

(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2004-292766

(P2004-292766A)

(43) 公開日 平成16年10月21日(2004.10.21)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C09K 11/06	C09K 11/06 610	3K007
C07D 323/00	C09K 11/06 615	4C022
C07D 405/14	C09K 11/06 625	4C063
C07D 413/14	C09K 11/06 645	4C065
C07D 471/06	C09K 11/06 650	

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 48 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2003-90642 (P2003-90642)	(71) 出願人	000003182 株式会社トクヤマ 山口県周南市御影町1番1号
(22) 出願日	平成15年3月28日 (2003.3.28)	(72) 発明者	川端 雄一郎 山口県徳山市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内
		(72) 発明者	百田 潤二 山口県徳山市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内
		(72) 発明者	高橋 直人 山口県徳山市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内
		Fターム(参考)	3K007 AB03 AB11 AB14 AB18 DB03 FA01 4C022 NA02

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材料

(57) 【要約】

【課題】 スピンコート法により容易に薄膜形成することができ、かつ純度も高い有機エレクトロルミネッセンス素子材料を提供する。

【解決手段】 環状アリアルエーテル骨格又は環状アリアルスルフィド骨格を有する化合物であって、有機エレクトロルミネッセンス素子材料として知られている発光体又は電荷輸送体から誘導される発光性有機基又は電荷輸送性有機基が、前記骨格に少なくとも1つ直接又は2価の有機基を介して結合した、例えば下記式で示される化合物からなる有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

【化1】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

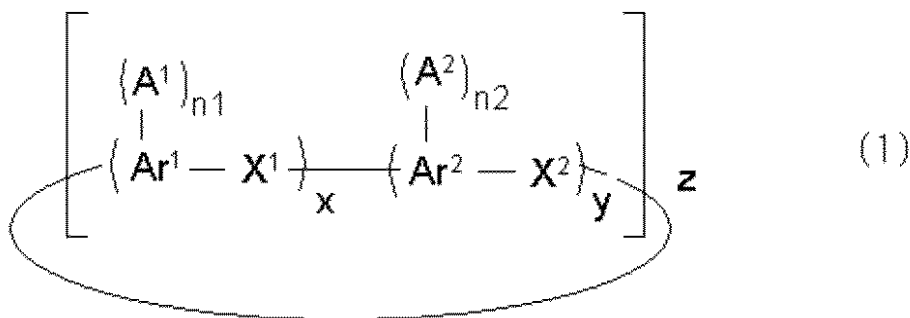
発光性有機基または電荷輸送性有機基を有する環状アリールエーテル誘導体または環状アリールスルフィド誘導体からなることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

【請求項 2】

発光性有機基または電荷輸送性有機基を有する環状アリールエーテル誘導体または環状アリールスルフィド誘導体が、下記一般式(1)で示される化合物である請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

【化 1】

10



20

{ 式中、 Ar^1 及び Ar^2 はそれぞれ独立に芳香族炭化水素基であり、 X^1 及び X^2 はそれぞれ独立に酸素原子又は硫黄原子であり、 A^1 及び A^2 はそれぞれ独立にハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基または下記式(2)で示される基であり、



(式中、 O は酸素原子であり、 Y は 2 価の有機基であり、 Z は発光性有機基または電荷輸送性有機基であり、 l および m はそれぞれ独立に 0 または 1 である。)

x は 0 ~ 10 の整数であり、 y は 0 ~ 10 の整数であり、 x と y とが同時に 0 になることはなく、 z は 1 ~ 20 の整数であり、

30

n_1 及び n_2 はそれぞれ 0 ~ 8 の整数であり、 n_1 と n_2 とが同時に 0 になることはなく、分子中に存在する A^1 及び A^2 の内の少なくとも 1 つは前記式(2)で示される基であり、同一の Ar^1 に A^1 が複数結合する場合、当該複数存在結合する A^1 は互いに異なってもよく、同一の Ar^2 に A^2 が複数結合する場合、当該複数存在結合する A^2 はそれぞれ互いに異なってもよい。}

【請求項 3】

陽極および陰極の間に発光層又は発光層及び電荷輸送層が形成されてなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記発光層及び/又は電荷輸送層が請求項1又は2に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料を含むことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

40

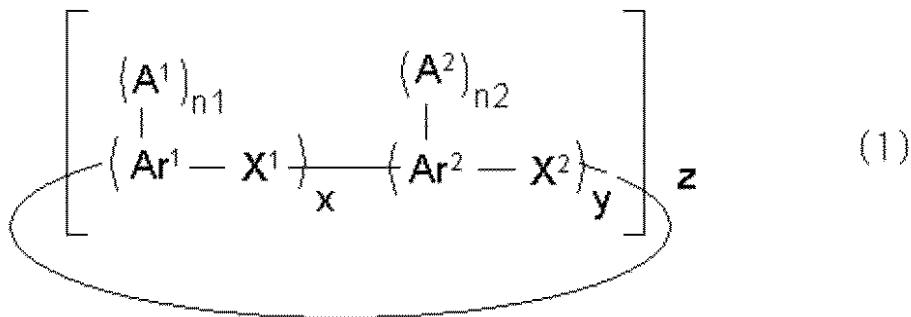
【請求項 4】

発光層が請求項1又は2に記載の有機エレクトロルミネッセンス材料及びドープメント材料を含有することを特徴とする請求項3に記載有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 5】

下記式(1)で示される化合物。

【化 2】



10

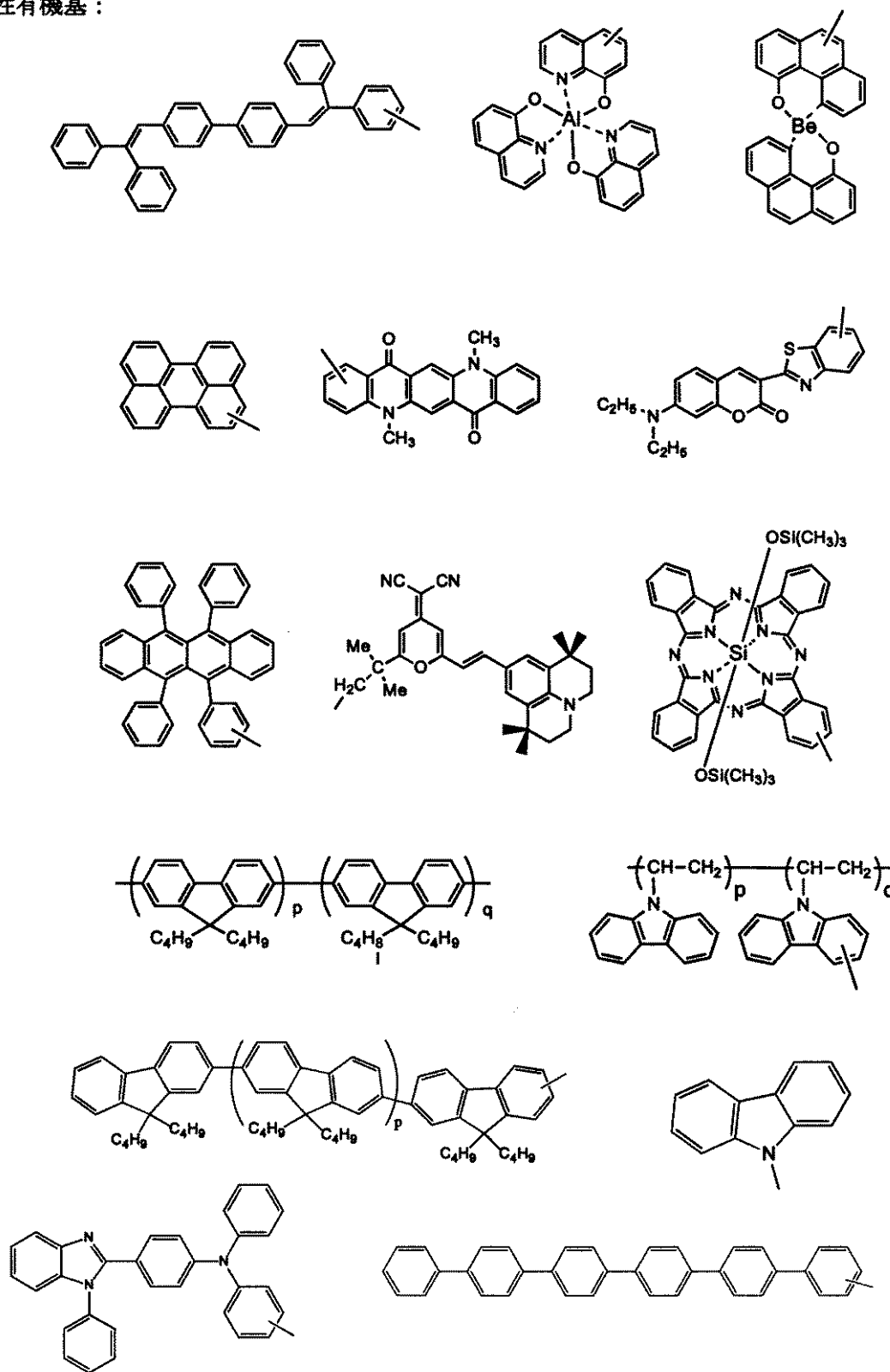
{ 式中、Ar¹ 及び Ar² はそれぞれ独立に芳香族炭化水素基であり、
 X¹ 及び X² はそれぞれ独立に酸素原子又は硫黄原子であり、
 A¹ 及び A² はそれぞれ独立にハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基ま
 たは下記式(2)で示される基であり、



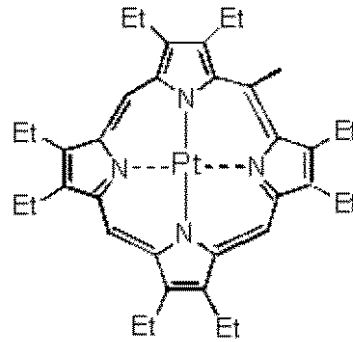
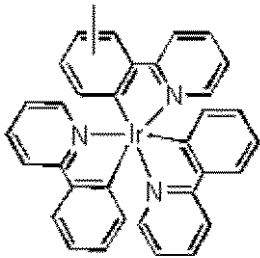
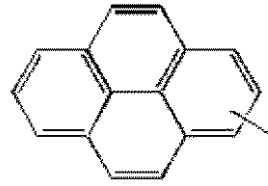
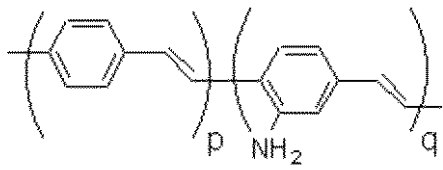
{ 式中、O は酸素原子であり、Y は 2 価の有機基であり、l および m はそれぞれ独立に 0
 または 1 であり、Z は下記式

【化 3】

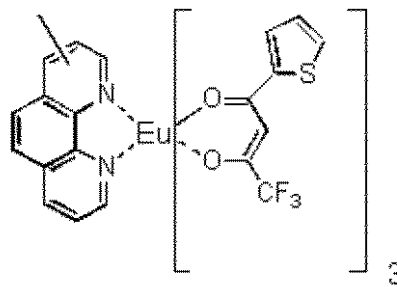
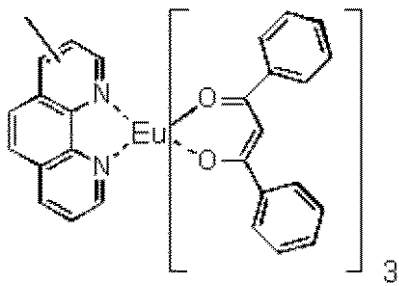
発光性有機基：



【化 4】

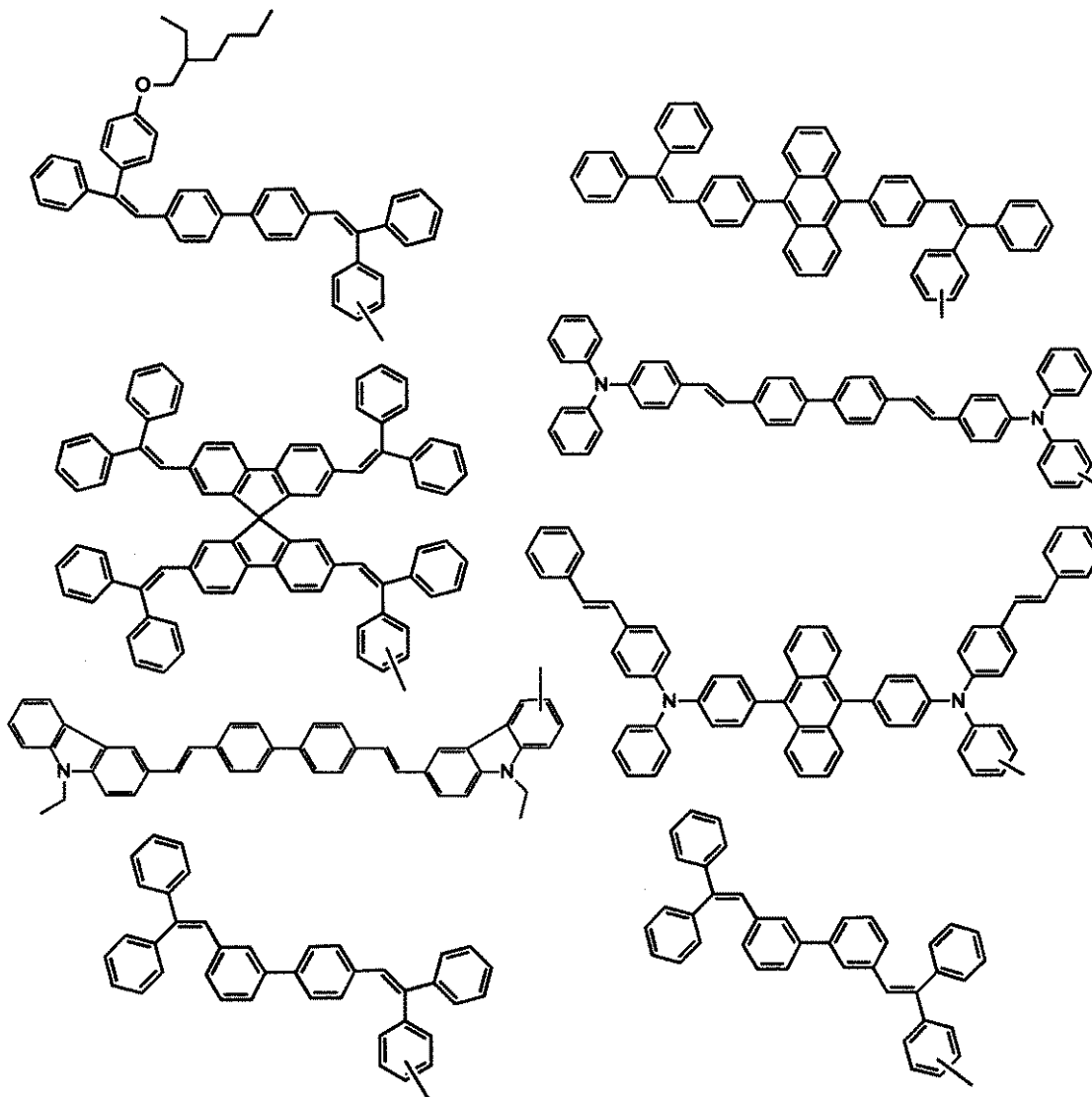


10



20

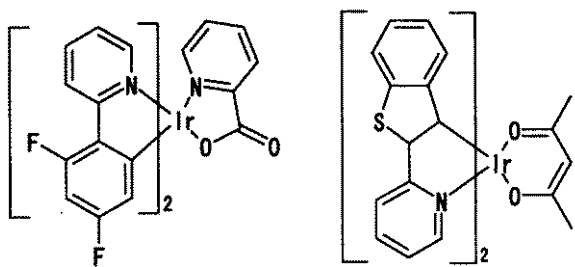
【化5】



10

20

30

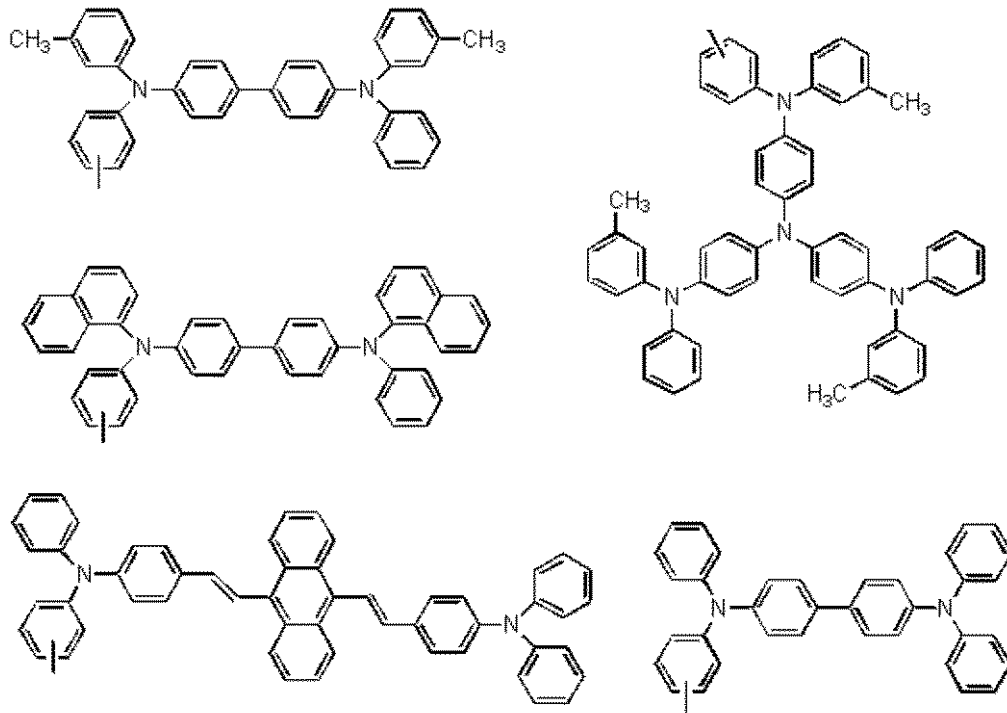


40

(式中、pおよびqは、それぞれ各発光性有機基の数平均分子量が2000~4000の範囲の値をとるような1~10の整数である。)

【化 6】

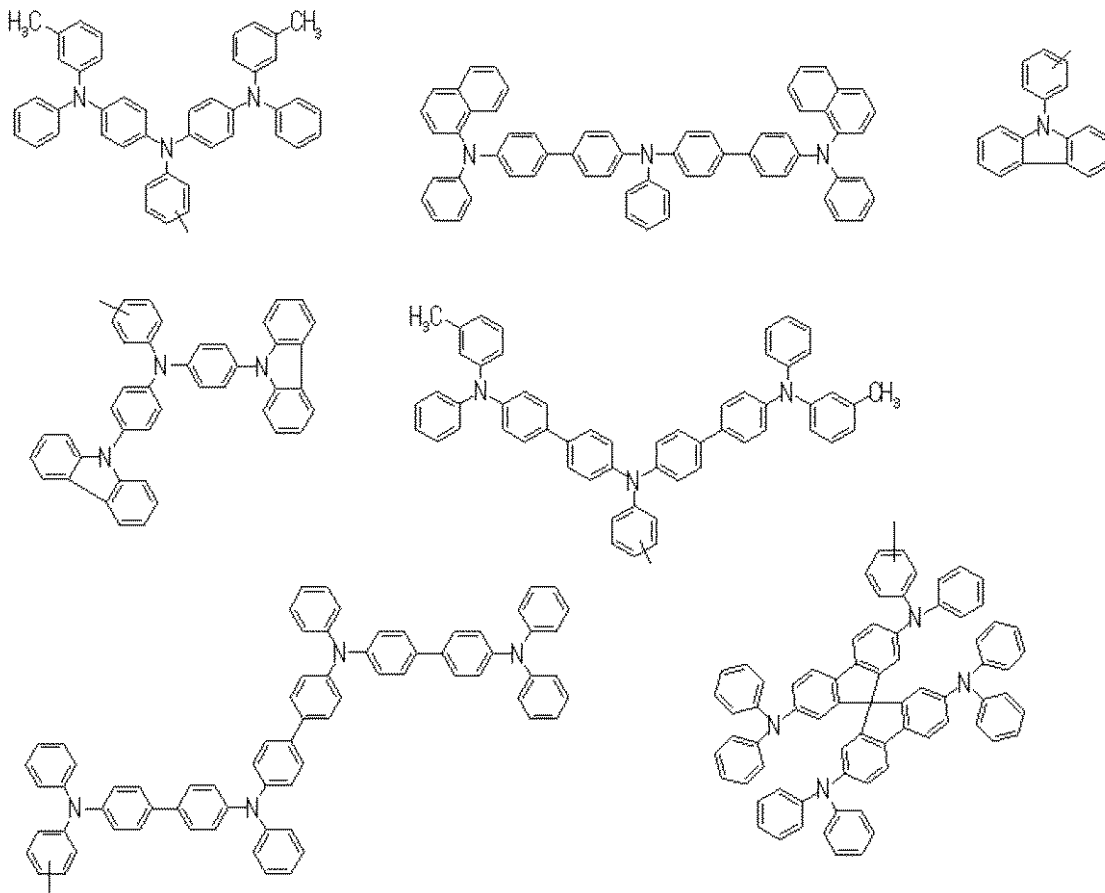
電荷輸送性有機基：



10

20

【化 7】

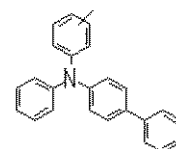
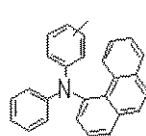
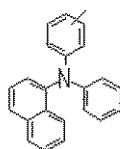
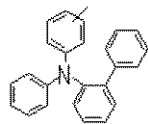
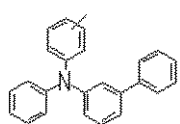
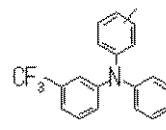
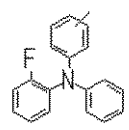
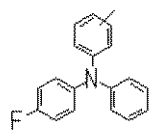
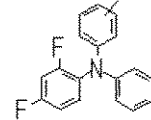
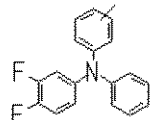
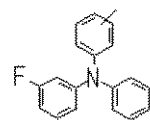
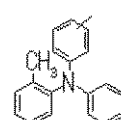
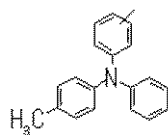
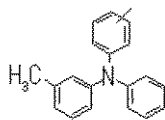
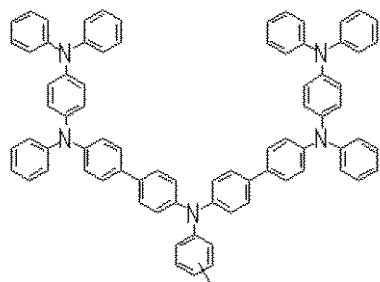
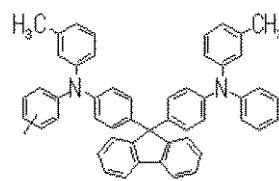
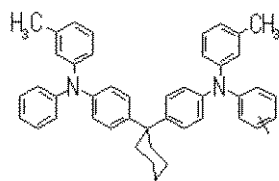
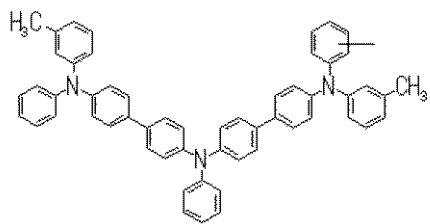


30

40

50

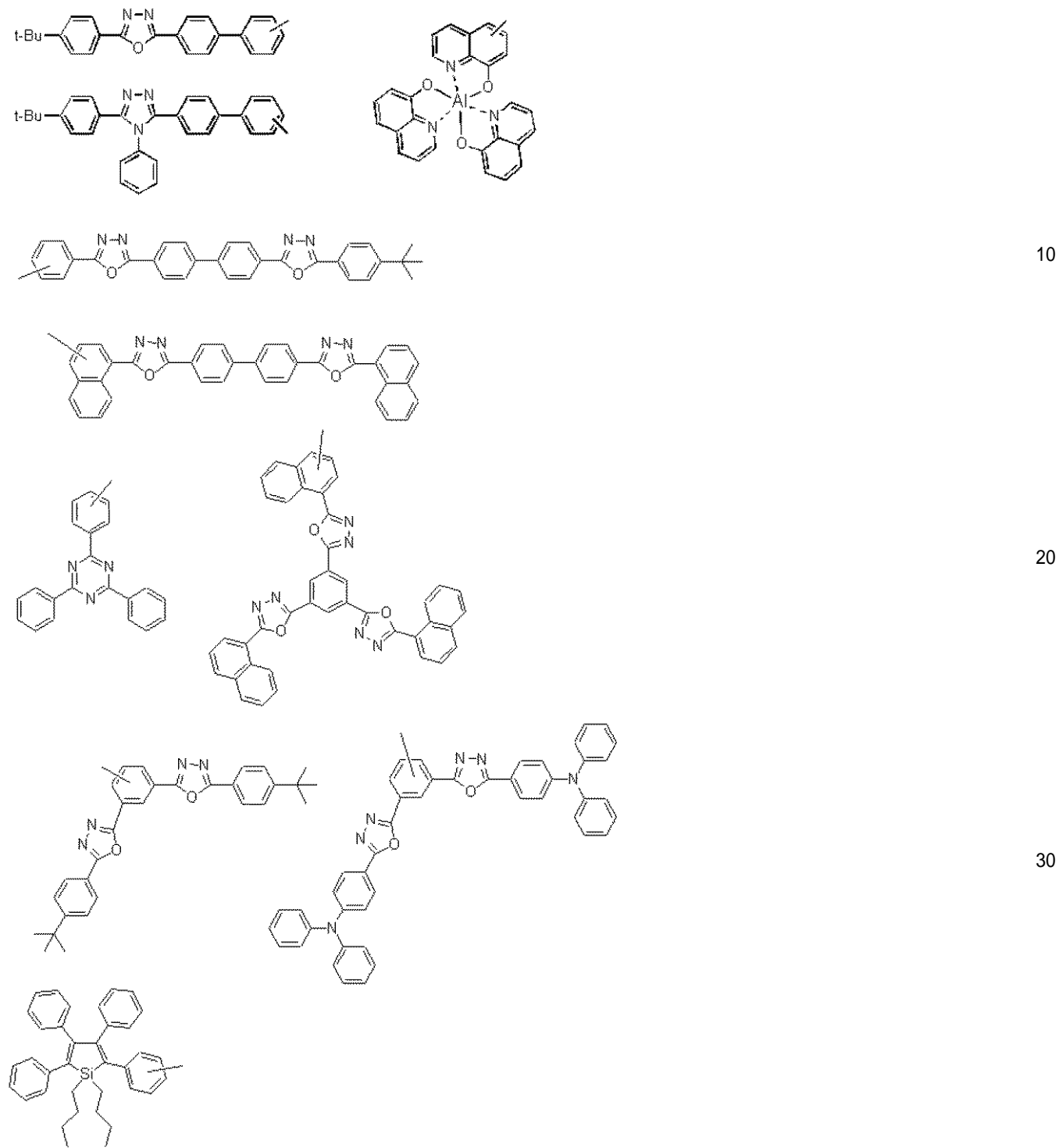
【化 8】



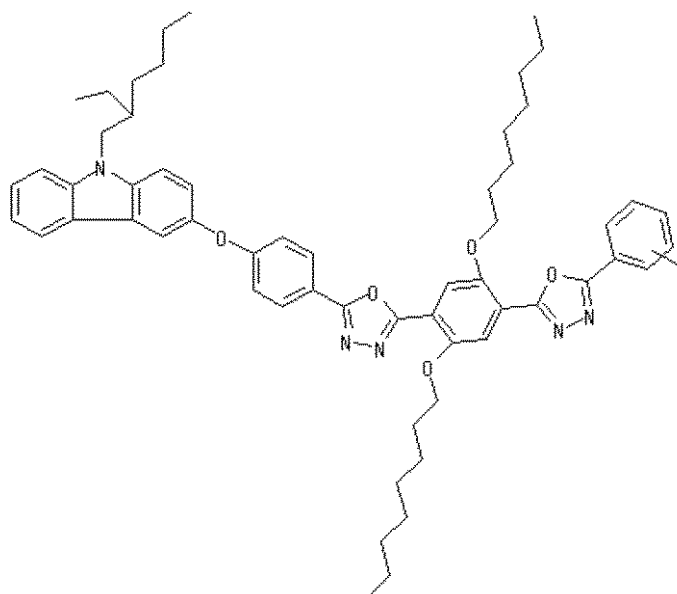
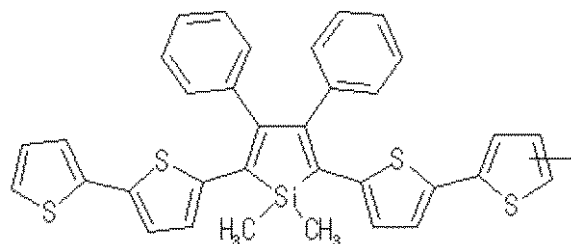
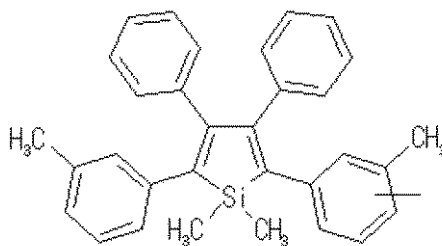
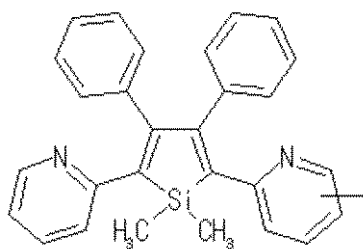
10

20

【化 9】



【化 1 1】



10

20

30

40

で示される何れかの発光性有機基または電荷輸送性有機基である。}

xは0～10の整数であり、yは0～10の整数であり、xとyとが同時に0になることはなく、zは1～20の整数であり、

n1及びn2はそれぞれ0～8の整数であり、n1とn2とが同時に0になることはなく、

分子中に存在するA¹及びA²の内の少なくとも1つは前記式(2)で示される基であり、同一のAr¹にA¹が複数結合する場合、当該複数存在結合するA¹は互いに異なってもよく、同一のAr²にA²が複数結合する場合、当該複数存在結合するA²はそれぞれ互いに異なってもよい。}

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、新規な有機エレクトロルミネッセンス素子材料(以下「有機EL素子材料」と称する)に関する。

【0002】

50

【従来の技術】

有機EL素子は、固体発光型の安価な大面積フルカラー表示素子としての用途が有望視され、現在、盛んに開発が行われている。一般に有機EL素子は、一对の対向電極間に有機発光材料を含む有機層が挟まれた構造を有しており、両電極間に電位差を印加することにより有機層中の発光材料に電子および正孔を注入し、これらを再結合することにより発光させるものである。上記有機層は、一般に電子輸送層と正孔輸送層との間に発光層が設けられた積層構造を有するが、発光材料の種類によっては発光層が電子輸送層又は正孔輸送層を兼ねる場合がある（特許文献1参照）。

【0003】

一方、有機発光材料としては、銅フタロシアニン（CuPc）、スターバースト（starburst）分子等の低分子系材料およびポリ（p-フェニレンビニレン）（PPV）、ポリアニリン（PANI）等の高分子系材料が知られている（非特許文献1参照）。

【0004】**【特許文献1】**

特許第2851185号明細書

【非特許文献1】

吉野勝美、藤井彰彦、「ELディスプレイの技術開発動向」、電子技術、2002年、第7号、p.12-16

【0005】**【発明が解決しようとする課題】**

しかしながら、これらの材料を薄膜化してデバイスとして用いるには、幾つかの不便さや問題点がある。即ち、CuPcおよびスターバースト分子等の低分子系材料を用いて有機薄膜を作成するには真空蒸着法が用いられるが、この方法は時間とコストが掛かるという問題がある。また、真空蒸着法により作成された有機薄膜は結晶化が起り易く、デバイスの劣化に繋がる。

【0006】

一方、主に高分子系材料においてはスピンコート法による薄膜化が可能であるため、短時間に大容量の薄膜化を容易且つ安価に行うことができる。また、ポリマー材料を用いれば、結晶化が起りにくいというメリットもある。しかしながら、ポリマーは分子量分布が大きいために、重合度により発光特性に差異が見られることがあり、個体差が比較的大きいというデメリットがある。また、PPVにおいては、それ自身が有機溶媒に不溶であるため、前駆体の薄膜を作成した後にさらに加熱を行わなければならない、重合率や脱離した塩酸等の影響が問題になっている。PANIも単独で有機溶媒に溶解しないため、カンファースルホン酸を使用しなければならない。このように、スピンコート法により容易に薄膜形成することができ、かつ純度も高い有機EL素子材料は提供されるに至っていない。

【0007】

従って、本発明の目的は、これらの従来技術の問題点を解決すること、すなわち、スピンコートが可能でかつ高純度の有機EL素子材料を提供することにある。

【0008】**【課題を解決するための手段】**

本発明者らは上記の課題を解決するために鋭意検討を進めた結果、有機EL素子材料として発光体あるいは電荷輸送体の分子骨格に環状アリールエーテル誘導体または環状アリールスルフィド誘導体を結合することにより、前記目的を達成し得ることを見出し、本発明を提供するに至った。

【0009】

すなわち、本発明は、発光性有機基または電荷輸送性有機基を有する環状アリールエーテル誘導体または環状アリールスルフィド誘導体からな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材料である。

【0010】

また、他の本発明は、陽極および陰極の間に発光層又は発光層及び電荷輸送層が形成され

てなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記発光層及び/又は電荷輸送層が前記本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子材料を含むことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子である。

【0011】

【発明の実施の形態】

本発明において、有機EL素子材料として使用される発光性有機基または電荷輸送性有機基を有する環状アリアルエーテル誘導体または環状アリアルスルフィド誘導体は、有機EL素子材料として公知の発光体および電荷輸送体と、従来公知の環状アリアルエーテル誘導体または環状アリアルスルフィド誘導体とが、2価の有機基を介して或いは介さず直接に共有結合で結合した化合物であれば、何ら制限されず用いることができる。

10

【0012】

本発明で用いる環状アリアルエーテル誘導体または環状アリアルスルフィド誘導体中の環状アリアルエーテル構造部分又は環状アリアルスルフィド構造部分は、レゾルシン、ヒドロキノン等のジヒドロキシベンゼンとジハロゲノベンゼン誘導体との縮合により生成する環状アリアルエーテル、チアカリックスアレーンやオキサカリックスアレーンなどのヘテロカリックスアレーンを骨格に有する公知の化合物から誘導し得る残基を何ら制限なく用い得る。例えば、J. Konrad Norymberskiら (J. C. S. Perkin Trans 1, p1048, 1977年)、やBruce C. Gibbら (J. Am. Chem. Soc., 125巻, p650, 2003年) による環状アリアルエーテルや「カリックスアレーン (Calixarenes)」(C. D. グッチェ編、Royal Society of Chemistry、1989年)、「カリックスアレーン (Calixarenes)」(J. ヴィションら編、Kluwer Academic Publishers、1991年)、また、ペーマーの総説 (Angew. Chem. Int. Ed., Engl., 34巻, p713, 1995年) などに記載されている化合物から誘導し得る残基を挙げる事ができる。

20

【0013】

また、本発明で用いる環状アリアルエーテル誘導体または環状アリアルスルフィド誘導体が有する発光性有機基及び電荷輸送性有機基としては、従来の有機EL素子に用いられる公知の発光体、電荷輸送体を骨格として有する残基を何ら制限なく用いることができる。なお、発光性有機基とは、励起一重項からの蛍光発光または励起三重項からの燐光発光を示す基を意味し、電荷輸送性有機基とは、正孔輸送能あるいは電子輸送能を有する基を意味する。しかしながら、発光性有機基の中には電荷輸送性も示すものもあり、その場合どちらの有機基に分類されるかは、特に取り決めがあるわけではなく、さらにそれら化合物間に構造の共通性が認められない。また、電荷輸送性有機基は、さらに正孔輸送体から誘導される正孔輸送性有機基および電子輸送体から誘導される電子輸送性有機基に分類される。これら発光性有機基および電荷輸送性有機基は、通常、共に低分子有機化合物または中分子有機化合物から誘導される基であり、中分子有機化合物から誘導される基である場合、その分子量は数平均分子量で200~4000のものが精製のし易さから好ましい。

30

【0014】

これら発光性有機基と電荷輸送性有機基として、本発明において好ましい基を例示すれば以下のとおりである。

40

【0015】

発光性有機基としては、例えば、ジスチリルアリーレン誘導体、スチリルアミン誘導体等のスチリル系誘導体；イミダゾール誘導体等の含窒素芳香族複素環誘導体；ナフタレン誘導体、アントラセン誘導体、ペリレン誘導体等の芳香族環が多縮環した炭化水素環誘導体；ポリメチン系、キサントン系、クマリン系、シアニン系、キナクリドン系などの色素類；ベリリウム、アルミニウム、銅、亜鉛、ルテニウム、ユーロピウム、ロジウム等を中心金属とした配位錯体；イリジウム等を含む有機金属化合物；テトラフェニルシクロペンタジエン、テトラフェニルプタジエン等の芳香族基が多置換した誘導体；ポリ(9,9ジアルキルフルオレン)誘導体、ポリパラフェニレン誘導体等のアリーレン誘導体の共

50

役系中分子化合物；ポリチオフェン誘導体等の共役系中分子化合物；ポリパラフェニレンビニレン誘導体等のアリーレンビニレン誘導体の共役系中分子化合物；ポリビニルカルバゾール誘導体、ポリ(メタ)アクリルアリアルアミン誘導体等のペンダント型中分子化合物；ポリシラン等の共役系中分子化合物から誘導される基を挙げることができる。

【0016】

これらの発光性有機基の中でも本発明において好ましい基としては、ジスチルルアリーレン誘導体、スチルルアミン誘導体、イミダゾール誘導体、ナフタレン誘導体、アントラセンもしくはその誘導体、ペリレンもしくはその誘導体、および8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体、ポリ(9,9-ジアルキルフルオレン)誘導体から誘導される基を挙げることができる。

10

【0017】

次に電荷輸送性有機基の中で、正孔輸送性有機基としてはピラゾリン誘導体、アリールアミン誘導体、スチルベン誘導体、トリフェニルジアミン誘導体から誘導される基を例示することができ、電子輸送性有機基としてはオキサジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、アントラキノジメタンもしくはその誘導体、テトラシアノアントラキノジメタンもしくはその誘導体、フルオレノン誘導体、ジフェノキノン誘導体、シロール誘導体および8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体から誘導される基を例示することができる。

【0018】

これらの基の中でも、正孔輸送性有機基としてはアリールアミン誘導体、トリフェニルジアミン誘導体が、電子輸送性有機基としてはオキサジアゾール誘導体、シロール誘導体および8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体が好ましい。

20

【0019】

本発明で用いる環状アリールエーテル誘導体または環状アリールスルフィド誘導体において、発光性有機基又は電荷輸送性有機基それぞれが一分子中に複数個存在していてもよい。この場合、発光性有機基及び電荷輸送性有機基の種類は同一であってもよく、異なっても良い。

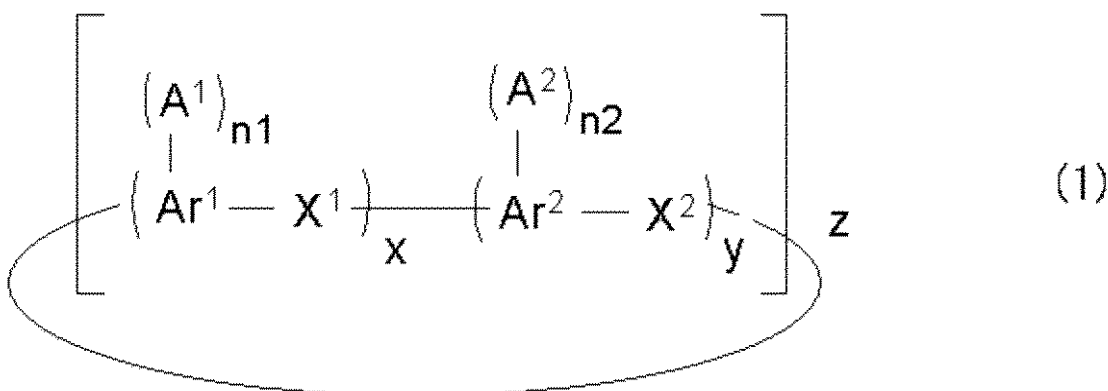
【0020】

効果の観点から本発明で好適に使用できるこれら環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体としては、下記式(1)で示される化合物を挙げることができる。

30

【0021】

【化12】



40

【0022】

ここで、上記式(1)中のAr¹及びAr²はそれぞれ独立に芳香族炭化水素基であり、当該芳香族炭化水素基としては炭素数6~20の芳香族炭化水素基が好適であり、その具体例としてはフェニル基、ナフチル基、トリル基、キシリル基等を挙げることができる。また、前記式(1)中のX¹及びX²は、それぞれ独立には酸素原子又は硫黄原子を意味

50

する。

【0023】

また、前記式(1)中の A^1 及び A^2 はそれぞれ独立にハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基または下記式(2)で示される基である。

【0024】



A^1 又は A^2 としてのハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子を挙げることができる。また、アルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1~4の基が好適であり、アリール基としては、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等の炭素数6~10の基が好適であり、アルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基、2-エチルヘキシルオキシ基等の炭素数1~8の基を好適に使用することができる。なお、式(2)については、後で詳しく説明する。

10

【0025】

また、前記式(1)において、 x は0~10、好適には0~4の整数であり、 y は0~10、好適には0~4の整数であり、 x と y とが同時に0になることはなく、 z は1~20、好適には1~10の整数であり、 n_1 及び n_2 はそれぞれ0~8、好適には0~4の整数である。即ち、 $x=0~4$ 、 $y=0~4$ 、 $z=1~10$ 、 $n_1=0~2$ で且つ $n_2=0~2$ であるのが好ましい。

【0026】

更に、前記式(1)で示される化合物においては、分子中に存在する A^1 及び A^2 の内の少なくとも1つは前記式(2)で示される基である必要がある。したがって、前記 n_1 と n_2 とが同時に0になることはない。さらにまた、同一の Ar^1 に A^1 が複数結合する場合、当該複数存在結合する A^1 は互いに異なってもよく、同一の Ar^2 に A^2 が複数結合する場合、当該複数存在結合する A^2 はそれぞれ互いに異なってもよい。

20

【0027】

また、前記式(2)において、 O は酸素原子を、 Y は2価の有機基を、 Z は発光性有機基または電荷輸送性有機基を意味し、更に1および m はそれぞれ独立に0または1を意味する。

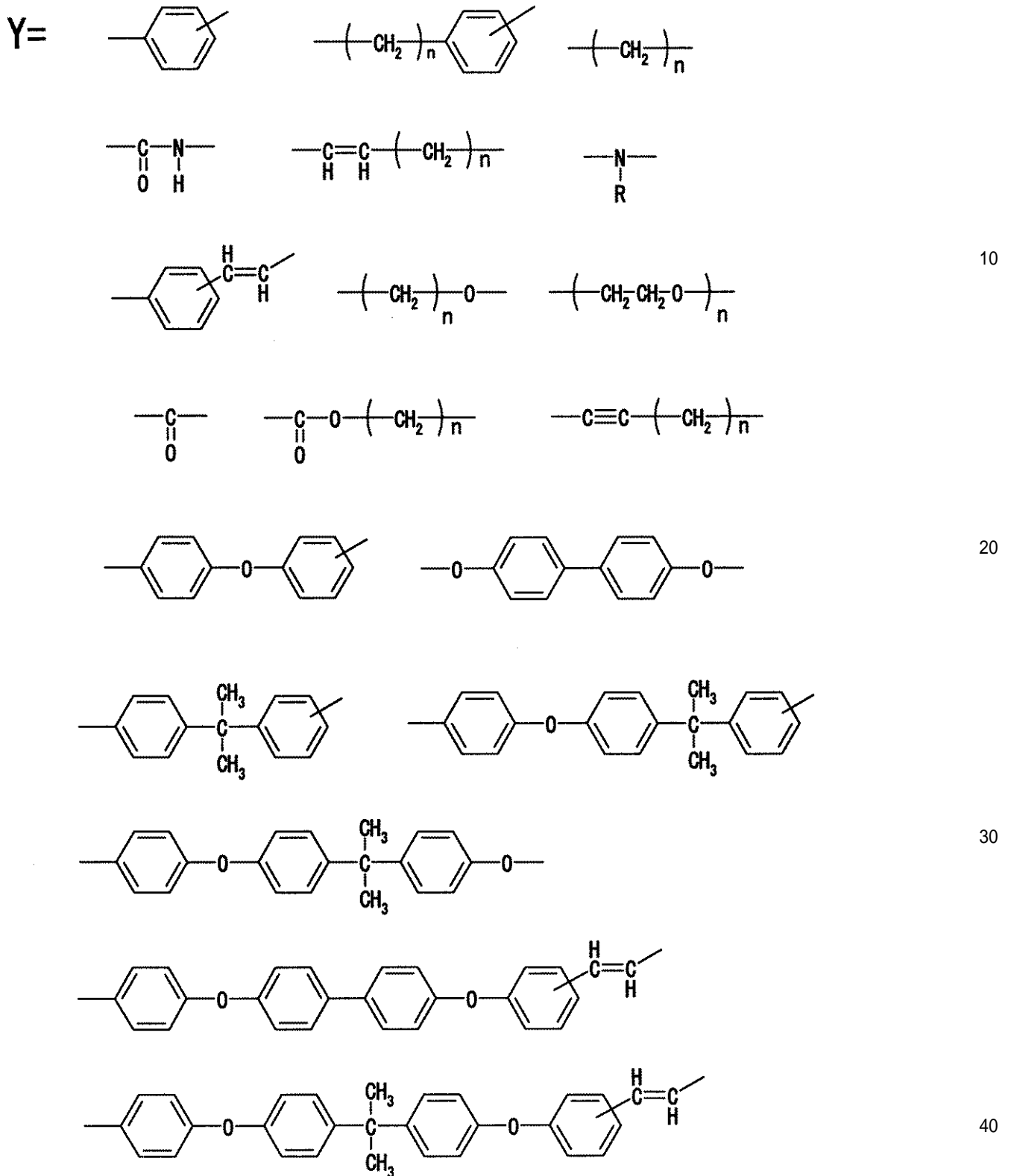
【0028】

前記式(2)における Y で示される2価の有機基としては、発光性有機基または電荷輸送性有機基と環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体とを連結し得る基であれば何ら制限されない。基-Y-の好適な例としては下記式で示される基を挙げることができる(ただし、式中の R はアルキル基を意味し、 n は0~20の整数を意味する。)

30

【0029】

【化13】



10

20

30

40

【 0 0 3 0 】

また、前記式(2)におけるZで示される発光性有機基および電荷輸送性有機基としては、前記したような公知の発光体、電荷輸送体を骨格として有する残基を何ら制限なく用いることができる。Zとして好適な発光性有機基および電荷輸送性有機基の具体例を以下に示す。

【 0 0 3 1 】

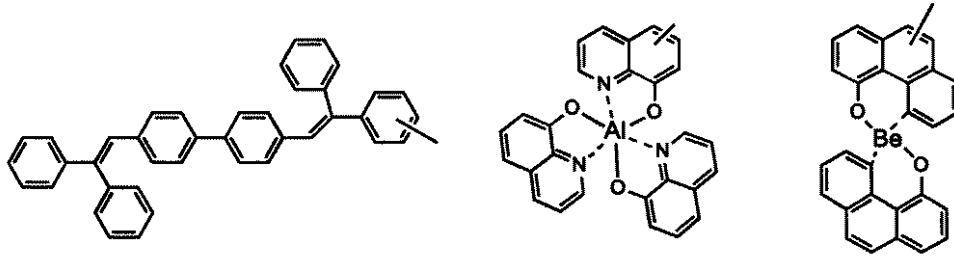
〔 I . 発光性有機基 〕

(I - 1) 一重項発光性有機基

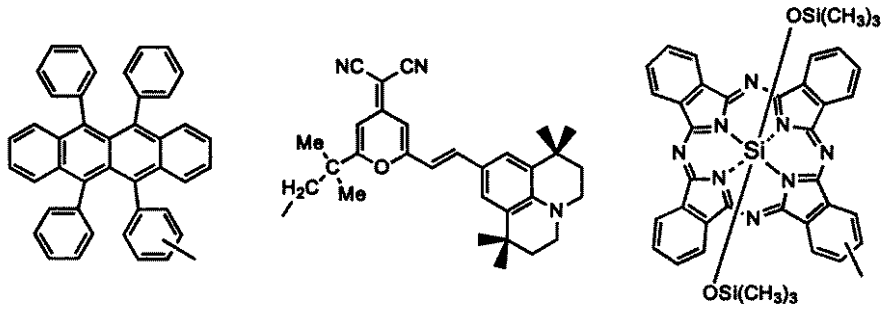
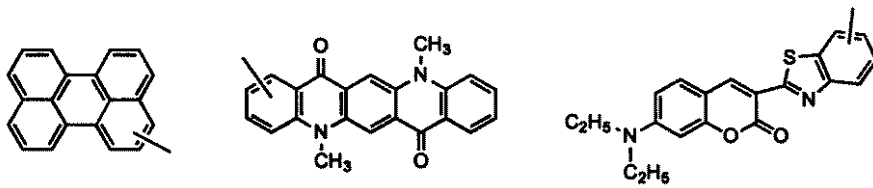
50

【 0 0 3 2 】

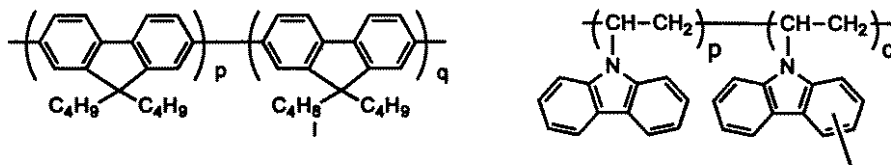
【 化 1 4 】



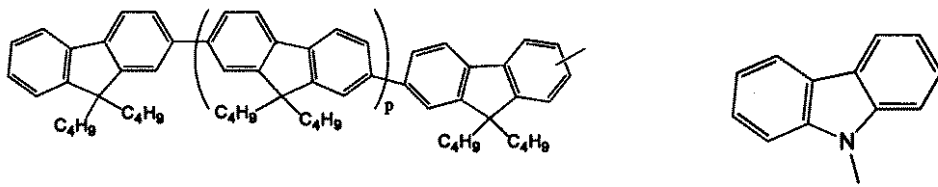
10



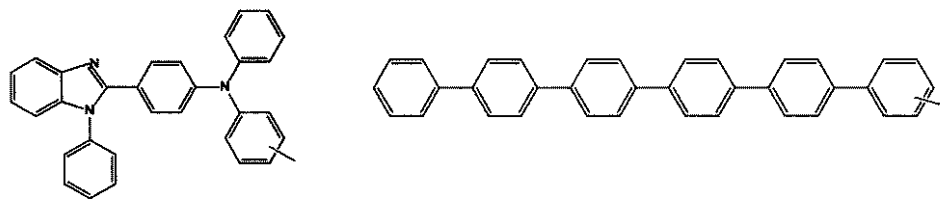
20



30

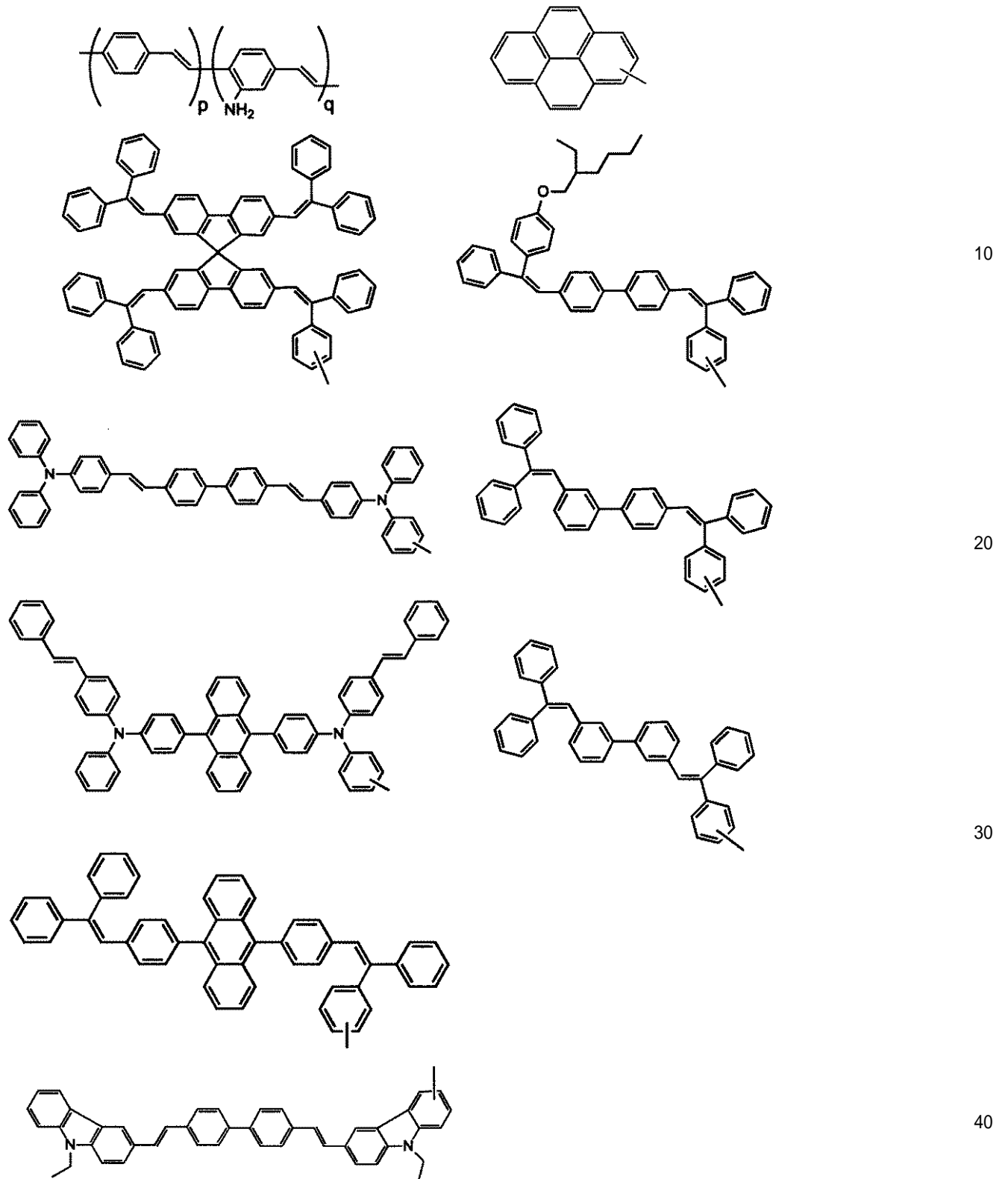


40



【 0 0 3 3 】

【 化 1 5 】



10

20

30

40

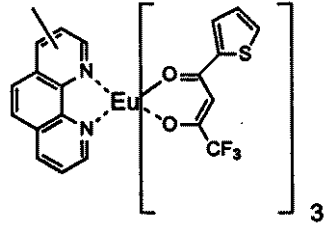
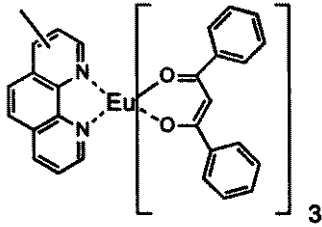
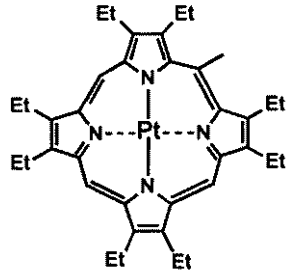
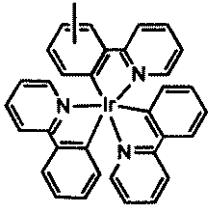
【0034】

(式中、 p および q はそれぞれ1～10の整数であり、且つ各発光性有機基の数平均分子量が200～4000の範囲の値をとるような整数である。)

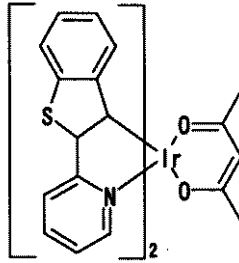
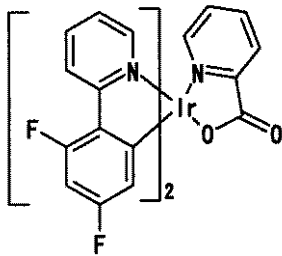
(I-2) 三重項発光性有機基

【0035】

【化16】



10



20

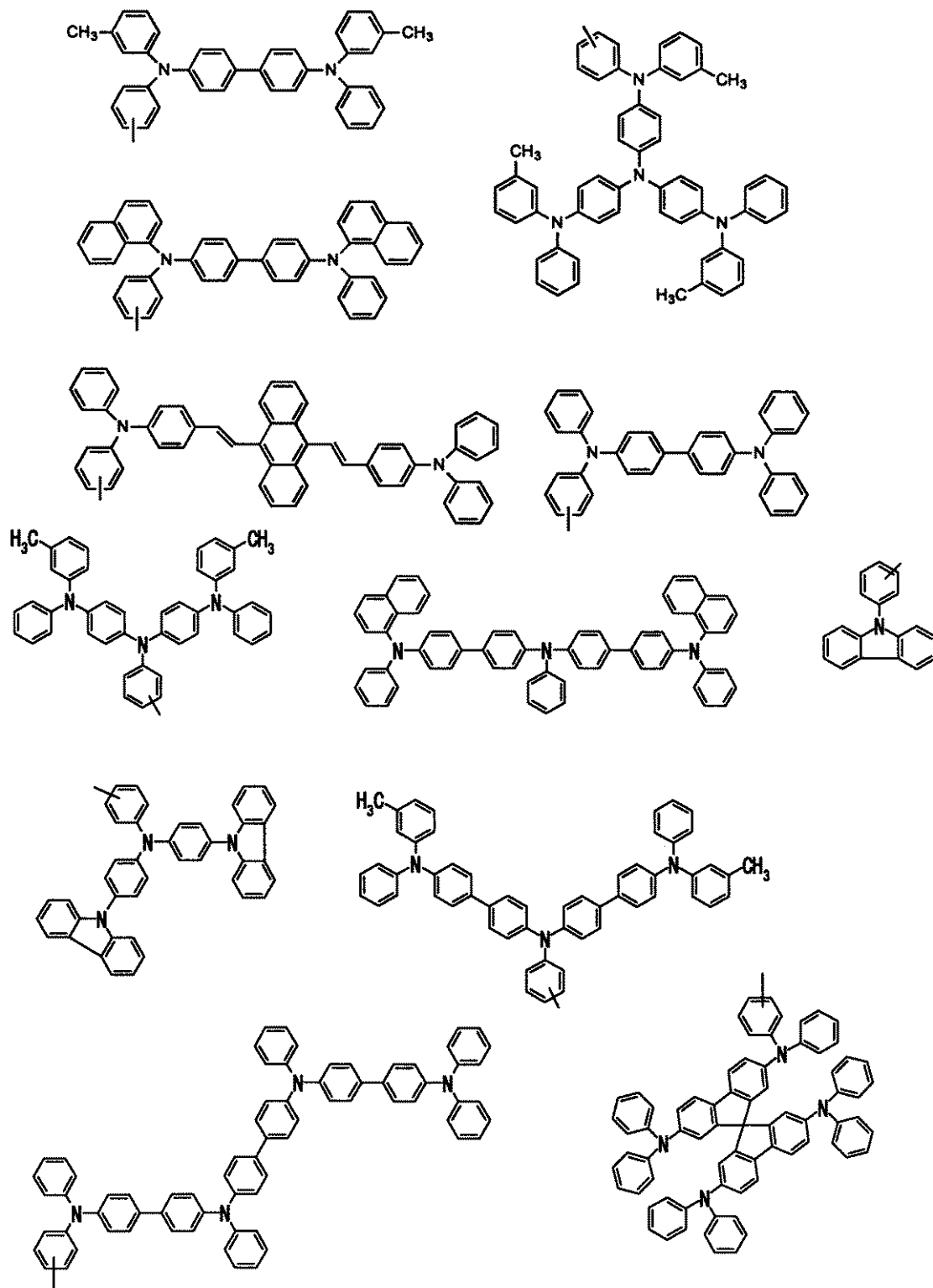
【 0 0 3 6 】

〔 I I . 電荷輸送性有機基 〕

(I I - 1) 正孔輸送性有機基

【 0 0 3 7 】

【 化 1 7 】



10

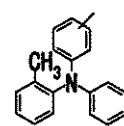
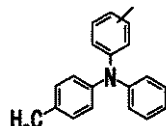
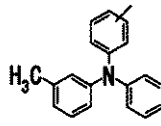
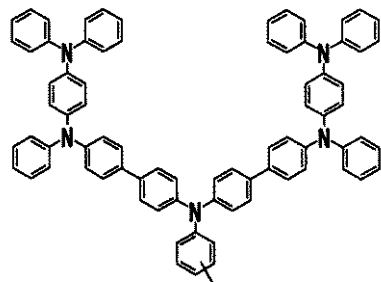
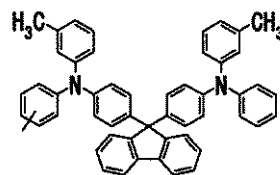
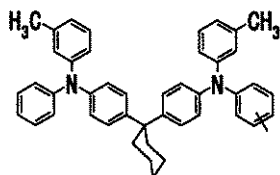
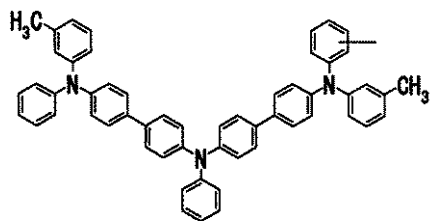
20

30

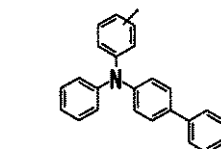
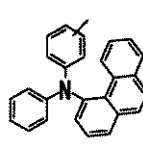
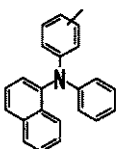
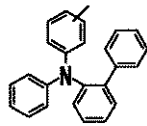
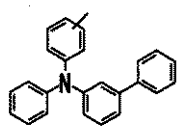
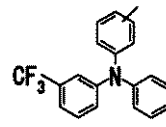
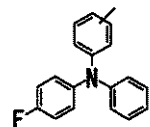
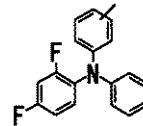
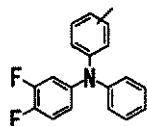
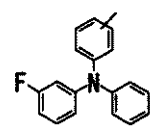
40

【 0 0 3 8 】

【 化 1 8 】



10



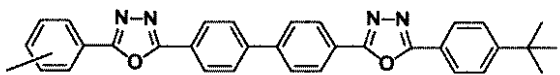
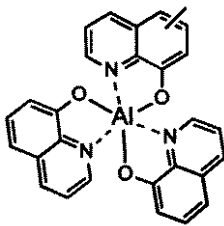
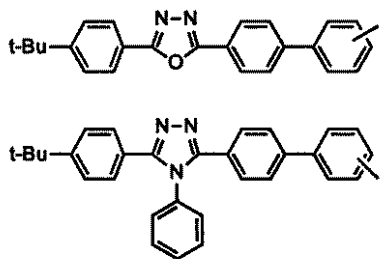
20

【 0 0 3 9 】

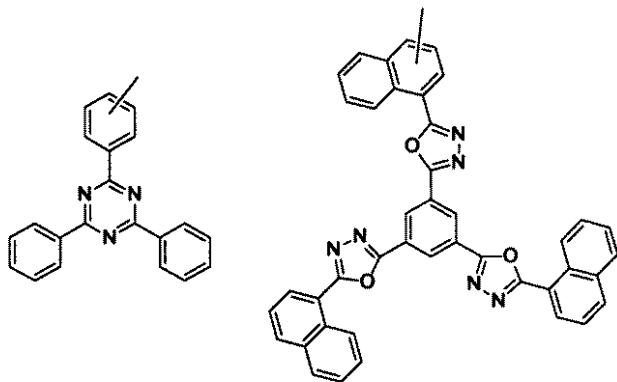
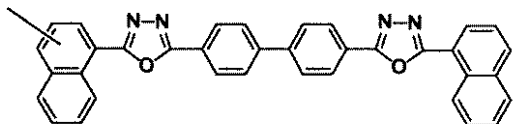
(I I - 2) 電子輸送性有機基

【 0 0 4 0 】

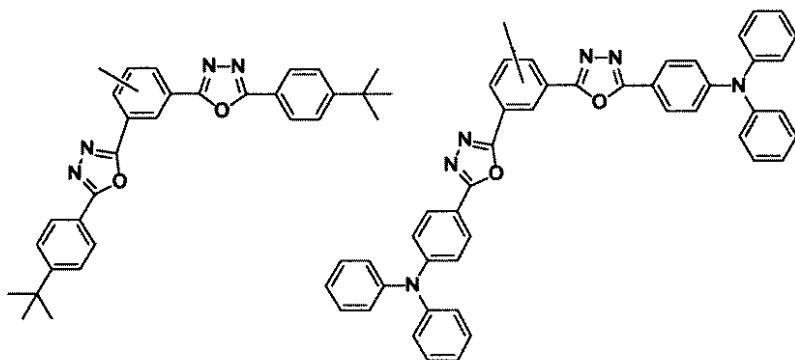
【 化 1 9 】



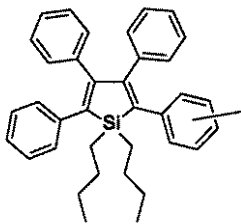
10



20



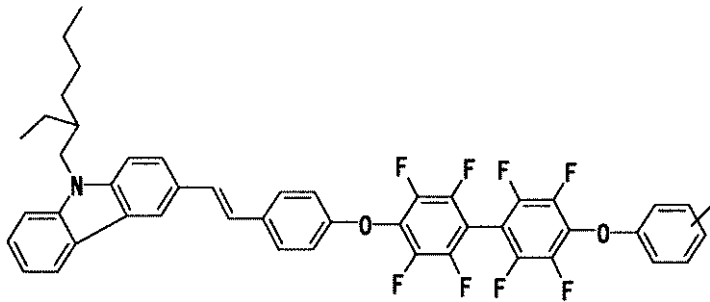
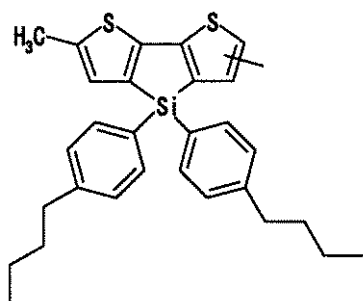
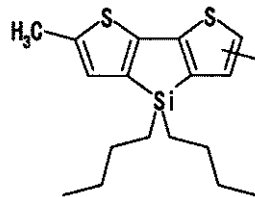
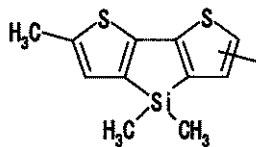
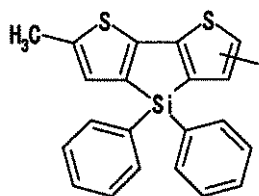
30



40

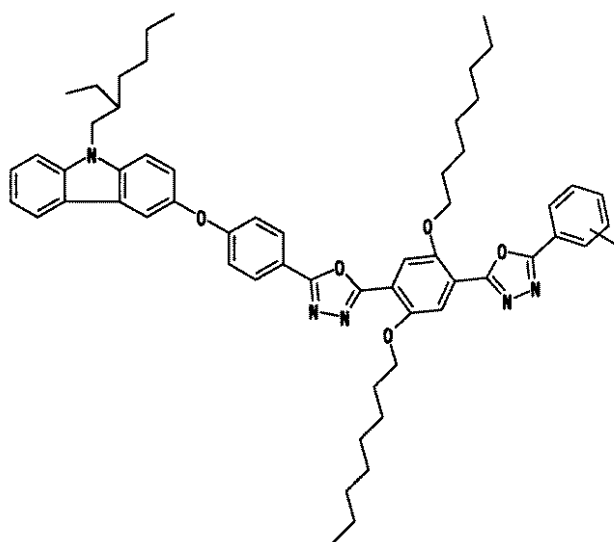
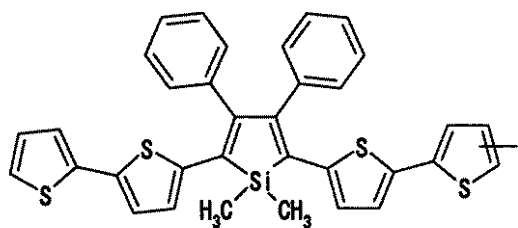
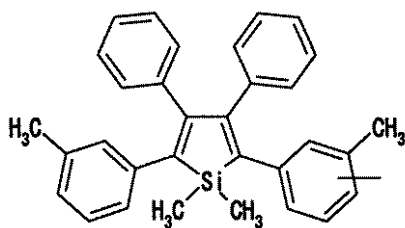
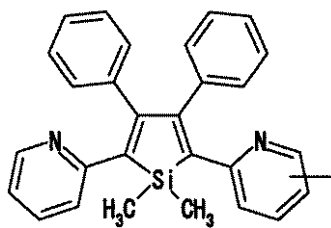
【 0 0 4 1 】

【 化 2 0 】



【 0 0 4 2 】

【 化 2 1 】



10

20

30

40

【0043】

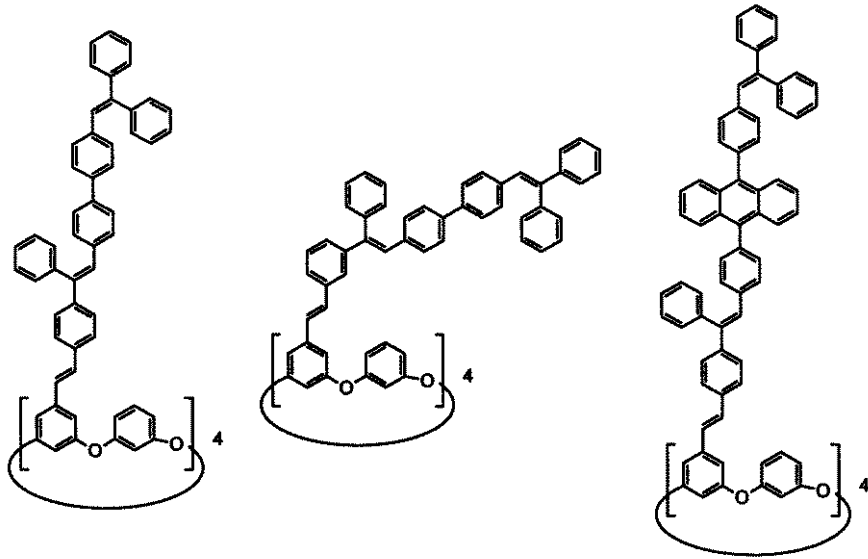
なお、下記式(1)で示す環状アリールエーテル誘導体または環状アリールスルフィド誘導体のうち発光性有機基および電荷輸送性有機基がそれぞれ上記(I)および(II)で示す基である化合物は新規化合物である。

【0044】

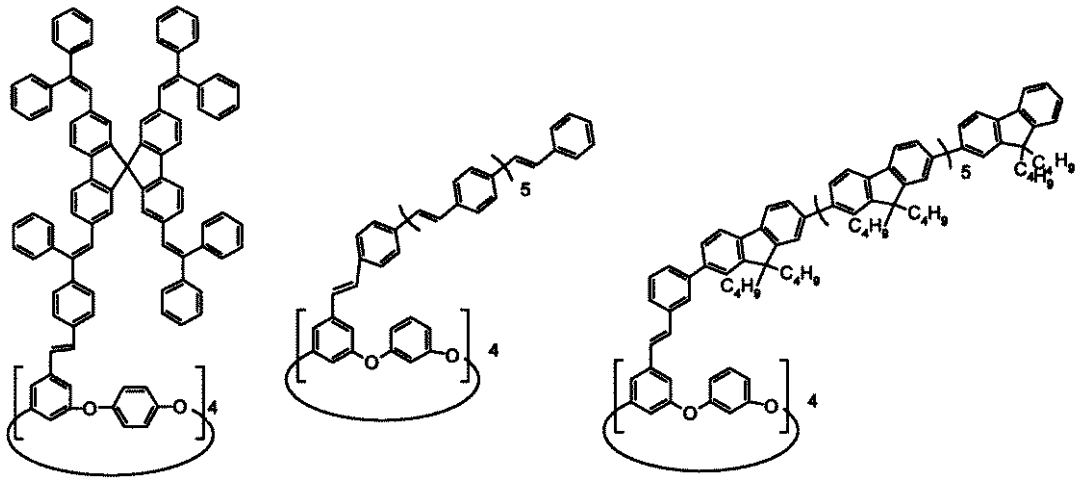
本発明において好適に用いられるカリックス誘導体を具体的に例示すれば、次のとおりである。

【0045】

【化22】



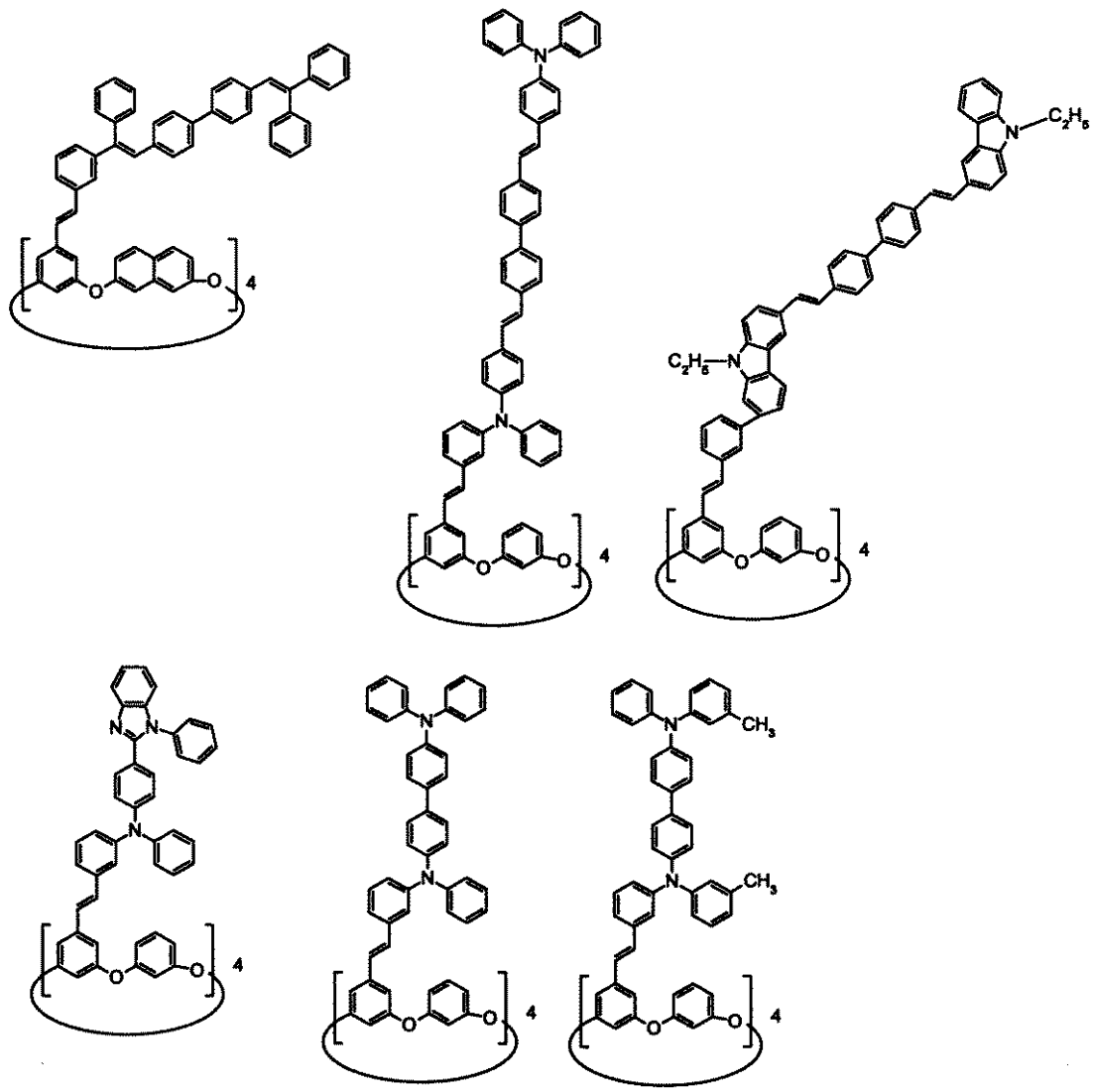
10



20

【 0 0 4 6 】
【 化 2 3 】

30



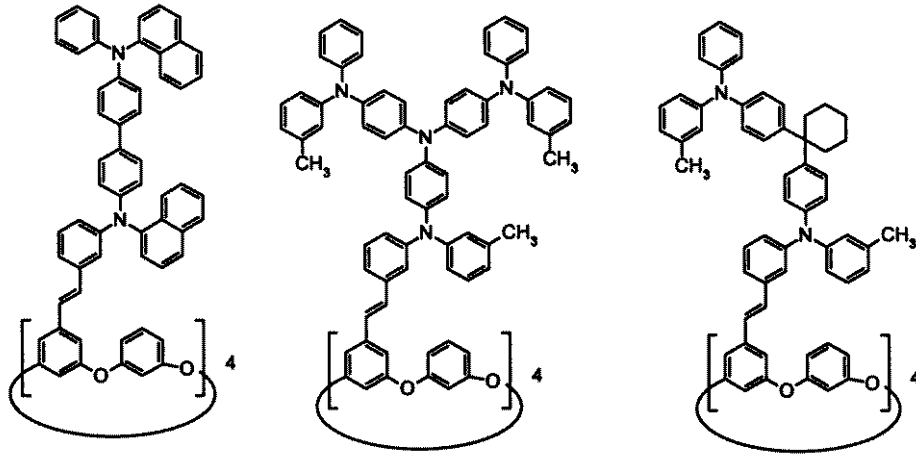
10

20

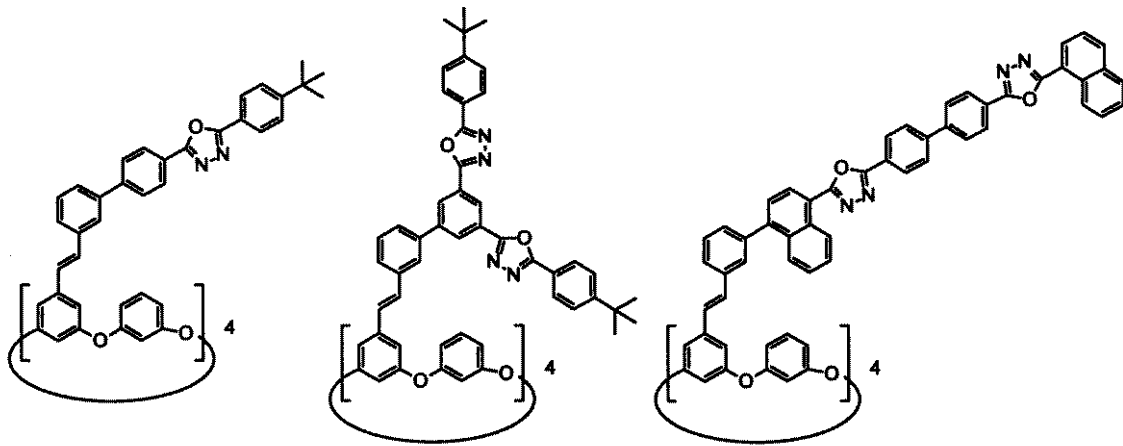
30

【 0 0 4 7 】

【 化 2 4 】



10

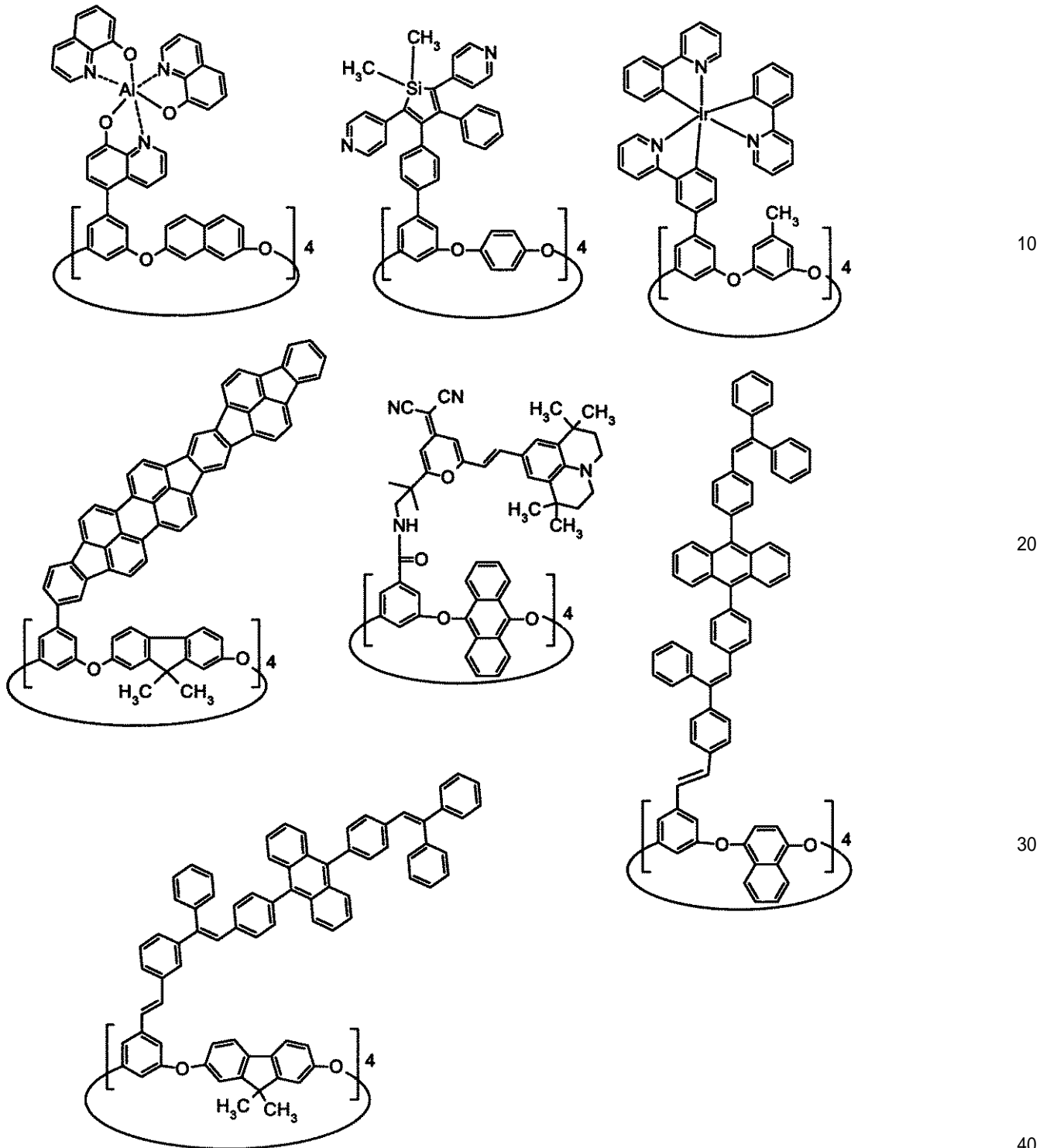


20

【 0 0 4 8 】

【 化 2 5 】

30



【 0 0 4 9 】

本発明で用いる環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体は、ガラス転移温度が比較的高くて熱的安定性が高い。ガラス転移温度は変動するが、概ね100前後である。このため、これら環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体を有機EL素子材料として利用したとき、駆動電圧をかけた際に発生する熱量を抑えることができる。このような熱的安定性は、環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体が環状構造を有していることによるものであると考えられる。また、環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体は可視領域に吸収を

持たない。このため、環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体を用いた有機EL素子材料は、エネルギー移動等により発光効率が低下することを有効に抑えることができる。

【0050】

これら環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体は、それぞれ単独で有機EL素子材料として使用できるが、異なる種類のものを混合して使用することもできる。さらに、発光性有機基を有する環状アリールエーテル誘導体または環状アリールスルフィド誘導体（総称して発光性誘導体ともいう）と電荷輸送性有機基を有する環状アリールエーテル誘導体または環状アリールスルフィド誘導体（総称して電荷輸送性誘導体ともいう）とを混合して有機EL素子材料として用いることができる。この場合、発光性誘導体と電荷輸送誘導体の配合割合は、特に制限されないが、一般には発光性誘導体100重量部に対して電荷輸送誘導体を0.1～99.9重量部の範囲で配合することが好ましく、さらに1～99重量部の範囲とすることがより好ましい。

10

【0051】

本発明で使用する環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体の製造方法は特に制限されず、通常利用される合成法を適宜組み合わせることによって製造することができる。好ましい合成法として、以下のスキームに示す合成法を例示することができる。

【0052】

環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体の合成においては、環状アリールエーテル構造部分または環状アリールスルフィド構造部分と発光性有機基および電荷輸送性有機基の部分とを結合する際に、連結基を介さず直接結合する有用な反応例としては、例えば、下記(1)～(3)の反応等を挙げることができる。

20

【0053】

(1) ハロゲン化アリールまたはトリフリルアリールとボロン酸をPd(0価)、炭酸ナトリウムの触媒存在下でカップリングさせるSuzuki Coupling反応、
(2) ハロゲン化アリールと塩化亜鉛アリールをPd(0価)、Ni(0価)の触媒存在下でカップリングさせるNegishi Coupling反応 及び
(3) ハロゲン化アリール同士をCu触媒存在下でカップリングさせるUllmann Coupling反応。

30

【0054】

また、連結基を介して結合する反応としては、例えば、下記(1)～(5)の反応等を挙げることができる。

【0055】

(1) カルボン酸とアミンを反応させ、アミド結合を形成する反応、
(2) クロロメチル基とアミンとの反応、
(3) リンイリドとカルボニル基を反応させ二重結合を形成するWittig反応、
(4) リン酸エステルとカルボニル基を反応させ、二重結合を形成する反応および
(5) グリニア試薬とハロゲン化合物を反応させて、炭素-炭素結合を形成する反応。

40

【0056】

さらに、合成した環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体は、再結晶またはカラムクロマトグラフィーにより精製される。再結晶に用いる溶媒としては、公知の有機溶媒、それらの混合溶媒が用いられるが、好ましくはエタノール、イソプロピルアルコール、アセトン、酢酸エチル、アセトニトリル、ヘキサン、ヘプタン、トルエンが使用される。

【0057】

上記の製造方法によれば、環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体は容易に精製して単離することが可能である。したがって、不純物の濃度が比較的高くて分子量分布がある通常のポリマー材料に比べると、環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体は有機EL素子材料としての利用価値が高い。上述のように

50

、本発明における発光性有機基を有する環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体は発光層を形成する発光体として、また、電荷輸送性有機基を有する環状アリールエーテル誘導体及び環状アリールスルフィド誘導体は電荷輸送層を形成する電荷輸送体として極めて有用である。

【0058】

本発明の有機EL素子材料を用いて作成される有機EL素子の構造については、少なくとも一方が透明または半透明である一对の電極間に、本発明の有機EL素子材料を含む発光層もしくは電荷輸送層が形成されておれば特に制限されず、公知の構造を採用することができる。例えば、発光体のみからなる発光層もしくは発光体と電荷輸送体との混合物からなる発光層の両面に少なくとも一方が透明または半透明の電極である一对の電極を有する構造のもの、このような構造において更に陽極と発光層の間に正孔輸送体を含む正孔輸送層および陰極と発光層の間に電子輸送体を含む電子輸送層を積層したものを挙げる事ができる。

10

【0059】

また、発光層や電荷輸送層は各層が複数の化合物からなっても良い。例えば、発光層において、ある発光体に他の発光体を混ぜることにより、ある発光体から他の発光体へエネルギー移動を生じさせ、他の発光体から効率よく発光させることができる。このような機能を有する他の発光体は、ドーパント材料と呼ばれる。この時混合する化合物及びその数は特に制限はなく、本発明の有機EL素子材料及び又は公知の発光体が使用でき、ある発光体と発光させる他の発光体とのエネルギー関係において、最適になるように化合物を組み合わせたものがよい。また他の発光体の濃度はある発光体との合計量中、0.1～50重量%の範囲で選択される。また電荷輸送層においては、電極からの電荷注入障壁または素子の電荷注入バランスをとることを目的として、複数の化合物を混合することができる。混合する化合物数は特に制限はなく、さらに添加濃度も前述の発光体の場合と同様に合計量中に占める割合で他の化合物を0.1～50重量%の範囲で用いることができる。さらに、複数の発光体及び複数の電荷輸送体を混合した発光層とすることもできる。

20

【0060】

また、発光層や電荷輸送層は1層であってもよく、また、複数の層を組み合わせることもできる。さらに、発光層に本発明の有機EL素子材料以外の発光体を混合使用することもでき、電荷輸送層に本発明の有機EL素子材料以外の電荷輸送体を混合使用することもできる。また、発光層および電荷輸送層は、本発明の有機EL素子材料単独で構成されていてもよく、中分子あるいは高分子化合物に分散させて構成してもよい。

30

【0061】

本発明の有機EL素子材料と共に使用できる公知の発光体（ドーパント材として機能するものを含む）としては特に限定されないが、前述した発光性有機基に表されるような化合物、例えば、ジスチルルアリーレン誘導体、スチルルアミン誘導体、ナフタレン誘導体、アントラセンもしくはその誘導体、ペリレンもしくはその誘導体、ポリメチン系、キサントン系、クマリン系、シアニン系などの色素類、8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体、ユーロピウムあるいはイリジウムを含む三重項発光性の金属錯体、芳香族アミン、テトラフェニルシクロペンタジエンもしくはその誘導体、またはテトラフェニルブタジエンもしくはその誘導体、ポリ(9,9ジアルキルフルオレン)誘導体、ポリパラフェニレン誘導体等のアリーレン誘導体の共役系高分子化合物、ポリチオフェン誘導体等の共役系高分子化合物、ポリパラフェニレンビニレン誘導体等のアリーレンビニレン誘導体の共役系高分子化合物、などを用いることができる。具体的には、例えば特開昭57-51781号、同59-194393号公報に記載されているもの等、公知のものが使用可能である。

40

【0062】

また、上記した本発明の有機EL素子材料と共に使用できる公知の電荷輸送体を例示すれば、正孔輸送体としてはピラゾリン誘導体、アリールアミン誘導体、スチルベン誘導体、トリフェニルジアミン誘導体などを挙げる事ができ、電子輸送体としてはオキサジアゾ

50

ール誘導体、アントラキノジメタンもしくはその誘導体、テトラシアノアンスラキノジメタンもしくはその誘導体、フルオレノン誘導体、ジフェノキノン誘導体、または8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体などを挙げることができる。

【0063】

これらの化合物の具体例は、特開昭63 70257号、同63-175860号公報、特開平2-135359号、同2-135361号、同2-209988号、同3-37992号、同3-152184号公報に記載されている。

【0064】

上記した電荷輸送体の中でも正孔輸送体としては、トリフェニルジアミン誘導体、電子輸送体としてはオキサジアゾール誘導体、または8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体が好ましく、特に、正孔輸送体としては、4,4'-ビス(N(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ)ビフェニルが、電子輸送体としては2-(4-t-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール、ベンゾキノン、アントラキノ、トリス(8-キノリノール)アルミニウムが好ましい。

【0065】

これらのうち、正孔輸送体と電子輸送体のいずれか一方、または両方を同時に使用することができる。これらの各材料は一種を用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。発光層と電極の間に電荷輸送層を設ける場合、上記で説明した電荷輸送体を使用して電荷輸送層を形成すればよい。

【0066】

また、電荷輸送体を発光層に混合して使用する場合、電荷輸送体の使用量は使用する化合物の種類などによっても異なるので、十分な成膜性と発光特性を阻害しない範囲でそれらを考慮して適宜決めればよい。通常、発光体に対して1~40重量%が好ましく、さらに好ましくは2~30重量%である。

【0067】

これらのうち、正孔輸送体と電子輸送体のいずれか一方、または両方を同時に使用することができる。これらの各材料は一種を用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。発光層と電極の間に電荷輸送層を設ける場合、上記で説明した電荷輸送体を使用して電荷輸送層を形成すればよい。

【0068】

また、電荷輸送体を発光層に混合して使用する場合、電荷輸送体の使用量は使用する化合物の種類などによっても異なるので、十分な成膜性と発光特性を阻害しない範囲でそれらを考慮して適宜決めればよい。通常、発光体に対して1~40重量%が好ましく、さらに好ましくは2~30重量%である。

【0069】

次に、本発明の有機EL素子材料を用いた有機EL素子の代表的な作製方法について述べる。まずは、ガラス、透明プラスチック等の透明基板の上に透明または半透明な金属酸化物あるいは金属薄膜を用いて陽極を形成する。その材料としては、導電性の金属酸化物膜、半透明の金属薄膜等が用いられる。具体的にはインジウム・スズ・オキサイド(ITO)、酸化スズ等からなる導電性ガラスを用いて作成された膜(NESAなど)、Au、Pt、Ag、Cu等が用いられる。作製方法としては真空蒸着法、スパッタリング法、メッキ法などが用いられる。

【0070】

次にこの陽極上に、本発明の有機EL素子材料を含む発光層を形成する。形成方法としては、これら材料の熔融液、溶液または混合液を使用するスピンコーティング法、キャスト法、ディッピング法、バーコード法、ロールコート法、グラビアコート法、フレキソ印刷法、スプレーコート法、インクジェット印刷法などの塗布法により成膜することが特に好ましい。

【0071】

発光層の膜厚としては、好ましくは1nm~1μm、さらに好ましくは2~500nmで

10

20

30

40

50

ある。電流密度を上げて発光効率を上げるためには5～200nmの範囲が好ましい。なお、塗布法により薄膜化した場合には、好ましくは溶媒を除去するため、減圧下または不活性雰囲気下、好ましくは30～300、さらに好ましくは60～200の温度で加熱乾燥することが望ましい。

【0072】

また、電荷注入効率を向上させるために発光層と電荷輸送層とを積層する場合には、陽極の上に本発明の正孔輸送性を示す電荷輸送層を上述と同様の製膜方法で形成するかあるいは公知の正孔輸送体を公知の方法で形成し、その後本発明の有機EL素子材料の発光層を上述した製膜方法で形成し、その上に本発明の電子輸送性を示す電荷輸送層を上述と同様の製膜方法で形成するかあるいは公知の電子輸送体を公知の方法で形成する。

10

【0073】

公知の電荷輸送体の成膜方法としては、特に限定されないが、粉末状態からの真空蒸着法、または溶液に溶かした後のスピニング法、キャスト法、ディッピング法、バーコート法、ロールコート法などの塗布法を使用できる。

【0074】

電荷輸送層の厚さについては、少なくともピンホールが発生しないような厚さが必要であるが、あまり厚いと、素子の抵抗が増加し、高い駆動電圧が必要となり好ましくない。したがって、電荷輸送層の厚さは、好ましくは1nm～1μm、さらに好ましくは2nm～500nm、特に好ましくは5nm～200nmである。

【0075】

次いで、陰極を設ける。この電極は電子注入陰極となる。その材料としては、特に限定されないが、イオン化エネルギーの小さい材料が好ましい。例えば、Al、In、Mg、Ca、Li、Mg-Ag合金、In-Ag合金、Mg-In合金、Mg-Al合金、Mg-Li合金、Al-Li合金、Al-Ca合金、グラファイト薄膜等が用いられる。陰極の作製方法としては真空蒸着法、スパッタリング法等が用いられる。

20

【0076】

【実施例】

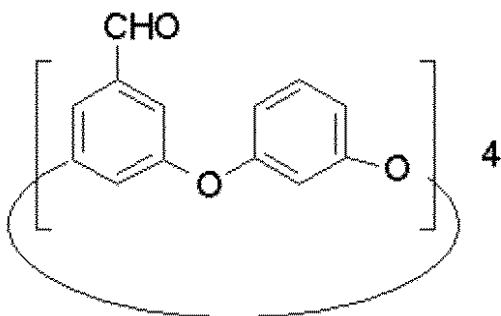
以下に実施例を記載して本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0077】

実施例1

【0078】

【化26】

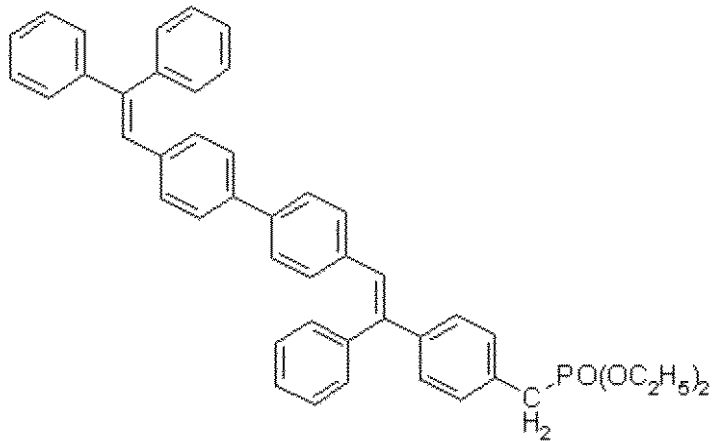


40

で示す化合物と

【0079】

【化27】



10

で示す化合物とをテトラヒドロフラン中、*t*-ブトキシカリウムの存在下で反応させ、目的物を得た（収率33%）。分子量分析（TOF-MS）により $M + 2876$ を確認した。表1に結果を示した。さらに元素分析（表11）および ^1H -核磁気共鳴スペクトル（ ^1H -NMR）測定を行い、化合物の構造を確認した。

【0080】

実施例2～6

表1～3に示した原料を用いた他は実施例1と同様の方法でAE-2～AE-6を合成した。結果を表1～3および表14に示した。

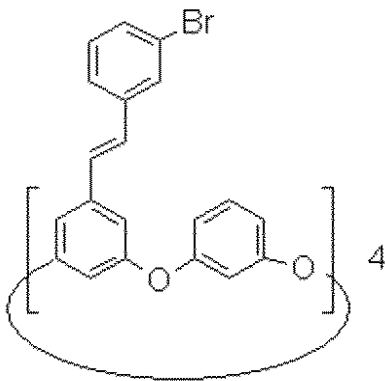
20

【0081】

実施例7

【0082】

【化28】

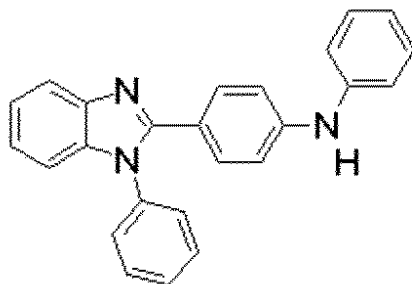


30

で示す化合物と

【0083】

【化29】



40

で示す化合物とを酢酸パラジウム、トリス(*t*-ブチル)ホスフィン、*t*-ブトキシナト

50

リウム存在下、キシレン中で反応させ目的物 (A E - 7) を得た (収率 18%)。分子量分析 (T O F - M A S S) により $M^+ 2583$ を確認した。表 4 に結果を示した。さらに元素分析 (表 14) および ^1H -核磁気共鳴スペクトル (^1H -N M R) 測定を行い、化合物の構造を確認した。

【0084】

実施例 8

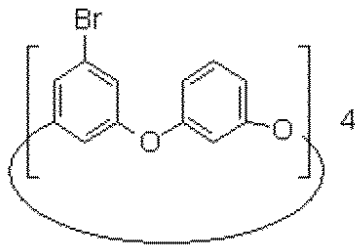
表 4 に示した原料を用いた他は実施例 7 と同様にして有機 E L 素子材料 A E - 8 を合成した。結果を表 4 及び表 14 に示した。

【0085】

実施例 9

【0086】

【化30】



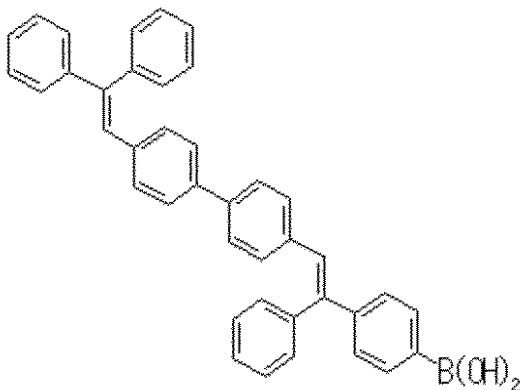
10

20

で示す化合物と

【0087】

【化31】



30

で示す化合物とをテトラキストリフェニルホスフィン $\text{Pd}(0)$ 価)、炭酸ナトリウム存在下、ジメトキシエタン / E t O H 混合溶媒中で反応させ目的物 (A E - 9) を得た (収率 5%)。分子量分析 (L C - M S) により $M^+ 2771$ を確認した。表 5 に結果を示した。さらに元素分析 (表 11) および ^1H -核磁気共鳴スペクトル (^1H -N M R) 測定を行い、化合物の構造を確認した。

40

【0088】

実施例 10

表 5 に示した原料を用いた他は実施例 9 と同様にして有機 E L 素子材料 A E - 10 を合成した。結果を表 5 及び表 14 に示した。

【0089】

実施例 11 ~ 15

表 6 ~ 8 に示した原料を用いた他は実施例 7 と同様にして有機 E L 素子材料 A E - 11 ~ A E - 15 を合成した。結果を表 6 ~ 8 及び表 14 に示した。

【0090】

実施例 16 ~ 23

50

表 8 ~ 1 2 に示した原料を用いた他は実施例 9 と同様にして有機 E L 素子材料 A E - 1 6 ~ A E - 2 3 を合成した。結果を表 8 ~ 1 2 及び表 1 5 に示した。

【 0 0 9 1 】

実施例 2 4

表 1 2 に示した環状アリールエーテル誘導体と発光体とをクロロホルム中で反応させることにより目的物を得た (収率 1 2 %) 。結果を表 1 2 および表 1 5 に示した。

【 0 0 9 2 】

実施例 2 5 ~ 2 6

表 1 3 に示した原料を用いた他は実施例 1 と同様の方法で A E - 2 5 ~ 2 6 を合成した。結果を表 1 3 および表 1 5 に示した。

【 0 0 9 3 】

【 表 1 】

有機 EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-1				33	2876
AE-2				28	2876

10

20

30

【 0 0 9 4 】

【 表 2 】

有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-3				20	3580
AE-4				8	4950

10

20

【 0 0 9 5 】

【 表 3 】

有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-5				10	3597
AE-6				16	3076

30

40

【 0 0 9 6 】

【 表 4 】

有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-7				18	2583
AE-8				5	3604

10

20

【 0 0 9 7 】

【 表 5 】

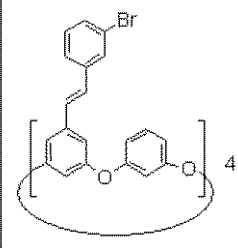
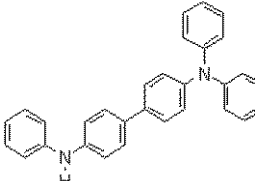
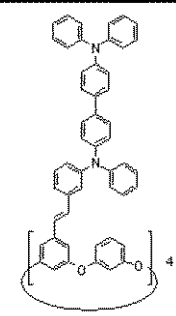
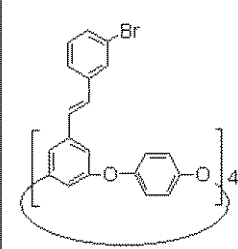
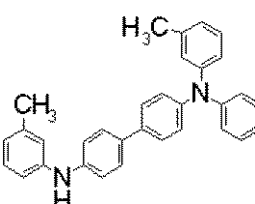
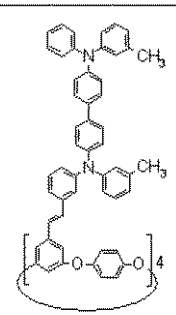
有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-9				5	2771
AE-10				7	3508

30

40

【 0 0 9 8 】

【 表 6 】

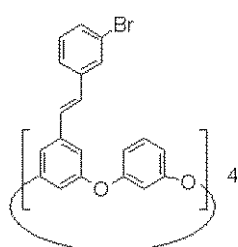
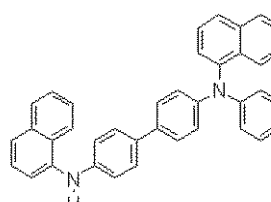
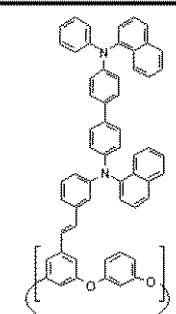
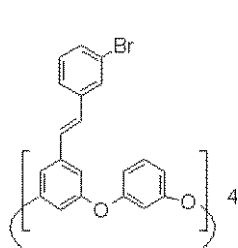
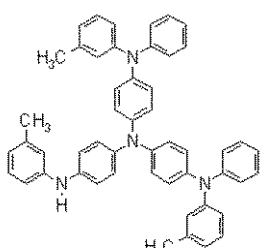
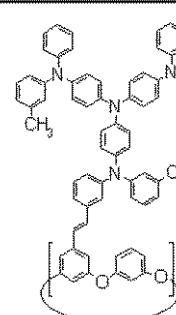
有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-11				22	2787
AE-12				18	2900

10

20

【 0 0 9 9 】

【 表 7 】

有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-13				15	3188
AE-14				8	3988

30

40

【 0 1 0 0 】

【 表 8 】

有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-15				13	3228
AE-16				8	2251

10

20

【 0 1 0 1 】

【 表 9 】

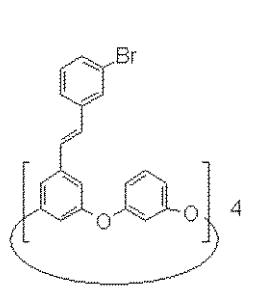
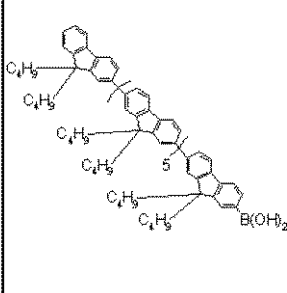
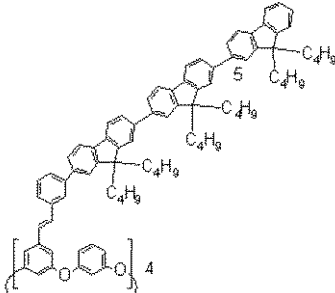
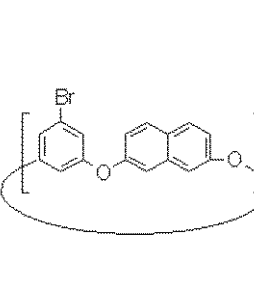
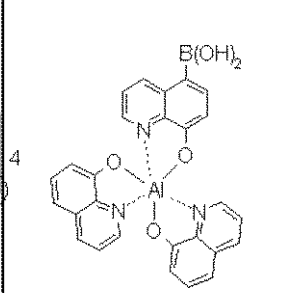
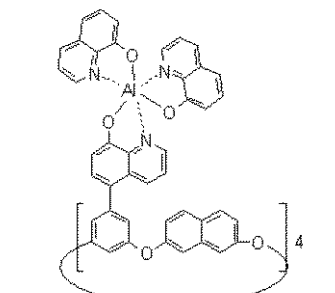
有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-17				5	3052
AE-18				6	3308

30

40

【 0 1 0 2 】

【 表 1 0 】

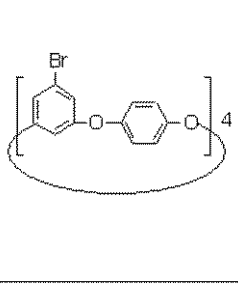
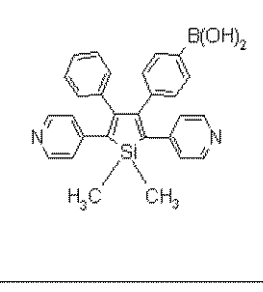
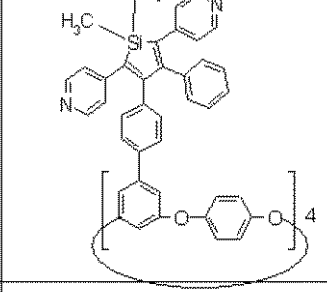
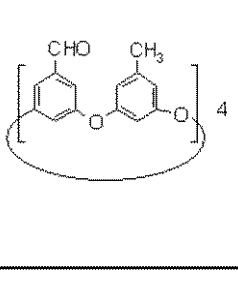
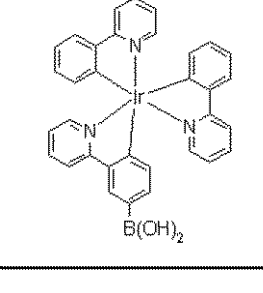
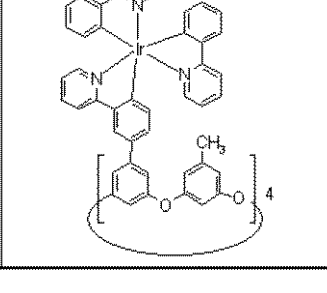
有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-19				3	8885
AE-20				3	2779

10

20

【 0 1 0 3 】

【 表 1 1 】

有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-21				6	2935
AE-22				5	3404

30

40

【 0 1 0 4 】

【 表 1 2 】

有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-23				7	3588
AE-24				12	3116

10

20

【 0 1 0 5 】

【 表 1 3 】

有機EL材料	環状アリールエーテル誘導体	発光体又は電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
AE-25				13	4045
AE-26				8	3926

30

40

【 0 1 0 6 】

【 表 1 4 】

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル δ (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
AE-1	90.20	5.32		4.48		90.22	5.33		4.45		δ :6.0-8.0(152H)
AE-2	90.23	5.34		4.43		90.22	5.33		4.45		δ :6.0-8.0(152H)
AE-3	91.28	5.19		3.53		91.25	5.18		3.57		δ :6.0-8.0(184H)
AE-4	92.17	5.20		2.63		92.20	5.21		2.59		δ :6.0-8.0(256H)
AE-5	90.88	5.60		3.52		90.84	5.60		3.56		δ :6.0-8.0(200H)
AE-6	90.58	5.23		4.19		90.60	5.24		4.16		δ :6.0-8.0(160H)
AE-7	83.70	4.83	6.48	4.99		83.70	4.84	6.51	4.95		δ :6.0-8.0(124H)
AE-8	87.95	5.36	3.10	3.59		87.97	5.37	3.11	3.55		δ :6.0-8.0(192H)
AE-9	90.14	5.23		4.63		90.14	5.24		4.62		δ :6.0-8.0(144H)
AE-10	87.63	5.52	3.21	3.64		87.64	5.52	3.19	3.65		δ :6.0-8.0(152H) δ :1.0-3.0(40H)
AE-11	86.15	5.20	4.05	4.60		86.18	5.21	4.02	4.59		δ :6.0-8.0(144H)
AE-12	86.14	5.57	3.85	4.44		86.16	5.56	3.87	4.41		δ :6.0-8.0(136H) δ :2.0-3.0(24H)
AE-13	87.43	5.05	3.55	3.97		87.41	5.06	3.51	4.02		δ :6.0-8.0(160H)
AE-14	85.54	5.68	5.60	3.18		85.51	5.66	5.62	3.21		δ :6.0-8.0(188H) δ :2.0-3.0(36H)
AE-15	86.33	6.24	3.44	3.99		86.32	6.24	3.47	3.97		δ :6.0-8.0(136H) δ :1.0-3.0(64H)

10

20

30

40

【 0 1 0 7 】

【 表 1 5 】

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
AE-16	81.10	5.36	4.97	8.57		81.12	5.37	4.98	8.53		δ :6.0-8.0(84H) δ :0.5-2.0(36H)
AE-17	78.72	5.55	7.31	8.42		78.72	5.55	7.34	8.39		δ :6.0-8.0(96H) δ :0.5-2.0(72H)
AE-18	81.36	4.14	6.79	7.71		81.34	4.14	6.78	7.74		δ :6.0-8.0(136H)
AE-19	90.32	8.27		1.41		90.30	8.26		1.44		δ :6.0-8.0(224H) δ :0.5-2.0(504H)
AE-20	74.32	4.20	6.03	11.55	3.9	74.34	4.21	6.05	11.52	Al:3.88	δ :6.0-9.0(116H)
AE-21	80.26	5.05	4.70	5.33	4.66	80.24	5.05	4.68	5.34	Si:4.69	δ :6.0-9.0(96H) δ :0.5-1.5(24H)
AE-22	64.91	3.80	4.98	3.77	Ir:22.54	64.92	3.79	4.94	3.76	Ir:22.59	δ :6.0-9.0(116H) δ :2.0-3.0(12H)
AE-23	92.43	4.04		3.53		92.39	4.04		3.57		δ :6.0-9.0(120H) δ :1.0-2.0(24H)
AE-24	78.67	5.95	7.20	8.18		78.64	5.95	7.19	8.22		δ :6.0-9.0(68H) δ :3.0-4.0(16H) δ :1.0-2.5(88H)
AE-25	91.47	5.39		3.14		91.45	5.38		3.17		δ :6.0-9.0(216H)
AE-26	88.08	8.63		3.29		88.11	8.63		3.26		δ :6.0-9.0(336H)

10

20

30

40

50

【0108】

実施例27(製膜特性)

実施例1で得られた有機EL素子材料を、クロロホルムに溶解し1重量%クロロホルム溶液とした。この溶液約2gをMIKASA製スピコートー1H-DX2を用いて、厚さ2mmのガラス表面に、回転数40r.p.mで10秒 500r.p.mで2秒 2000r.p.mで45秒の条件でスピコートした。さらにこのスピコートされたガラスを80℃にて加熱し溶媒を除去して薄膜を形成した。

形成された薄膜を光学顕微鏡を用いて観察したが結晶は確認されなかった。さらにX線回折法にてこの薄膜の結晶性を評価したが、結晶反射は得られなかった。以上から、実施例1の化合物を薄膜化したものはアモルファス性を示し良好な製膜性を与えることがわかった。同様に実施例2~26の有機EL材料の製膜性を評価したところ、いずれも良好なアモルファス性を示す薄膜が得られた。

【0109】

実施例28(蛍光発光特性及びEL発光特性)

蛍光発光特性の確認： 実施例27で得られたAE-1のスピコートした薄膜について、350nmに主極大を有する紫外線光を照射したところ、青色の蛍光を確認した。それを分光光度計(瞬間マルチチャンネルフォトディテクターMCPD1000:大塚電子製)を用いて測定したところ、470nmに発光極大を示すスペクトルが得られた。

【0110】

EL発光特性評価： 2.5mm×20mm×0.8mmのガラス基板上にITO膜を1

50 nmの厚さで製膜したものを透明支持基盤とした。この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、前述したAE-1の1重量%クロロホルム溶液約2gをMIKASA製スピナー1H-DX2を用いて、厚さ2mmのガラス表面に、回転数40rpmで10秒500rpmで2秒2000rpmで45秒の条件でスピコートした。さらに80℃にて窒素雰囲気下で加熱し溶媒を除去して薄膜を形成した。その上に、ホールブロック層としてBCP(2,9-ジメチル-4,7-ジフェニル-1,10フェナントロリン)を20nm、電子輸送層としてトリス(8-キノリノール)アルミニウム50nmを、ULVAC製(EBV-6DA)の蒸着装置を用いて0.1nm/秒の蒸着速度で蒸着した。最後に、その上に陰極として、アグネシウム：銀=10：1を100nm蒸着し、有機EL素子を作成した。蒸着のときの真空度は、すべて 1×10^{-5} Torr以下であった。この素子に12Vの電圧を印加し、分光光度計(瞬間マルチチャンネルフォトディテクターMCPD1000：大塚電子製)を用いて蛍光発光を測定したところ、470nmに最大発光波長を有する青色の蛍光が観察された。

10

【0111】

実施例29

実施例1で得られたAE-1を1重量%およびN,N'-ビス(3-メチルフェニル)-N,N'-ジフェニル-[1,1'-ピフェニル]-4,4'-ジアミンを0.5重量%の濃度でクロロベンゼンに溶解させコート溶液を調整した。25mm×10mm×0.7mmのガラス基板上にITO膜を150nmの厚さで製膜したものを透明支持基盤とし、この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、上記で調整したコート溶液約0.4gをMIKASA製スピナー1H-D7を用いて、ガラス基板表面に回転数1500rpmで60秒間スピコートした。この基板を窒素雰囲気下で100℃に加熱して溶媒を除去し、薄膜を形成した。更に、アルバック製真空蒸着装置EBV-6DAを用い、陰極としてカルシウムを40nm、次いでアルミニウムを60nm蒸着し有機EL素子を作成した。蒸着のときの真空度は、 1×10^{-6} Torr以下であった。この素子に直流電圧を印加したところ、12.5Vにおいて発光輝度550cd/m²の青色の面発光を得た。この発光を分光光度計(瞬間マルチチャンネルフォトディテクターMCPD1000：大塚電子製)を用いて測定したところ、最大発光波長は470nmであった。結果を表16に示した。

20

【0112】

【表16】

30

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
29	AE-1	470	850
30	AE-2	460	800
31	AE-3	470	600
32	AE-4	480	750
33	AE-5	460	600
34	AE-6	460	700
35	AE-7	460	600
36	AE-9	460	800
37	AE-19	460	600
38	AE-20	520	900
40	AE-22	530	280
41	AE-23	630	300
42	AE-24	630	450
43	AE-25	460	780
44	AE-26	460	800

10

20

【0113】

実施例30～44

表16に示す有機EL材料を用いた以外は実施例29と同様してEL特性を評価した。結果を表16に示した。

【0114】

実施例45

AE-1とAE-11との混合物(重量比80/20)を1重量%の濃度でキシレンに溶解させコート溶液を調整した。25mm×10mm×0.7mmのガラス基板上にITO膜を150nmの厚さで製膜したものを透明支持基盤とし、この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、上記で調整したコート溶液約0.4gをMIKASA製スピコート1H-D7を用いて、ガラス基板表面に回転数1500rpmで60秒間スピコートした。この基板を窒素雰囲気下で100℃に加熱して溶媒を除去し、薄膜を形成した。更に、アルバック製真空蒸着装置EBV-6DAを用い、陰極としてカルシウムを40nm、次いでアルミニウムを60nm蒸着し有機EL素子を作成した。蒸着のときの真空度は、 1×10^{-6} Torr以下であった。この素子に直流電圧を印加したところ、12.5Vにおいて発光輝度1400cd/m²の青色の面発光を得た。この発光を分光光度計(瞬間マルチチャンネルフォトディテクターMCPD1000:大塚電子製)を用いて測定したところ、最大発光波長は470nmであった。結果を表17に示した。

30

【0115】

実施例46～61

表17に示す組成比で各有機EL材料を混合した以外は、実施例45と同様にしてEL特性を評価した。結果を表17に示した。

40

【0116】

【表17】

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
45	AE-1/AE-11(80/20)	470	1400
46	AE-1/AE-12(80/20)	470	1300
47	AE-1/AE-13(80/20)	470	1150
48	AE-2/AE-11(80/20)	460	1200
49	AE-2/AE-14(80/20)	460	1000
50	AE-2/AE-15(80/20)	460	1300
51	AE-3/AE-11(80/20)	460	1100
52	AE-6/AE-11(80/20)	460	1100
53	AE-9/AE-11(80/20)	460	1200
54	AE-20/AE-11(80/20)	520	1600
55	AE-22/AE-11(80/20)	530	1100
56	AE-23/AE-11(80/20)	630	500
57	AE-24/AE-12(80/20)	650	400
58	AE-25/AE-11(80/20)	460	1300
59	AE-26/AE-15(75/25)	460	1300
54	AE-2/AE-8(95/5)	470	1200
55	AE-3/AE-10(95/5)	470	1300
56	AE-2/AE-16(75/25)	460	1050
57	AE-2/AE-17(75/25)	460	1150
58	AE-2/AE-18(75/25)	460	950
59	AE-1/AE-21(90/10)	470	1100
60	AE-1/AE-11/AE-8(80/4/16)	470	1500
61	AE-2/AE-12/AE-12(80/4/16)	460	1400

10

20

【0117】

実施例62

AE-1とドーパントとしてのADS129BE(アメリカンダイソース社製)との混合物(重量比90/10)を2重量%の濃度でキシレンに溶解させ、コート溶液を調製した。

【0118】

25mm×10mm×0.7mmのガラス基板上にITO膜を150nmの厚さで製膜したものを透明支持基盤とし、この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、ポリエチレンジオキシチオフェン(PEDT)とポリスチレンスルホン酸(PSS)の1.56%水溶液であるバイトロンP(商品名:パイエル社製)をMIKASA製スピンコーター1H-D7を用いて回転数1000rpmで60秒間スピンコートした。この基板をホットプレートを用い200℃で1時間加熱した。この基板上に上記で調整したコート溶液約0.4gを回転数4000rpmで30秒間スピンコートし、窒素雰囲気下で100℃に加熱して溶媒を除去し、薄膜を形成した。更に、アルバック製真空蒸着装置EBV-6DAを用い、陰極としてカルシウムを40nm、次いでアルミニウムを80nm蒸着し有機EL素子を作成した。蒸着のときの真空度は、 1×10^{-6} Torr以下であった。この素子に直流電圧を印加したところ、12.5Vにおいて発光輝度2600cd/m²の青色の面発光を得た。この発光を分光光度計(瞬間マルチチャンネルフォトディテクターMCPD1000:大塚電子製)を用いて測定したところ、最大発光波長は450nmであった。結果を表18に示した。

30

40

【0119】

【表18】

実施例No	ホスト材料/ドーパント材料 (質量比)	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
62	AE-1/ADS129BE(90/10)	450	2600
63	AE-1/ADS128GE(90/10)	495	3500

【0120】

実施例63

ドーパント材料としてADS129BEのかわりにADS128GE(アメリカンダイソ
ース社製)を用いた以外は実施例62と同様の操作を行った。結果を表18に示した。

10

【0121】

【発明の効果】

本発明の有機EL素子材料は、スピコートが可能であり容易に成膜できる。また、本発
明によれば、有機EL素子材料を容易に高純度で得ることができる。したがって、本発明
の有機EL素子材料は、有機EL素子を構成する発光体および電荷輸送体として極めて有
用である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

H 0 5 B 33/14

H 0 5 B 33/22

F I

C 0 9 K 11/06 6 5 5

C 0 9 K 11/06 6 6 0

C 0 9 K 11/06 6 9 0

C 0 7 D 323/00

C 0 7 D 405/14

C 0 7 D 413/14

C 0 7 D 471/06

H 0 5 B 33/14 B

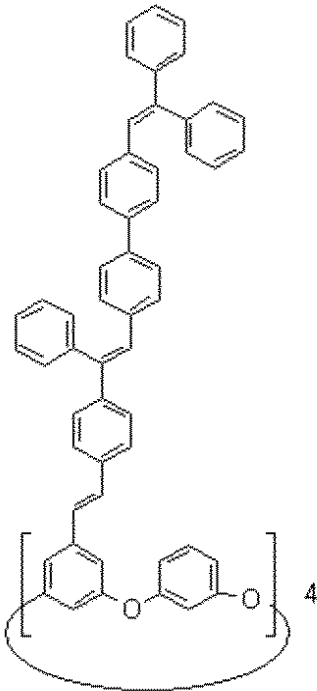
H 0 5 B 33/22 B

H 0 5 B 33/22 D

テーマコード(参考)

Fターム(参考) 4C063 AA05 BB06 CC80 DD08 DD12 DD14 DD26 DD58 EE10
 4C065 AA07 AA18 BB09 CC01 DD01 EE05

【要約の続き】



【選択図】なし

专利名称(译)	有机电致发光元件材料		
公开(公告)号	JP2004292766A	公开(公告)日	2004-10-21
申请号	JP2003090642	申请日	2003-03-28
申请(专利权)人(译)	德山公司		
[标]发明人	川端雄一郎 百田潤二 高橋直人		
发明人	川端 雄一郎 百田 潤二 高橋 直人		
IPC分类号	H01L51/50 C07D323/00 C07D405/14 C07D413/14 C07D471/06 C09K11/06 H05B33/14 H05B33/22		
FI分类号	C09K11/06.610 C09K11/06.615 C09K11/06.625 C09K11/06.645 C09K11/06.650 C09K11/06.655 C09K11/06.660 C09K11/06.690 C07D323/00 C07D405/14 C07D413/14 C07D471/06 H05B33/14.B H05B33/22.B H05B33/22.D		
F-TERM分类号	3K007/AB03 3K007/AB11 3K007/AB14 3K007/AB18 3K007/DB03 3K007/FA01 4C022/NA02 4C063/AA05 4C063/BB06 4C063/CC80 4C063/DD08 4C063/DD12 4C063/DD14 4C063/DD26 4C063/DD58 4C063/EE10 4C065/AA07 4C065/AA18 4C065/BB09 4C065/CC01 4C065/DD01 4C065/EE05 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC45 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/DD78 3K107/GG06		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供一种有机电致发光元件材料，其通过旋涂法可以容易地形成薄膜并且具有高纯度。具有环状芳基醚骨架或环状芳基硫醚骨架的化合物，其被称为有机电致发光元件材料，或源自电荷传输体的发光物质或电荷传输有机基团有机电致发光元件材料是包含至少一种直接或通过二价有机基团与骨架键合的化合物，例如由下式表示的化合物：
嵌入图片【选择图】无

