

(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2009-215333

(P2009-215333A)

(43) 公開日 平成21年9月24日 (2009.9.24)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C09K 11/06 (2006.01)</b>	C09K 11/06 610	3K107
<b>H01L 51/50 (2006.01)</b>	C09K 11/06 620	4C023
C07C 15/27 (2006.01)	C09K 11/06 645	4C037
C07C 211/54 (2006.01)	C09K 11/06 615	4C055
C07C 43/275 (2006.01)	C09K 11/06 660	4C204
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 91 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2008-57115 (P2008-57115)  
 (22) 出願日 平成20年3月7日 (2008.3.7)

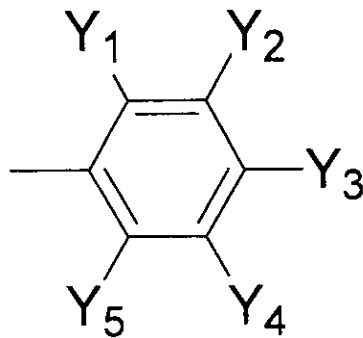
(71) 出願人 000222118  
 東洋インキ製造株式会社  
 東京都中央区京橋2丁目3番13号  
 (72) 発明者 岩田 貫  
 東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋  
 インキ製造株式会社内  
 (72) 発明者 高田 泰行  
 東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋  
 インキ製造株式会社内  
 Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 BB03 BB04  
 BB06 CC02 CC04 CC12 CC21  
 CC24 DD53 DD59 DD67 DD68  
 DD69  
 4C023 CA07  
 4C037 HA08 HA23 PA06  
 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、低電圧駆動、長寿命、耐熱性等優れた特性を示す有機EL素子用材料の提供。

【解決手段】 フェナントレン骨格の2及び7位に下記の置換基を有する有機EL素子用材料。



(式中 Y<sub>1</sub>ないし Y<sub>5</sub> は H、または置換基を表す。但し、Y<sub>1</sub>および Y<sub>2</sub>の少なくとも一つは、H 以外のアルキル基、置換アミノ基芳香族基、複素環基等の置換基である。)

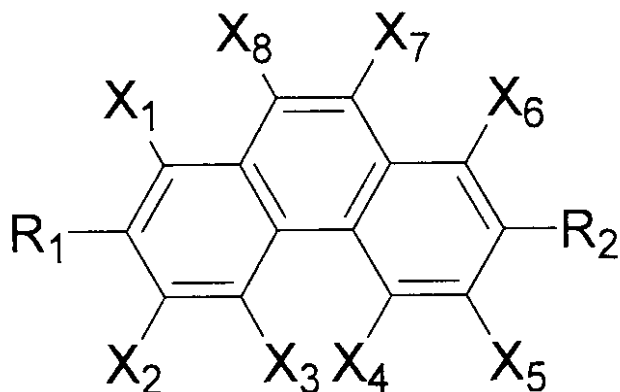
## 【特許請求の範囲】

## 【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

20

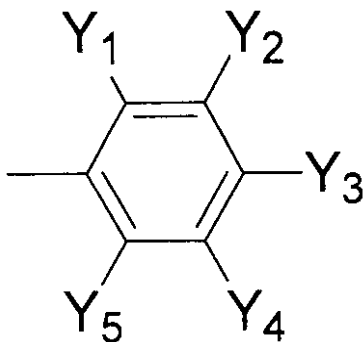
(式中、 $X_1$ ないし $X_8$ は、それぞれ独立に、水素原子、ヒドロキシル基、置換もしくは無置換のアミノ基、置換もしくは無置換のアルキル基、置換もしくは無置換のアルケニル基、置換もしくは無置換のアルキニル基、置換もしくは無置換のシクロアルキル基、置換もしくは無置換のアルコキシ基、置換もしくは無置換のアリールオキシ基、置換もしくは無置換の芳香族基、置換もしくは無置換の複素環基、置換もしくは無置換のアラルキル基、置換もしくは無置換のアルキルチオ基、置換もしくは無置換のアリールチオ基、置換もしくは無置換のシリル基、置換もしくは無置換のホスフィン基、または、置換もしくは無置換のホスフィンオキシド基を表す。

$R_1$ および $R_2$ は、それぞれ独立に、下記一般式〔2〕で表される基である。)

30

一般式〔2〕

【化 2】



40

(式中、 $Y_1$ ないし $Y_5$ は、それぞれ独立に、水素原子、ヒドロキシル基、置換もしくは無置換のアミノ基、置換もしくは無置換のアルキル基、置換もしくは無置換のアルケニル基、置換もしくは無置換のアルキニル基、置換もしくは無置換のシクロアルキル基、置換もしくは無置換のアルコキシ基、置換もしくは無置換のアリールオキシ基、置換もしくは無

50

置換の芳香族基、置換もしくは無置換の複素環基、置換もしくは無置換のアラルキル基、置換もしくは無置換のアルキルチオ基、置換もしくは無置換のアリールチオ基、置換もしくは無置換のシリル基、置換もしくは無置換のホスフィン基、または、置換もしくは無置換のホスフィンオキシド基を表す。但し、 $Y_1$ および $Y_2$ において、少なくとも一つは、水素原子以外の置換基である。)

【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対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。

10

【請求項 4】

陽極と陰極とからなる一対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発光層が請求項 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】

陽極と陰極とからなる一対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、発光層が少なくとも請求項 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と縮合多環芳香族化合物、またはリン光発光材料との混合層からなる請求項 4 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

20

【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いる。

30

【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 ~ 10 V の直流電圧での輝度が数 1000 (cd/m<sup>2</sup>)、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。

40

【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)。

50

## 【 0 0 0 6 】

【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】WO 2005 / 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】WO 2002 / 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】WO 2007 / 017995 号パンフレット

10

【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】

## 【 0 0 0 7 】

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】

## 【 0 0 0 8 】

20

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。

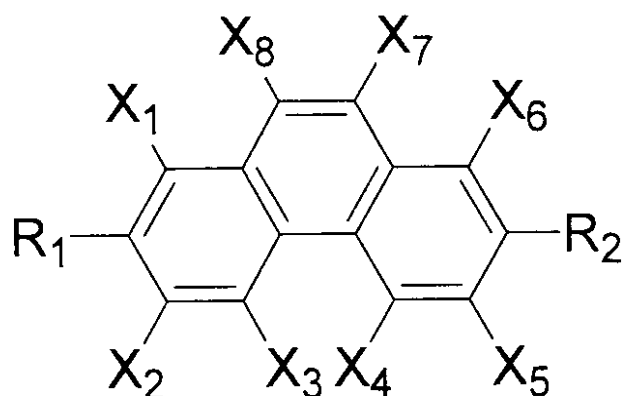
## 【 0 0 0 9 】

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。

## 【 0 0 1 0 】

一般式 [ 1 ]

【化 1】



30

40

## 【 0 0 1 1 】

(式中、 $X_1$ ないし $X_8$ は、それぞれ独立に、水素原子、ヒドロキシ基、置換もしくは無置換のアミノ基、置換もしくは無置換のアルキル基、置換もしくは無置換のアルケニル基、置換もしくは無置換のアルキニル基、置換もしくは無置換のシクロアルキル基、置換もしくは無置換のアルコキシ基、置換もしくは無置換のアリールオキシ基、置換もしくは無置換の芳香族基、置換もしくは無置換の複素環基、置換もしくは無置換のアラルキル基、置換もしくは無置換のアルキルチオ基、置換もしくは無置換のアリールチオ基、置換もしくは無置換のシリル基、置換もしくは無置換のホスフィン基、または、置換もしくは無置

50

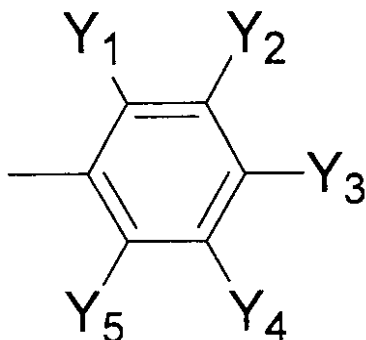
換のホスフィンオキシド基を表す。式中、 $R_1$ および $R_2$ は、それぞれ独立に、下記一般式〔2〕で表される基である。）

【0012】

一般式〔2〕

【0013】

【化2】



10

【0014】

（式中、 $Y_1$ ないし $Y_5$ 、はそれぞれ独立に、水素原子、ヒドロキシル基、置換若しくは無置換のアミノ基、置換若しくは無置換のアルキル基、置換若しくは無置換のアルケニル基、置換若しくは無置換のアルキニル基、置換若しくは無置換のシクロアルキル基、置換若しくは無置換のアルコキシ基、置換若しくは無置換のアリールオキシ基、置換若しくは無置換の芳香族基、置換若しくは無置換の複素環基、置換若しくは無置換のアラルキル基、置換若しくは無置換のアルキルチオ基、置換若しくは無置換のアリールチオ基、置換若しくは無置換のシリル基、置換若しくは無置換のホスフィン基、または、置換若しくは無置換のホスフィンオキシド基を表す。但し、 $Y_1$ および $Y_2$ において、少なくとも一つは、水素原子以外の置換基である。）

20

【0015】

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。

30

【0016】

また、本発明は、陽極と陰極とからなる一対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。

【0017】

また、本発明は、陽極と陰極とからなる一対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発光層が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有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

40

【0018】

また、本発明は、陽極と陰極とからなる一対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、発光層が少なくとも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と縮合多環芳香族化合物、またはリン光発光材料との混合層からな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】

【0019】

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、

50

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。

【発明を実施するための最良の形態】

【0020】

以下、詳細にわたって本発明を説明する。

【0021】

本発明における一般式[1]の $X_1$ ないし $X_8$ は、それぞれ独立に、水素原子、ヒドロキシ基、置換もしくは無置換のアミノ基、置換もしくは無置換のアルキル基、置換もしくは無置換のアルケニル基、置換もしくは無置換のアルキニル基、置換もしくは無置換のシクロアルキル基、置換もしくは無置換のアルコキシ基、置換もしくは無置換のアリールオキシ基、置換もしくは無置換の芳香族基、置換もしくは無置換の複素環基、置換もしくは無置換のアラルキル基、置換もしくは無置換のアルキルチオ基、置換もしくは無置換のアリールチオ基、置換もしくは無置換のシリル基、置換もしくは無置換のホスフィン基、または、置換もしくは無置換のホスフィンオキシド基を表す。また、 $R_1$ 、 $R_2$ は、それぞれ独立に、一般式[2]で表される。

【0022】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは未置換のアミノ基としては、好ましくは炭素数1~40を有する置換アミノ基であり、例えば、メチルアミノ基、ジメチルアミノ基、エチルアミノ基、ジエチルアミノ基、プロピルアミノ基、ジプロピルアミノ基、ブチルアミノ基、ジブチルアミノ基、ベンジルアミノ基、ジベンジルアミノ基、(m-トリル)アミノ基、(p-トリル)アミノ基、フェニルメチルアミノ基、フェニルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジ-m-トリルアミノ基、ジ-p-トリルアミノ基、ジ-p-ピリジルアミノ基、ジ-m-ピリジルアミノ基、フェニルチオフェニルアミノ基、ジフェニルチオアミノ基、ジフラニルアミノ基、ジ-p-ピフェニルアミノ基、ジ(4-メチルピフェニル)アミノ基、ナフチルフェニルアミノ基、ジナフチルアミノ基、フェニル-p-ピフェニルアミノ基、ビス[4-( $\text{---}$ )-ジメチルベンジル]フェニル]アミノ基、ホルミルアミノ基、アセチルアミノ基、プロピオニルアミノ基、ブチリルアミノ基、イソブチリルアミノ基、ベンゾイルアミノ基などが挙げられる。

【0023】

$X_1$ ないし $X_8$ 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、ステアリ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、 $\text{---}$ -フェノキシベンジル基、 $\text{---}$ -ジメチルベンジル基、 $\text{---}$ -メチルフェニルベンジル基、 $\text{---}$ -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、 $\text{---}$ -ベンジルオキシベンジル基などが挙げられる。

【0024】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは未置換のアルケニル基としては、好ましくは炭素数2~40を有する置換もしくは未置換のアルケニル基であり、例えば、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、オレイル基、エイコサペンタエニル基、ドコサヘキサエニル基、trans-フェニルビニル基、p-ジフェニルアミノ-trans-フェニルビニル基、2,2-ジフェニルビニル基、1,2,2-トリフェニルビニル基、2-フェニル-2-プロペニル基、2,2-ジシアノエテニル基、1-メチルエテニル基、2-メチルエテ

10

20

30

40

50

ニル基などが挙げられる。

【0025】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは未置換のアルキニル基としては、好ましくは炭素数2～40を有する置換もしくは未置換のアルキニル基であり、例えば、エチニル基、メチルエチニル基、エチルエチニル基、プロピルエチニル基、ブチルエチニル基、シアノエチニル基、フルオロエチニル基、トリフルオロメチルエチニル基、フェニルエチニル基、p-トリルエチニル基、p-ビフェニルエチニル、p-トリフルオロメチルフェニルエチニル基、p-シアノフェニルエチニル基、1-ナフチルエチニル基、2-ナフチルエチニル基、10-アンスリルエチニル基、p-メトキシフェニルエチニル基、p-フルオロフェニルエチニル基、フリルエチニル基、チエニルエチニル基、ピリジルエチニル基、N-カルバゾリルエチニル基、3-カルバゾリルエチニル基、シリル基、トリメチルシリルエチニル基、トリメトキシシリルエチニル基、ジフェニルシリルエチニル基、トリフェニルシリルエチニル基などが挙げられる。

10

【0026】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換若しくは無置換のシクロアルキル基としては、好ましくは炭素数4～8を有する置換若しくは未置換のシクロアルキル基であり、例えば、シクロブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基、シクロオクチル基、シクロパーフルオロブチル基、シクロパーフルオロペンチル基、シクロパーフルオロヘキシル基、シクロパーフルオロヘプチル基、シクロパーフルオロオクチル基、アダマンチル基などが挙げられる。

20

【0027】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換若しくは未置換のアルコキシ基としては、好ましくは炭素数1～40を有する置換若しくは未置換のアルコキシ基であり、更に好ましくは炭素数1～10を有する置換若しくは未置換のアルコキシ基であり、例えば、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、n-ブトキシ基、t-ブトキシ基、n-オクチルオキシ基、t-オクチルオキシ基、トリクロロメトキシ基、1,1,2,2-テトラフルオロエトキシ基、ペンタフルオロプロポキシ基、6-(パーフルオロエチル)ヘキシルオキシ基、2,2,3,3-テトラフルオロプロポキシ基、1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロ-2-プロポキシ基、ベンジルオキシ基などが挙げられる。

30

【0028】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換若しくは無置換のアリールオキシ基としては、好ましくは炭素数6～40を有する置換若しくは無置換のアリールオキシ基であり、例えば、フェノキシ基、4-ニトロフェノキシ基、4-tert-ブチルフェノキシ基、3-フルオロフェノキシ基、ペンタフルオロフェノキシ基、3-トリフルオロメチルフェノキシ基、1-ナフチルオキシ基、2-ナフチルオキシ基、10-アンスリルオキシ基、オクチルフェノキシ基などが挙げられる。

【0029】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは未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-ピレニル基、2-ピレニル基、2-アズレニル基、o-トリル基、m-トリル基、p-トリル基、o-エチルフェニル基、m-エチルフェニル基、p-エチルフェニル基、o-メトキシフェニル基、m-メトキシフェニル基、p-メトキシフェニル基、o-フルオロフェニル基、m-フルオロフェニル基、p-フルオロフェニル基、m-トリクロロメチルフェニル基、p-トリクロロメチルフェニル基、m-トリフルオロメチルフェニル基、p-トリフルオロメチルフェニル基、o-ニトロフェニル基、p-ニトロフェニル基、p-シアノフェニル基、4-メチルビフェニル基、4-エチルビフェニル基、4-シクロヘキシルビフェニル基、ターフェ

40

50

ニル基、3, 5 - ジクロロフェニル基、5 - メチル - 1 - ナフチル基、5 - メチル - 8 - ナフチル基、スピロフルオレニル基などが挙げられる。

#### 【0030】

$X_1$ ないし $X_8$ 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、ピペリジニル基、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。

10

#### 【0031】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは未置換のアラルキル基としては、好ましくは炭素数6～50を有する置換もしくは未置換のアラルキル基であり、更に好ましくは炭素数6～20を有する置換もしくは未置換のアラルキル基であり、例えば、ベンジル基、1 - フェニルエチル基、2 - フェニルエチル基、1 - フェニルイソプロピル基、2 - フェニルイソプロピル基、フェニル - t - ブチル基、 - ナフチルメチル基、1 - - ナフチルエチル基、2 - - ナフチルエチル基、1 - - ナフチルイソプロピル基、2 - - ナフチルイソプロピル基、1 - ピロリルメチル基、2 - (1 - ピロリル)エチル基、p - メチルベンジル基、m - メチルベンジル基、o - メチルベンジル基、p - クロロベンジル基、m - クロロベンジル基、o - クロロベンジル基、p - ブロモベンジル基、m - ブロモベンジル基、o - ブロモベンジル基、p - ヨードベンジル基、m - ヨードベンジル基、o - ヨードベンジル基、p - ヒドロキシベンジル基、m - ヒドロキシベンジル基、o - ヒドロキシベンジル基、p - アミノベンジル基、m - アミノベンジル基、o - アミノベンジル基、p - ニトロベンジル基、m - ニトロベンジル基、o - ニトロベンジル基、p - シアノベンジル基、m - シアノベンジル基、o - シアノベンジル基、1 - ヒドロキシ - 2 - フェニルイソプロピル基、1 - クロロ - 2 - フェニルイソプロピル基などが挙げられる。

20

30

#### 【0032】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは未置換のアルキルチオ基としては、好ましくは炭素数1～40を有する置換もしくは未置換のアルキルチオ基であり、更に好ましくは炭素数1～10を有する置換もしくは未置換のアルキルチオ基であり、例えば、メチルチオ基、エチルチオ基、プロピルチオ基、tert - ブチルチオ基、ペンチルチオ基、ヘキシルチオ基、オクチルチオ基、デシルチオ基、トリフルオロメチルチオ基などが挙げられる。

40

#### 【0033】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは未置換のアリールチオ基としては、好ましくは炭素数6～50を有する置換もしくは未置換のアリールチオ基であり、更に好ましくは炭素数6～20を有する置換もしくは未置換のアリールチオ基であり、例えば、フェニルチオ基、p - ニトロフェニルチオ基、p - トリルチオ基、p - tert - ブチルフェニルチオ基、3 - フルオロフェニルチオ基、ペンタフルオロフェニルチオ基、3 - トリフルオロメチルフェニルチオ基、1 - ナフチルチオ基などが挙げられる。

#### 【0034】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは未置換のシリル基としては、好ましくは炭素数0～50を有する置換もしくは未置換のシリル基であり、更に好ましくは炭素数0～20を有する置換もしくは未置換のシリル基であり、例えば、シリル基、メチルシリル基、ジメ

50



チルシリル基、トリメチルシリル基、トリエチルシリル基、トリブチルシリル基、トリメトキシシリル基、トリエトキシシリル基、フェニルシリル基、ジフェニルシリル基、トリフェニルシリル基、ジメチルフェニルシリル基、ジフェニルメチルシリル基、ジフェニルメトキシシリル基、ジフェニルエトキシシリル基などが挙げられる。

【 0 0 3 5 】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは無置換のホスフィン基としては、ジメチルホスフィン基、ジフェニルホスフィン基、ジトリルホスフィン基、ジナフチルホスフィン基などが挙げられる。

【 0 0 3 6 】

$X_1$ ないし $X_8$ において、置換もしくは無置換のホスフィンオキシド基としては、ジメチルホスフィンオキシド基、ジフェニルホスフィンオキシド基、ジトリルホスフィンオキシド基、ジナフチルホスフィンオキシド基などが挙げられる。

10

【 0 0 3 7 】

本発明における一般式 [ 2 ] の  $Y_1$ ないし $Y_5$ は、それぞれ独立に、水素原子、ヒドロキシル基、置換もしくは無置換のアミノ基、置換もしくは無置換のアルキル基、置換もしくは無置換のアルケニル基、置換もしくは無置換のアルキニル基、置換もしくは無置換のシクロアルキル基、置換もしくは無置換のアルコキシ基、置換もしくは無置換のアリールオキシ基、置換もしくは無置換の芳香族基、置換もしくは無置換の複素環基、置換もしくは無置換のアラルキル基、置換もしくは無置換のアルキルチオ基、置換もしくは無置換のアリールチオ基、置換もしくは無置換のシリル基、置換もしくは無置換のホスフィン基、または、置換もしくは無置換のホスフィンオキシド基を表す。但し、 $Y_1$ ないし $Y_5$ において少なくとも一つは、水素原子以外の置換基である。

20

【 0 0 3 8 】

$Y_1$ ないし $Y_5$ における置換もしくは無置換のアミノ基、置換もしくは無置換のアルキル基、置換もしくは無置換のアルケニル基、置換もしくは無置換のアルキニル基、置換もしくは無置換のシクロアルキル基、置換もしくは無置換のアルコキシ基、置換もしくは無置換のアリールオキシ基、置換もしくは無置換の芳香族基、置換もしくは無置換の複素環基、置換もしくは無置換のアラルキル基、置換もしくは無置換のアルキルチオ基、置換もしくは無置換のアリールチオ基、置換もしくは無置換のシリル基、置換もしくは無置換のホスフィン基、および、置換もしくは無置換のホスフィンオキシド基は、上述の $X_1$ ないし $X_8$ で示した、置換もしくは無置換のアミノ基、置換もしくは無置換のアルキル基、置換もしくは無置換のアルケニル基、置換もしくは無置換のアルキニル基、置換もしくは無置換のシクロアルキル基、置換もしくは無置換のアルコキシ基、置換もしくは無置換のアリールオキシ基、置換もしくは無置換の芳香族基、置換もしくは無置換の複素環基、置換もしくは無置換のアラルキル基、置換もしくは無置換のアルキルチオ基、置換もしくは無置換のアリールチオ基、置換もしくは無置換のシリル基、置換もしくは無置換のホスフィン基、および、置換もしくは無置換のホスフィンオキシド基と同義である。

30

【 0 0 3 9 】

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。

40

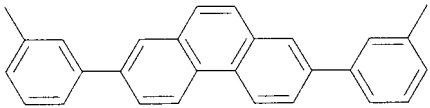
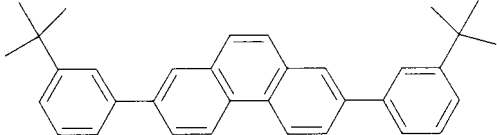

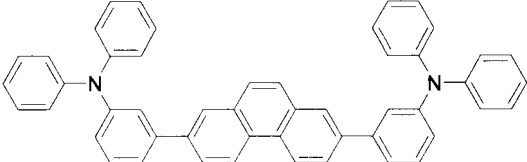
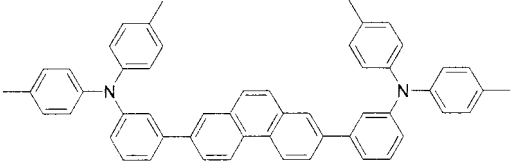

【 0 0 4 0 】

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。

【 0 0 4 1 】

表 1

【表 1】

1	2
	
3	4
	
5	6
	

10

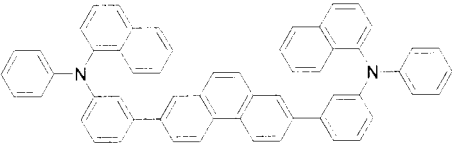
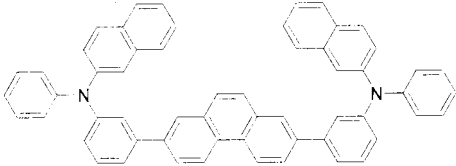
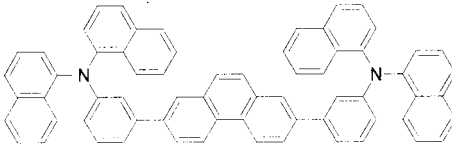
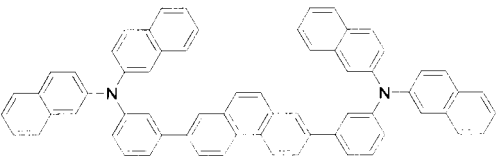
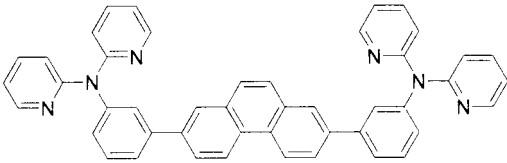
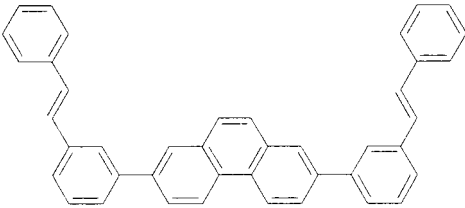
20

30

40

【 0 0 4 2 】

【表 1】

7	8
	
9	10
	
11	12
	

10

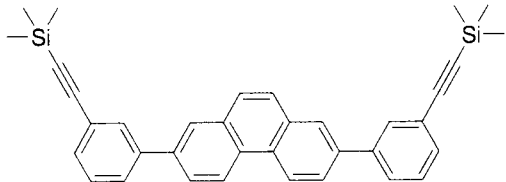
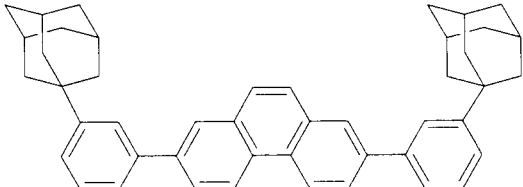
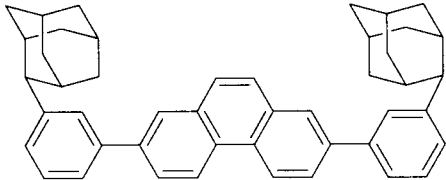
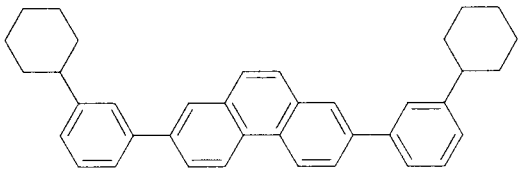
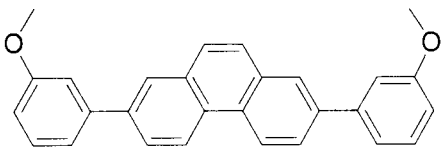
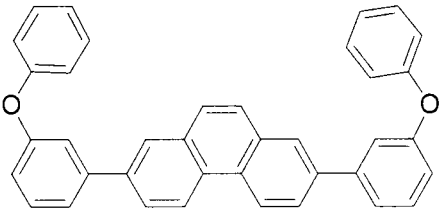
20

30

40

【 0 0 4 3 】

【表 1】

13	14
	
15	16
	
17	18
	

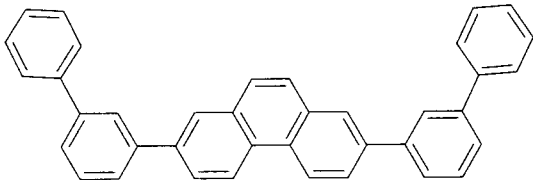
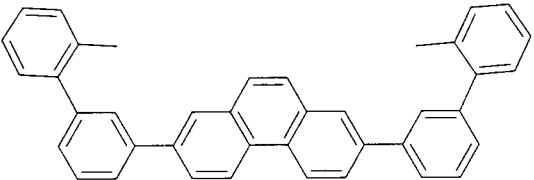
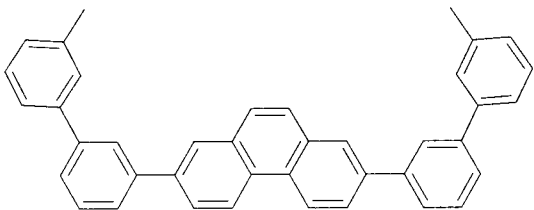
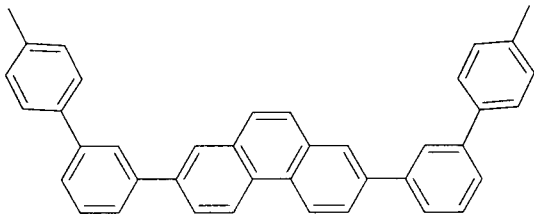
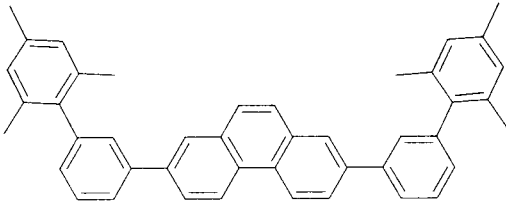
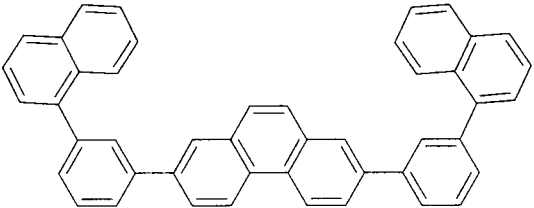
10

20

30

40

【表 1】

19	20
	
21	22
	
23	24
	

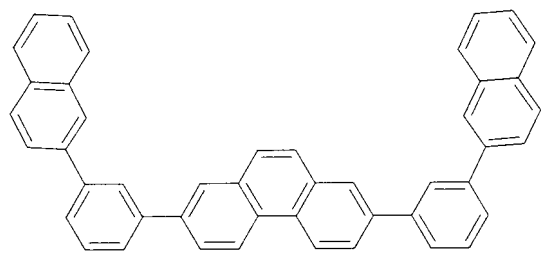
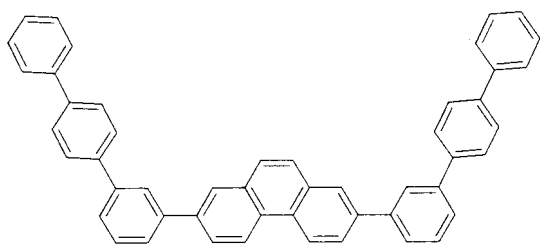
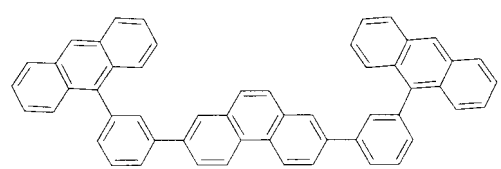
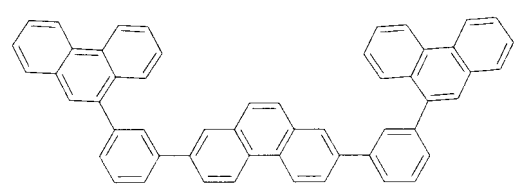
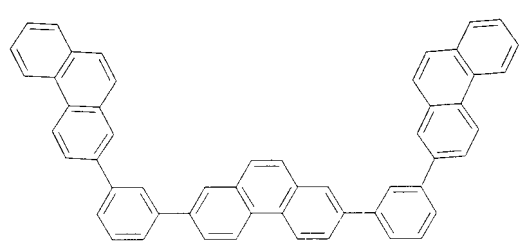
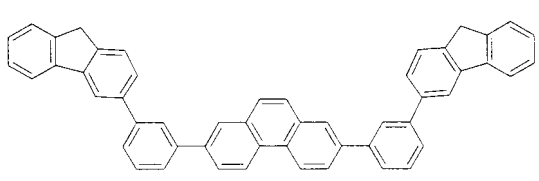
10

20

30

40

【表 1】

25	26
	
27	28
	
29	30
	

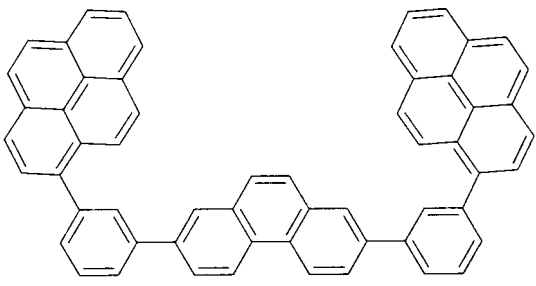
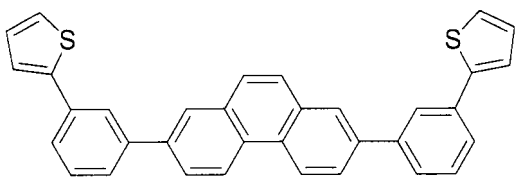
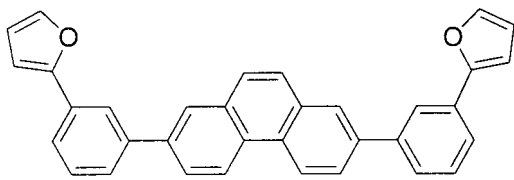
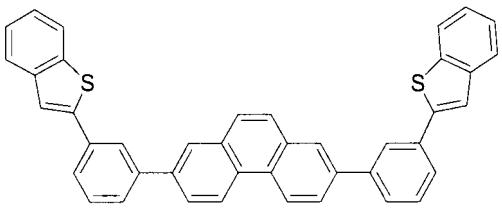
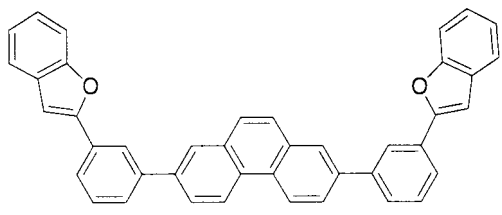
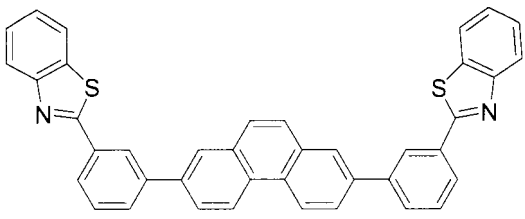
10

20

30

40

【表 1】

31	32
	
33	34
	
35	36
	

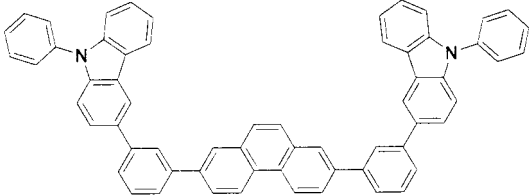
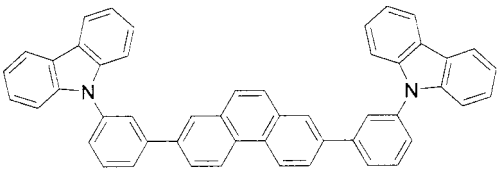
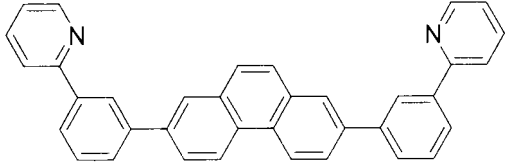
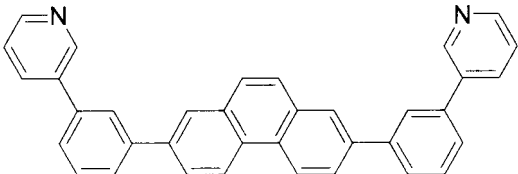
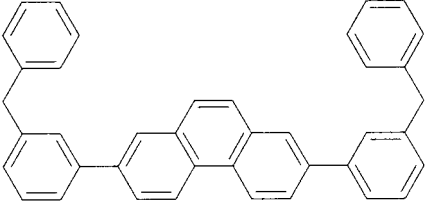
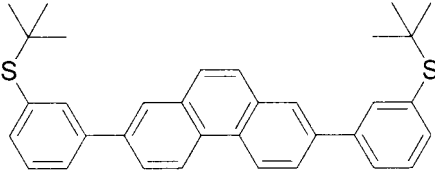
10

20

30

40

【表 1】

37	38
	
39	40
	
41	42
	

10

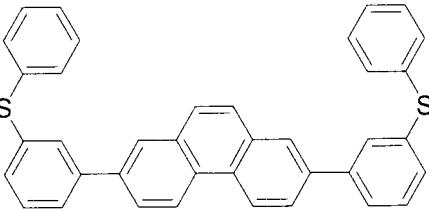
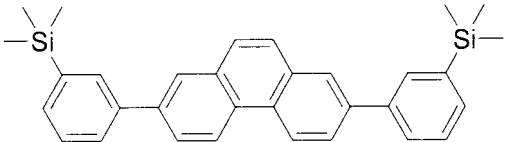
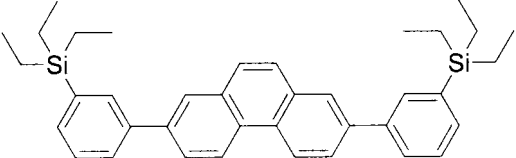
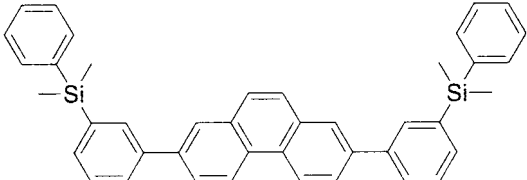
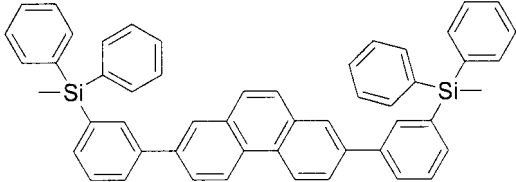
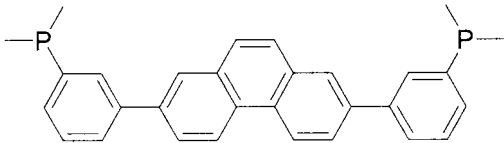
20

30

40



【表 1】

43	44
	
45	46
	
47	48
	

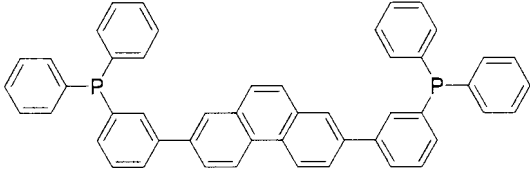
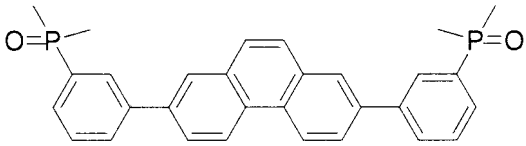
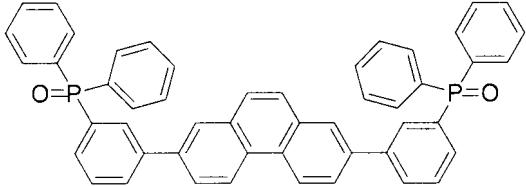
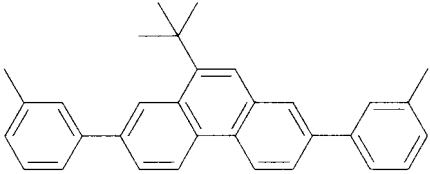
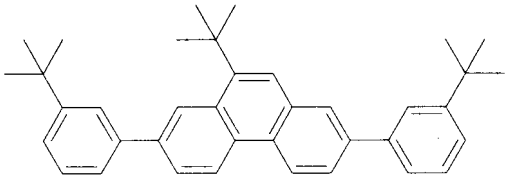
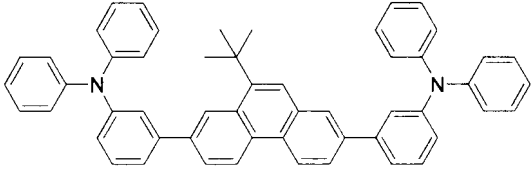
10

20

30

40

【表 1】

49	50
	
51	52
	
53	54
	

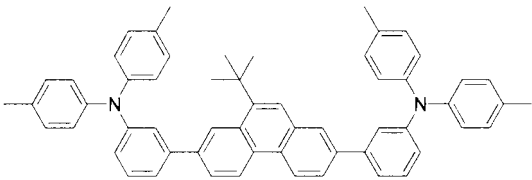
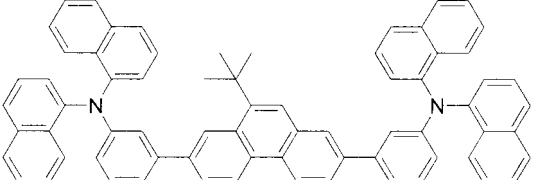
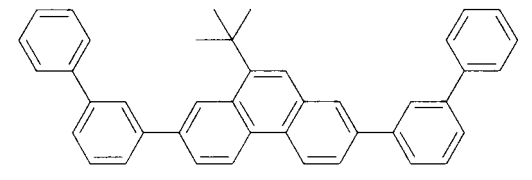
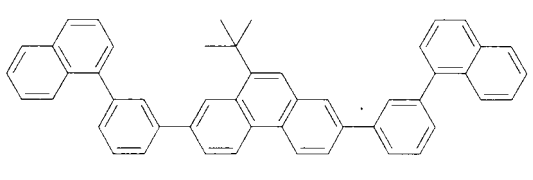
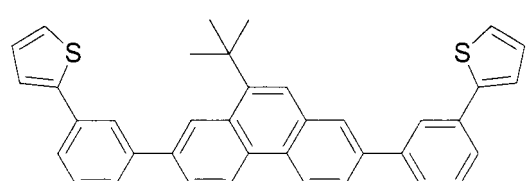
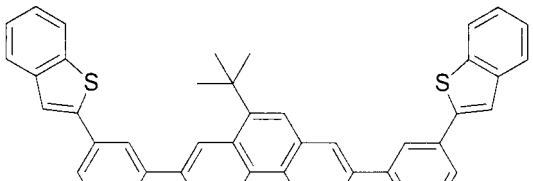
10

20

30

40

【表 1】

55	56
	
57	58
	
59	60
	

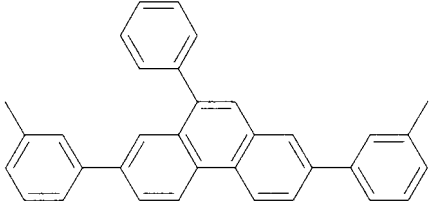
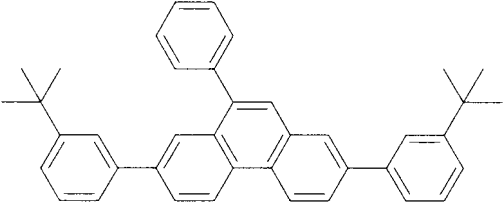
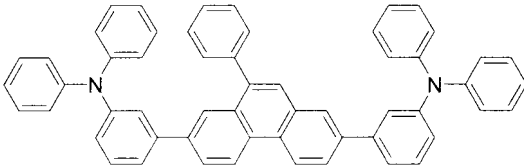
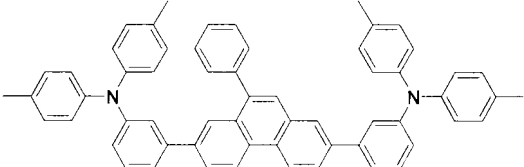
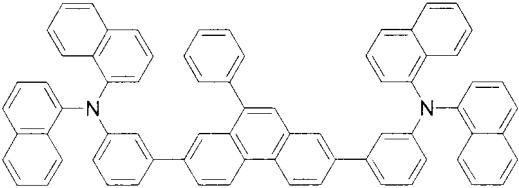
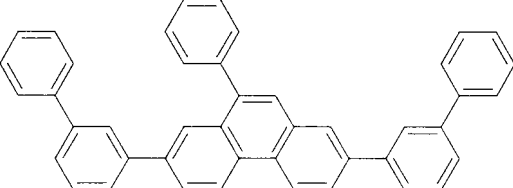
10

20

30

40

【表 1】

61	62
	
63	64
	
65	66
	

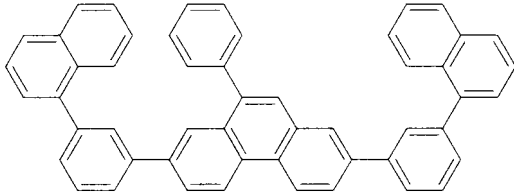
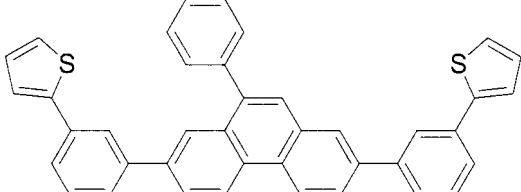
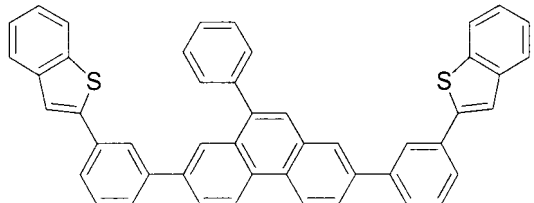
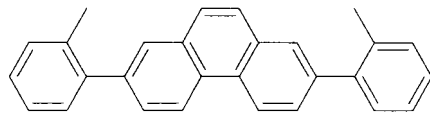
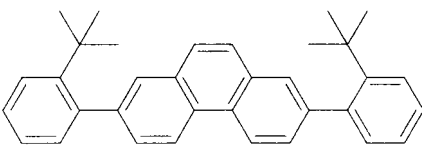
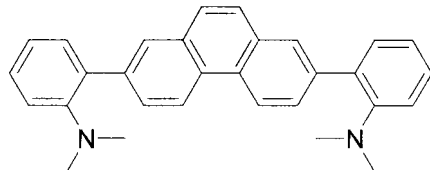
10

20

30

40

【表 1】

67	68
	
69	70
	
71	72
	

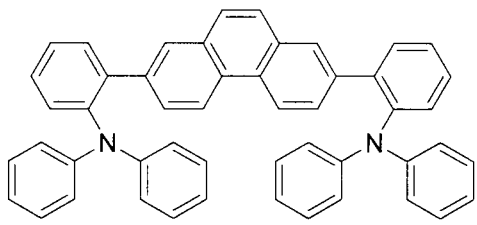
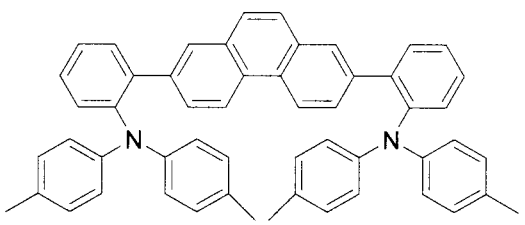
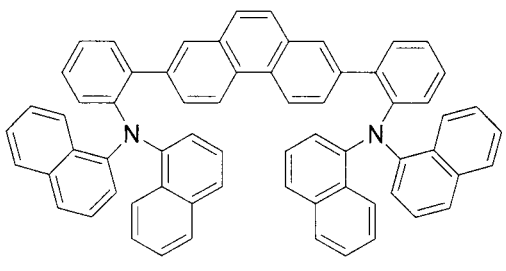
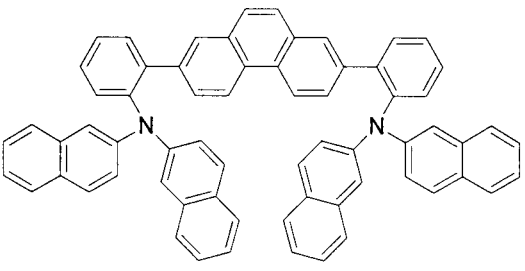
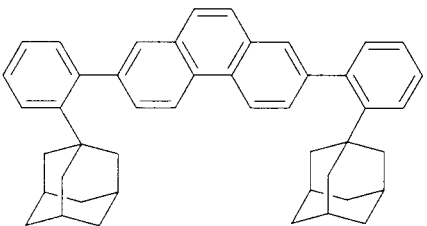
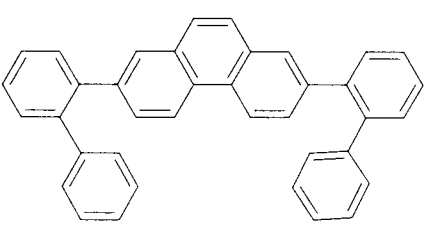
10

20

30

40

【表 1】

73	74
	
75	76
	
77	78
	

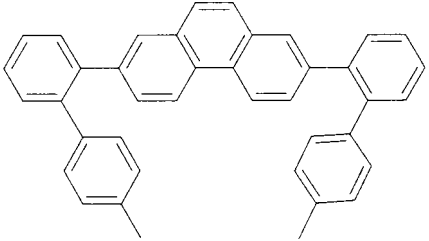
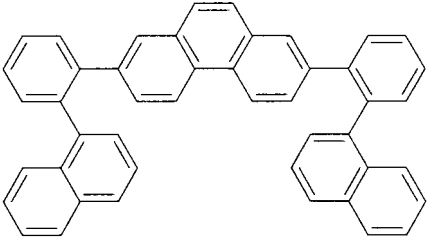
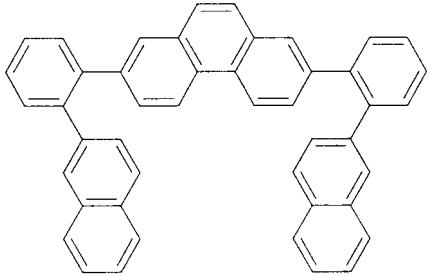
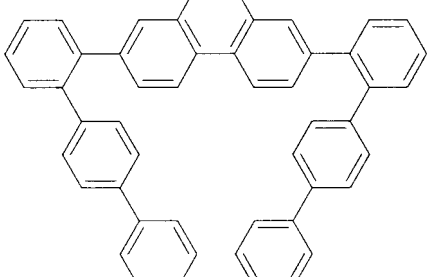
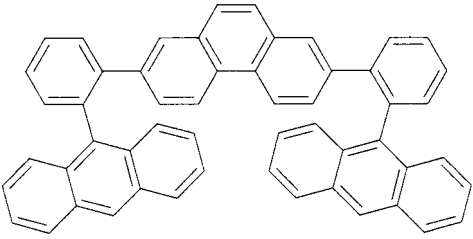
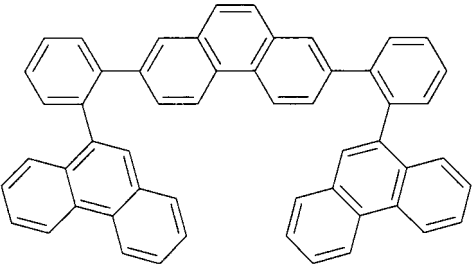
10

20

30

40

【表 1】

79	80
	
81	82
	
83	84
	

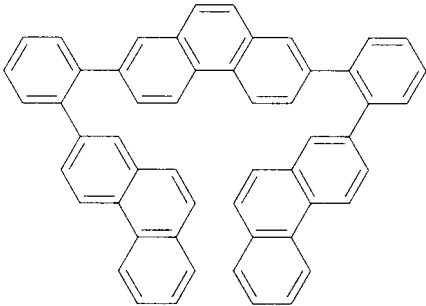
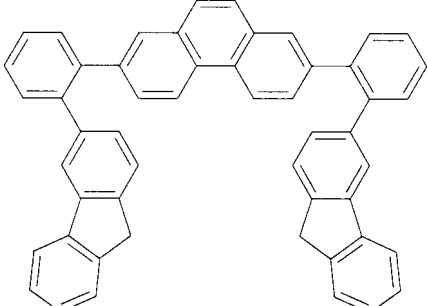
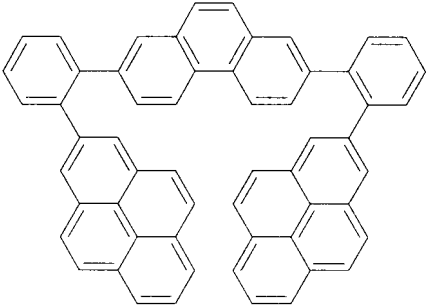
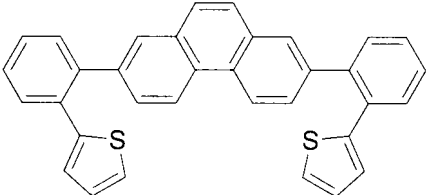
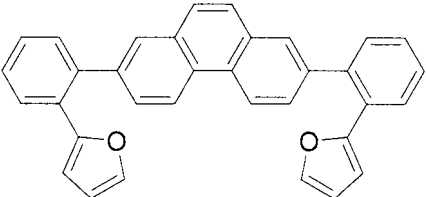
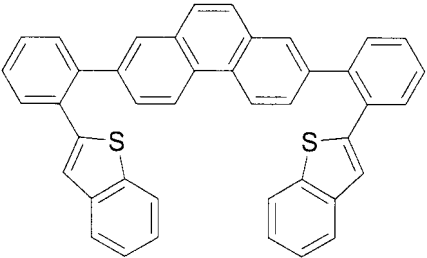
10

20

30

40

【表 1】

85	86
	
87	88
	
89	90
	

10

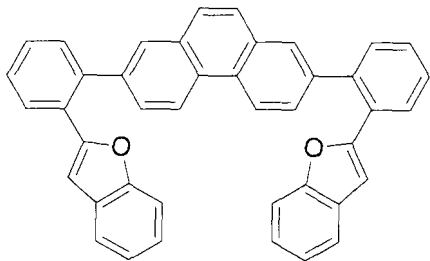
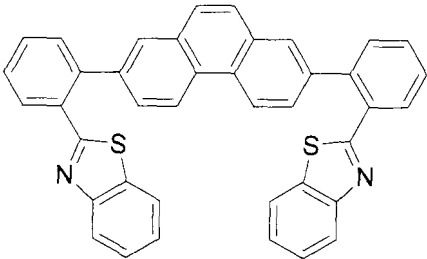
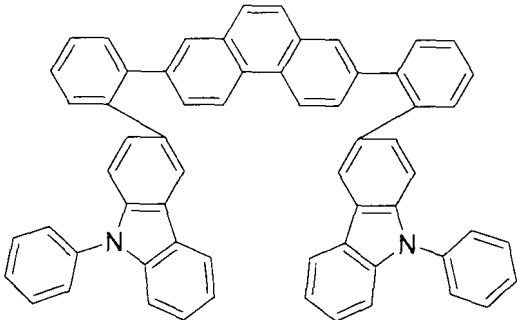
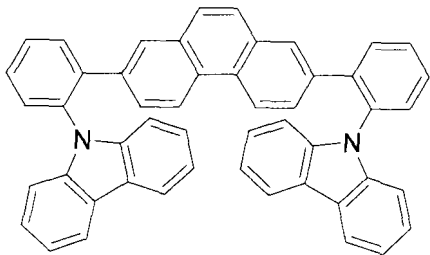
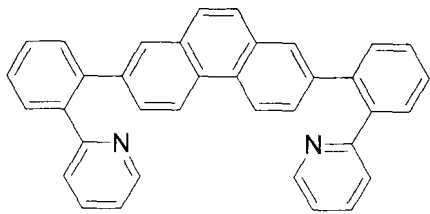
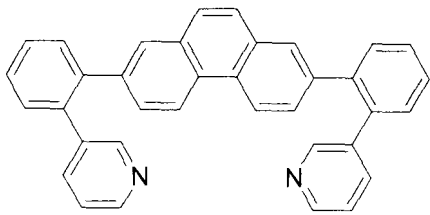
20

30

40



【表 1】

91	92
	
93	94
	
95	96
	

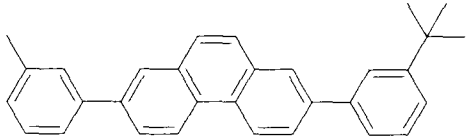
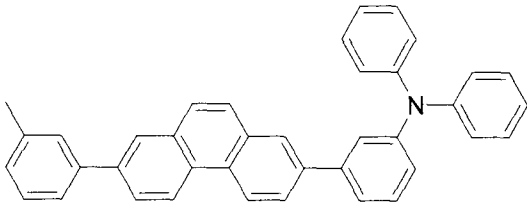
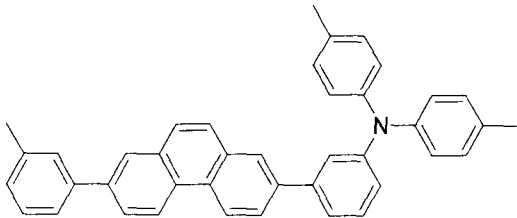
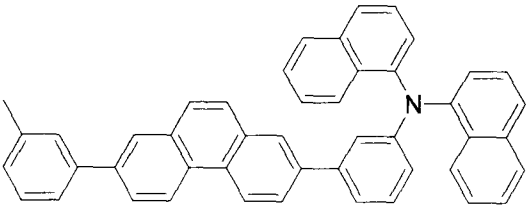
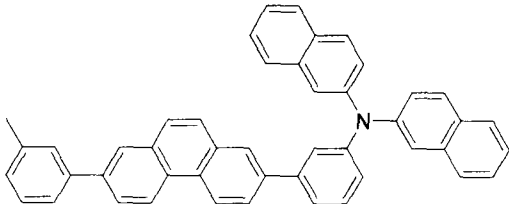
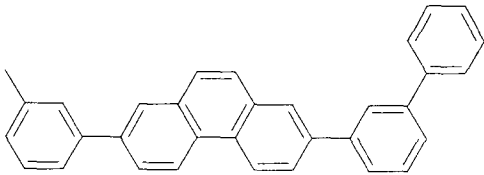
10

20

30

40

【表 1】

97	98
	
99	100
	
101	102
	

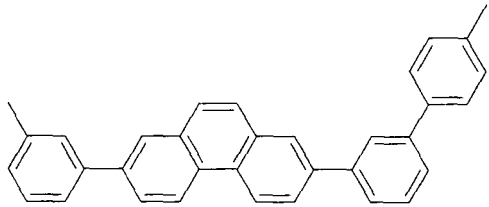
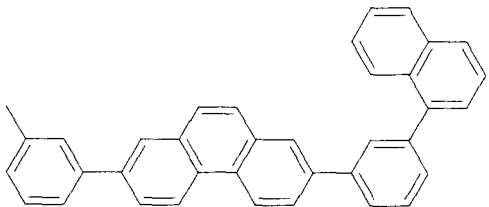
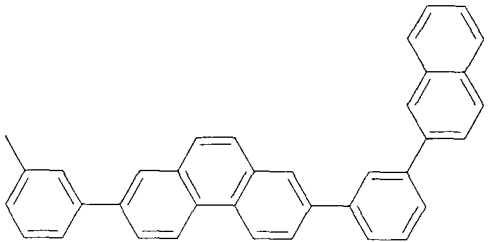
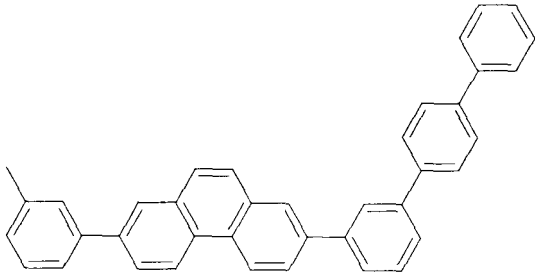
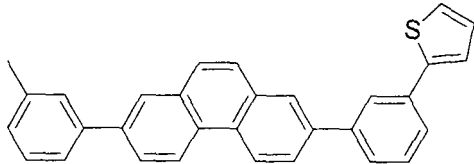
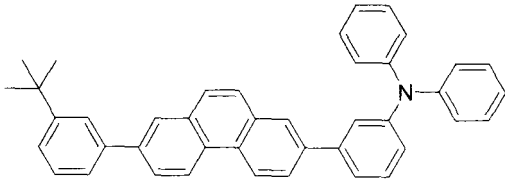
10

20

30

40

【表 1】

103	104
	
105	106
	
107	108
	

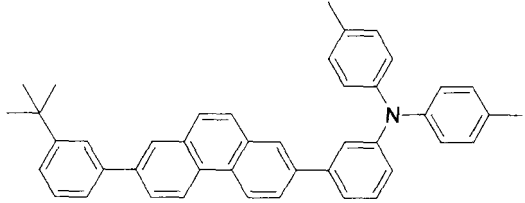
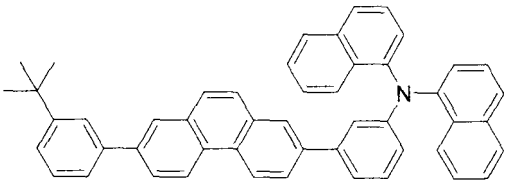
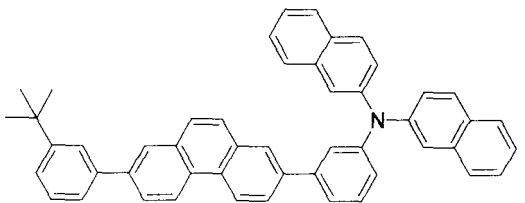
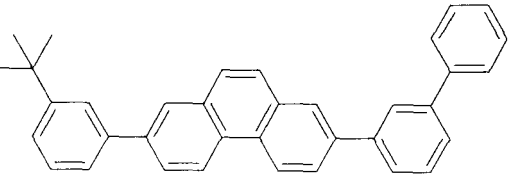
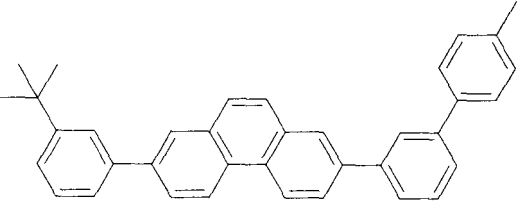
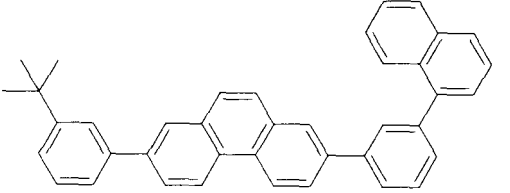
10

20

30

40

【表 1】

109	110
	
111	112
	
113	114
	

10

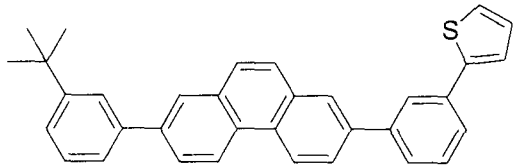
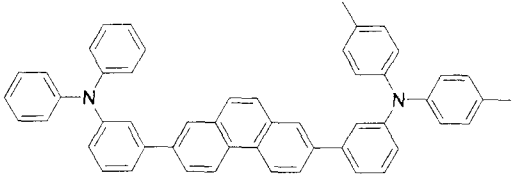
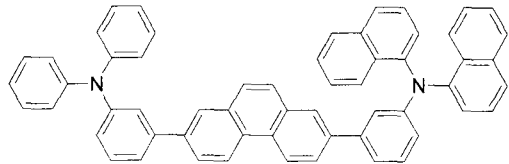
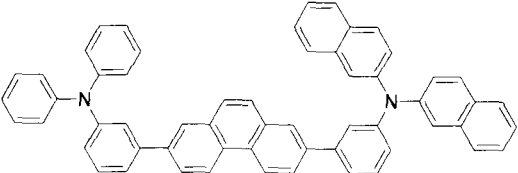
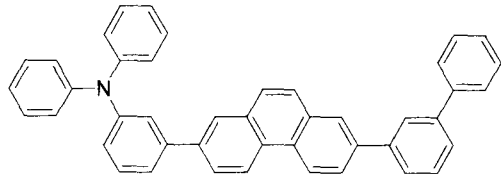
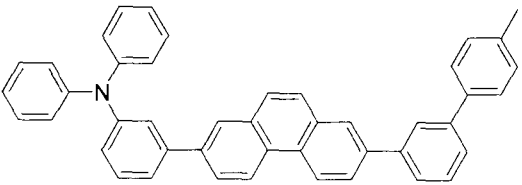
20

30

40

【 0 0 6 0 】

【表 1】

115	116
	
117	118
	
119	120
	

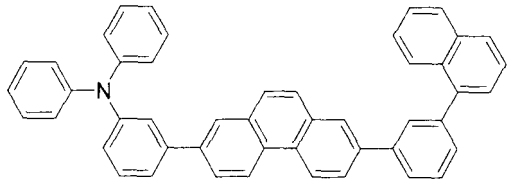
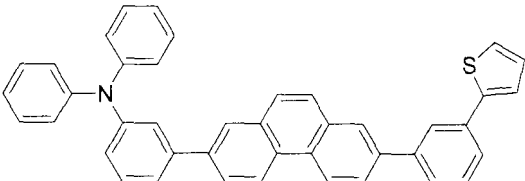
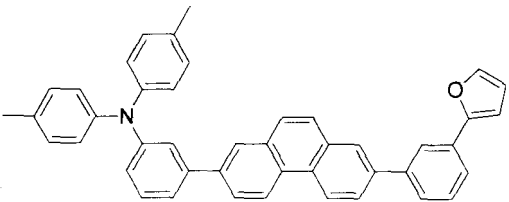
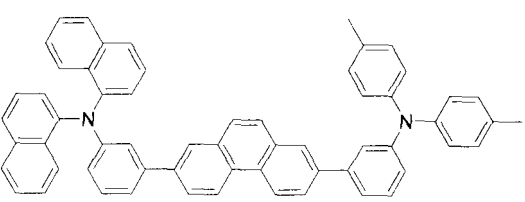
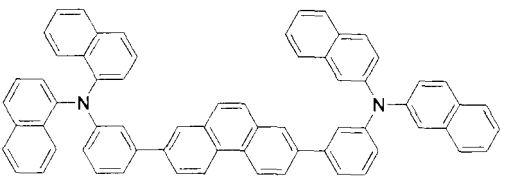
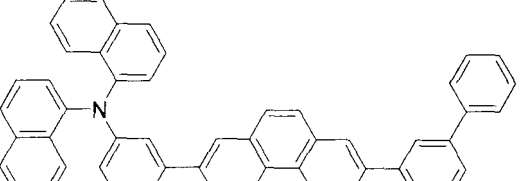
10

20

30

40

【表 1】

121	122
	
123	124
	
125	126
	

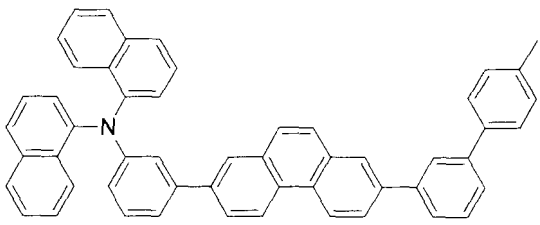
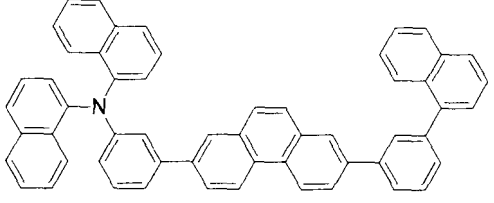
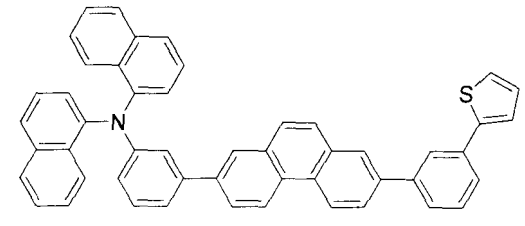
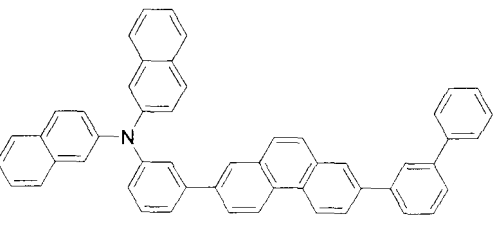
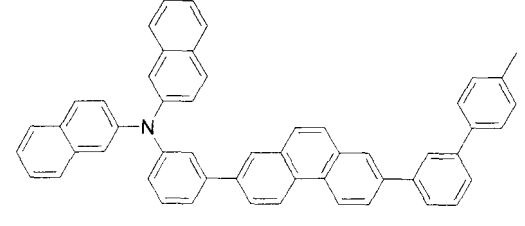
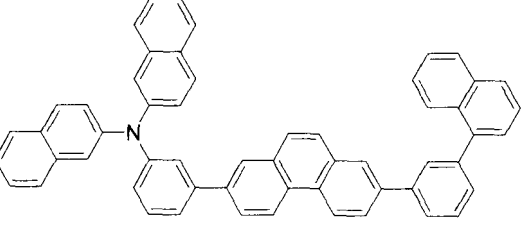
10

20

30

40

【表 1】

127	128
	
129	130
	
131	132
	

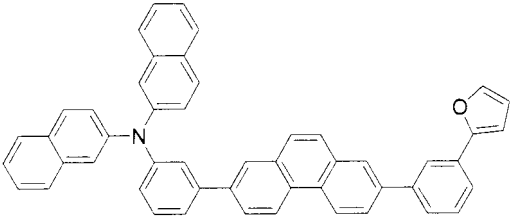
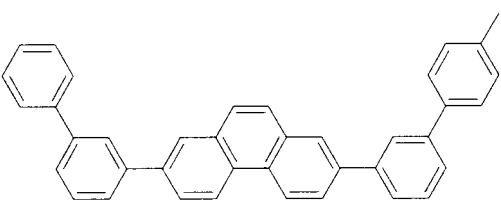
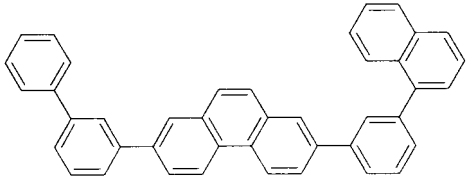
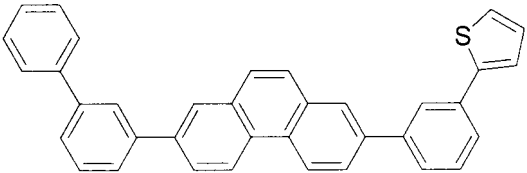
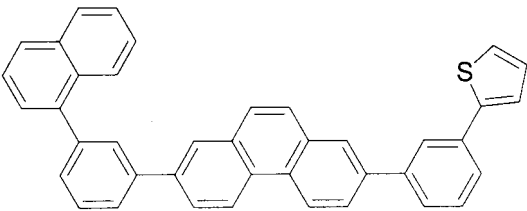
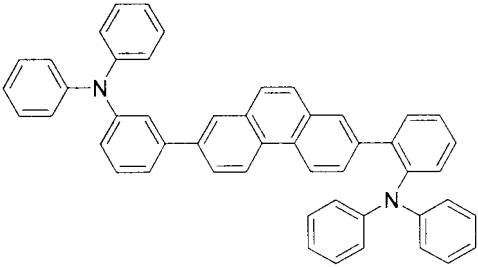
10

20

30

40

【表 1】

133	134
	
135	136
	
137	138
	

10

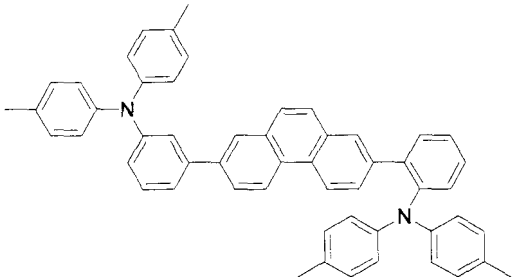
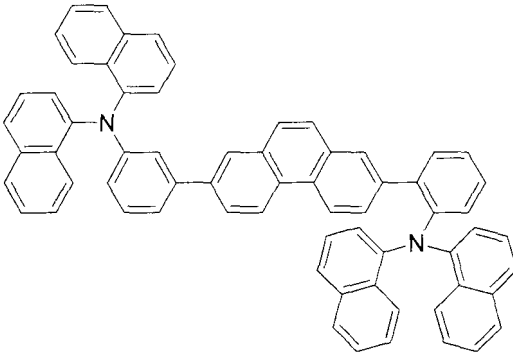
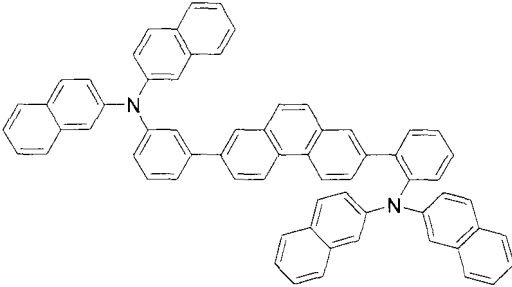
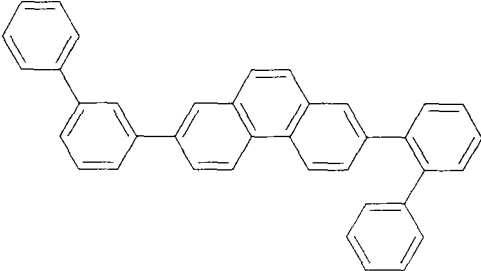
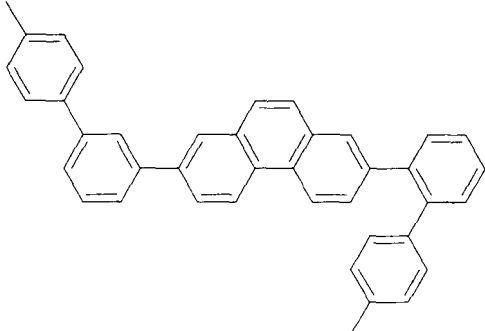
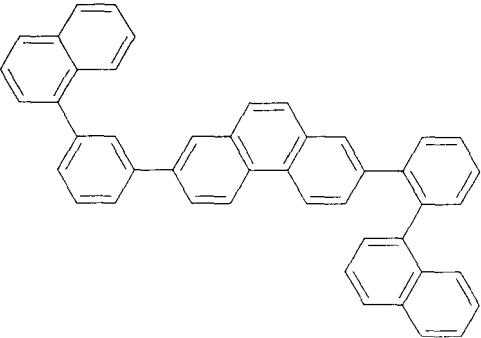
20

30

40



【表 1】

139	140
	
141	142
	
143	144
	

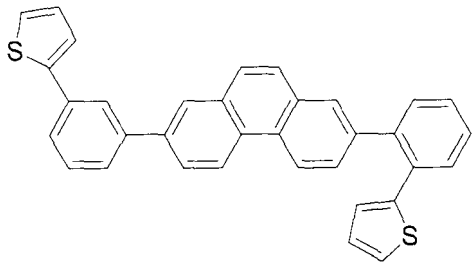
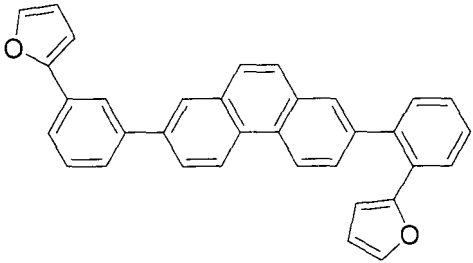
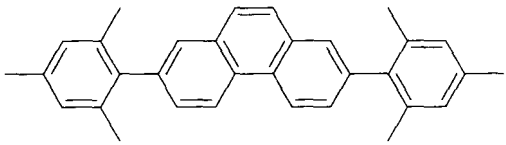
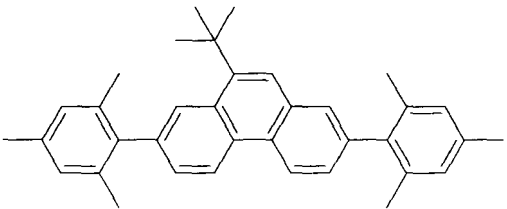
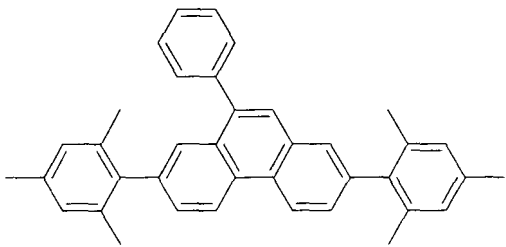
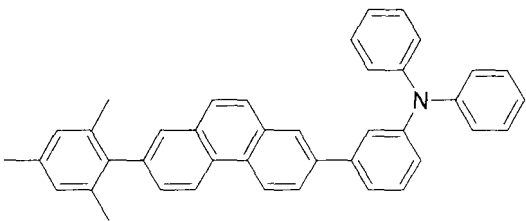
10

20

30

40

【表 1】

145	146
	
147	148
	
149	150
	

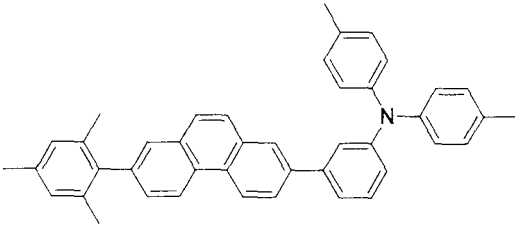
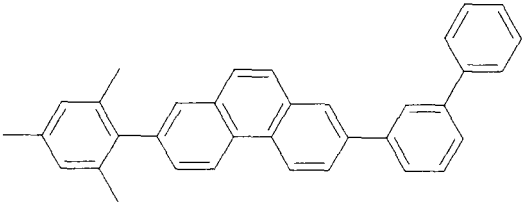
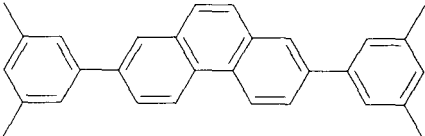
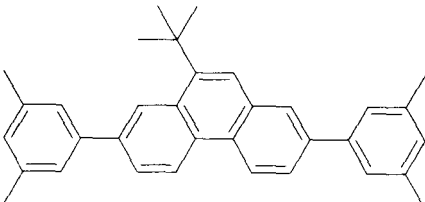
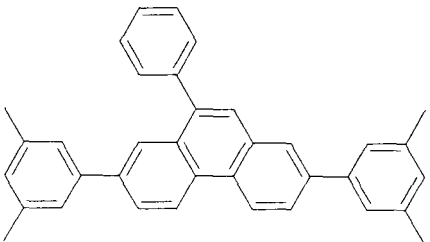
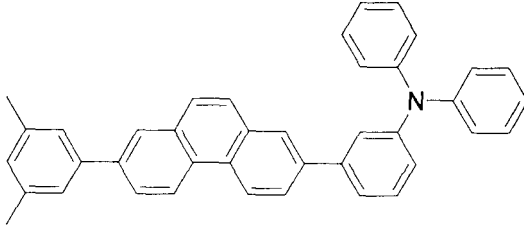
10

20

30

40

【表 1】

151	152
	
153	154
	
155	156
	

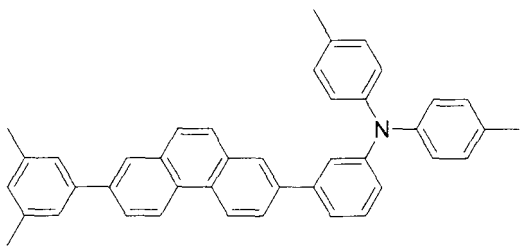
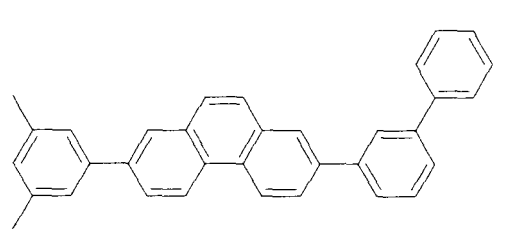
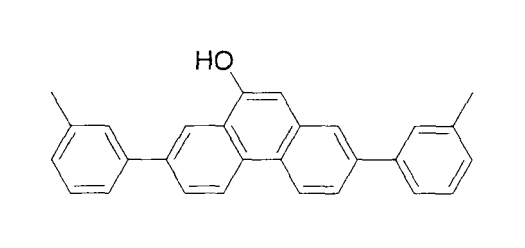
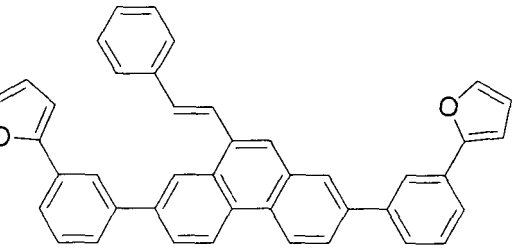
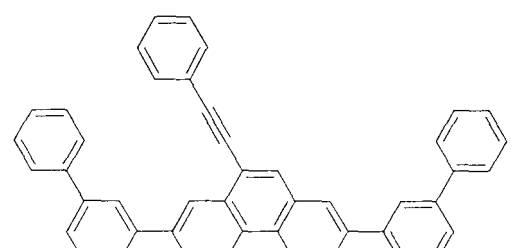
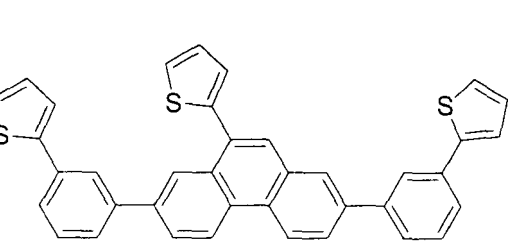
10

20

30

40

【表 1】

157	158
	
159	160
	
161	162
	

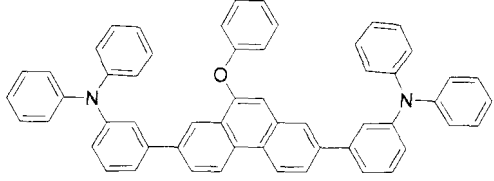
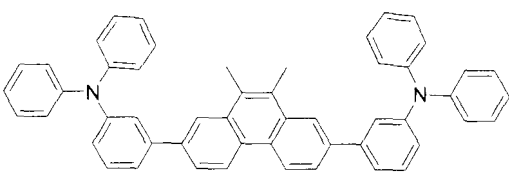
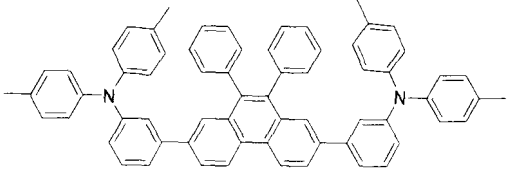
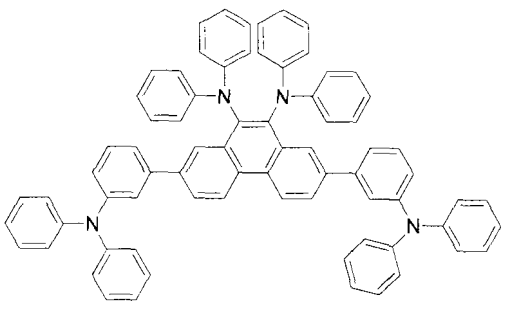
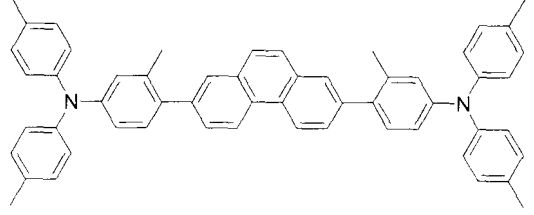
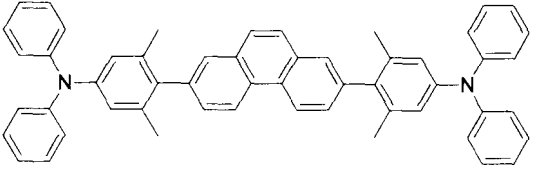
10

20

30

40

【表 1】

163	164
	
165	166
	
167	168
	

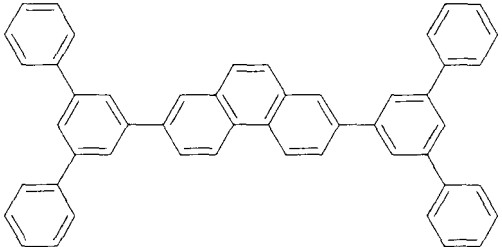
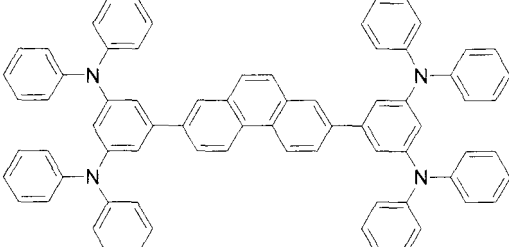
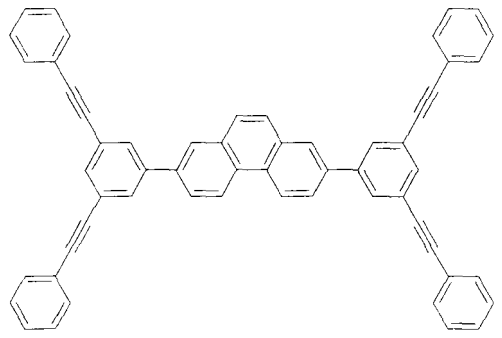
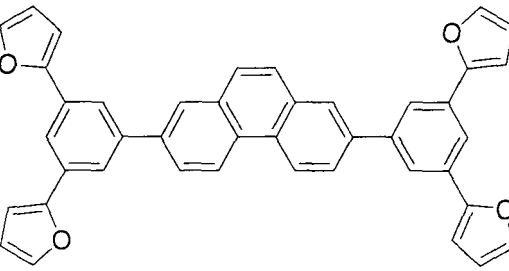
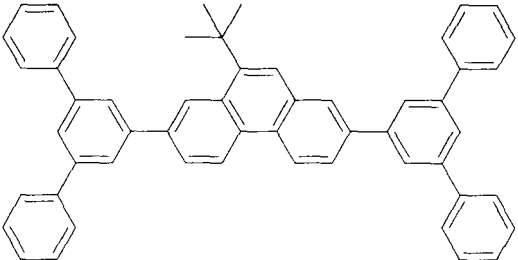
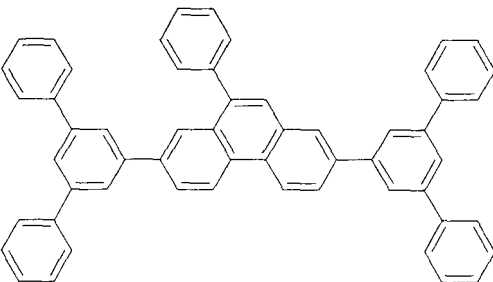
10

20

30

40

【表 1】

169	170
	
171	172
	
173	174
	

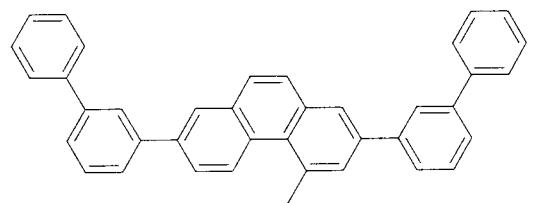
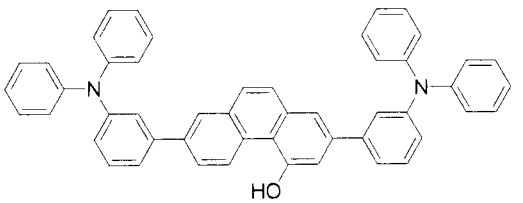
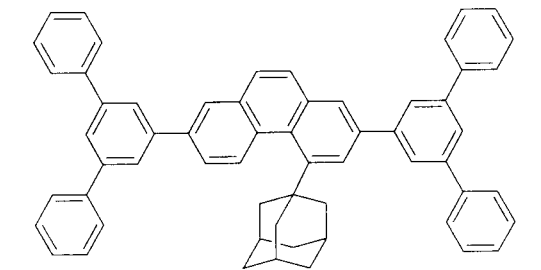
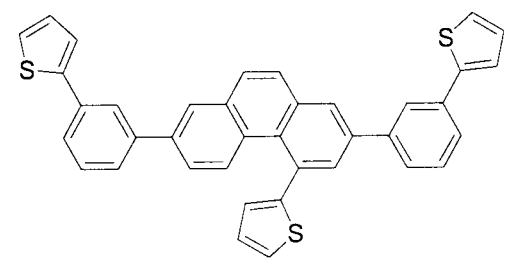
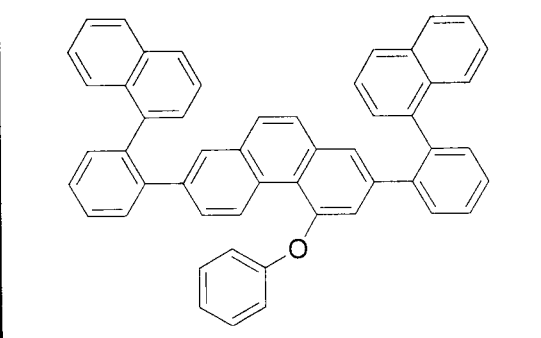
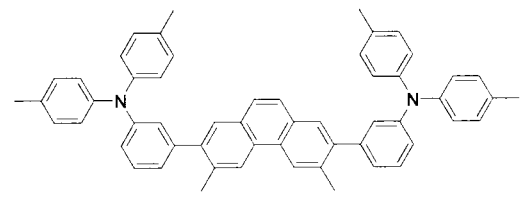
10

20

30

40

【表 1】

175	176
	
177	178
	
179	180
	

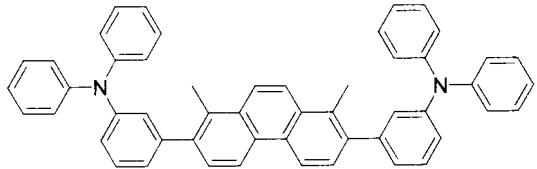
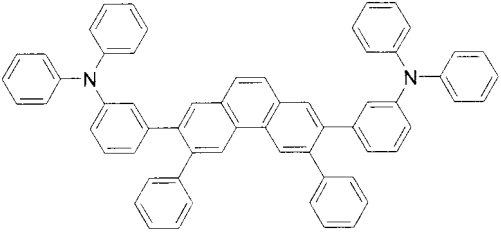
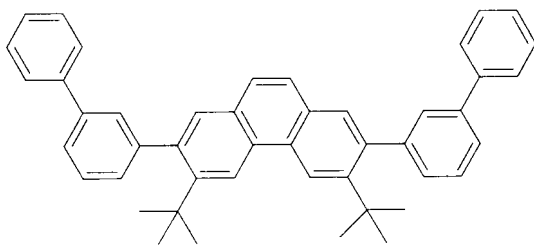
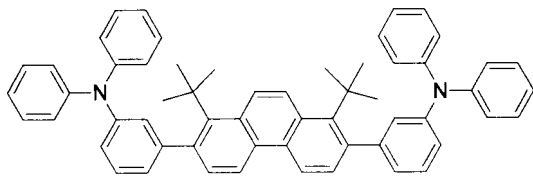
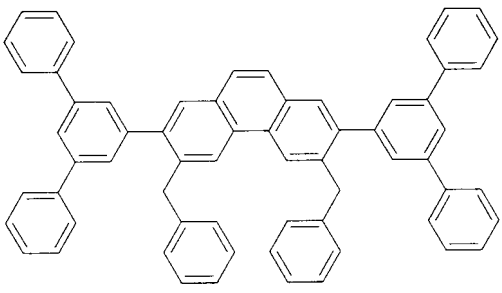
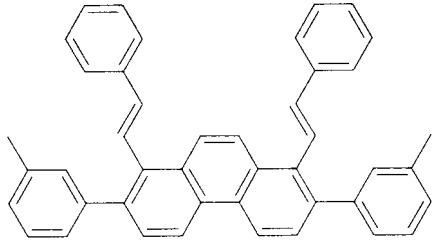
10

20

30

40

【表 1】

181	182
	
183	184
	
185	186
	

10

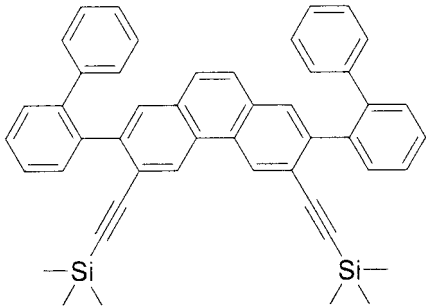
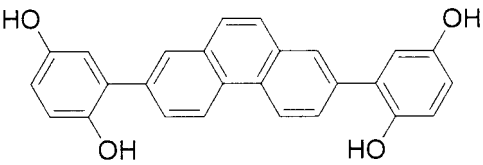
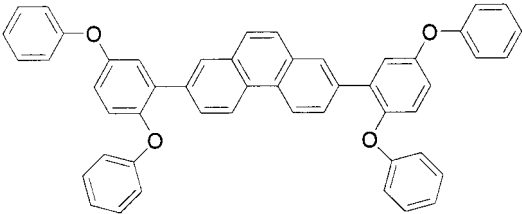
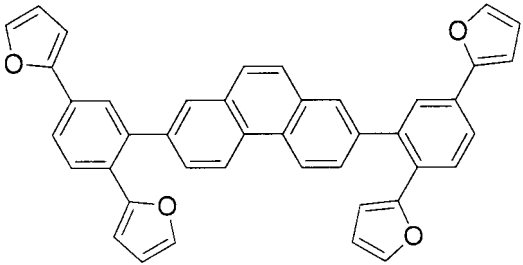
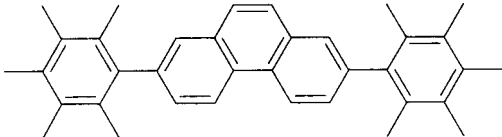
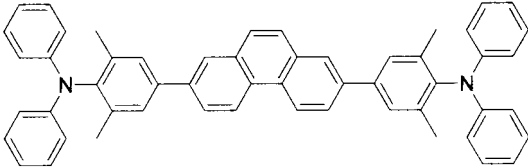
20

30

40



【表 1】

187	188
	
189	190
	
191	192
	

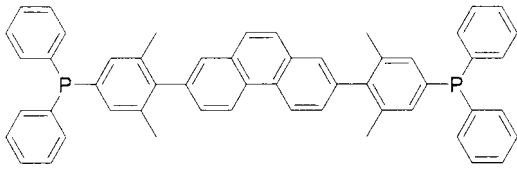
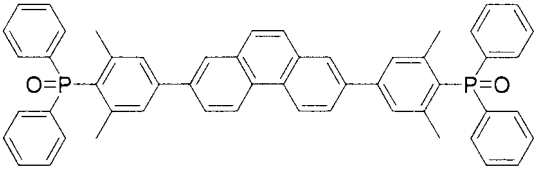
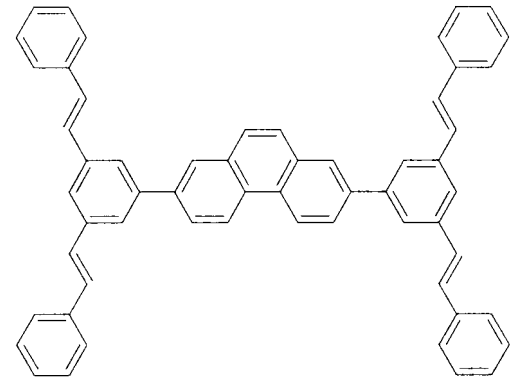
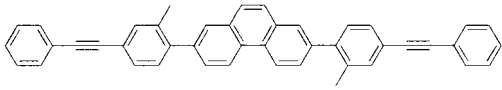
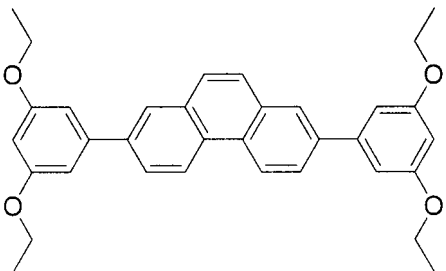
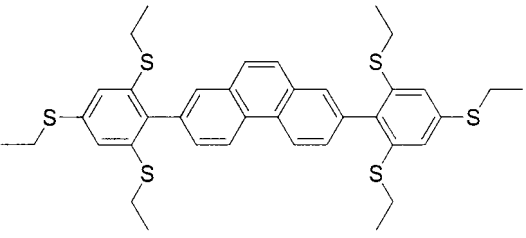
10

20

30

40

【表 1】

193	194
	
195	196
	
197	198
	

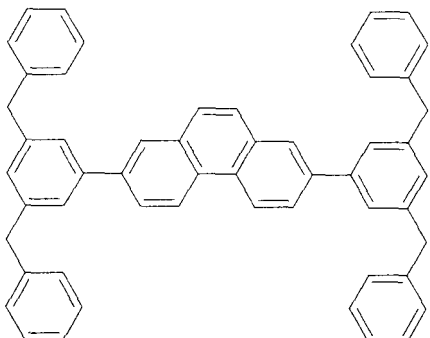
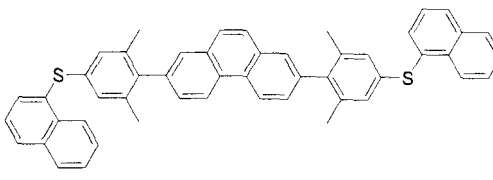
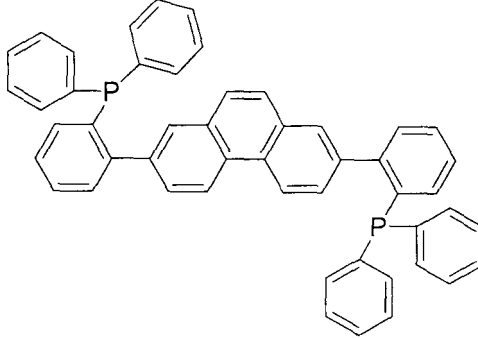
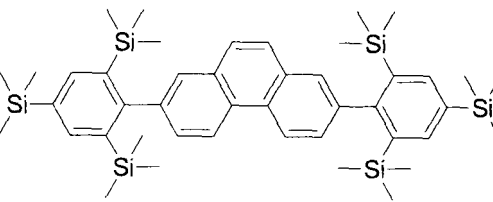
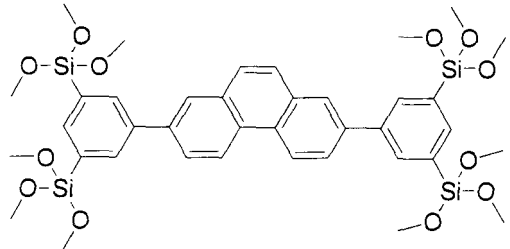
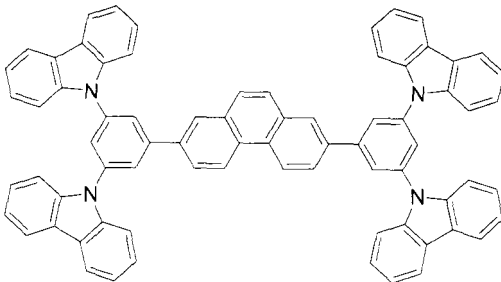
10

20

30

40

【表 1】

199	200
	
201	202
	
203	204
	

10

20

30

40

## 【0075】

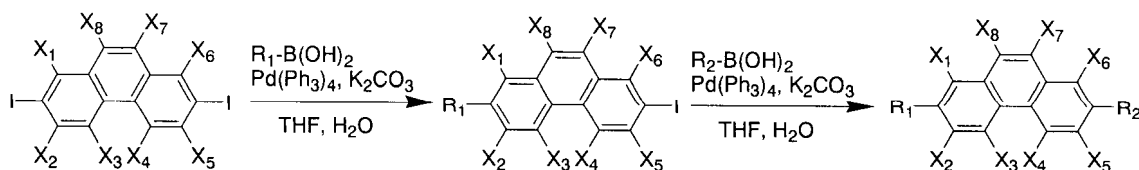
一般式[1]で表わされる化合物群は、公知の方法で得ることができ、例えば下記反応式1のように、2,7-ジヨードフェナントレン誘導体を出発原料として、ポロン酸誘導体と1または2段階の反応を経て得ることが出来る。(Synthesis Communication, 1981, Vol. 11, 513 参照)

## 【0076】

50

## 反応式 1

## 【化 3】



## 【0077】

10

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で行うことができる。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。

20

## 【0078】

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。

## 【0079】

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

## 【0080】

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

## 【0081】

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。

## 【0082】

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

50

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。

#### 【0083】

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、ジフェニルブタジエン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、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。

#### 【0084】

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、ビフェニル誘導体、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。

#### 【0085】

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。

#### 【0086】

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。

#### 【0087】

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  $5 \sim 5 \text{ eV}$  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。

【0088】

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）、ポリアリールアルカン誘導体（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ズロン誘導体（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号明細書等参照）、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。

【0089】

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。

#### 【 0 0 9 0 】

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 - ブチルフェニル ) - フェナントレン - 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。

10

20

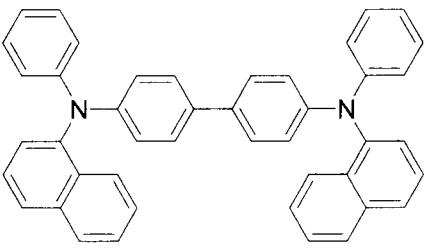
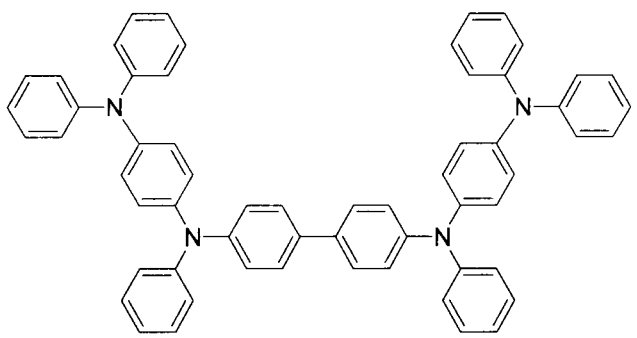
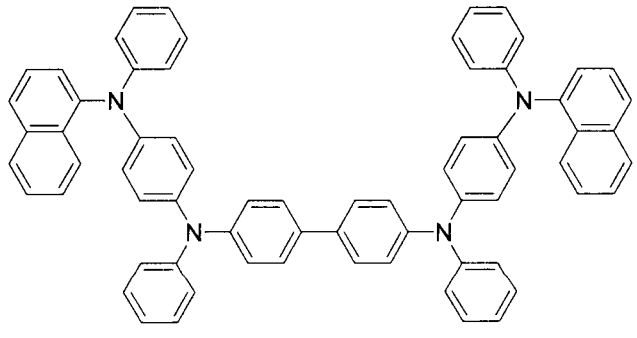
#### 【 0 0 9 1 】

正孔注入材料として、特に好ましい例を表 2 に示す。

#### 【 0 0 9 2 】

表 2

【表 2】

化合物	化 学 構 造
HIM1	
HIM2	
HIM3	

10

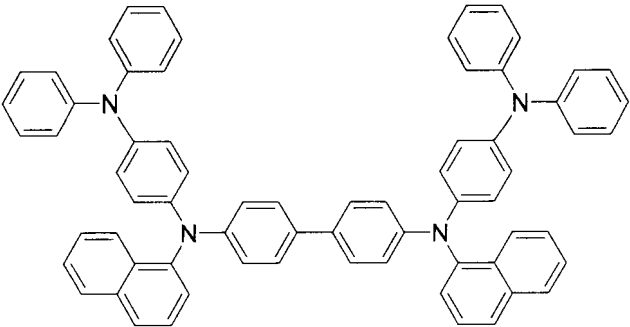
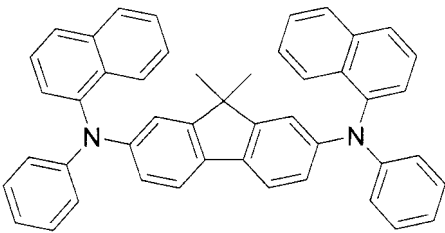
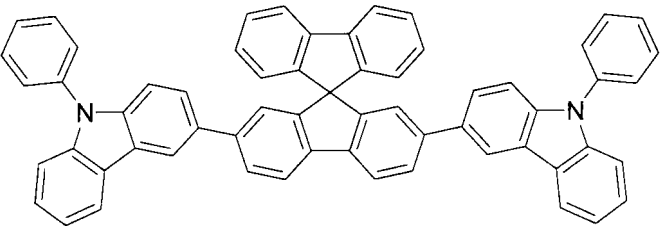
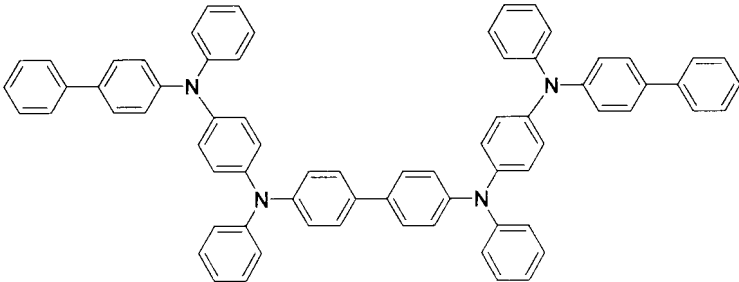
20

30

【 0 0 9 3 】

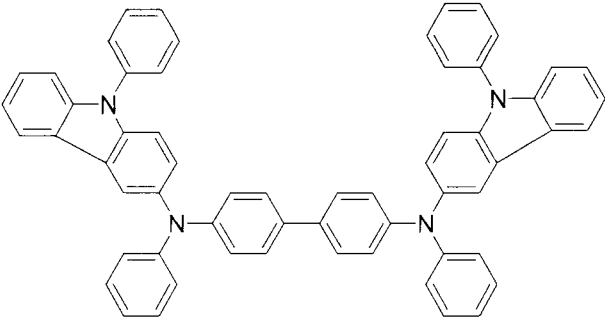
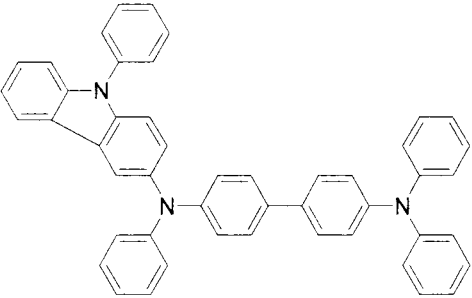


【表 2】

HIM4		10
HIM5		20
HIM6		30
HIM7		40

【 0 0 9 4 】

【表 2】

HIM8		10
HIM9		20

## 【0095】

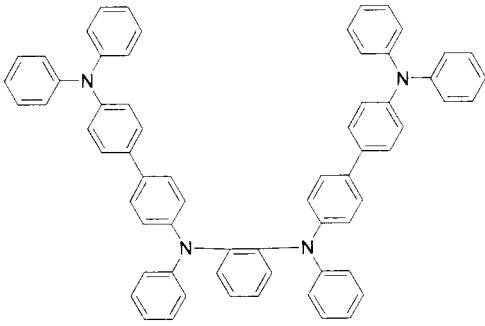
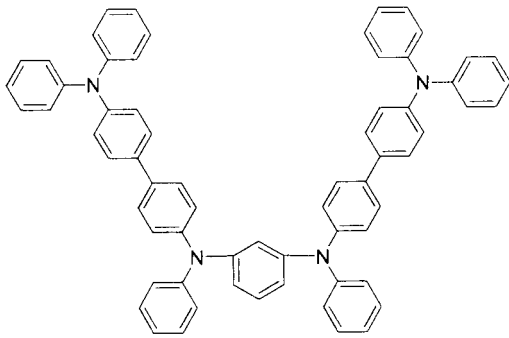
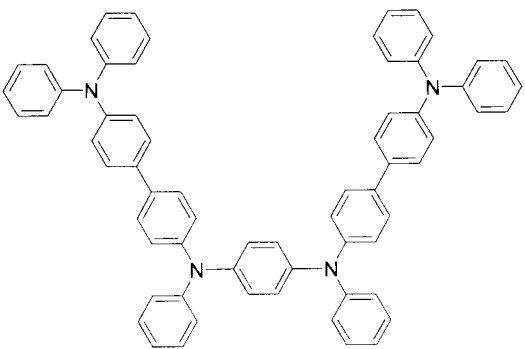
また、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料と共に用いることが出来る正孔輸送材料としては、下記表3に示す化合物も挙げられる。

30

## 【0096】

表 3

【表 3】

化合物	化 学 构 造
HTM1	
HTM2	
HTM3	

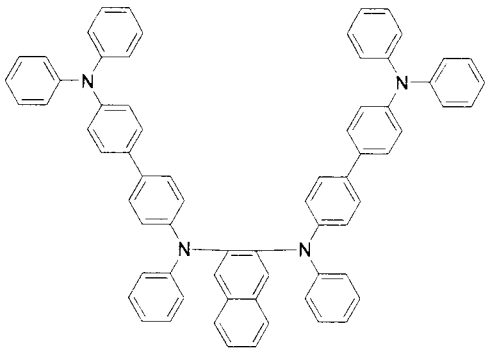
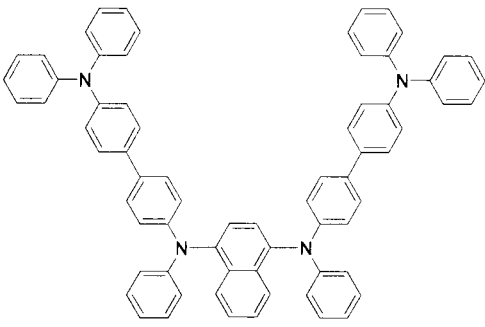
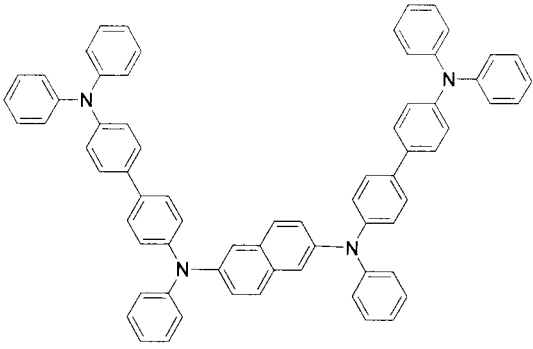
10

20

30

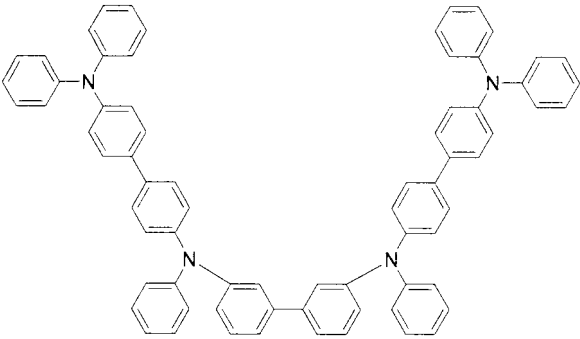
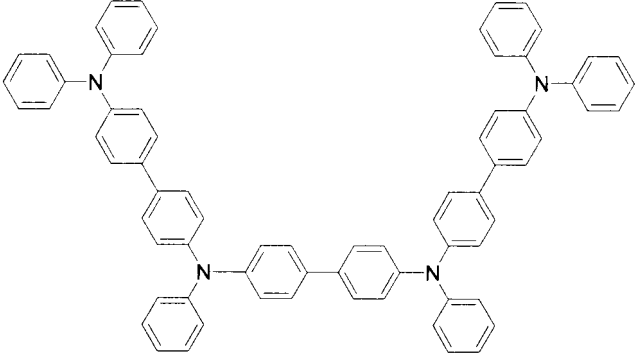
40

【表 3】

HTM4		10
HTM5		20
HTM6		30

40

【表 3】

HTM7		10
HTM8		20

## 【0099】

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。

30

## 【0100】

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、チオピランジオキシド誘導体、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シド誘導体、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

## 【0101】

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シ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

50

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。

10

20

30

40

#### 【0102】

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"-ピフェニル)-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-フェニルチアジアゾリル)]ベンゼン、2-(4'-tert-ブチルフェニル)-5-(4"-ピフェニル)-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"-ピフェニル)-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。

#### 【0103】

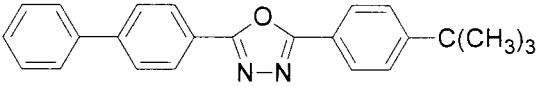
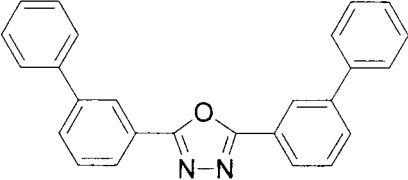
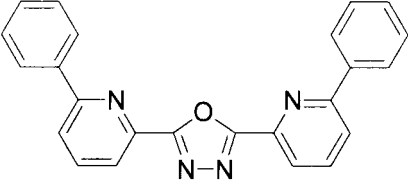
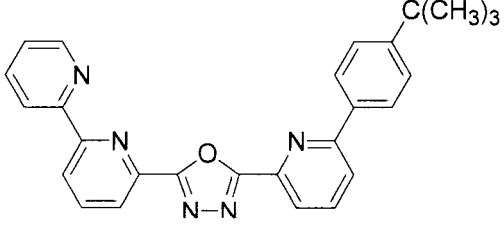
また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、特に好ましいオキサジアゾール誘導体の具体例を表4に示す。

50

【 0 1 0 4 】

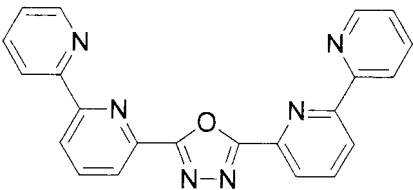
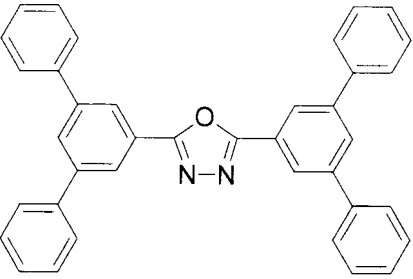
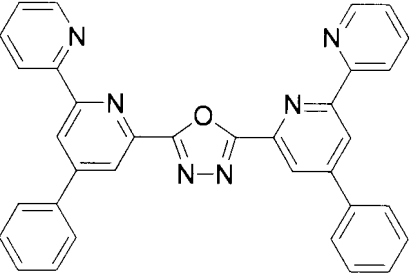
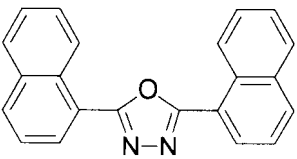
表 4

【 表 4 】

化合物	化 学 構 造	
EIMO1		10
EIMO2		20
EIMO3		30
EIMO4		40

【 0 1 0 5 】

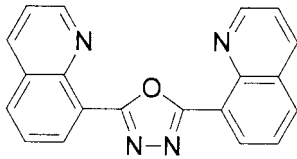
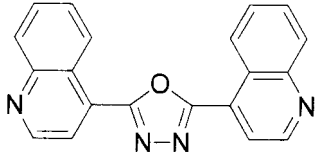
【表 4】

EIMO5		10
EIMO6		20
EIMO7		30
EIMO8		40

【 0 1 0 6 】



【表 4】

EIMO9	
EIMO10	

10

20

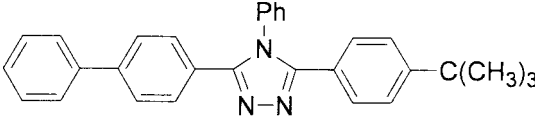
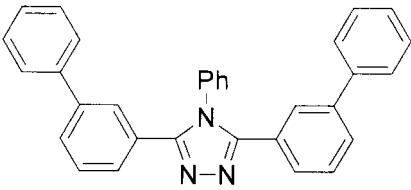
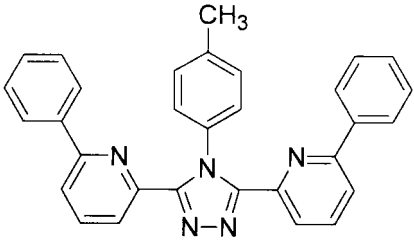
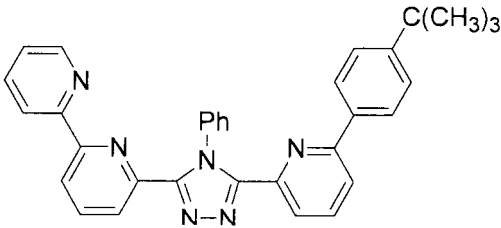
## 【0107】

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。

## 【0108】

表5

【表 5】

化合物	化 学 構 造
EIMT1	
EIMT2	
EIMT3	
EIMT4	

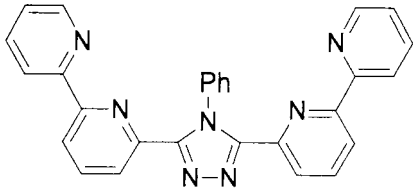
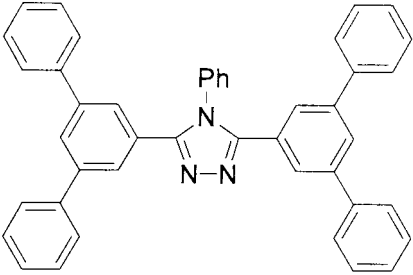
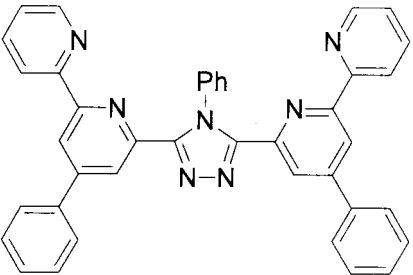
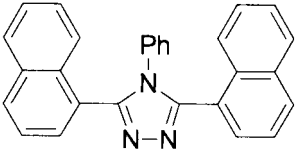
10

20

30

40

【表 5】

EIMT5	
EIMT6	
EIMT7	
EIMT8	

10

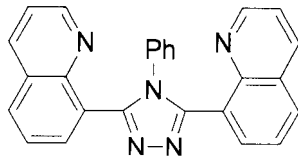
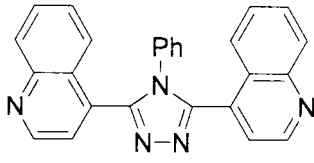
20

30

40

【 0 1 1 0 】

【表 5】

EIMT9	
EIMT10	

10

20

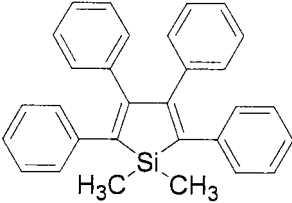
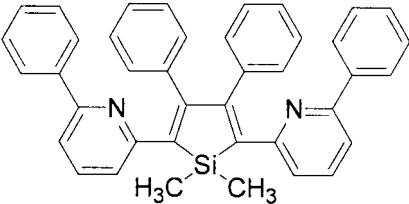
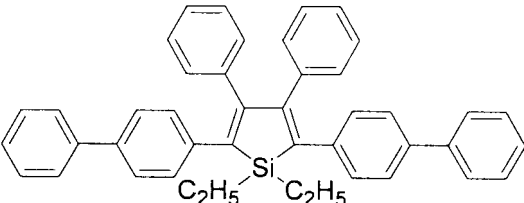
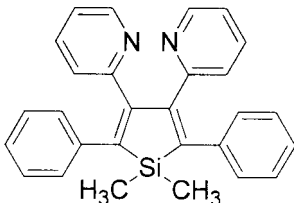
## 【0111】

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。

## 【0112】

表 6

【表 6】

化合物	化 学 構 造
EIMS1	
EIMS2	
EIMS3	
EIMS4	

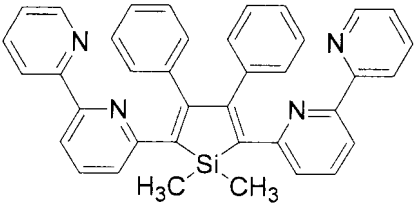
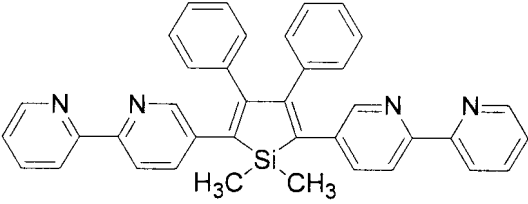
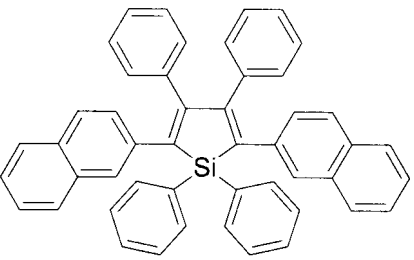
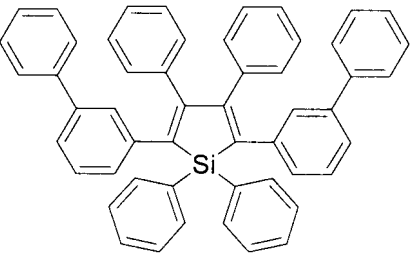
10

20

30

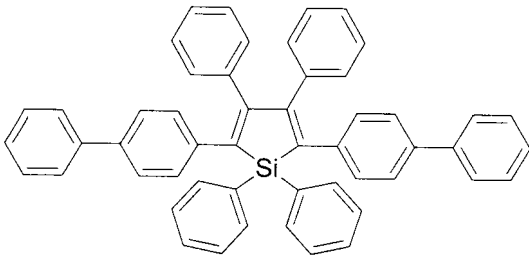
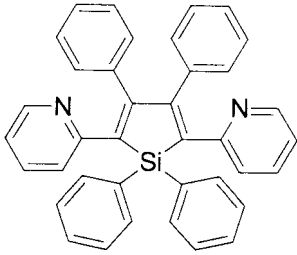
40

【表 6】

EIMS5		10
EIMS6		20
EIMS7		30
EIMS8		40

【 0 1 1 4 】

【表 6】

EIMS9	
EIMS10	

10

20

## 【0115】

さらに、正孔阻止層には、発光層を経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

## 【0116】

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

## 【0117】

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。

## 【0118】

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

50

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。

#### 【0119】

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。

10

#### 【0120】

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。

#### 【0121】

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'-ビアントラセン、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 [3] ~ 一般式 [5] の構造をもつものが挙げられる。

20

30

#### 【0122】

一般式 [3]

#### 【化 4】



40

#### 【0123】

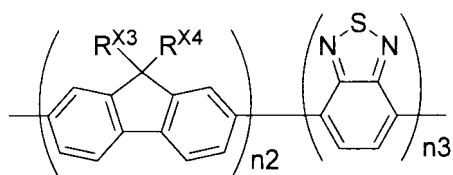
(式中、 $R^{X1}$  および  $R^{X2}$  は、それぞれ独立に、1 価の脂肪族炭化水素基を、 $n1$  は、3 ~ 100 の整数を表す。)

#### 【0124】

一般式 [4]



## 【化 5】



## 【 0 1 2 5 】

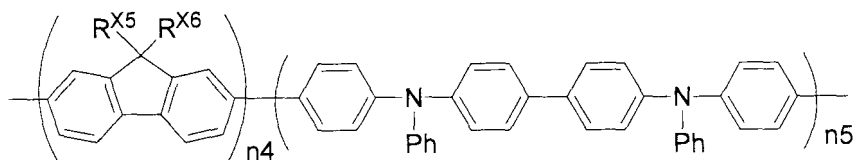
( 式中、 $R^{X3}$ および $R^{X4}$ は、それぞれ独立に、1価の脂肪族炭化水素基を、 $n2$ および $n3$ は、それぞれ独立に、3～100の整数を表す。 )

10

## 【 0 1 2 6 】

一般式 [ 5 ]

## 【化 6】



20

## 【 0 1 2 7 】

( 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。 )

## 【 0 1 2 8 】

また、特開平5-258862号公報等に記載されている一般式 $(Rs-Q)_2-A1-O-L3$ (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、 $O-L3$ はフェノラート配位子であり、 $Q$ は置換8-キノリノラート配位子を示し、 $Rs$ はアルミニウム原子に置換8-キノリノラート配位子が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-キノリノラ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-キノリノラート)(パラ-フェニルフェノラート)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(1-ナフトラート)アルミニウム(III)等が挙げられる。

30

## 【 0 1 2 9 】

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、さらに赤色蛍光体を含むさせた構成のもの(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、さらに緑色蛍光体を含む構成のもの(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

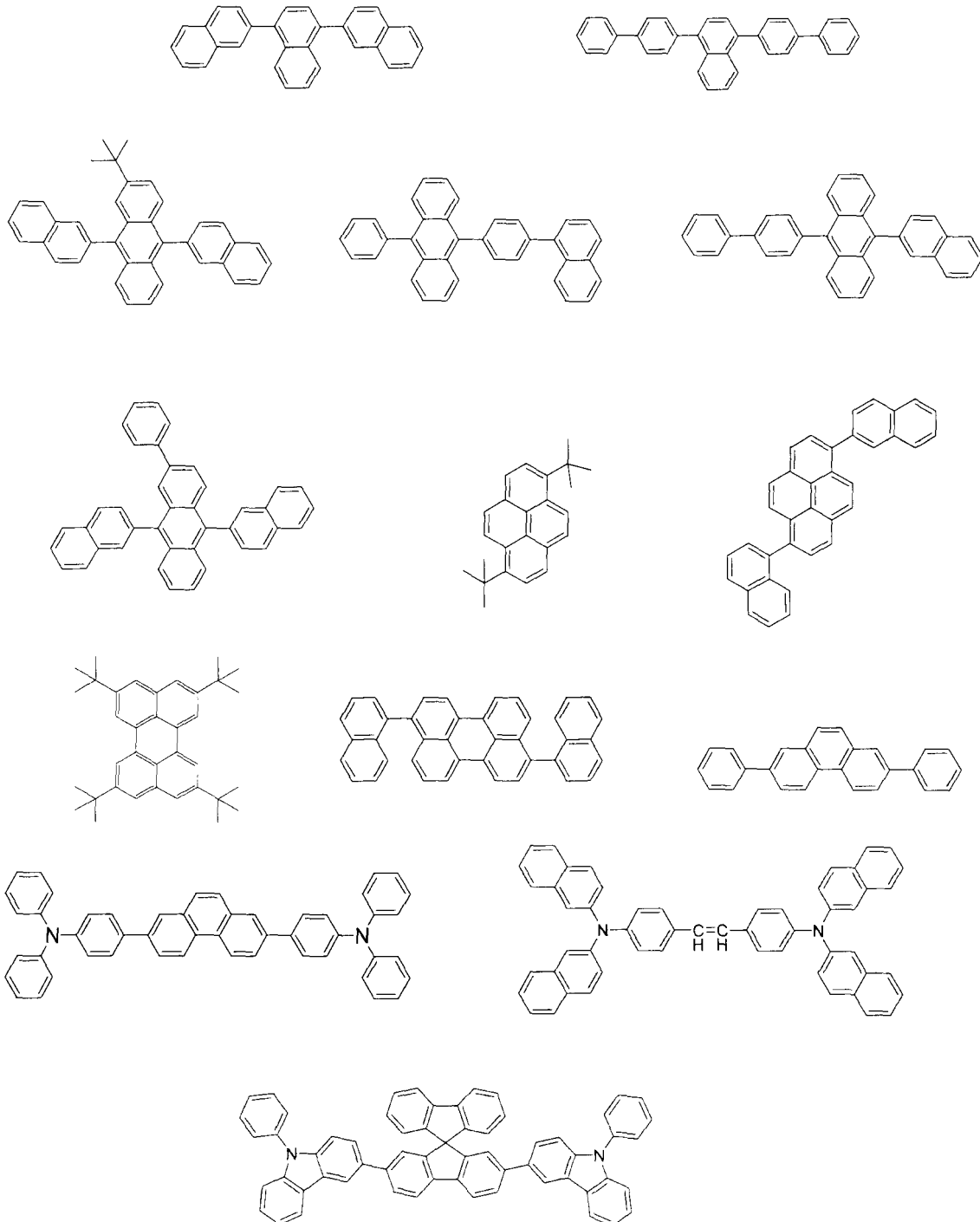
## 【 0 1 3 0 】

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 1 】

10

## 【 化 7 】



20

30

40

## 【 0 1 3 2 】

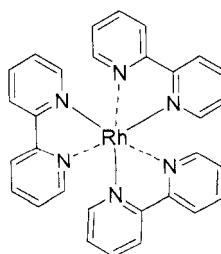
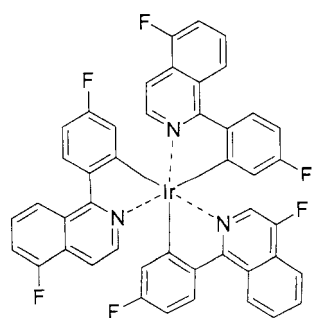
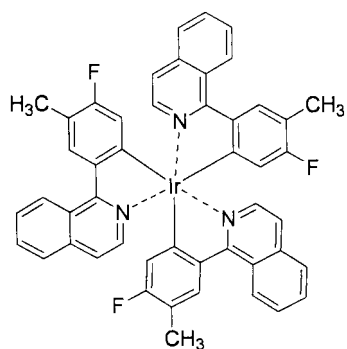
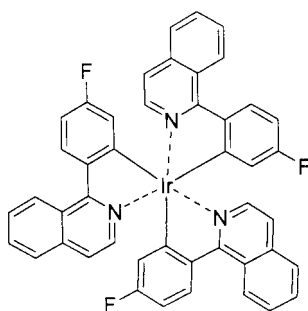
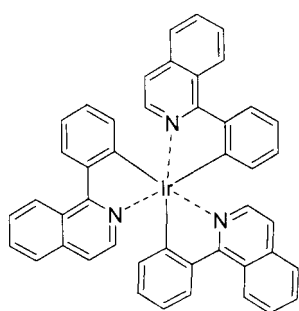
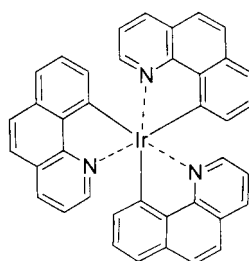
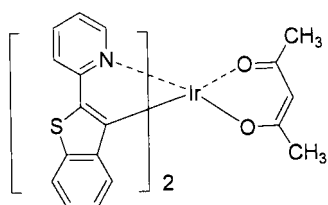
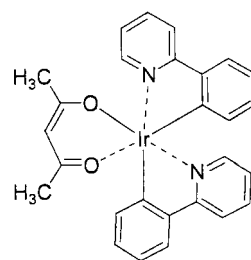
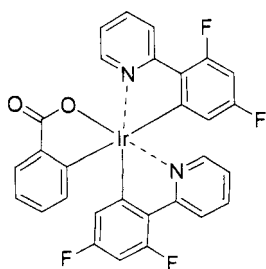
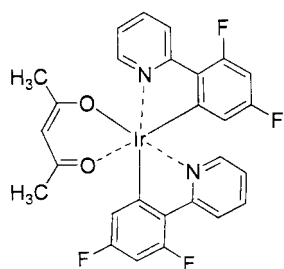
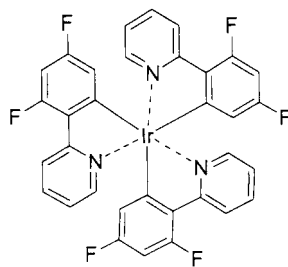
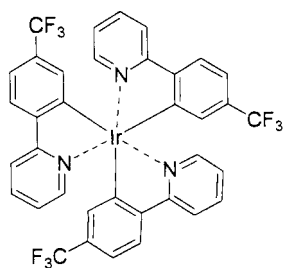
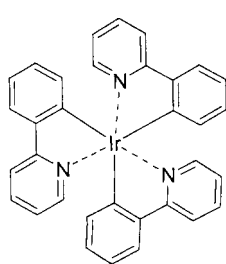
50

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)ピリジンなどがあり、これらの配位子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)。

10

【0133】

## 【化 8】



## 【 0 1 3 4 】

10

20

30

40

20

30

40

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。

50

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、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。

#### 【0139】

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

#### 【0140】

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、もしくはスピンコーティング、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。

20

#### 【0141】

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、これをスピンコート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。

30

#### 【0142】

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。

#### 【0143】

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

#### 【0144】

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。

#### 【0145】

50

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、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

20

30

40

50

#### 【0146】

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。

#### 【0147】

以上述べたように、本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】

#### 【0148】

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。

#### 【0149】

##### 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(5.00g)m-トルエンボロン酸(3.20g)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)(1.00g)、THF(150ml)、2M炭酸カリウム水溶液(125ml)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、ろ液を減圧濃縮し得られた淡黄色固体をシクロヘキサンで再結晶後、トルエン-メタノールで再沈殿させて化合物1(2.49g)を得た。EI-MS(サーモエレクトロン社製 Polaris Q) m/z = 358(分子量:358)。

40

#### 【0150】

##### 合成例2

##### 化合物98の合成方法

300mlフラスコに2,7-ジヨードフェナントレン(5.00g)m-トルエンボロン酸(1.60g)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)(1.00g)、THF(150ml)、2M炭酸カリウム水溶液(125ml)を入れ、窒素雰囲気

50

気下 6 時間 6 4 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 × 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 - ヨード - 7 - (m - トリル) フェナントレン (中間体 1) (2.88 g) を得た。EI - MS m/z = 392 394 396 (分子量 : 394)。

【0151】

300 mL フラスコに得られた中間体 1 (2.50 g) トリフェニルアミン - 3 - ボロン酸 (2.00 g)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) (0.7 g)、THF (100 mL)、2 M 炭酸カリウム水溶液 (90 mL) を入れ、窒素雰囲気下 6 時間 6 4 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 × 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 98 (1.62 g) を得た。EI - MS m/z = 512 (分子量 : 512)。

10

【0152】

合成例 3 ~ 3 6

上述の合成例 1, 2 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に変更すること、また、出発物質である 2, 7 - ジヨードフェナントレン (出発物質 1) を 2, 7 - ジヨード - 9 - tert - ブチルフェナントレン (出発物質 2) または、2, 7 - ジヨード - 9 - フェニルフェナントレン (出発物質 3) または、2, 7 - ジヨード - 4 - チェニルフェナントレン (出発物質 4) または、2, 7 - ジヨード - 3, 6 - ジフェニルフェナントレン (出発物質 5) または、2, 7 - ジヨード - 1, 8 - ジ - tert - ブチルフェナントレン (出発物質 6) などに変更することで表 1 に示す化合物を合成した。

20

【0153】

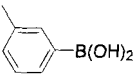
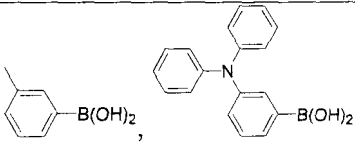
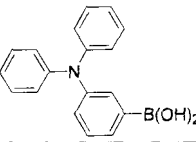
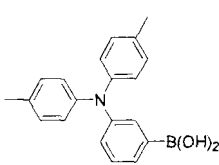
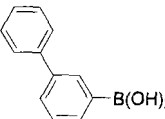
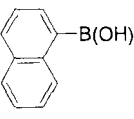
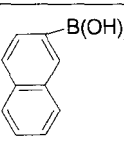
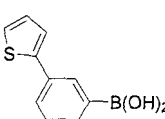
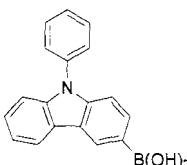
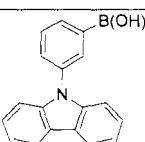
以上の合成例 1 ~ 3 6 を組み合わせて得られた本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料である化合物の構造については、EI - MS スペクトルによって同定した。合成した化合物、使用した出発物質、使用したボロン酸、化合物のマススペクトルの測定結果を表 7 に示す。尚、化合物番号は本明細書中の表 1 に記載したものと同一である。

【0154】

表 7



【表 7】

合成例	化合物	出発物質	ボロン酸	MS 実測値	MS 理論値
1	1	1		358	358
2	9 8	1		512	512
3	4	1		417	417
4	5	1		665	665
5	1 9	1		515	515
6	2 4	1		583	583
7	2 5	1		583	583
8	3 2	1		495	495
9	3 7	1		813	813
1 0	3 8	1		661	661

10

20

30

40

【 0 1 5 5 】

【表 7】

1 1	5 4	2		721	721
1 2	5 7	2		539	539
1 3	6 2	3		519	519
1 4	6 4	3		797	797
1 5	6 6	3		559	559
1 6	7 0	1		358	358
1 7	7 3	1		665	665
1 8	8 0	1		583	583
1 9	1 1 2	1		463	463
2 0	1 1 4	1		513	513
2 1	1 1 9	1		574	574

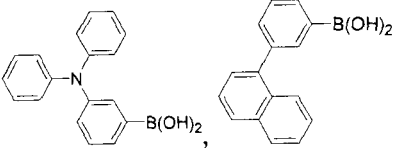
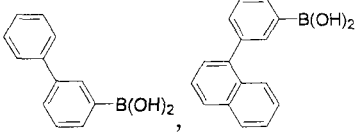
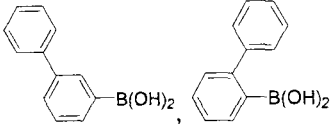
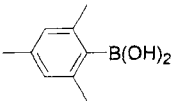
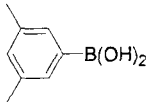
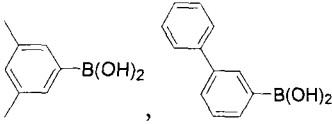
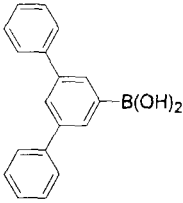
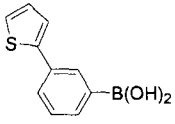
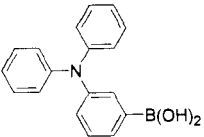
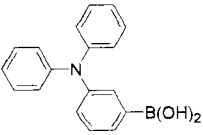
10

20

30

40

【表 7】

2 2	1 2 1	1		624	624
2 3	1 3 5	1		533	533
2 4	1 4 2	1		483	483
2 5	1 4 7	1		415	415
2 6	1 5 3	1		387	387
2 7	1 5 8	1		435	435
2 8	1 6 9	1		635	635
2 9	1 7 8	4		577	577
3 0	1 8 2	5		817	817
3 1	1 8 4	6		777	777

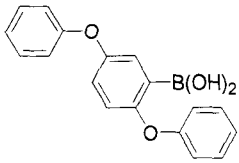
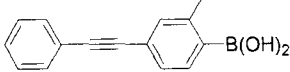
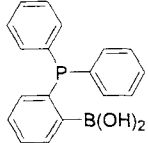
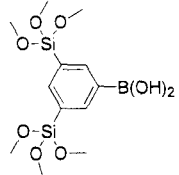
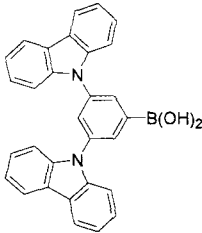
10

20

30

40

【表 7】

3 2	1 8 9	1		699	699
3 3	1 9 6	1		559	559
3 4	2 0 1	1		699	699
3 5	2 0 3	1		811	811
3 6	2 0 4	1		991	991

10

20

## 【0158】

## 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

## 【0159】

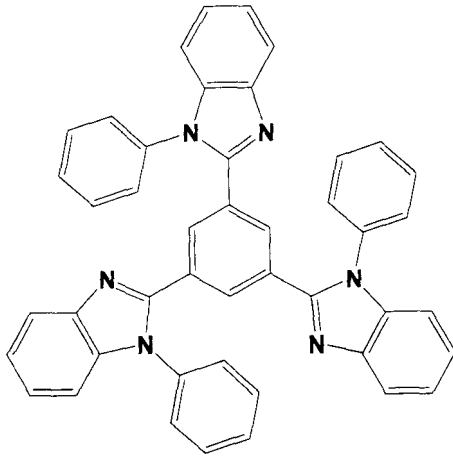
## 実施例 1

洗浄したITO電極付きガラス板上に、 $\text{NPD}$ （表2記載HIM1）を真空蒸着して膜厚 $75\text{ nm}$ 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 $40\text{ nm}$ 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 $20\text{ nm}$ の電子注入層を作成し、その上に、まずフッ化リチウムを $1\text{ nm}$ 、次いでアルミニウム（Al）を $150\text{ nm}$ 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（ $x, y$ ）=（ $0.15, 0.07$ ）の青色発光であり、発光効率は $2.9\text{ cd/A}$ であった。また、電流密度 $12.5\text{ mA/cm}^2$ 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8に示す。

40

## 【0160】

## 【化 1 0】



化合物A

10

## 【 0 1 6 1】

## 実施例 2 ~ 3 6

化合物 1 の代わりに、表 8 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  $12.5 \text{ mA/cm}^2$  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 8 に示す。

20

## 【 0 1 6 2】

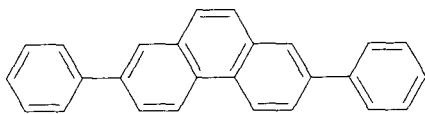
## 比較例 1

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  $12.5 \text{ mA/cm}^2$  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 8 に示す。

30

## 【 0 1 6 3】

## 【化 1 1】



化合物B

## 【 0 1 6 4】

## 表 8

40

【表 8】

実施例	化合物	発光効率 (cd/A)	電流密度 12.5 mA/cm <sup>2</sup>	
			初期輝度 (cd/m <sup>2</sup> )	100℃、100時間 後の輝度 (cd/m <sup>2</sup> )
1	1	2.9	340	310
2	4	3.1	350	320
3	5	3.4	400	370
4	19	3.7	340	300
5	24	2.5	420	370
6	25	2.9	290	280
7	32	3.3	300	270
8	37	2.4	380	350
9	38	3.2	390	340
10	54	2.5	330	290
11	57	2.7	310	260
12	62	2.6	340	320
13	64	3.4	320	300
14	66	3.2	390	360
15	70	2.9	340	310
16	73	3.7	350	300
17	80	2.4	400	370
18	98	2.9	340	320
19	112	3.0	420	400
20	114	3.2	290	250
21	119	3.2	300	270
22	121	3.3	380	350
23	135	3.1	390	360
24	142	2.4	330	310
25	147	3.2	310	270
26	153	3.0	300	280

10

20

30

40

【0165】

【表 8】

27	158	2.9	310	290
28	169	2.4	320	300
29	178	2.5	340	300
30	182	3.1	300	290
31	184	3.0	320	300
32	189	2.4	300	290
33	196	2.6	310	300
34	201	3.1	350	330
35	203	2.9	340	330
36	204	3.3	380	350
比較例 1	B	0.5	130	40

10

## 【0166】

表 8 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。

20

## 【0167】

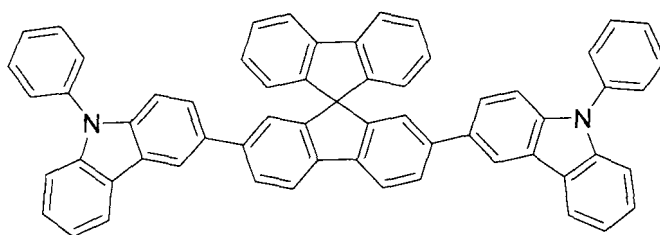
## 実施例 37

ITO 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 TPBI (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 Al を 100 nm 蒸着によって陰極を形成して有機 EL 素子を得た。この素子を発光輝度 300 ( $\text{cd}/\text{m}^2$ ) で室温にて定電流駆動したときの色度は CIE ( $x, y$ ) = (0.15, 0.11) の青色発光であり、発光効率は 6.0  $\text{cd}/\text{A}$  を示した。また、電流密度 12.5  $\text{mA}/\text{cm}^2$  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 9 に示す。

30

## 【0168】

## 【化 12】

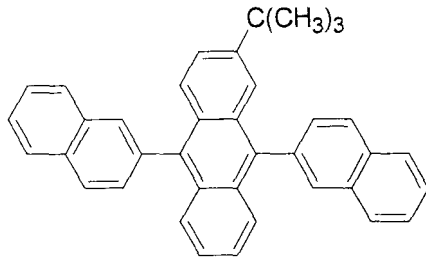


化合物 C

40

## 【0169】

## 【化 1 3】



化合物D

10

## 【0 1 7 0】

## 実施例 3 8 ~ 7 2

化合物 1 の代わりに表 9 中の化合物を用いた以外は、実施例 3 7 と同様に素子を作成した。これらの素子は、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色は青色を示し、かつ発光効率がいずれも  $4 \text{ cd/A}$  以上を示した。また、電流密度  $12.5 \text{ mA/cm}^2$  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 9 に示す。

## 【0 1 7 1】

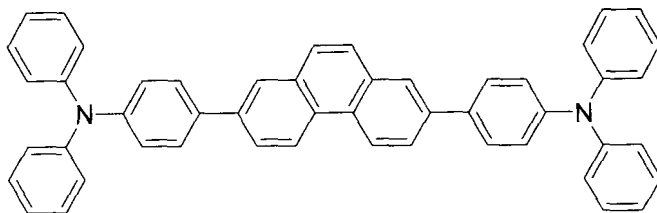
## 比較例 2 ~ 3

化合物 1 のかわりに、化合物 B、E を用いた以外は実施例 3 7 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を測定した。また、電流密度  $12.5 \text{ mA/cm}^2$  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 9 に示す。

20

## 【0 1 7 2】

## 【化 1 4】



化合物E

30

## 【0 1 7 3】

表 9



【表 9】

実施例	化合物	発光効率 (cd/A)	電流密度 12.5 mA/cm <sup>2</sup>	
			初期輝度 (cd/m <sup>2</sup> )	100℃、100時間後 の輝度 (cd/m <sup>2</sup> )
37	1	6.0	590	560
38	4	5.7	520	500
39	5	5.3	670	640
40	19	6.2	700	660
41	24	5.5	640	620
42	25	4.4	630	610
43	32	5.3	590	570
44	37	6.1	600	560
45	38	5.3	610	570
46	54	5.5	630	600
47	57	5.9	540	500
48	62	6.2	690	670
49	64	4.6	740	720
50	66	5.8	530	500
51	70	4.3	490	470
52	73	5.9	590	570
53	80	6.0	530	490
54	98	6.6	630	590
55	112	4.9	680	650
56	114	5.7	550	510
57	119	5.1	530	490
58	121	5.5	480	440
59	135	4.3	710	780
60	142	5.8	680	650
61	147	6.4	610	590
62	153	4.7	640	570
63	158	5.2	470	420
64	169	4.4	520	470

10

20

30

40

【表 9】

65	178	4.3	480	470
66	182	4.2	500	480
67	184	4.5	530	510
68	189	4.8	470	450
69	196	4.3	550	530
70	201	5.0	570	550
71	203	5.5	590	570
72	204	5.8	650	630
比較例2	B	1.3	310	160
比較例3	E	2.0	410	150

10

## 【0175】

表9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、高効率が得られた。

## 【0176】

20

## 実施例73

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80nm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30nmの発光層を形成した。さらにTPBI(化合物A)を蒸着して膜厚30nmの電子注入層を形成した。その上に、酸化リチウム( $\text{Li}_2\text{O}$ )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。この素子を発光輝度300( $\text{cd}/\text{m}^2$ )で室温にて定電流駆動したときの発光効率は5.5 $\text{cd}/\text{A}$ を示した。また、電流密度12.5 $\text{mA}/\text{cm}^2$ 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。

## 【0177】

30

## 実施例74~108

化合物1のかわりに表10中の化合物を用いた以外は、実施例73と同様に素子を作成した。これらの素子を発光輝度300( $\text{cd}/\text{m}^2$ )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 $\text{cd}/\text{A}$ 以上を示し、また、電流密度12.5 $\text{mA}/\text{cm}^2$ 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。

## 【0178】

## 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73と同様に素子を作成した。この素子を発光輝度300( $\text{cd}/\text{m}^2$ )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 $\text{mA}/\text{cm}^2$ 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

## 【0179】

## 表10

【表 10】

実施例	化合物	発光効率 (cd/A)	電流密度 12.5 mA/cm <sup>2</sup>	
			初期輝度 (cd/m <sup>2</sup> )	100℃、100時間後 の輝度 (cd/m <sup>2</sup> )
73	1	5.5	510	480
74	4	5.2	480	500
75	5	5.0	630	640
76	19	6.1	650	660
77	24	5.0	600	620
78	25	4.2	570	610
79	32	5.1	520	570
80	37	6.1	590	560
81	38	5.3	560	570
82	54	5.4	560	600
83	57	5.6	500	500
84	62	5.5	650	670
85	64	4.1	700	720
86	66	5.4	500	500
87	70	4.2	450	470
88	73	5.5	570	570
89	80	5.7	490	490
90	98	5.3	590	590
91	112	4.1	610	650
92	114	5.2	520	510
93	119	5.0	520	490
94	121	5.0	450	440
95	135	4.0	670	780
96	142	5.1	650	650
97	147	5.7	560	590

10

20

30

40

【0180】

【表 10】

98	153	4.6	600	570
99	158	5.3	470	420
100	169	4.6	510	470
101	178	5.0	500	480
102	182	4.7	500	450
103	184	4.6	490	460
104	189	4.7	470	450
105	196	4.7	470	440
106	201	5.0	540	500
107	203	5.4	600	590
108	204	5.5	650	630
比較例 4	E	2.3	430	160

10

20

## 【0181】

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 4 で作成した素子よりも、長寿命で高効率が得られた。

## 【0182】

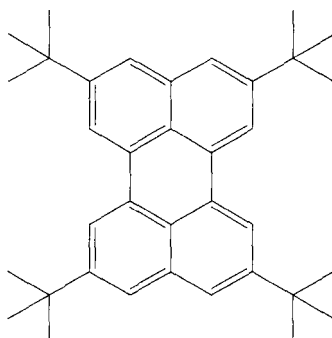
## 実施例 109

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 65 nm 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 : 100 の組成比で共蒸着して膜厚 30 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 30 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 ( $\text{cd}/\text{m}^2$ ) で室温にて定電流駆動したときの色度は C I E ( $x, y$ ) = (0.16, 0.13) の青色発光であり、発光効率は 5.0  $\text{cd}/\text{A}$  を示した。また、電流密度 12.5  $\text{mA}/\text{cm}^2$  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 11 に示す。

30

## 【0183】

## 【化 15】



化合物 F

40

## 【0184】

## 実施例 110 ~ 144

50

化合物 1 のかわりに表 1 1 中の化合物を用いた以外は、実施例 1 0 9 と同様に素子を作成した。これら素子を発光輝度  $300 \text{ (cd/m}^2\text{)}$  で室温にて定電流駆動したときの発光効率はいずれも  $4 \text{ cd/A}$  以上を示した。また、電流密度  $12.5 \text{ mA/cm}^2$  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 1 に示す。

【 0 1 8 5 】

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 0 9 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  $12.5 \text{ mA/cm}^2$  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 1 に示す。

10

【 0 1 8 6 】

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 <sup>2</sup>	
			初期輝度 (cd/m <sup>2</sup> )	100℃、100時間後 の輝度 (cd/m <sup>2</sup> )
109	1	5.0	550	530
110	4	5.3	500	480
111	5	5.1	650	640
112	19	6.0	640	600
113	24	5.3	620	600
114	25	4.4	600	570
115	32	5.2	560	520
116	37	6.0	600	560
117	38	5.0	580	540
118	54	5.2	580	530
119	57	5.7	550	500
120	62	5.8	630	600
121	64	4.6	680	630
122	66	5.2	540	500
123	70	4.5	490	470
124	73	5.3	590	560
125	80	5.4	530	500
126	98	5.5	610	590
127	112	4.7	610	670
128	114	5.4	550	520
129	119	5.1	540	500
130	121	5.3	460	420
131	135	4.5	680	640
132	142	5.2	630	590
133	147	5.9	580	550
134	153	5.0	620	590

10

20

30

40

【0187】

【表 1 1】

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

10

## 【 0 1 8 8 】

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 5 で作成した素子よりも、長寿命で高効率を得られた。

20

## 【 0 1 8 9 】

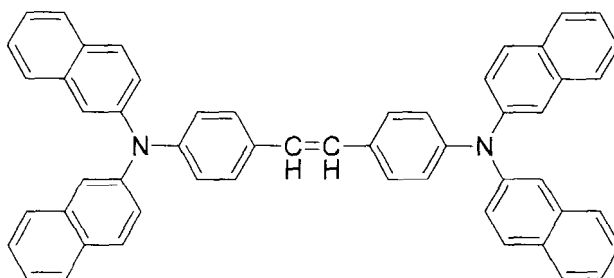
## 実施例 1 4 5

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 6 0 n m 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 : 1 0 0 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 T P B I を蒸着して膜厚 4 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<sup>2</sup>) 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 3 ) の青色発光であり、発光効率は 5 . 1 c d / A を示した。また、電流密度 1 2 . 5 m A / c m<sup>2</sup> 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 2 に示す。

30

## 【 0 1 9 0 】

## 【化 1 6】



化合物 G

40

## 【 0 1 9 1 】

## 実施例 1 4 6 ~ 1 5 9

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 4 5 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 / m<sup>2</sup>) 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 m<sup>2</sup> 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

50

た。結果を表 1 2 に示す。

【 0 1 9 2 】

表 1 2

【表 1 2】

実施例	化合物	発光効率 ( $\text{cd}/\text{A}$ )	電流密度 $10 \text{ mA}/\text{cm}^2$	
			初期輝度 ( $\text{cd}/\text{m}^2$ )	$100^\circ\text{C}$ 、 $100$ 時間後 の輝度 ( $\text{cd}/\text{m}^2$ )
1 4 5	1	5. 1	5 5 0	5 1 0
1 4 6	4	5. 2	5 5 0	5 2 0
1 4 7	5	4. 8	4 6 0	4 1 0
1 4 8	1 9	4. 4	5 3 0	4 8 0
1 4 9	2 4	5. 7	5 7 0	5 4 0
1 5 0	2 5	5. 3	4 5 0	4 1 0
1 5 1	3 7	6. 4	5 9 0	5 6 0
1 5 2	5 4	6. 1	5 6 0	5 3 0
1 5 3	5 7	5. 9	5 9 0	5 5 0
1 5 4	6 2	5. 7	4 6 0	4 4 0
1 5 5	7 3	6. 0	5 8 0	5 5 0
1 5 6	1 1 9	5. 7	5 1 0	4 8 0
1 5 7	1 3 5	5. 7	5 3 0	5 0 0
1 5 8	1 4 7	5. 6	4 9 0	4 6 0
1 5 9	2 0 4	5. 8	5 6 0	5 4 0

10

20

30

【 0 1 9 3 】

実施例 1 6 0

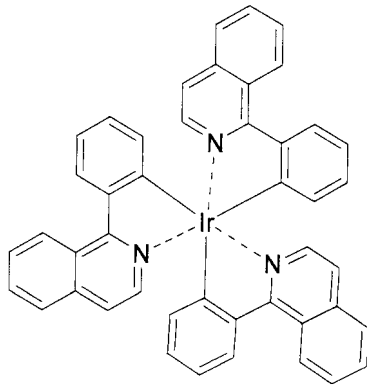
I T O 電極付きガラス板上に、表 3 記載 H I M 4 を蒸着して膜厚  $60 \text{ nm}$  の正孔注入層を形成した。次に、表 1 の化合物 4 と下記化合物 H とを  $100 : 5$  の組成比で共蒸着して膜厚  $40 \text{ nm}$  の発光層を形成した。さらに、B a l q (下記化合物 I ) を蒸着して膜厚  $10 \text{ nm}$  の正孔阻止層を形成し、続いてその上に、A l q 3 を真空蒸着して膜厚  $30 \text{ nm}$  の電子注入層を作成し、その上に、まずフッ化リチウムを  $1 \text{ nm}$ 、次いで A l を  $200 \text{ nm}$  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  $300 (\text{cd}/\text{m}^2)$  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  $9.3 \text{ cd}/\text{A}$  を示した

【 0 1 9 4 】

40



## 【化 1 7】

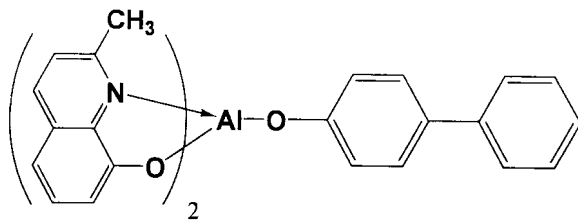


化合物 H

10

## 【 0 1 9 5】

## 【化 1 8】



化合物 I

20

## 【 0 1 9 6】

実施例 1 6 1 ~ 1 6 4

化合物 4 のかわりに表 7 中の化合物を用いた以外は、実施例 1 6 0 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 / m<sup>2</sup> ) 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 3 に示す。

30

## 【 0 1 9 7】

表 1 3

## 【表 1 3】

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

40

## 【 0 1 9 8】

実施例 1 6 5

50

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4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/m<sup>2</sup>の青色発光が得られた。

【0199】

10

実施例166

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19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390cd/m<sup>2</sup>の青色発光が得られた。

20

【0200】

実施例167

洗浄したITO電極付きガラス板上に、本発明の化合物5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1580cd/m<sup>2</sup>の黄色発光が得られた。

【0201】

実施例168

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4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1900cd/m<sup>2</sup>の黄色発光が得られた。

30

【0202】

実施例169

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32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1650cd/m<sup>2</sup>の黄色発光が得られた。

40

【0203】

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 C 15/48 (2006.01)		C 0 9 K 11/06	6 3 5		4 H 0 0 6
C 0 7 F 9/50 (2006.01)		C 0 9 K 11/06	6 5 5		4 H 0 4 9
C 0 7 F 7/18 (2006.01)		C 0 9 K 11/06	6 9 0		4 H 0 5 0
C 0 7 D 213/74 (2006.01)		H 0 5 B 33/14		B	
C 0 7 D 333/18 (2006.01)		C 0 7 C 15/27			
C 0 7 D 307/42 (2006.01)		C 0 7 C 211/54			
C 0 7 D 333/54 (2006.01)		C 0 7 C 43/275			
C 0 7 D 307/80 (2006.01)		C 0 7 C 15/48			
C 0 7 D 277/66 (2006.01)		C 0 7 F 9/50			
C 0 7 D 209/86 (2006.01)		C 0 7 F 7/18		W	
C 0 7 D 333/20 (2006.01)		C 0 7 D 213/74			
C 0 7 D 307/52 (2006.01)		C 0 7 D 333/18			
C 0 7 D 333/08 (2006.01)		C 0 7 D 307/42			
		C 0 7 D 333/54			
		C 0 7 D 307/80			
		C 0 7 D 277/66			
		C 0 7 D 209/86			
		C 0 7 D 333/20			
		C 0 7 D 307/52			
		C 0 7 D 333/08			

F ターム (参考) 4C055 AA01 BA02 BA52 BB02 BB04 BB10 CA01 DA01 EA03  
 4C204 BB05 BB09 CB25 DB01 EB01 FB08 GB13  
 4H006 AA03 AB91 GP06  
 4H049 VN01 VP04 VQ21 VR21 VR43 VU25  
 4H050 AA03 AB91

【要約の続き】

【選択図】なし

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	<a href="#">JP2009215333A</a>	公开(公告)日	2009-09-24
申请号	JP2008057115	申请日	2008-03-07
[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 H01L51/50 C07C15/27 C07C211/54 C07C43/275 C07C15/48 C07F9/50 C07F7/18 C07D213/74 C07D333/18 C07D307/42 C07D333/54 C07D307/80 C07D277/66 C07D209/86 C07D333/20 C07D307/52 C07D333/08		
FI分类号	C09K11/06.610 C09K11/06.620 C09K11/06.645 C09K11/06.615 C09K11/06.660 C09K11/06.635 C09K11/06.655 C09K11/06.690 H05B33/14.B C07C15/27 C07C211/54 C07C43/275 C07C15/48 C07F9/50 C07F7/18.W C07D213/74 C07D333/18 C07D307/42 C07D333/54 C07D307/80 C07D277/66 C07D209/86 C07D333/20 C07D307/52 C07D333/08		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/BB03 3K107/BB04 3K107/BB06 3K107/CC02 3K107/CC04 3K107/CC12 3K107/CC21 3K107/CC24 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD67 3K107/DD68 3K107/DD69 4C023/CA07 4C037/HA08 4C037/HA23 4C037/PA06 4C055/AA01 4C055/BA02 4C055/BA52 4C055/BB02 4C055/BB04 4C055/BB10 4C055/CA01 4C055/DA01 4C055/EA03 4C204/BB05 4C204/BB09 4C204/CB25 4C204/DB01 4C204/EB01 4C204/FB08 4C204/GB13 4H006/AA03 4H006/AB91 4H006/GP06 4H049/VN01 4H049/VP04 4H049/VQ21 4H049/VR21 4H049/VR43 4H049/VU25 4H050/AA03 4H050/AB91		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		

#### 摘要(译)

解决的问题：提供一种有机EL元件的材料，该材料具有优异的特性，例如高亮度，低电压驱动，长寿命和耐热性。用于有机EL器件的材料在菲骨架的2位和7位具有以下取代基。（式中，Y1～Y5表示H或取代基。但是，Y1和Y2中的至少一个是H以外的烷基或取代的氨基芳族基团。，以及杂环基等取代基。）[选择图]无

