)した。これを先の有機層と合わせ、硫酸マグネシウムで乾燥させた。乾燥剤をろ別後、ろ液に活性炭(3.6g)を加え1時間攪拌した。活性炭をろ別後、ろ液を減圧濃縮し、濃縮液をヘキサン(600ml)に入れ、1時間攪拌した。析出した固体を収集し、カラムクロマトグラフィーで精製を行い、化合物1(2.34g)を得た。EI-MS(サーモエレクトロン社製Polaris Q) m/z=431(分子量:431)。

40

【0149】

合成例2~19

上述の合成例1において、使用するボロン酸誘導体を各化合物に対応したボロン酸誘導体に変更すること、また、出発物質として2,7-ジヨードフェナントレン(出発物質1)、2,7-ジヨード-9-tert-ブチルフェナントレン(出発物質2)、2,7-ジヨード-9-フェニルフェナントレン(出発物質3)、2,7-ジヨード-9,10-ビス

50

(1-ナフチル)フェナントレン(出発物質4)のいずれかを使用することで表1に示す化合物を合成した。

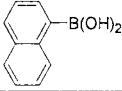
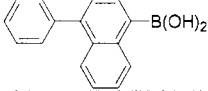
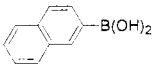
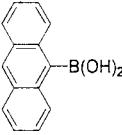
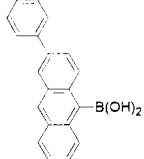
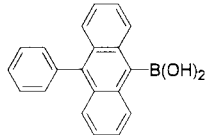
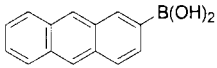
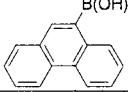
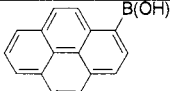
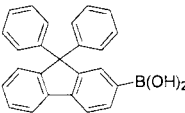
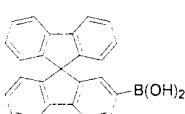
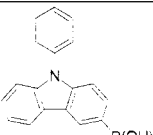
【0150】

以上の合成例1~19により得られた本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料である化合物の構造については、EI-MSスペクトルによって同定した。合成した化合物、使用した出発物質、使用したボロン酸誘導体、化合物のマススペクトルの測定結果を表7に示す。尚、化合物番号は本明細書中の表1に記載したものと同一である。

【0151】

表7

【表 7】

合成例	化合物	出発物質	ボロン酸誘導体	MS 実測値	MS 理論値
1	1	1		431	431
2	7	1		583	583
3	1 1	1		431	431
4	2 0	1		531	531
5	2 2	1		683	683
6	2 5	1		683	683
7	2 8	1		531	531
8	3 0	1		531	531
9	3 6	1		581	581
1 0	4 4	1		811	811
1 1	4 5	1		807	807
1 2	4 6	1		661	661

10

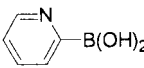
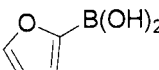
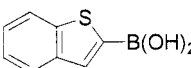
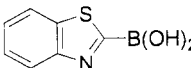
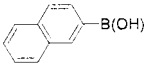
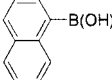
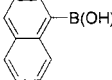
20

30

40

【 0 1 5 2 】

【表 7】

13	47	1		332	332
14	52	1		310	310
15	54	1		443	443
16	56	1		445	445
17	64	2		487	487
18	81	3		507	507
19	255	4		683	683

10

20

【0153】

合成例 20

化合物 117 の合成方法

300 mL フラスコに 2,7-ジヨードフェナントレン (5.00 g)、4-ピフェニルボロン酸 (2.31 g)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) (0.87 g)、THF (140 mL)、2 M 炭酸カリウム水溶液 (100 mL) を入れ、窒素雰囲気下 3 日間 30 で攪拌した。反応液を冷却後、有機層を分離し、水層をトルエンで抽出 (50 mL x 3 回) した。これを先の有機層と合わせ、硫酸マグネシウムで乾燥させた。乾燥剤をろ別後、ろ液を減圧濃縮し、得られた固体をカラムクロマトグラフィーで精製し、2-ピフェニル-7-ヨードフェナントレン (中間体 1) (2.21 g) を得た。EI-MS m/z = 454 456 458 (分子量: 456)。

30

【0154】

300 mL フラスコに得られた中間体 1 (2.00 g)、2-ナフタレンボロン酸 (0.87 g)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) (0.5 g)、THF (80 mL)、2 M 炭酸カリウム水溶液 (70 mL) を入れ、窒素雰囲気下 5 時間 64 で攪拌した。反応液を冷却後、有機層を分離し、水層をトルエンで抽出 (50 mL x 3 回) した。これを先の有機層と合わせ、硫酸マグネシウムで乾燥させた。乾燥剤をろ別後、ろ液を減圧濃縮し、得られた固体をカラムクロマトグラフィーで精製し、化合物 117 (1.50 g) を得た。EI-MS m/z = 457 (分子量: 457)。

40

【0155】

合成例 21 ~ 43

上述の合成例 20 において、使用するボロン酸を各化合物に対応したボロン酸誘導体に変更すること、また、出発物質として 2,7-ジヨードフェナントレン (出発物質 1)、2,7-ジヨード-9-tert-ブチルフェナントレン (出発物質 2)、2,7-ジヨード-9-フェニルフェナントレン (出発物質 3) のいずれかを使用することで表 1 に示す化合物を合成した。

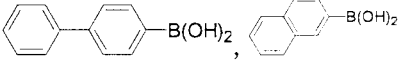
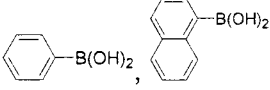
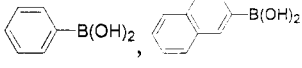
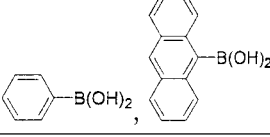
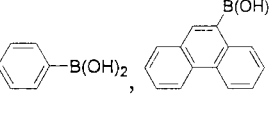
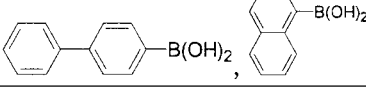
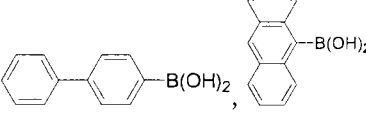
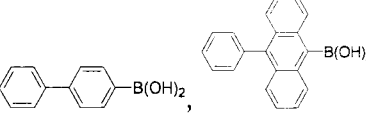
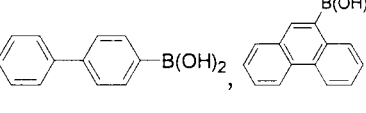
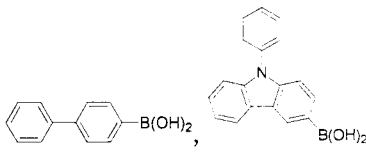
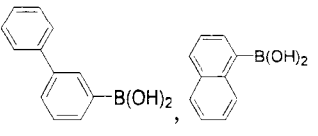
以上の合成例 20 ~ 43 により得られた本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料である化合物の構造については、EI-MS スペクトルによって同定した。合成した化合物、使用した出発物質、使用したボロン酸誘導体、化合物のマススペクトルの測定結果を表 8 に示す。尚、化合物番号は本明細書中の表 1 に記載したものと同一である。

50

【 0 1 5 6 】

表 8

【 表 8 】

合成例	化合物	出発物質	ボロン酸誘導体	MS 実測値	MS 理論値
20	117	1		457	457
21	99	1		380	380
22	100	1		380	380
23	102	1		431	431
24	105	1		431	431
25	116	1		457	457
26	119	1		507	507
27	120	1		583	583
28	121	1		507	507
29	127	1		572	572
30	132	1		457	457

10

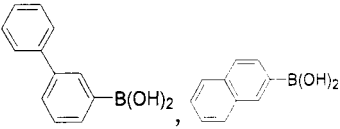
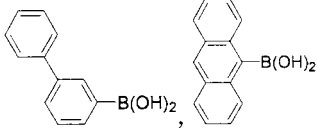
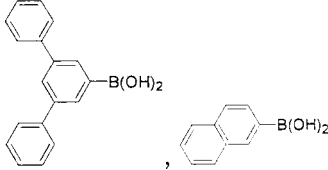
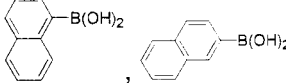
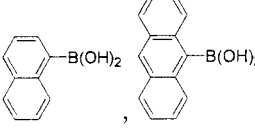
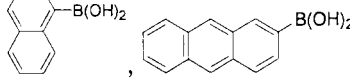
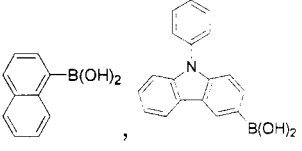
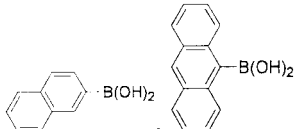
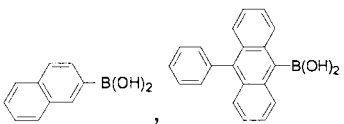
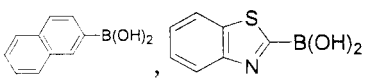
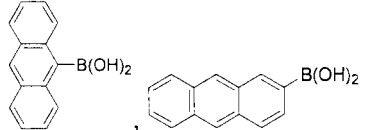
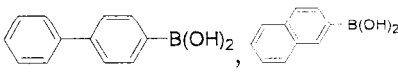
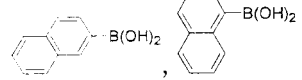
20

30

40

【 0 1 5 7 】

【表 8】

3 1	1 3 3	1		457	457
3 2	1 3 5	1		507	507
3 3	1 4 7	1		533	533
3 4	1 5 4	1		431	431
3 5	1 5 6	1		481	481
3 6	1 5 8	1		481	481
3 7	1 6 5	1		546	546
3 8	1 7 0	1		481	481
3 9	1 7 2	1		557	557
4 0	1 8 3	1		438	438
4 1	1 8 5	1		531	531
4 2	2 3 5	3		533	533
4 3	2 4 2	2		487	487

10

20

30

40

合成例 44

化合物 90 の合成方法

200 ml フラスコに 2,7-ジヨード-9-フェニルフェナントレン (5.00 g)、カルバゾール (3.46 g)、トリ-tert-ブトキシナトリウム (2.00 g)、酢酸パラジウム (0.2 g)、ビス (2-(ジフェニルホスフィノ)フェニル) エーテル (以後 DPEphos) (0.46 g)、キシレン (80 ml) を入れ、窒素雰囲気下 4 時間 134 で攪拌した。反応液を冷却後、活性炭 (2.00 g) を加え、1 時間攪拌し、吸引ろ過でろ液を得た。濃縮後、カラムクロマトグラフィーで精製し、化合物 90 (4.52 g) を得た。EI-MS $m/z = 585$ (分子量: 585)。

【0159】

合成例 45

化合物 128 の合成方法

300 ml フラスコに 2,7-ジヨードフェナントレン (5.00 g)、4-ビフェニルボロン酸 (2.31 g)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) (0.87 g)、THF (140 ml)、2 M 炭酸カリウム水溶液 (100 ml) を入れ、窒素雰囲気下 3 日間 30 で攪拌した。反応液を冷却後、有機層を分離し、水層をトルエンで抽出 (50 ml x 3 回) した。これを先の有機層と合わせ、硫酸マグネシウムで乾燥させた。乾燥剤をろ別後、ろ液を減圧濃縮し、得られた固体をカラムクロマトグラフィーで精製し、2-ビフェニル-7-ヨードフェナントレン (中間体 1) (2.21 g) を得た。EI-MS $m/z = 454$ 456 458 (分子量: 456)。

100 ml フラスコに中間体 1 (3.00 g)、カルバゾール (1.21 g)、トリ-tert-ブトキシナトリウム (0.7 g)、酢酸パラジウム (0.1 g)、DPEphos (0.23 g)、キシレン (50 ml) を入れ、窒素雰囲気下 3 時間 134 で攪拌した。反応液を冷却後、活性炭 (1.00 g) を加え、1 時間攪拌し、吸引ろ過でろ液を得た。濃縮後、カラムクロマトグラフィーで精製し、化合物 128 (2.91 g) を得た。EI-MS $m/z = 496$ (分子量: 496)。

【0160】

合成例 46 ~ 50

上述の合成例 45 において、使用するボロン酸誘導体を各化合物に対応したボロン酸誘導体に変更することで表 1 に示す化合物を合成した。

【0161】

以上の合成例 45 ~ 50 により得られた本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料である化合物の構造については、EI-MS スペクトルによって同定した。合成した化合物、使用した出発物質、使用したボロン酸誘導体、化合物のマスマスペクトルの測定結果を表 9 に示す。尚、化合物番号は本明細書中の表 1 に記載したものと同一である。

【0162】


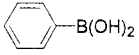
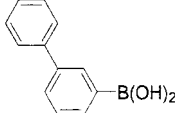
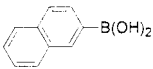
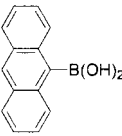
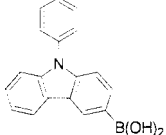
表 9

10

20

30

【表 9】

合成例	化合物	出発物質	ボロン酸誘導体	MS 実測値	MS 理論値
45	128	1		496	496
46	112	1		420	420
47	142	1		496	496
48	180	1		570	570
49	194	1		520	520
50	218	1		585	585

10

20

【0163】

有機EL素子の実施例

以下、本発明の有機EL素子用材料を用いた有機EL素子について下記実施例により説明するが、本発明は下記実施例に限定されるものではない。実施例においては、特に断りのない限り、混合比は全て重量比を示す。蒸着（真空蒸着）は 10^{-6} Torrの真空中にて、基板の加熱や冷却といった温度制御はしない条件下で行った。また、素子の発光特性は、発光素子面積 $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ の有機EL素子を用いて特性を測定した。

30

【0164】

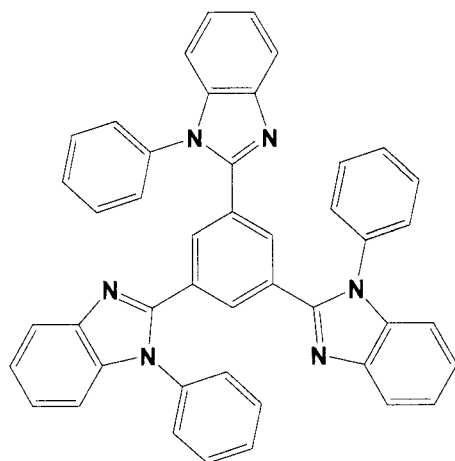
実施例1

洗浄したITO電極付きガラス板上に、NPD（表2記載HIM1）を真空蒸着して膜厚75 nmの正孔注入層を得た。次いで、本発明の化合物1を真空蒸着して膜厚40 nmの発光層を得た。さらに、TPBI（下記化合物A）を真空蒸着して膜厚20 nmの電子注入層を作成し、その上に、まずフッ化リチウムを1 nm、次いでアルミニウム（Al）を150 nm蒸着して電極を形成し、有機EL素子を得た。この素子を発光輝度 $300\text{ (cd/m}^2\text{)}$ で室温にて定電流駆動したときの色度はCIE(x, y) = (0.15, 0.06)の青色発光であり、発光効率は 3.4 cd/A であった。また、電流密度 12.5 mA/cm^2 で駆動させた時の初期輝度、および100 の環境で100時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表10に示す。

40

【0165】

【化 9】



化合物A

10

【0166】

実施例 2 ~ 50

化合物 1 の代わりに、表 10 に示す化合物を用いて発光層を作成した以外は実施例 1 と同様に素子を作成した。この素子を発光輝度 $300 \text{ (cd/m}^2\text{)}$ で室温にて定電流駆動したときの効率を測定した。また、電流密度 12.5 mA/cm^2 で駆動させた時の初期輝度、および 100 の環境で 100 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 10 に示す。

20

【0167】

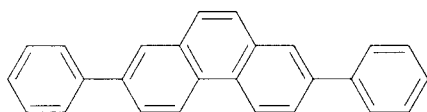
比較例 1

以下に示す化合物 B を用いて発光層を作成した以外は実施例 1 と同様に素子を作成した。この素子を発光輝度 $300 \text{ (cd/m}^2\text{)}$ で室温にて定電流駆動したときの効率を測定した。また、電流密度 12.5 mA/cm^2 で駆動させた時の初期輝度、および 100 の環境で 100 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 10 に示す。

30

【0168】

【化 10】



化合物B

【0169】

表 10

40

【表 10】

実施例	化合物	発光効率 (cd/A)	電流密度 12.5 mA/cm ²	
			初期輝度 (cd/m ²)	100°C、100時間 後の輝度 (cd/m ²)
1	1	3.4	390	370
2	7	3.2	330	320
3	11	2.9	310	300
4	20	3.7	340	300
5	22	2.5	320	290
6	25	2.9	390	270
7	28	3.3	340	310
8	30	2.4	350	330
9	36	3.2	400	380
10	44	3.2	330	300
11	45	3.2	310	300
12	46	3.3	340	320
13	47	3.4	320	300
14	52	3.2	390	360
15	54	2.9	340	310
16	56	3.7	350	310
17	64	2.4	400	370
18	81	2.9	340	320
19	90	3.0	420	400
20	99	3.2	290	270
21	100	3.2	300	270
22	102	3.3	380	350
23	105	3.1	390	360
24	112	2.4	330	310
25	116	3.2	310	270
26	117	3.8	430	420

10

20

30

40

【0170】

【表 10】

27	119	2.9	310	290
28	120	2.4	320	300
29	121	2.5	340	300
30	127	3.7	300	290
31	128	2.4	320	300
32	132	2.9	300	290
33	133	3.0	310	300
34	135	3.1	350	330
35	142	2.9	340	330
36	147	3.3	380	350
37	154	3.4	320	300
38	156	3.6	310	300
39	158	3.0	290	270
40	165	2.9	330	300
41	170	3.1	340	330
42	172	3.5	380	360
43	180	3.5	390	370
44	183	2.7	330	300
45	185	3.5	310	300
46	194	3.2	300	290
47	218	3.1	320	290
48	235	3.3	300	270
49	242	3.3	310	300
50	255	2.9	310	280
比較例 1	B	0.5	130	40

10

20

30

40

50

【0171】

表 10 から明らかなように、本発明の化合物はいずれも、比較例 1 で作成した素子よりも、長寿命で且つ、高い効率が得られた。

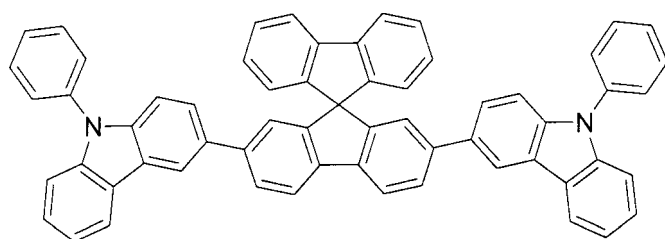
【0172】

実施例 5 1

I T O 電極付きガラス板上に、下記化合物 C を真空蒸着して膜厚 70 nm の正孔注入層を得た。次に、表 1 の化合物 1 と下記化合物 D を 5 : 100 の組成比で共蒸着して膜厚 40 nm の発光層を形成した。さらに T P B I (化合物 A) を蒸着して膜厚 20 nm の電子注入層を形成した。その上に、フッ化リチウムを 1 nm、さらに A l を 100 nm 蒸着によって陰極を形成して有機 E L 素子を得た。この素子を発光輝度 300 (cd/m²) で室温にて定電流駆動したときの色度は C I E (x, y) = (0.15, 0.10) の青色発光であり、発光効率は 6.0 cd/A を示した。また、電流密度 12.5 mA/cm² で駆動させた時の初期輝度、および 100 の環境で 100 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 11 に示す。

【 0 1 7 3 】

【 化 1 1 】

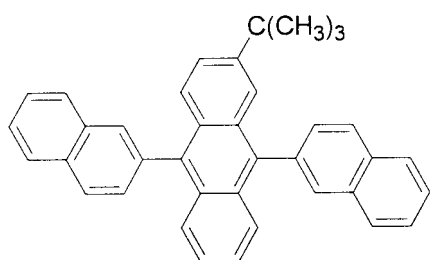


化合物C

10

【 0 1 7 4 】

【 化 1 2 】



化合物D

20

【 0 1 7 5 】

実施例 5 2 ~ 1 0 0

化合物 1 の代わりに表 1 1 中の化合物を用いた以外は、実施例 5 1 と同様に素子を作成した。これらの素子は、発光輝度 3 0 0 (c d / m²) で室温にて定電流駆動したときの発光色は青色を示し、かつ発光効率がいずれも 4 c d / A 以上を示した。また、電流密度 1 2 . 5 m A / c m² で駆動させた時の初期輝度、および 1 0 0 の環境で 1 0 0 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 1 に示す。

30

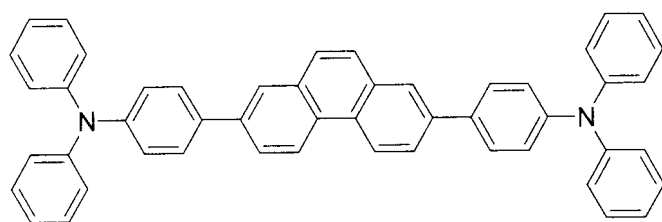
【 0 1 7 6 】

比較例 2 ~ 3

化合物 1 のかわりに、化合物 B、E を用いた以外は実施例 5 1 と同様に素子を作成した。これらの素子を発光輝度 3 0 0 (c d / m²) で室温にて定電流駆動したときの発光効率を測定した。また、電流密度 1 2 . 5 m A / c m² で駆動させた時の初期輝度、および 1 0 0 の環境で 1 0 0 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 1 に示す。

【 0 1 7 7 】

【 化 1 3 】



化合物E

40

【 0 1 7 8 】

表 1 1

【表 1 1】

実施例	化合物	発光効率 (cd/A)	電流密度 12.5 mA/cm ²	
			初期輝度 (cd/m ²)	100℃、100時間後 の輝度 (cd/m ²)
51	1	6.0	700	680
52	7	5.7	620	600
53	11	5.3	670	640
54	20	6.2	700	680
55	22	5.5	640	620
56	25	5.0	630	610
57	28	5.3	600	570
58	30	6.1	600	560
59	36	5.3	610	570
60	44	5.5	630	600
61	45	5.9	540	500
62	46	6.2	690	670
63	47	4.6	740	720
64	52	5.8	530	500
65	54	5.3	510	490
66	56	5.5	700	670
67	64	5.9	640	630
68	81	6.2	630	590
69	90	4.6	590	570
70	99	5.7	600	590
71	100	5.3	610	580
72	102	6.1	480	450
73	105	5.3	710	700
74	112	5.5	680	650
75	116	5.9	610	590
76	117	6.2	640	620

10

20

30

40

【0179】

【表 1 1】

77	119	4.6	600	570
78	120	5.8	610	580
79	121	5.3	630	600
80	127	5.5	540	500
81	128	5.9	690	660
82	132	6.2	740	720
83	133	4.6	550	530
84	135	5.0	570	550
85	142	5.5	590	570
86	147	5.8	650	630
87	154	5.2	620	600
88	156	5.3	600	570
89	158	5.5	590	560
90	165	5.7	560	540
91	170	6.0	600	570
92	172	4.5	610	580
93	180	4.8	630	600
94	183	5.4	540	520
95	185	5.0	690	670
96	194	5.5	740	730
97	218	5.8	630	620
98	235	5.0	700	680
99	242	5.4	650	620
100	255	4.7	520	500
比較例2	B	1.3	310	160
比較例3	E	2.0	410	150

10

20

30

【0180】

表 1 1 から明らかなように、本発明の化合物はいずれも、比較例 2 および 3 で作成した素子よりも、長寿命で且つ、高効率を得られた。

40

【0181】

実施例 101

I T O 電極付きガラス板上に、表 3 記載 H T M 8 を真空蒸着して膜厚 80 n m の正孔注入層を得た。次に、化合物 1 と化合物 D とを 3 : 100 の重量組成比で共蒸着して膜厚 30 n m の発光層を形成した。さらに T P B I (化合物 A) を蒸着して膜厚 30 n m の電子注入層を形成した。その上に、酸化リチウム (L i ₂ O) を 1 n m、さらに A l を 100 n m 蒸着によって陰極を形成して有機 E L 素子を得た。この素子を発光輝度 300 (c d / m²) で室温にて定電流駆動したときの発光効率は 5 . 6 c d / A を示した。また、電流密度 12 . 5 m A / c m² で駆動させた時の初期輝度、および 100 の環境で 100

50

時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 2 に示す。

【 0 1 8 2 】

実施例 1 0 2 ~ 1 5 0

化合物 1 のかわりに表 1 2 中の化合物を用いた以外は、実施例 1 0 1 と同様に素子を作成した。これらの素子を発光輝度 $300 \text{ (cd/m}^2\text{)}$ で室温にて定電流駆動したときの発光効率はいずれも 4 cd/A 以上を示し、また、電流密度 12.5 mA/cm^2 で駆動させた時の初期輝度、および 100 の環境で 100 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 2 に示す。

【 0 1 8 3 】

比較例 4

化合物 1 のかわりに化合物 B を用いた以外は、実施例 1 0 1 と同様に素子を作成した。この素子を発光輝度 $300 \text{ (cd/m}^2\text{)}$ で室温にて定電流駆動したときの発光効率を測定した。また、電流密度 12.5 mA/cm^2 で駆動させた時の初期輝度、および 100 の環境で 100 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 2 に示す。

【 0 1 8 4 】

表 1 2

【表 1 2】

実施例	化合物	発光効率 (cd/A)	電流密度 12.5 mA/cm ²	
			初期輝度 (cd/m ²)	100℃、100時間後 の輝度 (cd/m ²)
101	1	5.6	540	520
102	7	5.5	600	570
103	11	4.1	650	640
104	20	5.4	650	640
105	22	4.2	700	670
106	25	5.5	500	460
107	28	5.7	450	430
108	30	5.3	590	560
109	36	5.3	560	540
110	44	5.4	560	540
111	45	5.6	500	460
112	46	5.5	650	620
113	47	4.1	700	680
114	52	5.4	500	490
115	54	4.2	450	430
116	56	5.5	570	540
117	64	5.7	490	470
118	81	5.3	590	570
119	90	4.1	610	600
120	99	5.2	520	500
121	100	5.0	520	490
122	102	5.0	450	440
123	105	4.0	670	640
124	112	5.1	650	610
125	116	5.7	560	520
126	117	5.8	690	680

10

20

30

40

【0185】

【表 1 2】

1 2 7	1 1 9	5 . 3	4 7 0	4 3 0
1 2 8	1 2 0	4 . 6	5 1 0	4 7 0
1 2 9	1 2 1	5 . 0	5 0 0	4 8 0
1 3 0	1 2 7	4 . 7	5 0 0	4 7 0
1 3 1	1 2 8	4 . 6	4 9 0	4 6 0
1 3 2	1 3 2	4 . 7	4 7 0	4 5 0
1 3 3	1 3 3	5 . 5	4 7 0	4 4 0
1 3 4	1 3 5	5 . 7	5 4 0	5 0 0
1 3 5	1 4 2	5 . 3	6 0 0	5 9 0
1 3 6	1 4 7	5 . 3	6 5 0	6 3 0
1 3 7	1 5 4	5 . 4	6 5 0	6 2 0
1 3 8	1 5 6	5 . 6	7 0 0	6 7 0
1 3 9	1 5 8	5 . 7	5 0 0	4 7 0
1 4 0	1 6 5	5 . 3	4 5 0	4 3 0
1 4 1	1 7 0	4 . 1	5 7 0	5 5 0
1 4 2	1 7 2	5 . 2	4 9 0	4 7 0
1 4 3	1 8 0	5 . 0	5 9 0	5 6 0
1 4 4	1 8 3	5 . 7	6 1 0	5 8 0
1 4 5	1 8 5	5 . 3	5 9 0	5 7 0
1 4 6	1 9 4	5 . 1	5 0 0	4 6 0
1 4 7	2 1 8	5 . 2	5 4 0	5 0 0
1 4 8	2 3 5	5 . 0	5 2 0	4 9 0
1 4 9	2 4 2	5 . 1	5 7 0	5 5 0
1 5 0	2 5 5	5 . 2	5 0 0	4 7 0
比較例 4	E	2 . 3	4 3 0	1 6 0

10

20

30

【 0 1 8 6 】

表 1 2 から明らかなように、本発明の化合物はいずれも、比較例 4 で作成した素子よりも、長寿命で高効率を得られた。

【 0 1 8 7 】

40

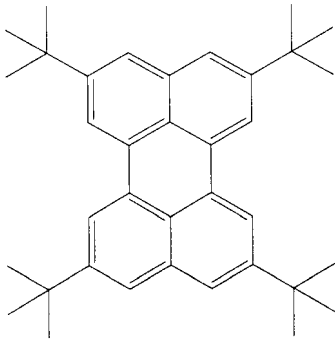
実施例 1 5 1

I T O 電極付きガラス板上に、化合物 C を真空蒸着して膜厚 6 5 n m の正孔注入層を得た。次に、下記化合物 F と化合物 1 とを 3 : 1 0 0 の組成比で共蒸着して膜厚 3 0 n m の発光層を形成した。さらに T P B I (化合物 A) を蒸着して膜厚 3 0 n m の電子注入層を形成した。その上に、フッ化リチウムを 1 n m 、さらに A l を 1 0 0 n m 蒸着によって陰極を形成して有機 E L 素子を得た。この素子を発光輝度 3 0 0 (c d / m ²) で室温にて定電流駆動したときの色度は C I E (x , y) = (0 . 1 6 , 0 . 1 1) の青色発光であり、発光効率は 5 . 7 c d / A を示した。また、電流密度 1 2 . 5 m A / c m ² で駆動させた時の初期輝度、および 1 0 0 の環境で 1 0 0 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 3 に示す。

50

【 0 1 8 8 】

【 化 1 4 】



化合物F

10

【 0 1 8 9 】

実施例 1 5 2 ~ 2 0 0

化合物 1 のかわりに表 1 3 中の化合物を用いた以外は、実施例 1 5 1 と同様に素子を作成した。これら素子を発光輝度 3 0 0 (c d / m²) で室温にて定電流駆動したときの発光効率はいずれも 4 c d / A 以上を示した。また、電流密度 1 2 . 5 m A / c m² で駆動させた時の初期輝度、および 1 0 0 の環境で 1 0 0 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 3 に示す。

20

【 0 1 9 0 】

比較例 5

化合物 1 のかわりに化合物 E を用いた以外は、実施例 1 5 1 と同様に素子を作成した。この素子を発光輝度 3 0 0 (c d / m²) で室温にて定電流駆動したときの発光効率を測定した。また、電流密度 1 2 . 5 m A / c m² で駆動させた時の初期輝度、および 1 0 0 の環境で 1 0 0 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 3 に示す。

【 0 1 9 1 】

表 1 3

30

【表 1 3】

実施例	化合物	発光効率 (cd/A)	電流密度 12.5 mA/cm ²	
			初期輝度 (cd/m ²)	100℃、100時間後 の輝度 (cd/m ²)
151	1	5.7	550	540
152	7	5.3	540	500
153	11	5.1	560	530
154	20	6.0	570	550
155	22	5.3	620	590
156	25	4.9	600	560
157	28	5.2	560	530
158	30	6.0	600	570
159	36	5.0	580	550
160	44	5.2	580	560
161	45	5.7	550	540
162	46	5.8	630	600
163	47	4.6	680	660
164	52	5.2	540	500
165	54	4.5	550	520
166	56	5.3	540	510
167	64	5.4	560	510
168	81	5.5	570	540
169	90	4.7	610	580
170	99	5.4	550	520
171	100	5.1	540	520
172	102	5.3	460	430
173	105	4.5	680	670
174	112	5.2	630	590
175	116	5.9	580	550
176	117	6.0	690	670

10

20

30

40

【0192】

【表 13】

177	119	5.2	530	500
178	120	4.8	540	520
179	121	5.2	530	510
180	127	5.7	520	500
181	128	5.8	550	530
182	132	4.6	540	520
183	133	5.2	560	540
184	135	5.0	570	550
185	142	5.5	590	570
186	147	6.0	660	630
187	154	5.3	550	510
188	156	5.3	570	550
189	158	6.1	530	500
190	165	5.6	520	500
191	170	5.4	570	540
192	172	5.2	610	580
193	180	5.7	550	530
194	183	5.8	540	500
195	185	4.6	460	420
196	194	5.2	680	650
197	218	5.5	630	600
198	235	5.3	550	520
199	242	5.1	550	510
200	255	4.7	470	430
比較例5	E	1.8	260	110

10

20

30

【0193】

表13から明らかなように、本発明の化合物はいずれも、比較例5で作成した素子よりも、長寿命で高効率を得られた。

【0194】

実施例201

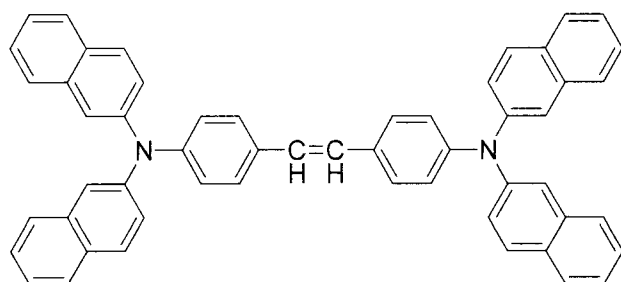
I T O電極付きガラス板上に、表3記載H T M 8を真空蒸着して膜厚60nmの正孔注入層を得た。次に、下記化合物Gと化合物1とを2:100の組成比で共蒸着して膜厚40nmの発光層を形成した。さらにT P B Iを蒸着して膜厚40nmの電子注入層を形成した。その上に、フッ化リチウムを1nm、さらにA lを100nm蒸着によって陰極を形成して有機E L素子を得た。この素子を発光輝度300(c d / m²)で室温にて定電流駆動したときの色度は、C I E (x , y) = (0 . 1 4 , 0 . 1 1) の青色発光であり、発光効率は6.2c d / Aを示した。また、電流密度12.5m A / c m²で駆動させた時の初期輝度、および100の環境で100時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表14に示す。

40

50

【 0 1 9 5 】

【 化 1 5 】



化合物G

10

【 0 1 9 6 】

実施例 2 0 2 ~ 2 1 3

化合物 1 のかわりに表 1 4 中の化合物を用いた以外は、実施例 2 0 1 と同様に素子を作成した。これら素子を発光輝度 3 0 0 (c d / m²) で室温にて定電流駆動したときの発光効率はいずれも 4 c d / A 以上を示し、また、電流密度 1 2 . 5 m A / c m² で駆動させた時の初期輝度、および 1 0 0 の環境で 1 0 0 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 4 に示す。

20

【 0 1 9 7 】

表 1 4

【 表 1 4 】

実施例	化合物	発光効率 (c d / A)	電流密度 1 0 m A / c m ²	
			初期輝度 (c d / m ²)	1 0 0 ° C 、 1 0 0 時間後 の輝度 (c d / m ²)
2 0 1	1	6 . 2	5 7 0	5 5 0
2 0 2	1 1	5 . 6	5 9 0	5 6 0
2 0 3	2 8	5 . 8	6 6 0	6 3 0
2 0 4	4 6	5 . 3	5 5 0	5 4 0
2 0 5	5 6	5 . 5	5 7 0	5 5 0
2 0 6	8 1	5 . 9	5 3 0	5 1 0
2 0 7	9 0	6 . 2	5 2 0	5 0 0
2 0 8	1 1 7	6 . 3	6 5 0	6 3 0
2 0 9	1 3 3	5 . 7	6 1 0	5 8 0
2 1 0	1 4 7	5 . 3	5 5 0	5 4 0
2 1 1	1 5 4	6 . 1	5 4 0	5 1 0
2 1 2	1 7 0	5 . 3	5 5 0	5 3 0
2 1 3	2 4 2	5 . 7	5 6 0	5 5 0

30

40

【 0 1 9 8 】

実施例 2 1 4

I T O 電極付きガラス板上に、表 3 記載 H T M 8 を真空蒸着して膜厚 8 0 n m の正孔注

50

入層を得た。次に、化合物 1 と化合物 1 1 7 とを 3 : 1 0 0 の重量組成比で共蒸着して膜厚 3 0 n m の発光層を形成した。さらに T P B I (化合物 A) を蒸着して膜厚 3 0 n m の電子注入層を形成した。その上に、酸化リチウム (Li_2O) を 1 n m、さらに A l を 1 0 0 n m 蒸着によって陰極を形成して有機 E L 素子を得た。この素子を発光輝度 3 0 0 (cd/m^2) で室温にて定電流駆動したときの色度は、C I E (x , y) = (0 . 1 5 , 0 . 1 1) の青色発光であり、発光効率は 6 . 0 cd/A を示した。結果を表 1 5 に示す。

【 0 1 9 9 】

実施例 2 1 5 ~ 2 2 3

化合物 1 と化合物 1 1 7 のかわりに表 1 5 中の組み合わせの化合物を用いた以外は、実施例 2 1 4 と同様に素子を作成した。これらの素子を発光輝度 3 0 0 (cd/m^2) で室温にて定電流駆動したとき青色発光し、発光効率はいずれも 5 cd/A 以上を示した。結果を表 1 5 に示す。

10

【 0 2 0 0 】

表 1 5

【表 1 5】

実施例	化合物		発光効率 (cd/A)
	重量組成比		
	3	1 0 0	
2 1 4	1	1 1 7	6 . 0
2 1 5	2 8	1 1 7	5 . 5
2 1 6	4 6	1 1 7	5 . 7
2 1 7	1	1 3 3	5 . 4
2 1 8	2 8	1 3 3	5 . 2
2 1 9	4 6	1 3 3	5 . 4
2 2 0	1	9 0	6 . 1
2 2 1	2 8	9 0	5 . 5
2 2 2	2 8	1 4 7	5 . 5
2 2 3	2 8	2 4 2	5 . 5

20

30

【 0 2 0 1 】

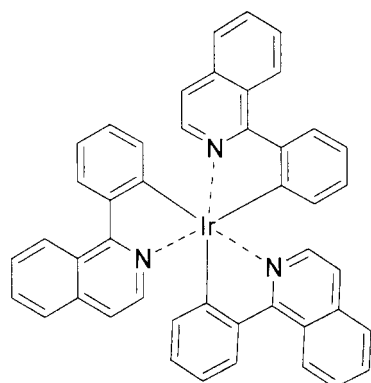
実施例 2 2 4

I T O 電極付きガラス板上に、表 3 記載 H I M 4 を蒸着して膜厚 6 0 n m の正孔注入層を形成した。次に、表 1 の化合物 1 と下記化合物 H とを 1 0 0 : 5 の組成比で共蒸着して膜厚 4 0 n m の発光層を形成した。さらに、B a l q (下記化合物 I) を蒸着して膜厚 1 0 n m の正孔阻止層を形成し、続いてその上に、A l q 3 を真空蒸着して膜厚 3 0 n m の電子注入層を作成し、その上に、まずフッ化リチウムを 1 n m、次いで A l を 2 0 0 n m 蒸着して電極を形成して、有機 E L 素子を得た。この素子を発光輝度 3 0 0 (cd/m^2) で室温にて定電流駆動したとき青色の発光を示し、発光効率は 9 . 0 cd/A を示した。

40

【 0 2 0 2 】

【化 1 6】

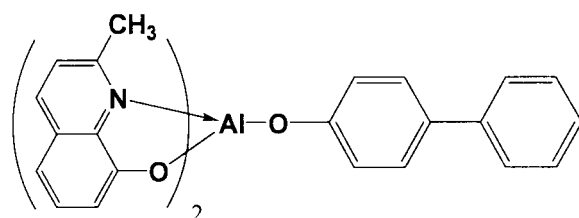


化合物H

10

【 0 2 0 3】

【化 1 7】



化合物 I

20

【 0 2 0 4】

実施例 2 2 5 ~ 2 2 8

化合物 1 のかわりに表 1 6 中の化合物を用いた以外は、実施例 2 2 4 と同様に素子を作成した。これらの素子を発光輝度 3 0 0 (c d / m²) で室温にて定電流駆動したときの発光効率はいずれも 9 c d / A 以上を示した。結果を表 1 6 に示す。

30

【 0 2 0 5】

表 1 6

【表 1 6】

実施例	化合物	発光効率 (c d / A)
2 2 4	1	9 . 0
2 2 5	2 8	9 . 3
2 2 6	1 1 7	1 0 . 5
2 2 7	1 3 3	1 0 . 1
2 2 8	1 7 0	9 . 8

40

【 0 2 0 6】

実施例 2 2 9

洗浄した I T O 電極付きガラス板上に、P E D O T / P S S (ポリ (3 , 4 - エチレン

50

ジオキシ)-2,5-チオフェン/ポリスチレンスルホン酸、Bayer社製BAYTRON PVP CH8000)をスピンコート法にて製膜し、膜厚50nmの正孔注入層を得た。次いで、PVK(ポリビニルカルバゾール)を60%および、化合物1を4%および電子輸送材料(表4記載EIMO1)36%を2.0wt%の濃度でトルエンに溶解させ、スピンコーティング法により60nmの膜厚の発光層を得た。さらにその上に、Caを20nm蒸着した後、Alを200nm蒸着して電極を形成して有機EL素子を得た。この素子について通電試験を行ったところ、最大発光輝度490cd/m²の青色発光が得られた。

【0207】

実施例230

洗浄したITO電極付きガラス板上に、PEDOT/PSS(ポリ(3,4-エチレンジオキシ)-2,5-チオフェン/ポリスチレンスルホン酸、Bayer社製BAYTRON PVP CH8000)をスピンコート法にて製膜し、膜厚50nmの正孔注入層を得た。次いで、PVK(ポリビニルカルバゾール)を60%および、化合物117を5%および電子輸送材料(EIMS1)35%を2.0wt%の濃度でトルエンに溶解させ、スピンコーティング法により70nmの膜厚の発光層を得た。さらにその上に、Caを20nm蒸着した後、Alを200nm蒸着して電極を形成して有機EL素子を得た。この素子について通電試験を行ったところ、最大発光輝度550cd/m²の青色発光が得られた。

10

【0208】

実施例231

洗浄したITO電極付きガラス板上に、本発明の化合物46を真空蒸着して膜厚50nmの正孔注入層を得た。次いで-NPD(表2記載HIM1)を真空蒸着して30nmの正孔輸送層を得た。さらに、Alq3を真空蒸着して膜厚50nmの電子注入型発光層を作成し、その上に、まずフッ化リチウムを1nm、次いでAlを200nm蒸着して電極を形成して、有機EL素子を得た。この素子について通電試験を行ったところ、最大発光輝度1530cd/m²の黄色発光が得られた。

20

【0209】

実施例232

ITO電極付きガラス板上に、表3記載HTM8を蒸着して膜厚50nmの正孔注入層を形成した後、化合物90を蒸着して膜厚30nmの正孔輸送層を形成した。次に、Alq3を蒸着して膜厚50nmの電子注入性発光層を形成し、その上に、フッ化リチウムを1nm、さらにAlを200nm真空蒸着によって電極を形成して有機EL素子を得た。この素子について通電試験を行ったところ、最大発光輝度1890cd/m²の黄色発光が得られた。

30

【0210】

実施例233

ITO電極付きガラス板上に、表3記載HTM8を真空蒸着して膜厚50nmの正孔注入層を得た。次に、Alq3を蒸着して膜厚40nmの発光層を形成した。さらに化合物90を蒸着して膜厚30nmの電子注入層を形成した。その上に、フッ化リチウムを1nm、さらにAlを100nm蒸着によって陰極を形成して有機EL素子を得た。この素子について通電試験を行ったところ、最大発光輝度1680cd/m²の黄色発光が得られた。

40

【0211】

以上述べた実施例から明らかなように、本発明の有機EL素子は発光効率の向上および長寿命化を達成することが可能である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
C 0 7 D 207/335	(2006.01)	C 0 9 K 11/06	6 5 5	4 C 2 0 4
C 0 7 D 333/54	(2006.01)	C 0 9 K 11/06	6 6 0	4 H 0 0 6
C 0 7 D 307/80	(2006.01)	C 0 7 D 209/86		
C 0 7 D 277/66	(2006.01)	C 0 7 D 239/26		
C 0 7 D 263/56	(2006.01)	C 0 7 D 333/18		
C 0 7 D 333/06	(2006.01)	C 0 7 D 307/40		
C 0 7 D 307/79	(2006.01)	C 0 7 D 207/335		
C 0 7 D 307/36	(2006.01)	C 0 7 D 333/54		
C 0 7 D 409/10	(2006.01)	C 0 7 D 307/80		
C 0 7 D 417/10	(2006.01)	C 0 7 D 277/66		
C 0 7 D 401/10	(2006.01)	C 0 7 D 263/56		
C 0 7 D 405/10	(2006.01)	C 0 7 D 333/06		
H 0 1 L 51/50	(2006.01)	C 0 7 D 307/79		
C 0 7 C 15/30	(2006.01)	C 0 7 D 307/36		
C 0 7 C 15/38	(2006.01)	C 0 7 D 409/10		
		C 0 7 D 417/10		
		C 0 7 D 401/10		
		C 0 7 D 405/10		
		H 0 5 B 33/14	B	
		C 0 7 C 15/30		
		C 0 7 C 15/38		

Fターム(参考) 4C063 AA01 BB06 CC12 CC62 CC76 CC94 DD08 EE10
 4C069 AC07 BB08 BB34
 4C204 AB01 BB05 CB25 DB01 EB01 FB08 GB13
 4H006 AA03 AB91

专利名称(译)	用于有机电致发光器件和有机电致发光器件的材料		
公开(公告)号	JP2009221442A	公开(公告)日	2009-10-01
申请号	JP2008070526	申请日	2008-03-19
[标]申请(专利权)人(译)	东洋油墨制造株式会社		
申请(专利权)人(译)	东洋インキ制造株式会社		
[标]发明人	岩田 貴 高田 泰行		
发明人	岩田 貴 高田 泰行		
IPC分类号	C09K11/06 C07D209/86 C07D239/26 C07D333/18 C07D307/40 C07D207/335 C07D333/54 C07D307/80 C07D277/66 C07D263/56 C07D333/06 C07D307/79 C07D307/36 C07D409/10 C07D417/10 C07D401/10 C07D405/10 H01L51/50 C07C15/30 C07C15/38		
FI分类号	C09K11/06.610 C09K11/06.690 C09K11/06.645 C09K11/06.650 C09K11/06.635 C09K11/06.655 C09K11/06.660 C07D209/86 C07D239/26 C07D333/18 C07D307/40 C07D207/335 C07D333/54 C07D307/80 C07D277/66 C07D263/56 C07D333/06 C07D307/79 C07D307/36 C07D409/10 C07D417/10 C07D401/10 C07D405/10 H05B33/14.B C07C15/30 C07C15/38 C07D263/57		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/CC02 3K107/CC03 3K107/CC12 3K107/CC21 3K107/CC24 3K107/DD53 3K107/DD58 3K107/DD59 3K107/DD67 4C037/GA05 4C037/HA04 4C037/PA06 4C056/AA01 4C056/AB01 4C056/AC02 4C056/AD03 4C056/AE03 4C056/CA03 4C056/CC01 4C056/CD03 4C063/AA01 4C063/BB06 4C063/CC12 4C063/CC62 4C063/CC76 4C063/CC94 4C063/DD08 4C063/EE10 4C069/AC07 4C069/BB08 4C069/BB34 4C204/AB01 4C204/BB05 4C204/CB25 4C204/DB01 4C204/EB01 4C204/FB08 4C204/GB13 4H006/AA03 4H006/AB91		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：提供一种用于有机EL元件的材料，该材料具有优异的特性，例如高亮度，高效率，低电压驱动，长寿命和耐热性，以及使用该材料的有机EL元件。由以下通式[1]表示的用于有机EL装置的材料。通用公式[1]（式中，R1表示取代或未取代的芳香族基或杂环基。R2表示取代或未取代的稠合多环基或杂环基。）R3，R4分别独立地表示氢原子，取代或未取代的烷基或芳香族基团。）有机EL元件材料是有机EL元件的发光层或发光层的主体材料。用作。[选择图]无

