

(19) 日本国特許庁(JP)

## 再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02010/084852

発行日 平成24年7月19日(2012.7.19)

(43) 国際公開日 平成22年7月29日(2010.7.29)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C09K 11/06 (2006.01)</b>	C09K 11/06 635	3K107
<b>H05B 33/12 (2006.01)</b>	H05B 33/12 B	4C037
<b>H01L 51/50 (2006.01)</b>	H05B 33/22 B	4C069
<b>C07D 307/80 (2006.01)</b>	C09K 11/06 690	4C204
<b>C07D 307/92 (2006.01)</b>	C09K 11/06 660	4H048
	審査請求 有 予備審査請求 未請求	(全 41 頁) 最終頁に続く

出願番号 特願2010-503316 (P2010-503316)	(71) 出願人 000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
(21) 国際出願番号 PCT/JP2010/050541	
(22) 国際出願日 平成22年1月19日(2010.1.19)	
(31) 優先権主張番号 特願2009-12636 (P2009-12636)	(72) 発明者 杉本 和則 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
(32) 優先日 平成21年1月23日(2009.1.23)	(72) 発明者 富永 剛 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内
(33) 優先権主張国 日本国(JP)	Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 BB03 BB04 BB06 BB08 CC04 CC21 DD59 DD68 DD69 DD74 DD78 FF13 4C037 PA06 TA01 XA03 4C069 AC10 AD01 AD18 BA01 BA08 BB02 BB41 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発光素子材料および発光素子

## (57) 【要約】

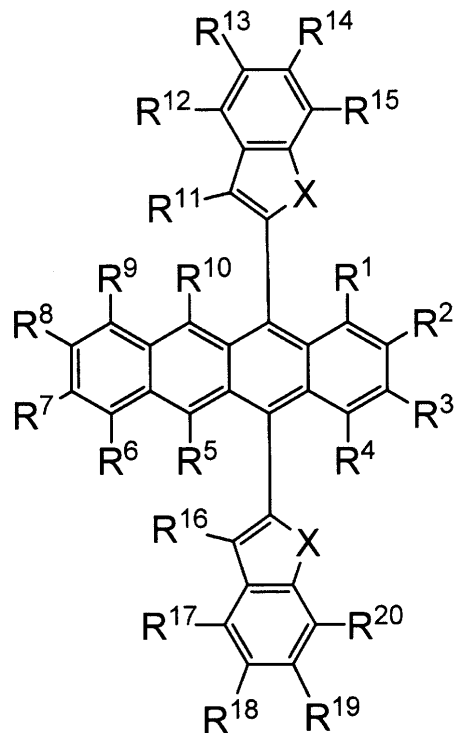
高発光効率かつ耐久性に優れた発光素子を提供する。陽極と陰極との間に少なくとも発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する素子であって、該素子は特定の構造を有するナフタセン化合物と、蛍光ピーク波長が500nm以上680nm以下の有機蛍光物質を含むことを特徴とする発光素子である。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

一般式(1)で表されるナフタセン化合物を含有することを特徴とする発光素子材料。

## 【化 1】



(1)

10

20

( $R^1 \sim R^{20}$  はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシル基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基またはシリル基の中から選ばれる。 $R^{12} \sim R^{15}$  および  $R^{17} \sim R^{20}$  は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 $X$  は酸素原子、硫黄原子、 $-NR^{21}-$  の中から選ばれる。 $R^{21}$  は水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アリール基またはヘテロアリール基の中から選ばれる。)

30

## 【請求項 2】

前記一般式(1)の  $R^{11}$  および  $R^{16}$  が、アリール基またはヘテロアリール基であることを特徴とする請求項 1 記載の発光素子材料。

## 【請求項 3】

前記一般式(1)の  $X$  が酸素原子であることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の発光素子材料。

## 【請求項 4】

陽極と陰極との間に少なくとも有機層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、前記陽極と陰極の間のいずれかの層に請求項 1 ~ 3 のいずれか記載の発光素子材料を含有することを特徴とする発光素子。

40

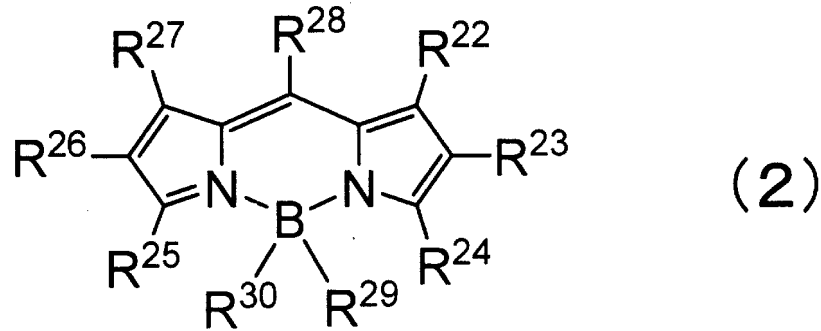
## 【請求項 5】

有機層が一般式(1)で表されるナフタセン化合物と蛍光ピーク波長が 500 nm 以上 680 nm 以下の有機蛍光物質を含むことを特徴とする請求項 4 記載の発光素子。

## 【請求項 6】

蛍光ピーク波長が 500 nm 以上 680 nm 以下の有機蛍光物質が一般式(2)で表されるピロメテン骨格を有する化合物であることを特徴とする請求項 5 記載の発光素子。

【化 2】



10

( $R^{22} \sim R^{30}$  はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、シアノ基、アミノ基、シリル基、 $-P(=O)R^{31}R^{32}$  または隣接置換基との間に形成される環構造の中から選ばれる。 $R^{31}$  および  $R^{32}$  は、アリール基およびヘテロアリール基の中から選ばれる。 $R^{29}$  および  $R^{30}$  は同じでも異なってもよく、ハロゲン、水素、アルキル基、アリール基または複素環基から選ばれる。)

【請求項 7】

有機層と陰極の間にさらに少なくとも電子輸送層が存在し、電子輸送層が電子受容性窒素を有するヘテロアリール環からなる化合物を含有し、ヘテロアリール環からなる化合物が炭素、水素、窒素、酸素、ケイ素、リンから選ばれる一つ以上の元素で構成されていることを特徴とする請求項 4 ~ 6 のいずれか記載の発光素子。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、蛍光色素や電荷輸送材として有用なナフタセン化合物およびこれを用いた発光素子であって、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機および光信号発生器などの分野に利用可能な発光素子に関するものである。

30

【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が両極に挟まれた有機発光体内で再結合する際に発光するという有機薄膜発光素子の研究が、近年活発に行われている。この発光素子は、薄型でかつ低駆動電圧下での高輝度発光と、発光材料を選ぶことによる多色発光が特徴であり、注目を集めている。この研究は、コダック社の C. W. Tang らによって有機薄膜発光素子が高輝度に発光することが示されて以来、多くの研究機関が検討を行っている。コダック社の研究グループが提示した有機薄膜発光素子の代表的な構成は、ITO ガラス基板上に正孔輸送性のジアミン化合物、発光層であるトリス(8-キノリノラート)アルミニウム(III)、そして陰極として Mg:Ag を順次設けたものであり、10V 程度の駆動電圧で  $1,000 \text{ cd/m}^2$  の緑色発光が可能であった(非特許文献 1 参照)。また、有機薄膜発光素子は、発光層に種々の蛍光材料を用いることにより、多様な発光色を得ることが可能であることから、ディスプレイなどへの実用化研究が盛んである。特に赤色、緑色、青色の三原色の発光材料の研究が最も活発であり、特性向上を目指して鋭意研究がなされている。

40

【0003】

有機薄膜発光素子における最大の課題の 1 つは、素子の耐久性と発光効率の向上である。特に赤色発光素子に関しては、耐久性に優れ、信頼性の高い素子を提供する赤色発光材料は少ない。例えば、ナフタセン化合物(特許文献 1 ~ 3 参照)を用いた発光素子が開示されているが、いずれも耐久性が不十分であった。また、高効率な発光素子を得る手段と

50

しては、ホスト材料にドーパント材料（蛍光材料）を数%ドーピングすることにより発光層を形成する方法が知られている。ホスト材料には高いキャリア移動度、均一な成膜性などが要求され、ドーパント材料には高い蛍光量子収率、均一な分散性などが要求される。例えば、赤色材料としては、アミノスチリル化合物（特許文献4参照）、ジケトピロロピロール誘導体とピロメテン化合物（特許文献5参照）、ナフタセン誘導体とピロメテン化合物（特許文献6、7参照）、クマリン化合物とジシアノメチレンピラン化合物（特許文献8参照）などがあるが、十分な発光効率と耐久性を両立するものは無かった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特許第3196230号

【特許文献2】特開平6-228555号公報

【特許文献3】国際公開第2007/097178号パンフレット

【特許文献4】特開2002-134276号公報

【特許文献5】特開2003-86379号公報

【特許文献6】国際公開第2008/047744号パンフレット

【特許文献7】特開2008-159777号公報

【特許文献8】特開平5-202356号公報

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】アプライド フィジクス レターズ (Applied Physics Letters) (米国) 1987年, 51巻, 12号, p. 913-915

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

上述のように、従来の有機薄膜発光素子では、発光効率が高く、かつ耐久性に優れた発光素子が提供されていなかった。そこで本発明は、従来技術の問題を解決し、発光効率が高く、かつ耐久性に優れた発光素子を可能にする発光素子材料、およびこれを用いた発光素子を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の発光素子材料は一般式(1)で表されるナフタセン化合物を含有することを特徴とする。

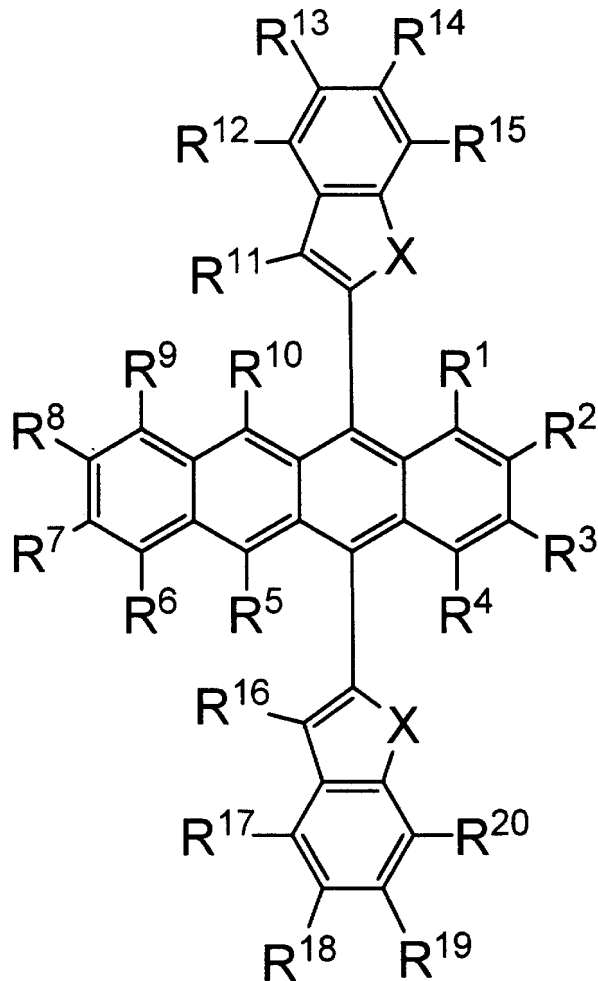
【0008】

10

20

30

【化 1】



10

20

【 0 0 0 9 】

また、本発明の発光素子は、陽極と陰極の間に少なくとも有機層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、該陽極と陰極の間のいずれかの層に上記発光素子材料を含有することを特徴とする。

30

【発明の効果】

【 0 0 1 0 】

本発明によれば高発光効率かつ耐久性に優れた発光素子が得られる。

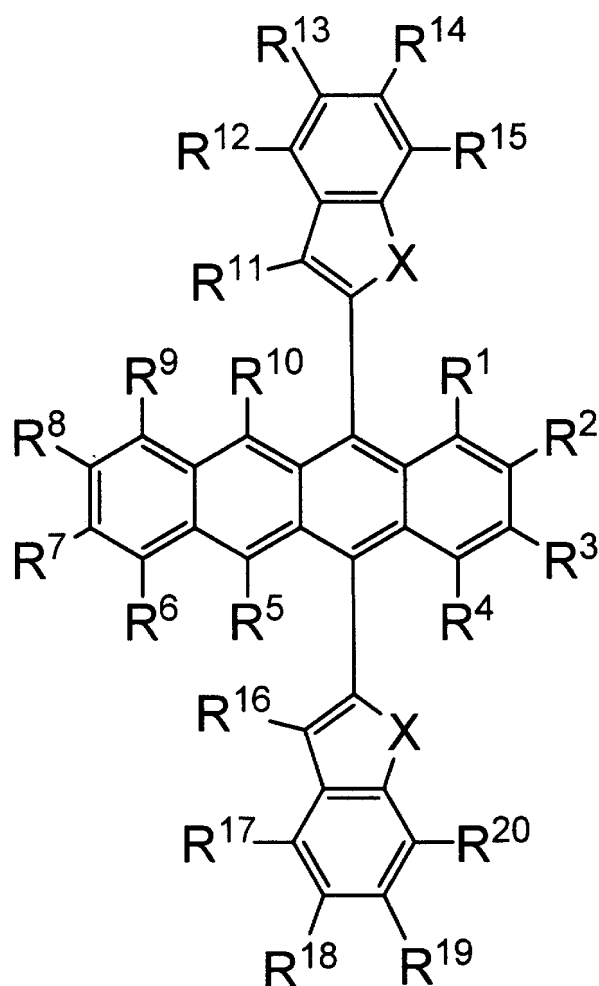
【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 1 】

本発明における一般式(1)で表されるナフタセン化合物について詳細に説明する。

【 0 0 1 2 】

【化 2】



(1)

10

20

【0013】

R<sup>1</sup> ~ R<sup>20</sup> はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシル基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基またはシリル基の中から選ばれる。R<sup>12</sup> ~ R<sup>15</sup> および R<sup>17</sup> ~ R<sup>20</sup> は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。X は酸素原子、硫黄原子、-NR<sup>21</sup>-の中から選ばれる。R<sup>21</sup> は水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アリール基またはヘテロアリール基の中から選ばれる。)

30

これらの置換基のうち、アルキル基とは、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などの飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。置換されている場合の置換基には特に制限は無く、例えば、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基等を挙げることができ、この点は、以下の記載にも共通する。また、アルキル基の炭素数は特に限定されないが、入手の容易性やコストの点から、通常、1以上20以下の範囲である。より好ましくは、1以上8以下の範囲である。

40

【0014】

また、シクロアルキル基とは、例えば、シクロプロピル基、シクロヘキシル基、ノルボルニル基、アダマンチル基などの飽和脂環式炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。シクロアルキル基の炭素数は特に限定されないが、通常、3以上20以下の範囲である。

【0015】

また、複素環基とは、例えば、ピラン環、ペペリジン環、環状アミドなどの炭素以外の原子を環内に有する脂肪族環からなる基を示し、これは無置換でも置換されていてもかま

50

わない。複素環基の炭素数は特に限定されないが、通常、2以上20以下の範囲である。

【0016】

また、アルケニル基とは、例えば、ビニル基、アリル基、ブタジエニル基などの二重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。アルケニル基の炭素数は特に限定されないが、通常、2以上20以下の範囲である。

【0017】

また、シクロアルケニル基とは、例えば、シクロペンテニル基、シクロペンタジエニル基、シクロヘキセニル基などの二重結合を含む不飽和脂環式炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。

【0018】

また、アルキニル基とは、例えば、エチニル基などの三重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。アルキニル基の炭素数は特に限定されないが、通常、2以上20以下の範囲である。

【0019】

また、アルコキシ基とは、例えば、メトキシ基などのエーテル結合を介した脂肪族炭化水素基を示し、脂肪族炭化水素基は無置換でも置換されていてもかまわない。アルコキシ基の炭素数は特に限定されないが、通常、1以上20以下の範囲である。

【0020】

また、アルキルチオ基とは、アルコキシ基のエーテル結合の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。

【0021】

また、アリールエーテル基とは、例えば、フェノキシ基などのエーテル結合を介した芳香族炭化水素基を示し、芳香族炭化水素基は無置換でも置換されていてもかまわない。アリールエーテル基の炭素数は特に限定されないが、通常、6以上40以下の範囲である。

【0022】

また、アリールチオエーテル基とは、アリールエーテル基のエーテル結合の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。

【0023】

また、アリール基とは、例えば、フェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、フェナントリル基、ターフェニル基、ピレニル基、アントラセニル基、フルオレニル基などの芳香族炭化水素基を示す。アリール基は、無置換でも置換されていてもかまわない。アリール基の炭素数は特に限定されないが、通常、6以上40以下の範囲である。

【0024】

また、ヘテロアリール基とは、例えば、フラニル基、チオフェニル基、オキサゾリル基、ピリジル基、キノリニル基などの炭素以外の原子を環内に有する芳香族基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。ヘテロアリール基の炭素数は特に限定されないが、通常、2以上30以下の範囲である。

【0025】

アミノ基とは、無置換でも置換されていてもよく、置換基としては例えばアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、ヘテロアリール基などが挙げられ、これら置換基はさらに置換されていてもかまわない。

【0026】

シリル基とは、例えば、トリメチルシリル基などのケイ素原子への結合を有する官能基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。シリル基の炭素数は特に限定されないが、通常、3以上20以下の範囲である。また、ケイ素数は、通常、1以上6以下の範囲である。

【0027】

隣接基との間に形成される環構造とは、前記一般式(1)で説明すると、 $R^{12} \sim R^1$  および  $R^{17} \sim R^{20}$  の中から選ばれる任意の隣接2置換基(例えば  $R^{12}$  と  $R^{13}$ ) が互いに結合して共役または非共役の縮合環を形成するものである。これら縮合環は環内

10

20

30

40

50

構造に窒素、酸素または硫黄原子を一種以上含んでいてもよいし、さらに別の環と縮合していてもよいが、これら縮合環を構成する原子が炭素原子と水素原子のみであると、優れた耐熱性が得られるため好ましい。

【0028】

一般式(1)で表されるナフタセン化合物は、分子中にナフタセン骨格の特定の結合位置(5位と12位)に、二環式ベンゾヘテロ環(ベンゾフラン環、ベンゾチオフェン環およびインドール環)を2個有している。これにより高いキャリア移動度と耐熱性を両立することが可能となり、素子の発光効率を向上させると共に耐久性を向上させることができる。

【0029】

R<sup>11</sup>およびR<sup>16</sup>がアリール基またはヘテロアリール基であると、ナフタセン骨格同士の分子間相互作用が抑制され、高発光効率が可能となると同時に、安定な薄膜が形成できるため好ましい。中でも、R<sup>11</sup>およびR<sup>16</sup>が炭素数4~14のアリール基またはヘテロアリール基であると、原料の入手や合成プロセスが容易になり、コストダウンが可能となるため、さらに好ましい。

【0030】

炭素数4~14のアリール基、ヘテロアリール基としては、例えばフェニル基、ナフチル基、フェナントリル基、アントラセニル基、フルオレニル基、フラニル基、チオフェニル基、ピロリル基、ベンゾフラニル基、ベンゾチオフェニル基、インドリル基、ベンゾオキサゾリル基、ベンゾチアゾリル基、ベンゾイミダゾリル基、ピリジル基、キノリニル基、キノキサニル基、カルバゾリル基、フェナントロリル基が挙げられる。中でも、高発光効率や薄膜安定性と原料の入手や合成プロセスの容易性の両立の点で、フェニル基、ナフチル基、フェナントリル基、フルオレニル基、ベンゾフラニル基、ベンゾチオフェニル基、ピリジル基、キノリニル基、キノキサニル基が好ましい。

【0031】

なお、上記アリール基およびヘテロアリール基はさらに置換基を有していてもよい。この場合の置換基の例としてはメチル基、エチル基、プロピル基、*t*-ブチル基などのアルキル基、メトキシ基、エトキシ基などのアルコキシ基、フェノキシ基などのアリールエテル基、フェニル基、ナフチル基、ピフェニル基などのアリール基、ピリジル基、キノリニル基、ベンゾフラニル基、ジベンゾフラニル基などのヘテロアリール基が好ましい。中でも、原料の入手や合成プロセスの容易性の点で、メチル基、*t*-ブチル基、フェニル基が特に好ましい。

【0032】

また、一般式(1)のXが酸素原子であると、より高い発光効率を得られるため好ましい。

【0033】

一般式(1)で表されるナフタセン化合物の合成には、公知の方法を使用することができる。ナフタセン骨格に二環式ベンゾヘテロ環を導入する方法は、例えば、ナフトキノン誘導体と二環式ベンゾヘテロ環金属試薬によるカップリング反応を用いる方法やハロゲン化ナフタセン誘導体と二環式ベンゾヘテロ環ボロン酸とのパラジウムやニッケル触媒下でのカップリング反応を用いる方法などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0034】

上記一般式(1)に表される二環式ベンゾヘテロ環を含む基を有するナフタセン化合物としては、具体的に以下を例示することができる。

【0035】

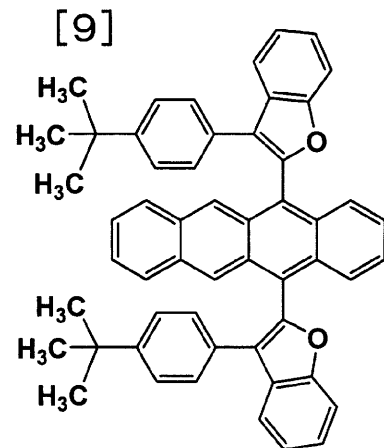
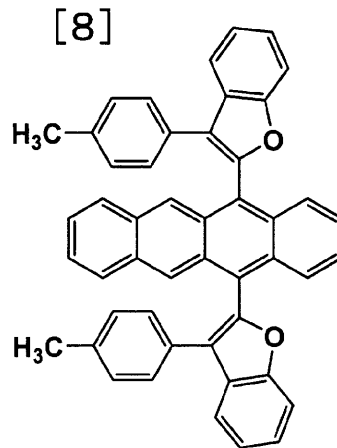
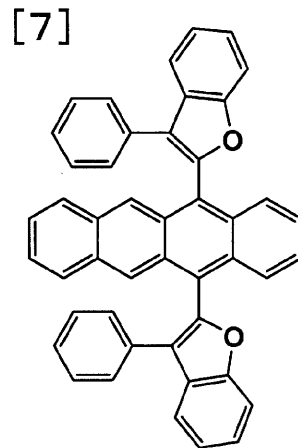
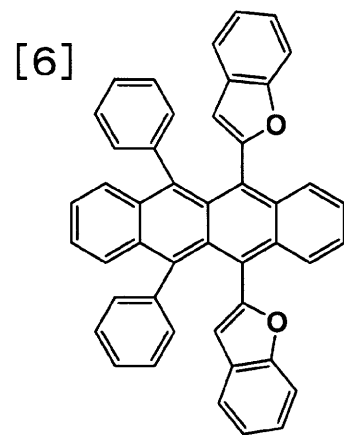
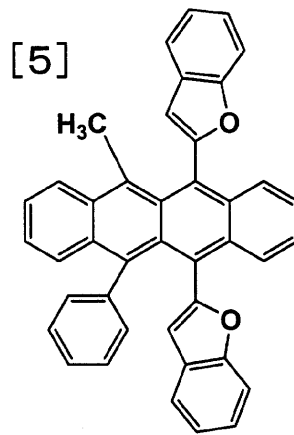
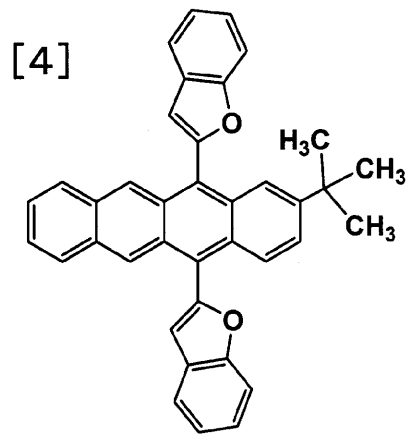
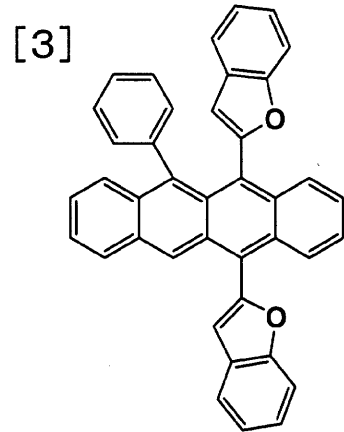
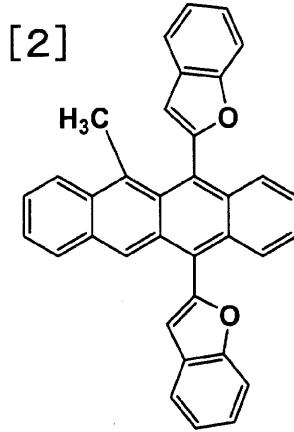
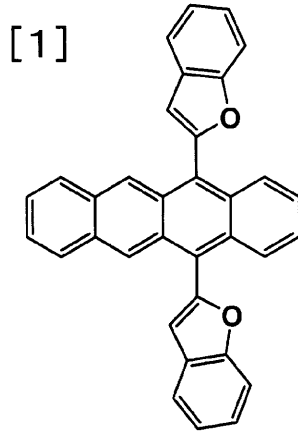
10

20

30

40

【化 3】



【 0 0 3 6 】

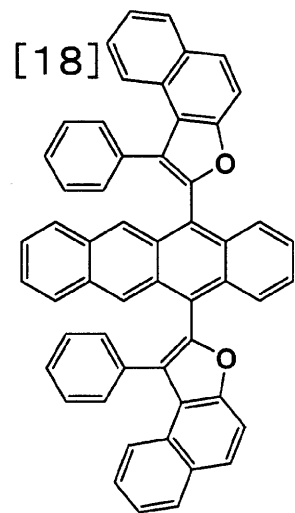
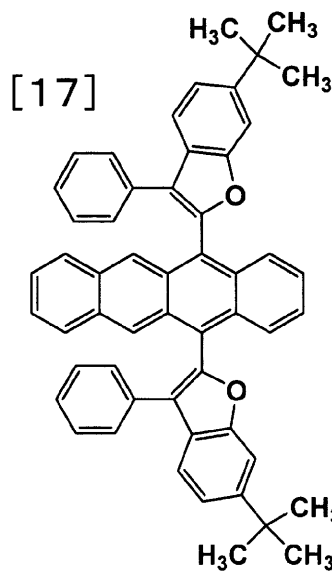
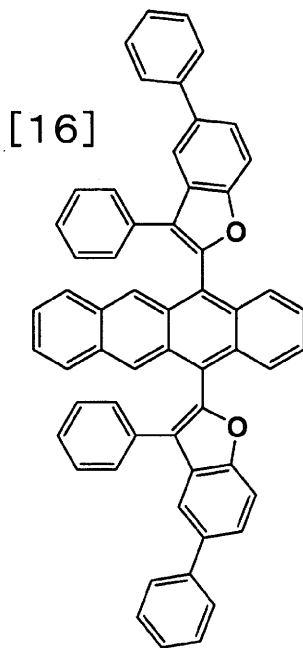
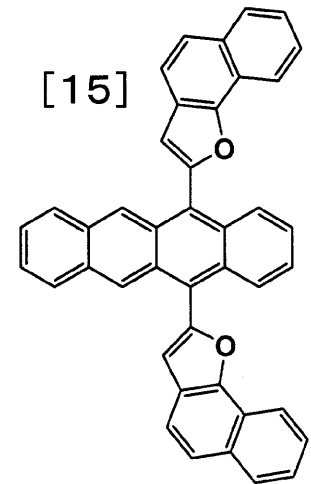
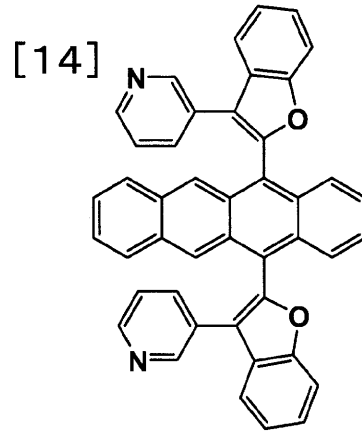
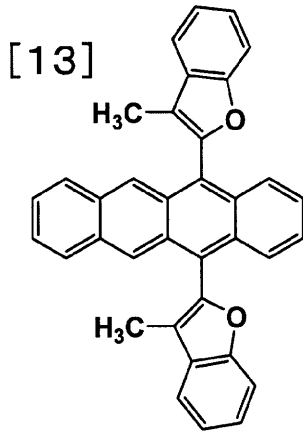
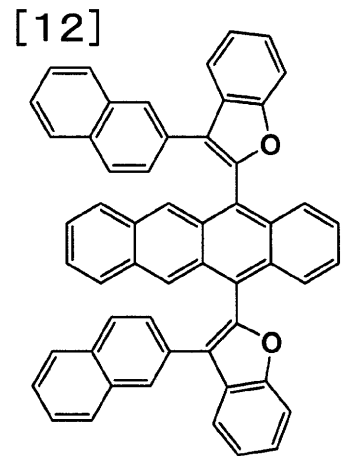
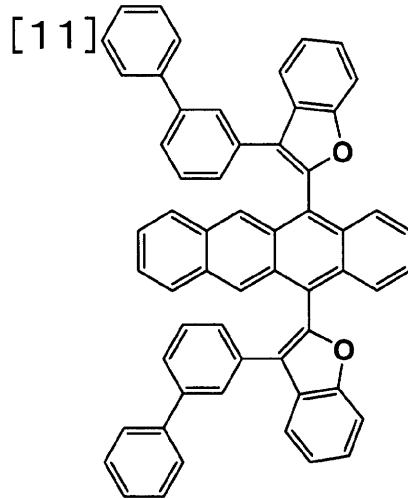
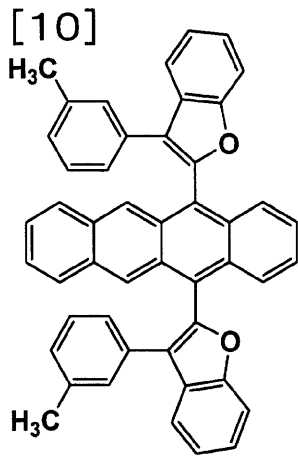
10

20

30

40

【化4】



【0037】

10

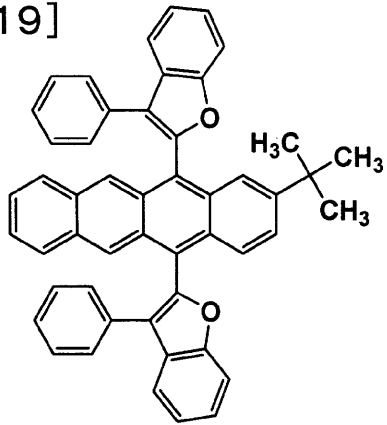
20

30

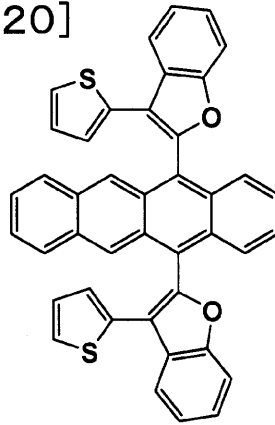
40

【化5】

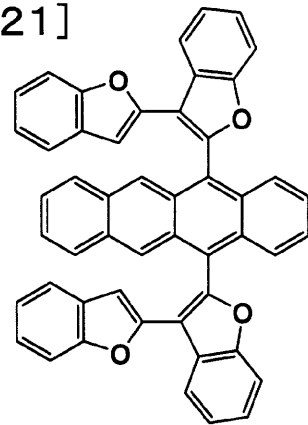
[19]



[20]

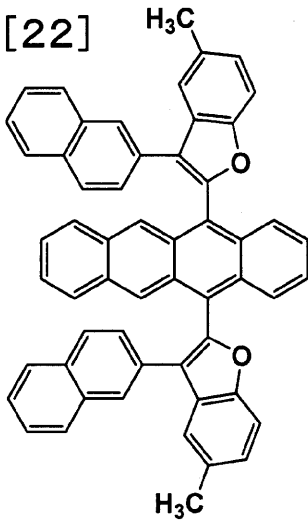


[21]

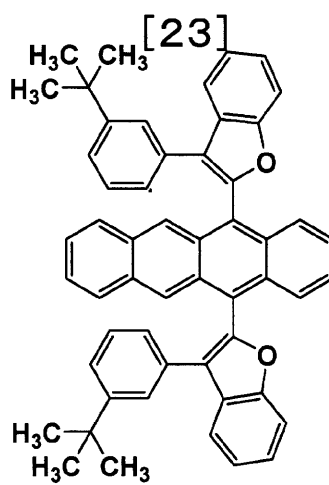


10

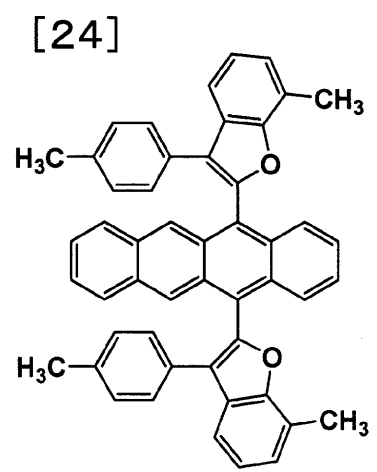
[22]



[23]

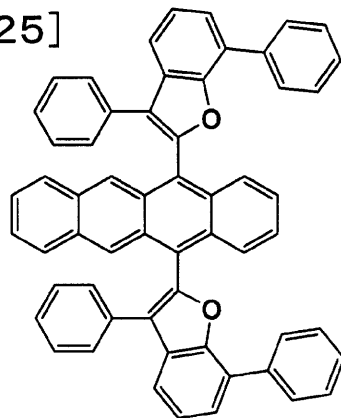


[24]

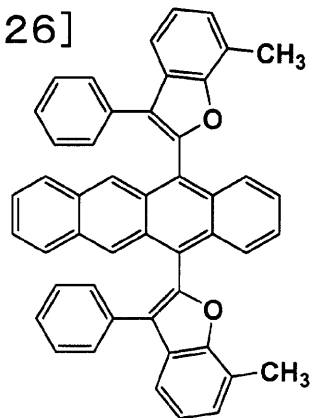


20

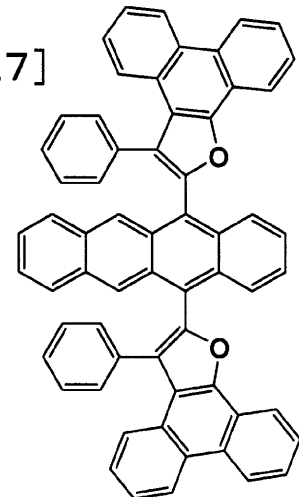
[25]



[26]



[27]

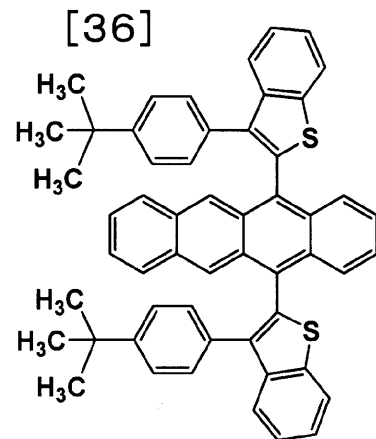
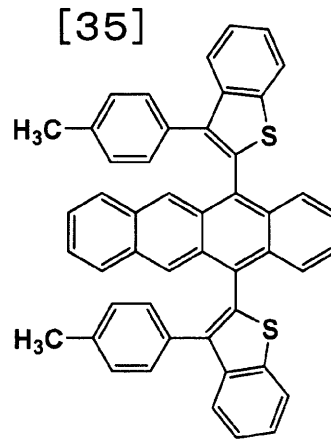
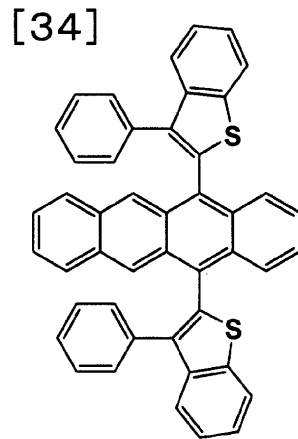
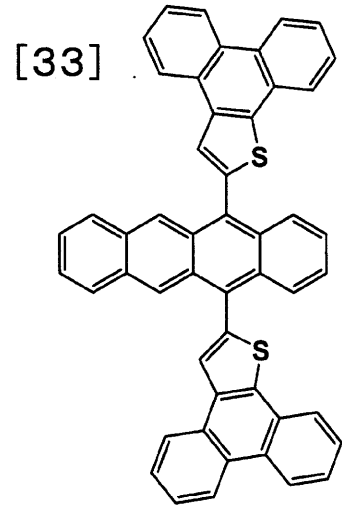
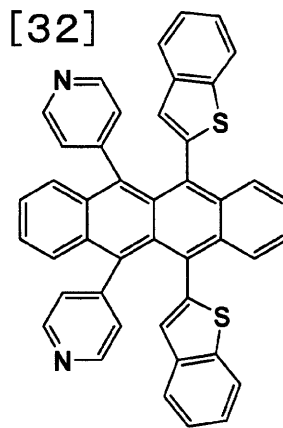
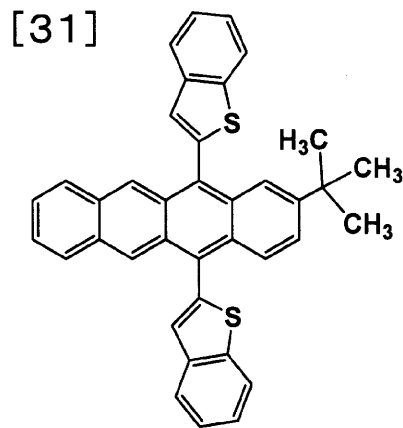
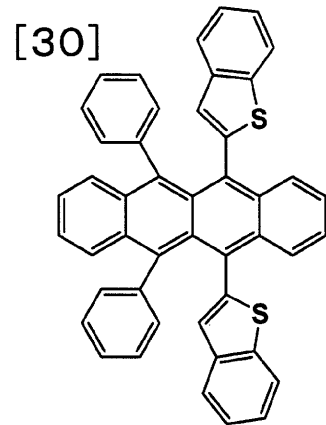
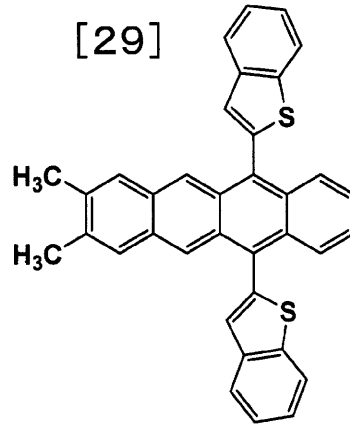
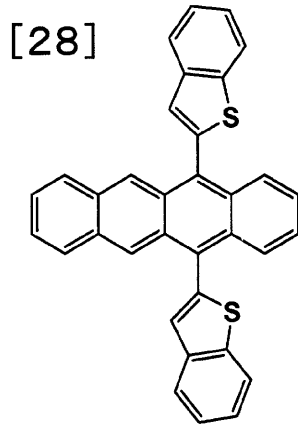


30

40

【0038】

【化6】



【0039】

10

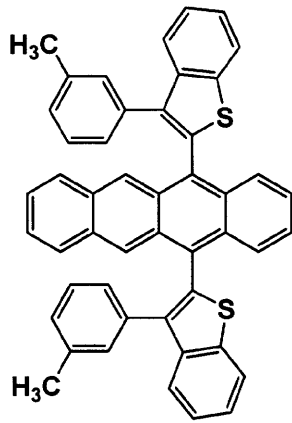
20

30

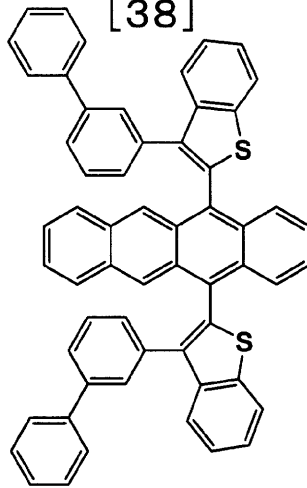
40

【化 7】

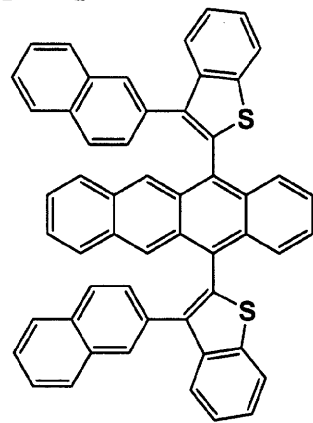
[37]



[38]

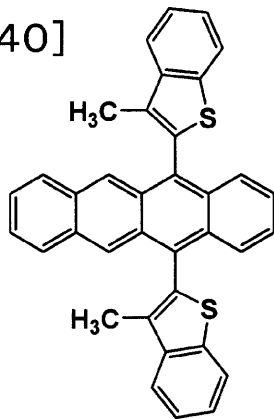


[39]

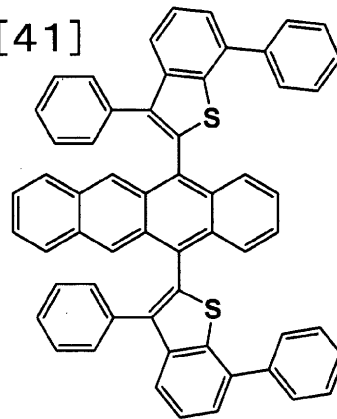


10

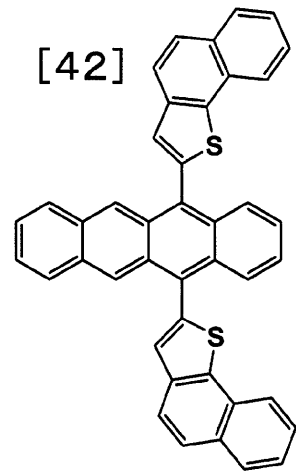
[40]



[41]

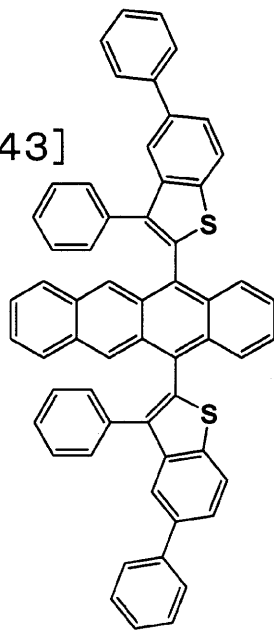


[42]

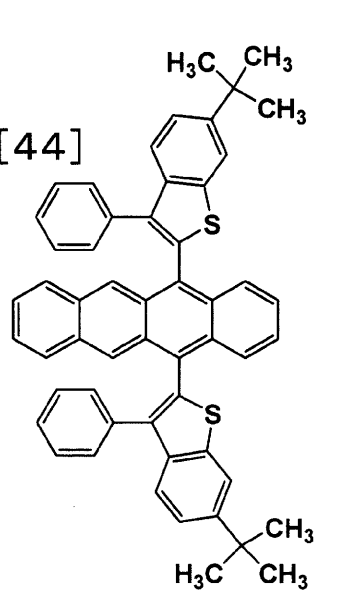


20

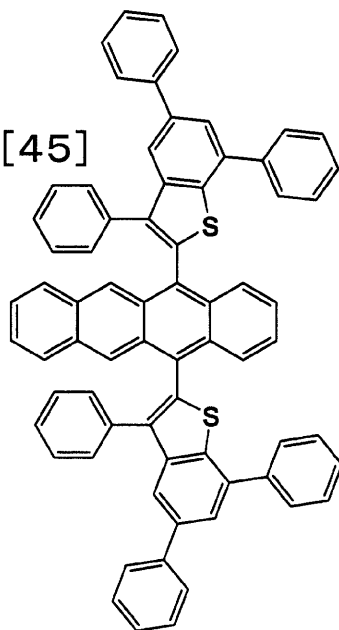
[43]



[44]



[45]



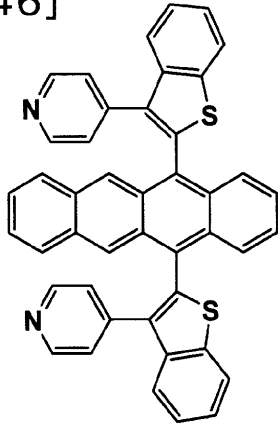
30

40

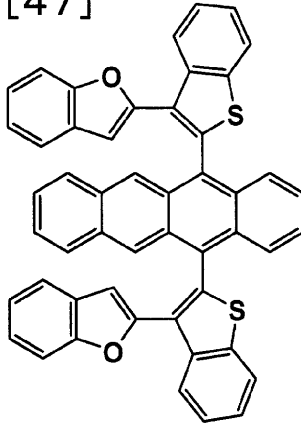
【 0 0 4 0 】

【化 8】

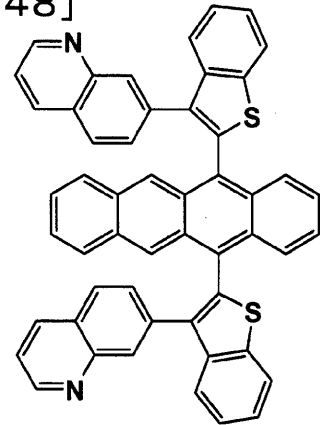
[46]



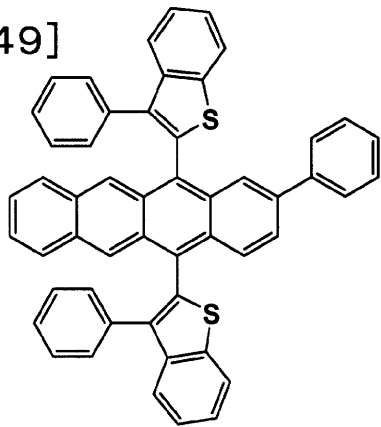
[47]



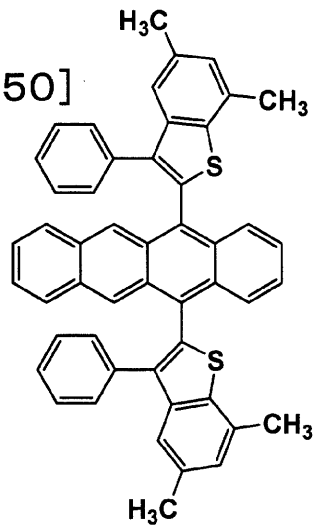
[48]



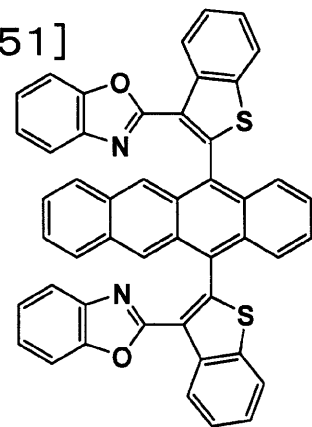
[49]



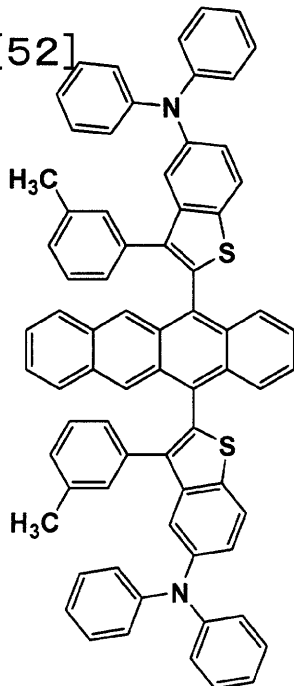
[50]



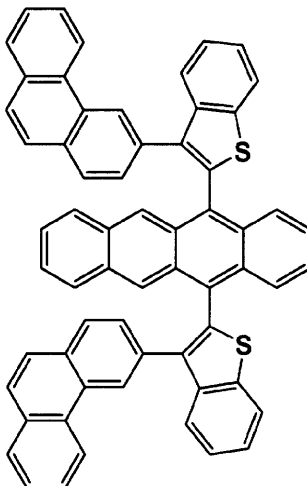
[51]



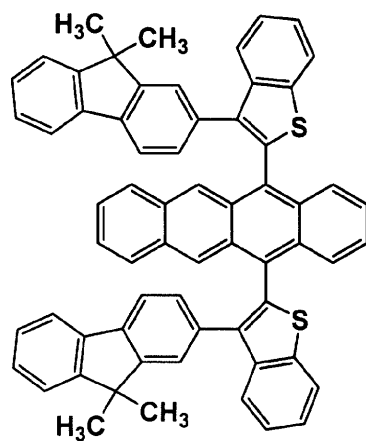
[52]



[53]



[54]



10

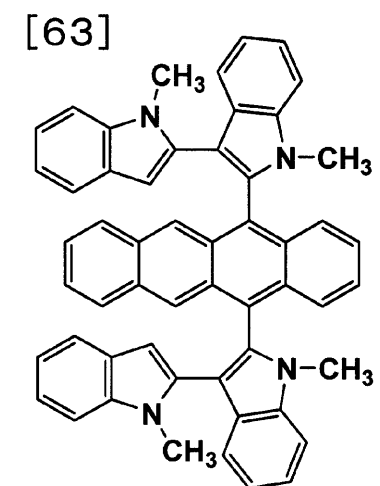
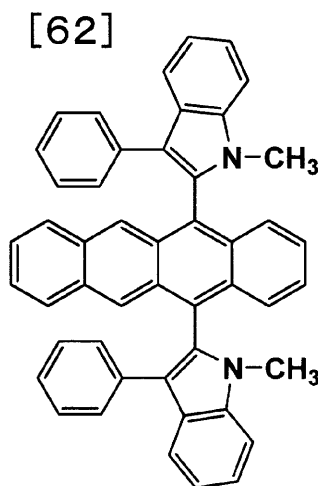
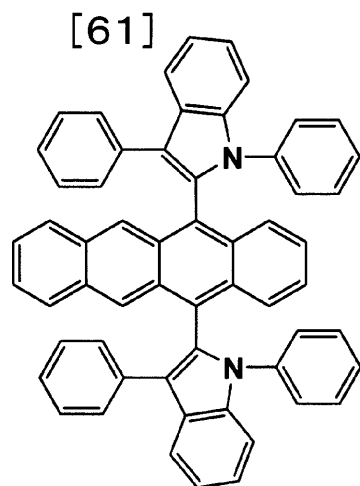
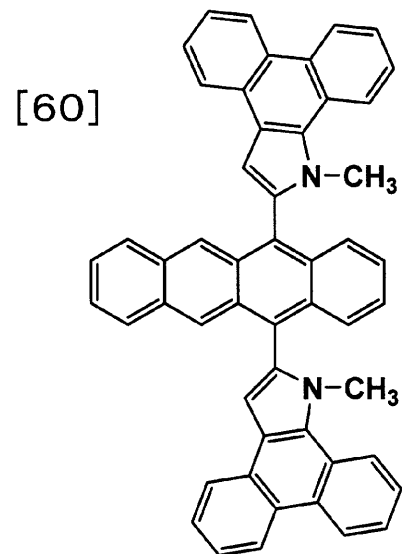
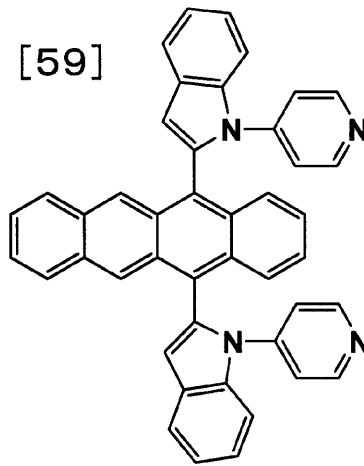
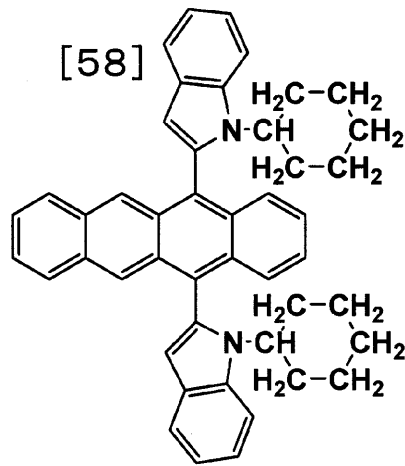
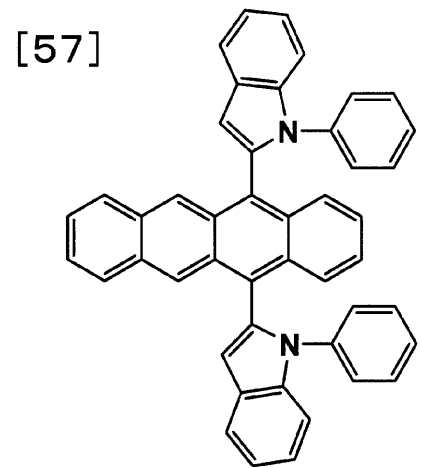
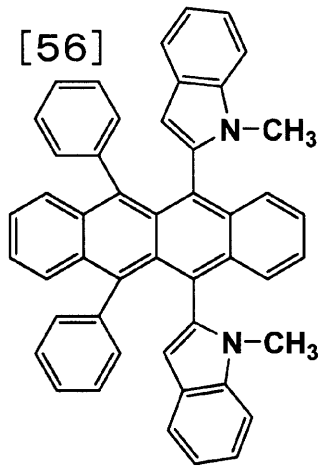
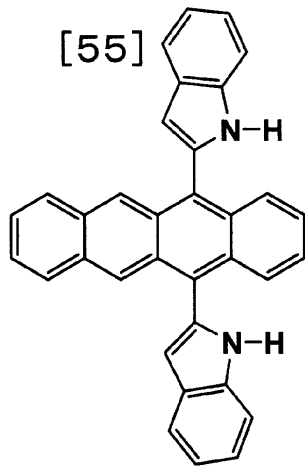
20

30

40

【 0 0 4 1 】

## 【化9】



10

20

30

40

50

## 【0042】

次に、本発明における発光素子の実施形態について例をあげて詳細に説明する。本発明の発光素子は、少なくとも陽極と陰極、およびそれら陽極と陰極の間に介在する発光素子材料からなる有機層とで構成されている。

## 【0043】

本発明で用いられる陽極は、正孔を有機層に効率よく注入できる材料であれば特に限定されないが、比較的仕事関数の大きい材料を用いるのが好ましく、例えば、酸化錫、酸化

インジウム、酸化亜鉛インジウム、酸化錫インジウム（ITO）などの導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロムなどの金属、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリチオフェン、ポリピロールおよびポリアニリンなどの導電性ポリマーなどが挙げられる。これらの電極材料は、単独で用いてもよいが、複数の材料を積層または混合して用いてもよい。

#### 【0044】

陽極の抵抗は、発光素子の発光に十分な電流が供給できればよく、発光素子の消費電力の点からは低抵抗であることが望ましい。例えば、300 / 以下のITO基板であれば素子電極として機能するが、現在では10 / 程度の基板の供給も可能になっていることから、100 / 以下の低抵抗品を使用することが特に望ましい。ITOの厚みは抵抗値に合わせて任意に選ぶ事ができるが、通常100～300nmの間で用いられることが多い。

10

#### 【0045】

また、発光素子の機械的強度を保つために、発光素子を基板上に形成することが好ましい。基板は、ソーダガラスや無アルカリガラスなどのガラス基板が好適に用いられる。ガラス基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、0.5mm以上あれば十分である。ガラスの材質については、ガラスからの溶出イオンが少ない方がよいので無アルカリガラスの方が好ましいが、SiO<sub>2</sub>などのパリアコートをしたソーダライムガラスも市販されているのでこれを使用することもできる。さらに、陽極が安定に機能するのであれば、基板はガラスである必要はなく、例えば、プラスチック基板上に陽極を形成しても良い。ITO膜形成方法は、電子線ビーム法、スパッタリング法および化学反応法など特に制限を受けるものではない。

20

#### 【0046】

本発明で用いられる陰極に用いられる材料は、電子を有機層に効率良く注入できる物質であれば特に限定されないが、一般に白金、金、銀、銅、鉄、錫、亜鉛、アルミニウム、インジウム、クロム、リチウム、ナトリウム、カリウム、セシウム、カルシウムおよびマグネシウムならびにこれらの合金などが挙げられる。電子注入効率をあげて素子特性を向上させるためには、リチウム、ナトリウム、カリウム、セシウム、カルシウム、マグネシウムまたはこれら低仕事関数金属を含む合金が有効である。しかしながら、これらの低仕事関数金属は、一般に大気中で不安定であることが多いため、有機層に微量のリチウムやマグネシウム（真空蒸着の膜厚計表示で1nm以下）をドーピングして安定性の高い電極を得る方法が好ましい例として挙げることができる。また、フッ化リチウムのような無機塩の使用も可能である。更に、電極保護のために白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウムおよびインジウムなどの金属、またはこれら金属を用いた合金、シリカ、チタニアおよび窒化ケイ素などの無機物、ポリビニルアルコール、ポリ塩化ビニル、炭化水素系高分子化合物などの有機高分子化合物を積層することが、好ましい例として挙げられる。これらの電極の作製法は、抵抗加熱、電子線ビーム、スパッタリング、イオンプレーティングおよびコーティングなど、導通を取ることができれば特に制限されない。

30

#### 【0047】

本発明の発光素子は、有機層が一般式（1）で表されるナフタセン化合物を含む発光素子材料により形成される。発光素子材料とは、自ら発光するもの、およびその発光を助けるもののいずれかに該当し、発光に関与している化合物を指すものであり、具体的には、正孔輸送材料、発光材料および電子輸送材料などが該当する。

40

#### 【0048】

本発明の発光素子を構成する有機層は、少なくとも発光素子材料を有する発光層から構成される。有機層の構成例は、発光層のみからなる構成の他に、1) 正孔輸送層 / 発光層 / 電子輸送層および、2) 発光層 / 電子輸送層、3) 正孔輸送層 / 発光層などの積層構成が挙げられる。また、上記各層は、それぞれ単一層、複数層のいずれでもよい。正孔輸送層および電子輸送層が複数層を有する場合、電極に接する側の層をそれぞれ正孔注入層および電子注入層と呼ぶことがあるが、以下の説明では正孔注入材料は正孔輸送材料に、電

50

子注入材料は電子輸送材料にそれぞれ含まれる。

【0049】

正孔輸送層は、正孔輸送材料の一種または二種以上を積層または混合する方法、もしくは、正孔輸送材料と高分子結着剤の混合物を用いる方法により形成される。また、正孔輸送材料に塩化鉄(III)のような無機塩を添加して正孔輸送層を形成してもよい。正孔輸送材料は、発光素子の作製に必要な薄膜を形成し、陽極から正孔が注入できて、さらに正孔を輸送できる化合物であれば特に限定されない。例えば、4,4'-ビス(N-(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ)ピフェニル、4,4'-ビス(N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ)ピフェニル、4,4',4''-トリス(3-メチルフェニル(フェニル)アミノ)トリフェニルアミンなどのトリフェニルアミン誘導体、ビス(N-10 アリルカルバゾール)またはビス(N-アルキルカルバゾール)などのビスカルバゾール誘導体、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物、ベンゾフラン誘導体やチオフエン誘導体、オキサジアゾール誘導体、フタロシアンニン誘導体、ポルフィリン誘導体などの複素環化合物、ポリマー系では前記単量体を側鎖に有するポリカーボネートやスチレン誘導体、ポリチオフエン、ポリアニリン、ポリフルオレン、ポリビニルカルバゾールおよびポリシランなどが好ましいが、発光素子の作製に必要な薄膜を形成し、陽極から正孔が注入できて、さらに正孔を輸送できる化合物であれば特に限定されるものではない。

本発明において、発光層は単一層、複数層のどちらでもよく、いずれもホスト材料および必要に応じドーパント材料を主成分とする発光材料により形成される。発光材料はホスト材料とドーパント材料との混合物であっても、ホスト材料単独であっても、いずれでもよい。すなわち、本発明の発光素子では、各発光層において、ホスト材料もしくはドーパント材料のみが発光してもよいし、ホスト材料とドーパント材料がともに発光してもよい。ホスト材料とドーパント材料は、それぞれ一種類であっても、複数の組み合わせであっても、いずれでもよい。ドーパント材料はホスト材料の全体に含まれていても、部分的に含まれていても、いずれでもよい。ドーパント材料は積層されていても、分散されていても、いずれでもよい。ドーパント材料の量は、多すぎると濃度消光現象が起きるため、ホスト材料に対して20重量%以下で用いることが好ましく、さらに好ましくは10重量%以下である。ドーピング方法は、ホスト材料との共蒸着法によって形成することができるが、ホスト材料と予め混合してから同時に蒸着しても良い。

【0050】

一般式(1)で表されるナфтаセン化合物は正孔輸送材料や電子輸送材料として用いてもよいが、高い発光性能を有することから発光材料として好適に用いられる。また、本発明の発光素子材料は、青緑～赤色領域(500～680nm領域)に強い発光を示すことから、青緑～赤色発光材料として好適に用いることができる。また、ホスト-ドーパント系の発光材料として用いる場合は、本発明のナфтаセン化合物はドーパント材料として用いてもよいが、薄膜安定性に優れることから、ホスト材料として好適に用いられる。本発明のナфтаセン化合物をホスト材料として用いると、組み合わせ用いられるドーパントの種類に応じ、高発光効率で高色純度な緑色発光や赤色発光を得ることができる。

【0051】

本発明で用いられるホスト材料は、本発明の一般式(1)で表されるナфтаセン化合物一種のみに限る必要はなく、本発明の複数のナфтаセン化合物を混合して用いたり、その他のホスト材料の一種以上を本発明のナфтаセン化合物と混合して用いてもよい。混合しうるホスト材料としては、発光体であるアントラセンやペリレンなどの縮合環誘導体、N,N'-ジナフチル-N,N'-ジフェニル-4,4'-ジフェニル-1,1'-ジアミンなどの芳香族アミン誘導体、トリス(8-キノリナート)アルミニウム(III)をはじめとする金属キレート化オキシノイド化合物、ジスチリルベンゼン誘導体などのビススチリル誘導体、テトラフェニルプタジエン誘導体、インデン誘導体、クマリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ピロロピリジン誘導体、ペリノン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、オキサジアゾール誘導体、カルバゾール誘導体、ピロロピロール誘導体、ポリマー

系では、ポリフェニレンビニレン誘導体、ポリパラフェニレン誘導体、ポリフルオレン誘導体、ポリビニルカルバゾール誘導体、ポリチオフェン誘導体が好適に用いられる。

【0052】

発光材料に含有されるドーパント材料は、特に限定されないが、ナフタセン、ルブレン、ペリレン、テリレンなどの縮合芳香環を有する化合物やその誘導体、チオフェン、イミダゾピリジン、ピラジン、ナフチリジン、キノキサリン、ピロロピリジン、チオキサントン、ピリジノチアジアゾール、ピラゾロピリジンなどのヘテロアリアル環を有する化合物やその誘導体、ジスチリルベンゼン誘導体、アミノスチリル誘導体、アルダジン誘導体、ジケトピロロ[3,4-c]ピロール誘導体、2,3,5,6-1H,4H-テトラヒドロ-9-(2'-ベンゾチアゾリル)キノリジノ[9,9a,1-gh]クマリンなどのクマリン誘導体、イミダゾール、チアゾール、チアジアゾール、カルバゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾールなどのアゾール誘導体およびその金属錯体、芳香族アミン誘導体、ビス(ジイソプロピルフェニル)ペリレンテトラカルボン酸イミドなどのナフタルイミド誘導体、ペリノン誘導体、アセチルアセトンやベンゾイルアセトンとフェナントロリンなどを配位子とするEu錯体などの希土類錯体、4-(ジシアノメチレン)-2-メチル-6-(p-ジメチルアミノスチリル)-4H-ピランなどのピラン誘導体、マグネシウムフタロシアニン、アルミニウムクロロフタロシアニンなどの金属フタロシアニン誘導体、亜鉛ポルフィリンなどの金属ポルフィリン誘導体、ローダミン化合物、デアザフラビン誘導体、オキサジン化合物、フェノキサジン誘導体、フェノキサゾン誘導体、キナクリドン誘導体、ジシアノエチニルアレーン誘導体などを用いることができるが、溶液状態で高い蛍光量子収率を有するものが、高効率発光を得る点から好ましく用いられる。また、一般式(1)で表されるナフタセン化合物と組み合わせる場合、蛍光ピーク波長が500nm以上680nm以下の有機蛍光物質が好ましく、さらに、エネルギー移動効率の観点から、蛍光ピーク波長が500nm以上650nm以下がより好ましい。

10

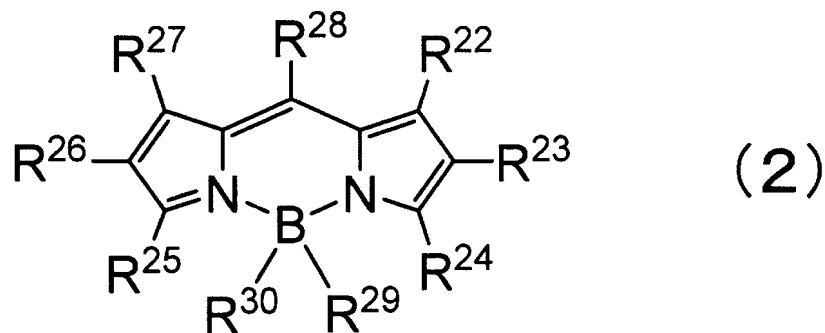
20

【0053】

上記有機蛍光物質の中でも、一般式(2)で表されるピロメテン骨格を有する化合物は蛍光量子収率が高く蛍光スペクトルの半値幅が狭いことから、高効率・高色純度発光が得られるため特に好ましい。

【0054】

【化10】



30

40

【0055】

R<sup>22</sup> ~ R<sup>30</sup> はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、シアノ基、アミノ基、シリル基、-P(=O)R<sup>31</sup>R<sup>32</sup> または隣接置換基との間に形成される環構造の中から選ばれる。R<sup>31</sup> および R<sup>32</sup> は、アリール基およびヘテロアリール基の中から選ばれる。R<sup>29</sup> および R<sup>30</sup> は同じでも異なってもよく、ハロゲン、水素、アルキル基、アリール基または複素環基から選ばれる。なおこれらの置換基の説明は上述したものと同一である。

【0056】

50

上記ピロメテン骨格を有する化合物は、本発明におけるナフタセン化合物との相性に優れることから、ホスト材料とドーパント材料間のエネルギー移動が効率的に起こる。このため高発光効率と高い耐久性を兼ね備えた発光素子を得ることが可能となる。

【0057】

一般式(2)で表されるピロメテン金属錯体のうち、 $R^{22}$ 、 $R^{24}$ 、 $R^{25}$ および $R^{27}$ がアルキル基またはシクロアルキル基であるものは特に青緑～緑色発光を得るのに好ましく用いられる。中でも炭素数1以上8以下のアルキル基または炭素数3以上8以下のシクロアルキル基であることがより好ましい。また、 $R^{22}$ 、 $R^{24}$ 、 $R^{25}$ および $R^{27}$ がアリール基であるものは、特に赤色発光を得るのに好ましく用いられる。アリール基はさらに炭素数1以上6以下のアルキル基、炭素数3以上8以下のシクロアルキル基、炭素数1以上6以下のアルコキシ基、炭素数6以上14以下のアリールエーテル基、炭素数6以上14以下のアリール基で置換されていてもよい。

10

【0058】

$R^{22}$ 、 $R^{24}$ 、 $R^{25}$ および $R^{27}$ が水素以外の置換基である場合、これらの基は互いに同じでも異なってもよいが、高色純度、高発光効率の観点から、 $R^{22} = R^{24}$ かつ $R^{25} = R^{27}$ であるか、 $R^{22} = R^{27}$ かつ $R^{24} = R^{25}$ であることが好ましい。なお、 $R^{22} = R^{24}$ とは $R^{22}$ と $R^{24}$ が同じ基であることを指す。

【0059】

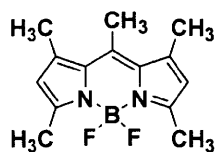
上記のような一般式(2)で表されるピロメテン金属錯体としては、以下の具体例を挙げることができる。

20

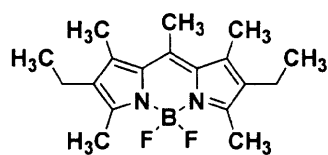
【0060】

【化 1 1】

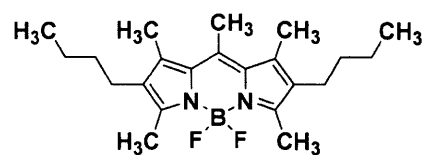
[64]



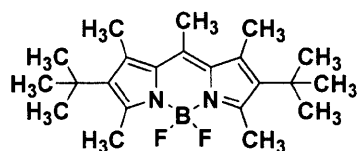
[65]



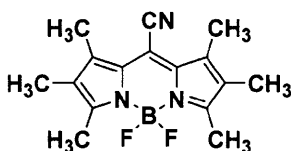
[66]



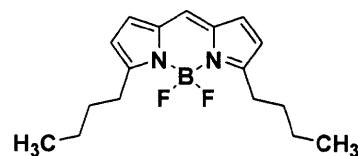
[67]



[68]

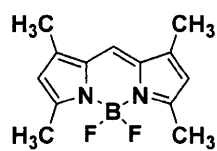


[69]

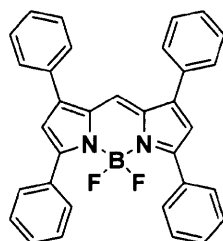


10

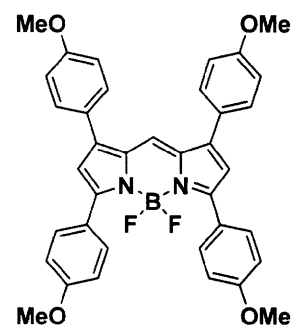
[70]



[71]

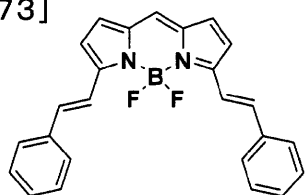


[72]



20

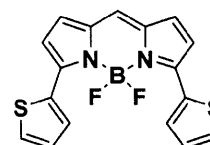
[73]



[74]



[75]

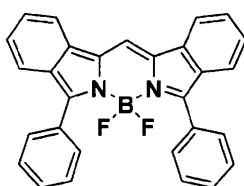


30

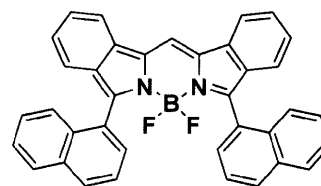
[76]



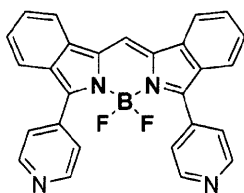
[77]



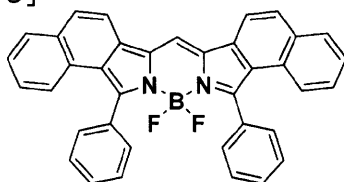
[78]



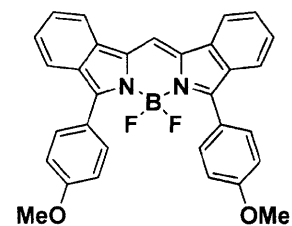
[79]



[80]



[81]

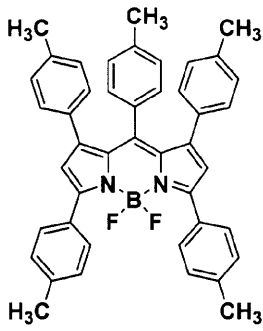


40

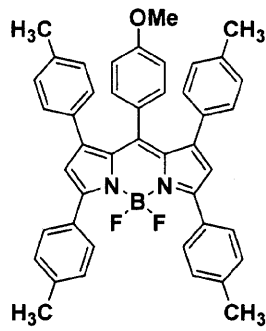
【 0 0 6 1 】

【化 1 2】

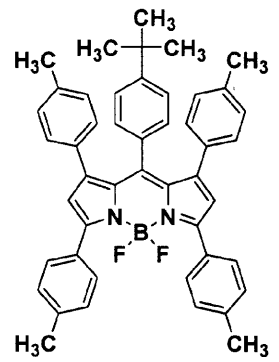
[82]



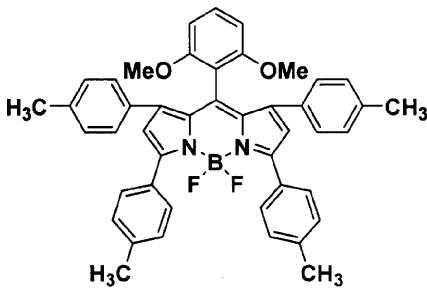
[83]



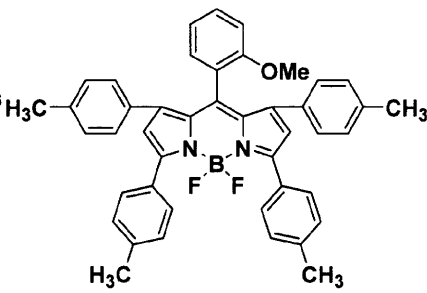
[84]



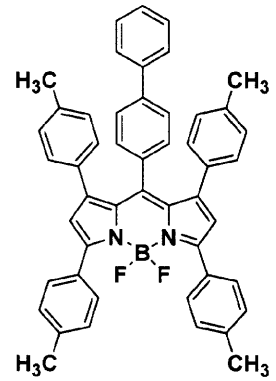
[85]



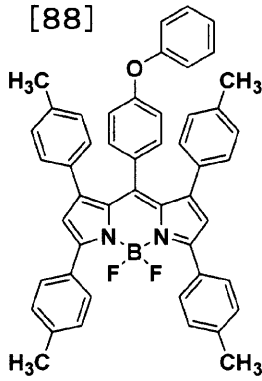
[86]



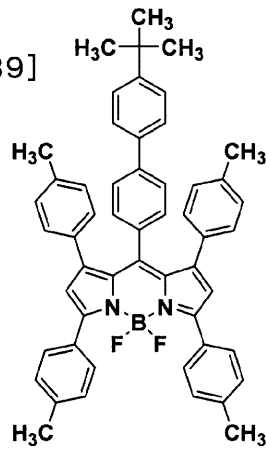
[87]



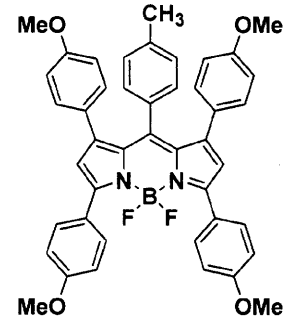
[88]



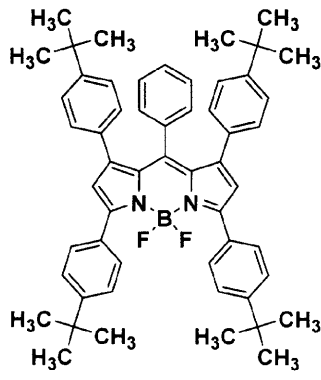
[89]



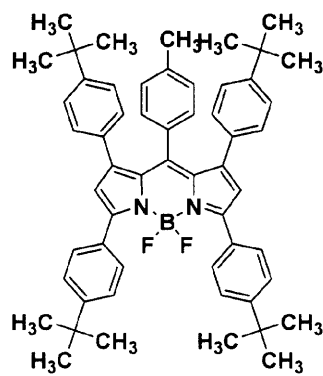
[90]



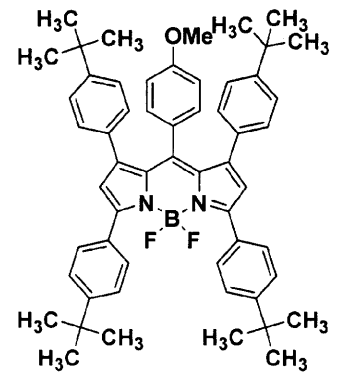
[91]



[92]



[93]



10

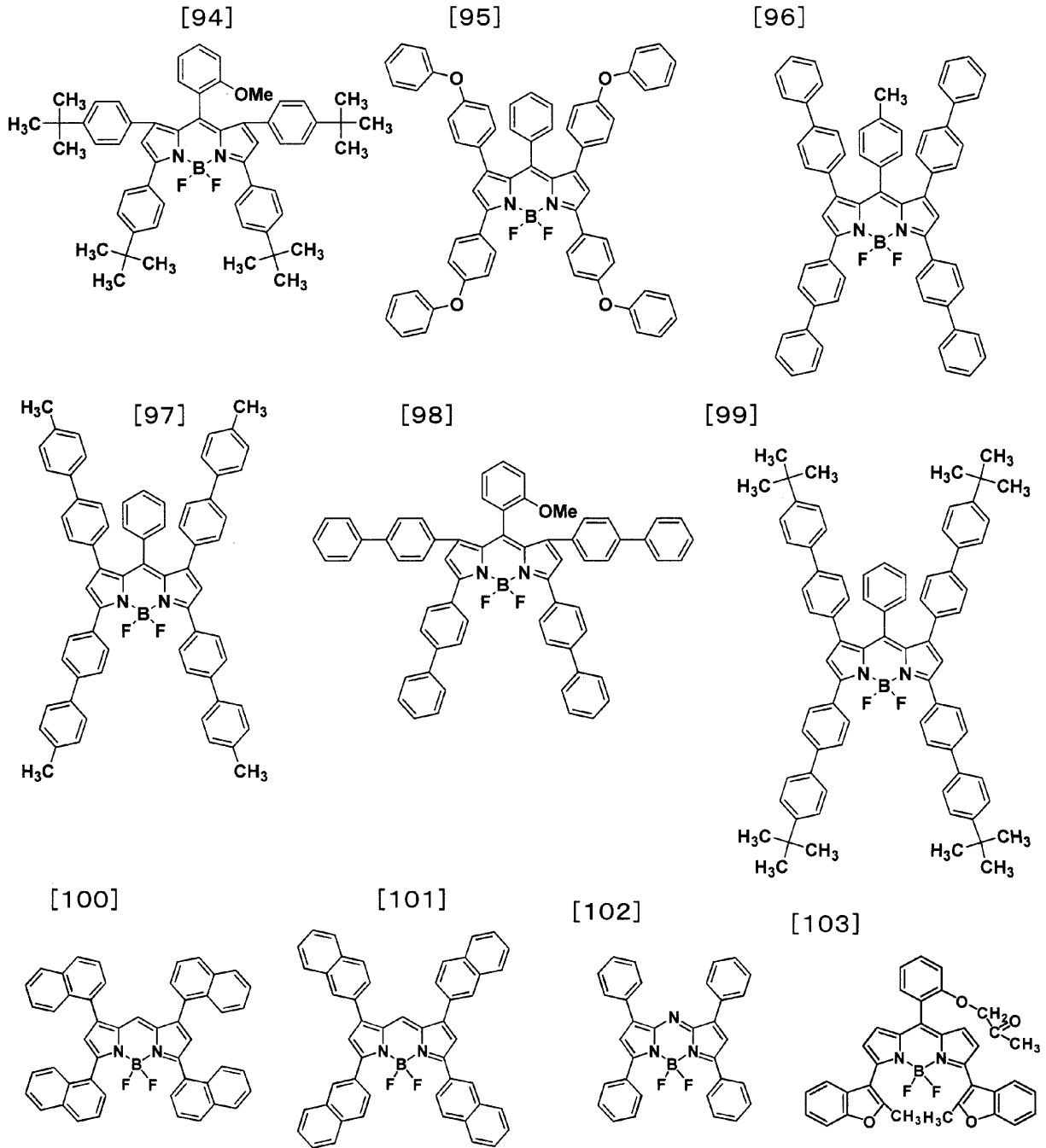
20

30

40

【 0 0 6 2 】

【化 1 3】



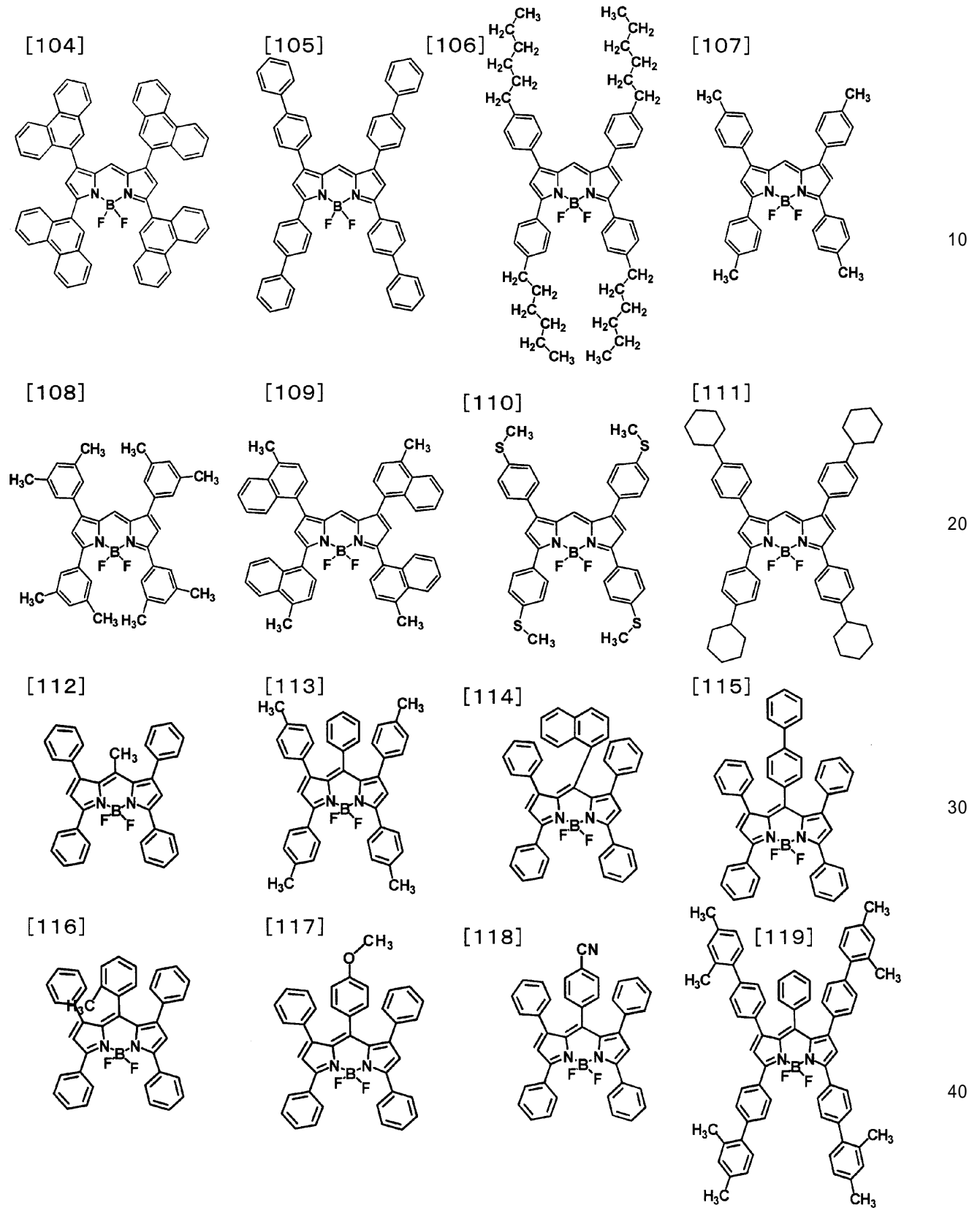
10

20

30

【 0 0 6 3】

【化 1 4】



【 0 0 6 4 】

10

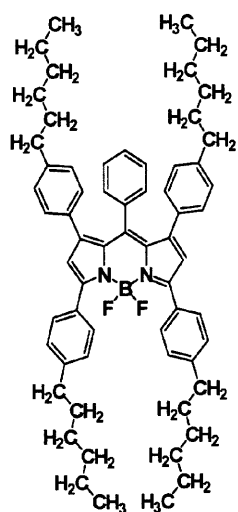
20

30

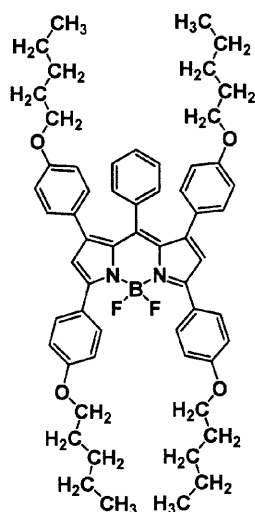
40

【化 1 5】

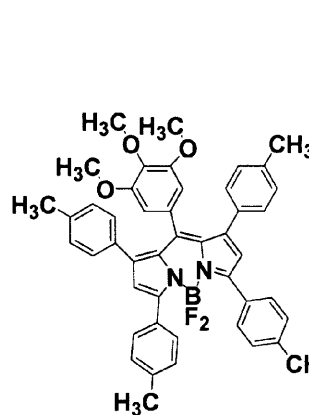
[120]



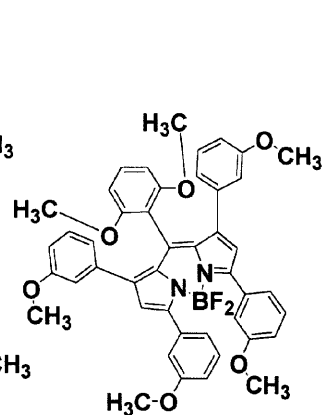
[121]



[122]

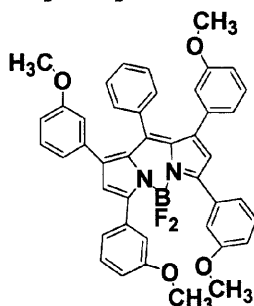


[123]

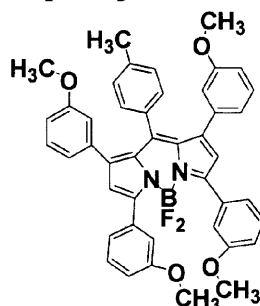


10

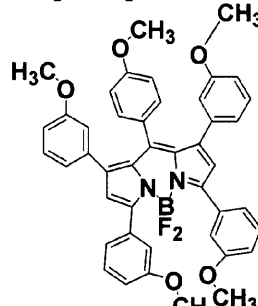
[124]



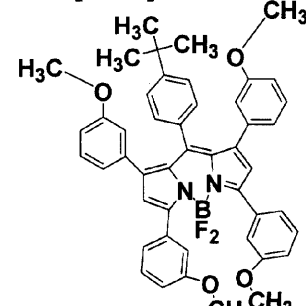
[125]



[126]

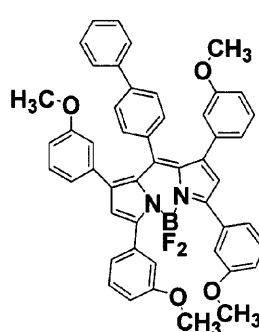


[127]

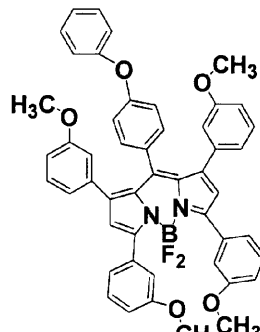


20

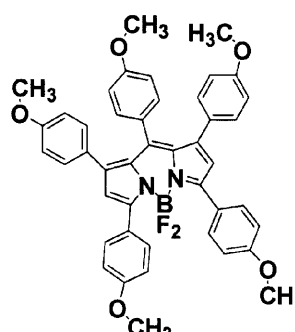
[128]



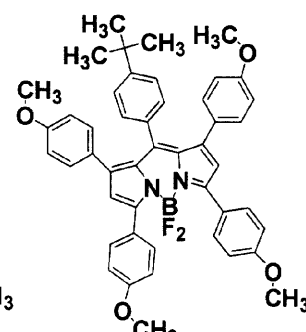
[129]



[130]

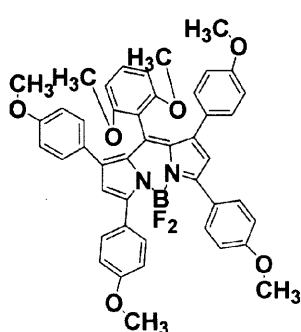


[131]

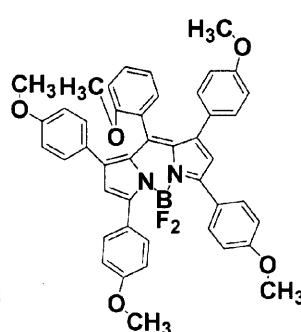


30

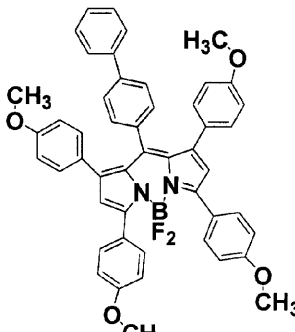
[132]



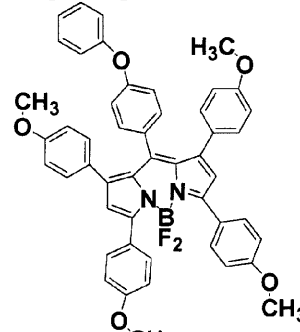
[133]



[134]



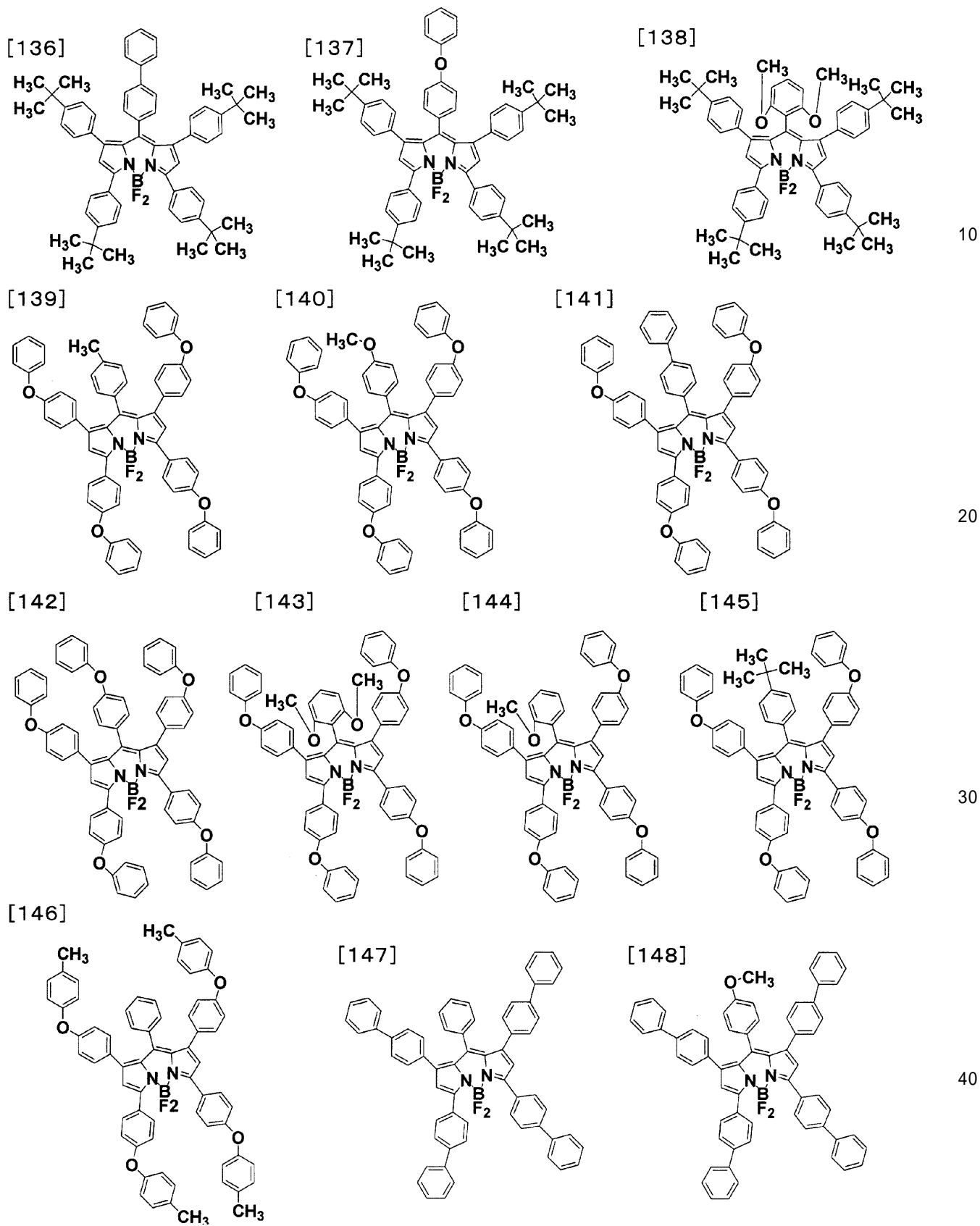
[135]



40

【 0 0 6 5】

【化 1 6】



10

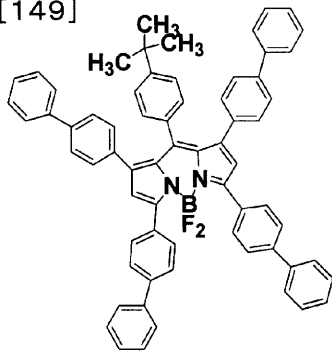
20

30

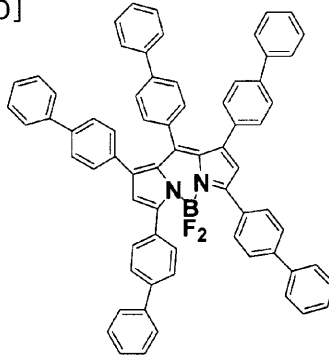
40

## 【化17】

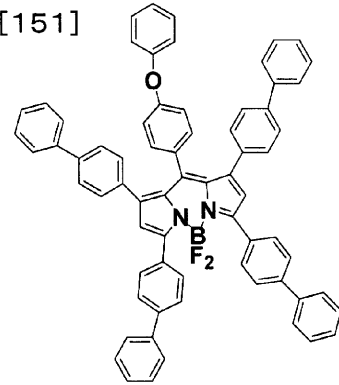
[149]



[150]

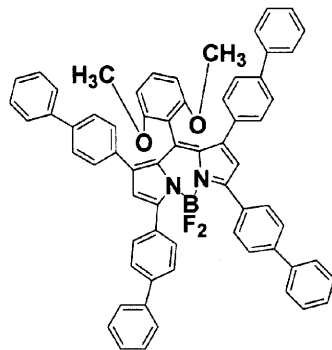


[151]

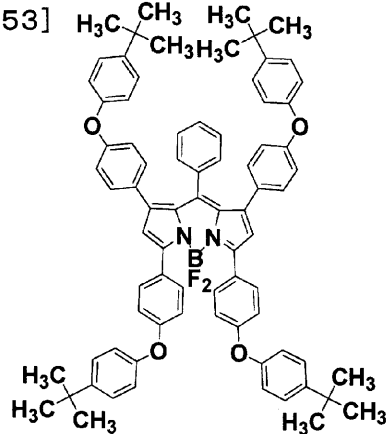


10

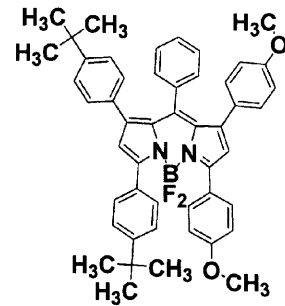
[152]



[153]

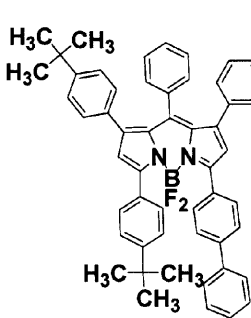


[154]

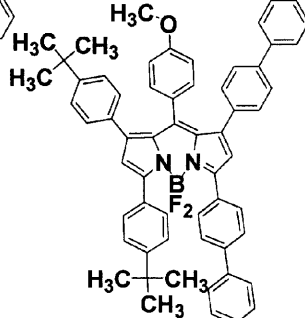


20

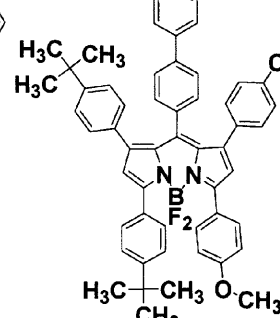
[155]



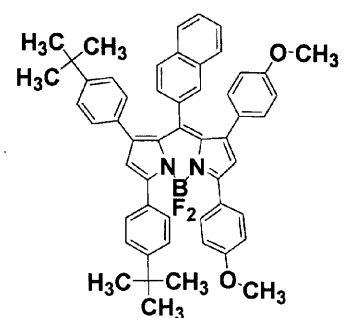
[156]



[157]

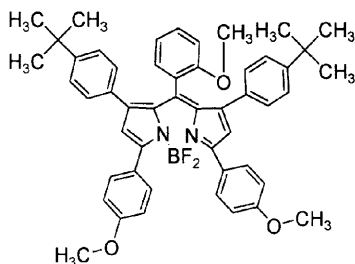


[158]



30

[159]



40

## 【0067】

発光材料に含有されるドーパント材料としては、前記ピロメテン骨格を有する化合物一種のみに限る必要はなく、複数のピロメテン化合物を混合して用いたり、上述のドーパント材料の一種類以上をピロメテン化合物と混合して用いてもよい。

## 【0068】

本発明において、電子輸送層とは、陰極から電子が注入され、さらに電子を輸送する層である。電子輸送層には、電子注入効率が高く、注入された電子を効率よく輸送することが望まれる。そのため電子輸送層は、電子親和力が大きく、しかも電子移動度が大きく、さらに安定性に優れ、トラップとなる不純物が製造時および使用時に発生しにくい物質で

50

構成されることが望ましい。しかしながら、正孔と電子の輸送バランスを考えた場合に、電子輸送層が陽極からの正孔が再結合せずに陰極側へ流れるのを効率よく阻止できる役割を主に果たすならば、電子輸送能力がそれ程高くない材料で構成されていても、発光効率を向上させる効果は電子輸送能力が高い材料で構成されている場合と同等となる。したがって、本発明における電子輸送層には、正孔の移動を効率よく阻止できる正孔阻止層も同義のものとして含まれる。

【0069】

電子輸送層に用いられる電子輸送材料としては、ナフタレン、アントラセンなどの縮合多環芳香族誘導体、4,4'-ビス(ジフェニルエチル)ピフェニルに代表されるスチリル系芳香環誘導体、アントラキノンやジフェノキノンなどのキノン誘導体、リンオキサイド誘導体、トリス(8-キノリノラート)アルミニウム(III)などのキノリノール錯体、ベンゾキノリノール錯体、ヒドロキシアゾール錯体、アゾメチン錯体、トロポロン金属錯体およびフラボノール金属錯体などの各種金属錯体が挙げられるが、駆動電圧を低減し、高効率発光が得られることから、炭素、水素、窒素、酸素、ケイ素、リンの中から選ばれる元素で構成され、電子受容性窒素を含むヘテロアリアル環構造を有する化合物を用いることが好ましい。

10

【0070】

本発明における電子受容性窒素とは、隣接原子との間に多重結合を形成している窒素原子を表す。窒素原子が高い電子陰性度を有することから、該多重結合は電子受容的な性質を有する。それゆえ、電子受容性窒素を含むヘテロアリアル環は、高い電子親和性を有し、電子輸送能に優れ、電子輸送層に用いることで発光素子の駆動電圧を低減できる。電子受容性窒素を含むヘテロアリアル環は、例えば、ピリジン環、ピラジン環、ピリミジン環、キノリン環、キノキサリン環、ナフチリジン環、ピリミドピリミジン環、ベンゾキノリン環、フェナントロリン環、イミダゾール環、オキサゾール環、オキサジアゾール環、トリアゾール環、チアゾール環、チアジアゾール環、ベンゾオキサゾール環、ベンゾチアゾール環、ベンズイミダゾール環、フェナンスロイミダゾール環などが挙げられる。

20

【0071】

これらのヘテロアリアル環構造を有する化合物としては、例えば、ベンズイミダゾール誘導体、ベンズオキサゾール誘導体、ベンズチアゾール誘導体、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、ピラジン誘導体、フェナントロリン誘導体、キノキサリン誘導体、キノリン誘導体、ベンゾキノリン誘導体、ビピリジンやターピリジンなどのオリゴピリジン誘導体、キノキサリン誘導体およびナフチリジン誘導体などが好ましい化合物として挙げられる。中でも、トリス(N-フェニルベンズイミダゾール-2-イル)ベンゼンなどのイミダゾール誘導体、1,3-ビス[(4-tert-ブチルフェニル)1,3,4-オキサジアゾール]フェニレンなどのオキサジアゾール誘導体、N-ナフチル-2,5-ジフェニル-1,3,4-トリアゾールなどのトリアゾール誘導体、パソクプロインや1,3-ビス(1,10-フェナントロリン-9-イル)ベンゼンなどのフェナントロリン誘導体、2,2'-ビス(ベンゾ[h]キノリン-2-イル)-9,9'-スピロピフルオレンなどのベンゾキノリン誘導体、2,5-ビス(6'-(2',2''-ビピリジル))-1,1-ジメチル-3,4-ジフェニルシロールなどのビピリジン誘導体、1,3-ビス(4'-(2,2':6'2''-ターピリジニル))ベンゼンなどのターピリジン誘導体、ビス(1-ナフチル)-4-(1,8-ナフチリジン-2-イル)フェニルホスフィンオキサイドなどのナフチリジン誘導体が、電子輸送能の観点から好ましく用いられる。

30

40

【0072】

上記電子輸送材料は単独でも用いられるが、上記電子輸送材料の2種以上を混合して用いたり、その他の電子輸送材料の一種以上を上記の電子輸送材料に混合して用いても構わない。また、アルカリ金属やアルカリ土類金属などの金属と混合して用いることも可能である。電子輸送層のイオン化ポテンシャルは、特に限定されないが、好ましくは5.8 eV以上8.0 eV以下であり、より好ましくは6.0 eV以上7.5 eV以下である。

50

## 【0073】

発光素子を構成する上記各層の形成方法は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着、スパッタリング、分子積層法、コーティング法、インクジェット法、印刷法、レーザー誘起熱転写法など特に限定されないが、通常は、素子特性の点から抵抗加熱蒸着または電子ビーム蒸着が好ましい。

## 【0074】

層の厚みは、発光物質の抵抗値にもよるので限定することはできないが、1～1000nmの間から選ばれる。発光層、電子輸送層、正孔輸送層の膜厚はそれぞれ、好ましくは1nm以上200nm以下であり、さらに好ましくは5nm以上100nm以下である。

## 【0075】

本発明の発光素子は、電気エネルギーを光に変換できる発光素子である。ここに電気エネルギーとは主に直流電流を指すが、パルス電流や交流電流を用いることも可能である。電流値および電圧値は特に制限はないが、素子の消費電力や寿命を考慮すると、できるだけ低いエネルギーで最大の輝度が得られるようにするべきである。

## 【0076】

本発明の発光素子は、例えば、マトリクスおよび/またはセグメント方式で表示するディスプレイとして好適に用いられる。

## 【0077】

本発明におけるマトリクス方式とは、表示のための画素が格子状やモザイク状など二次元的に配置されたものをいい、画素の集合で文字や画像を表示する。画素の形状やサイズは用途によって決まる。例えば、パソコン、モニター、テレビの画像および文字表示には、通常一辺が300 $\mu$ m以下の四角形の画素が用いられ、また、表示パネルのような大型ディスプレイの場合は、一辺がmmオーダーの画素を用いることになる。モノクロ表示の場合は、同じ色の画素を配列すればよいが、カラー表示の場合には、赤、緑、青の画素を並べて表示させる。この場合、典型的にはデルタタイプとストライプタイプがある。そして、このマトリクスの駆動方法としては、線順次駆動方法やアクティブマトリクスのどちらでもよい。線順次駆動の方が構造が簡単であるという利点があるが、動作特性を考慮した場合、アクティブマトリクスの方が優れる場合があるので、これも用途によって使い分けることが必要である。

## 【0078】

本発明におけるセグメント方式(タイプ)とは、予め決められた情報を表示するようにパターンを形成し、決められた領域を発光させることになる。例えば、デジタル時計や温度計における時刻や温度表示、オーディオ機器や電磁調理器などの動作状態表示および自動車のパネル表示などが挙げられる。そして、前記マトリクス表示とセグメント表示は同じパネルの中に共存していてもよい。

## 【0079】

本発明の発光素子は、各種機器等のバックライトとしても好ましく用いられる。バックライトは、主に自発光しない表示装置の視認性を向上させる目的に使用され、液晶表示装置、時計、オーディオ装置、自動車パネル、表示板および標識などに使用される。特に、液晶表示装置、中でも薄型化が課題となっているパソコン用途のバックライトとしては、従来のものが蛍光灯や導光板からなっているため薄型化が困難であることを考えると、本発明における発光素子を用いたバックライトは薄型で軽量であることが特徴となる。

## 【実施例】

## 【0080】

以下、実施例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。なお、下記の各実施例にある化合物の番号は上記に記載した化合物の番号を指すものである。

## 【0081】

合成例1

化合物[7]の合成

10

20

30

40

50

フェナンシルブロマイド 9.5 g、フェノール 6.8 g、炭酸カリウム 13.3 g をアセトン 192 mL に溶解し、窒素気流下、加熱還流させながら 3 時間攪拌した。室温に冷却した後、水 200 mL を加え、ジクロロメタン 150 mL で抽出した。有機層を水 100 mL で 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応組成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、黄色液体 9.7 g (収率 86%) を得た。得られた液体の  $^1\text{H-NMR}$  分析結果は次の通りであり、上記で得られた黄色液体が 2-フェノキシ-1-フェニルエタノンであることが確認された。

$^1\text{H-NMR}$  (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 5.27(s, 2H), 6.87-7.01(m, 2H), 7.19-7.33(m, 2H), 7.47-7.65(m, 4H), 7.96-8.03(m, 2H)。

10

**【0082】**

2-フェノキシ-1-フェニルエタノン 9.7 g をジクロロメタン 200 mL に溶解し、窒素気流下、メタンスルホン酸 22.0 g を滴下した後、加熱還流させながら 1 時間攪拌した。室温に冷却した後、水 200 mL を加え、ジクロロメタン 250 mL で抽出した。有機層を水 100 mL で 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応組成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、淡黄色液体 6.9 g (収率 78%) を得た。得られた液体の  $^1\text{H-NMR}$  分析結果は次の通りであり、上記で得られた淡黄色液体が 3-フェニルベンゾフランであることが確認された。

$^1\text{H-NMR}$  (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 7.22-7.79(m, 8H), 7.82(s, 1H), 7.84-7.88(m, 1H)。

20

**【0083】**

3-フェニルベンゾフラン 6.0 g を脱水エーテル 124 mL に溶解させ、窒素気流下、0 で n-ブチルリチウム (1.6 M ヘキサン溶液) 23.2 mL を滴下し、0 にて 1 時間攪拌した。次いで、5, 12-ナフタセンキノン 2.9 g の脱水エーテル溶液 20 mL を滴下し、1 時間室温にて攪拌した後、さらに加熱還流させながら 1 時間攪拌した。室温に冷却した後、0.1 M 塩酸水溶液 50 mL を加え、室温にて 1 時間攪拌し、トルエン 250 mL で抽出した。有機層を水 100 mL で 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応粗生成物を真空乾燥した後、赤橙色液体 6.8 g (収率 94%) を得た。

30

**【0084】**

上記反応粗生成物 6.8 g をテトラヒドロフラン 210 mL に溶解し、塩化すず (II) 二水和物 4.7 g の 35% 塩酸溶液 50 mL を室温で滴下した後、加熱還流させながら 9 時間攪拌した。室温に冷却した後、析出した粉末をろ取し、メタノール 50 mL で洗浄した。得られた粉末をアセトン 30 mL で加熱還流させながら 1 時間攪拌し、室温に冷却した後、析出した粉末をろ取した。次いで、得られた粉末をシクロペンチルメチルエーテル 25 mL で、60 にて 1 時間攪拌し、室温に冷却した後、析出した粉末をろ取した。得られた粉末を真空乾燥した後、橙色粉末 3.8 g (収率 59%) を得た。得られた粉末の  $^1\text{H-NMR}$  分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末が化合物 [7] であることが確認された。

40

$^1\text{H-NMR}$  (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 7.06-8.29(m, 26H), 8.50(s, 2H)。

**【0085】**

なお、この化合物 [7] は、油拡散ポンプを用いて  $1 \times 10^{-3}$  Pa の圧力下、約 230 で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC 純度 (測定波長 254 nm における面積%) は昇華精製前が 99.0%、昇華精製後が 99.4% であった。

**【0086】**

## 合成例 2

## 化合物 [1] の合成

ベンゾフラン 5.0 g を脱水エーテル 169 mL に溶解させ、窒素気流下、0 で n-ブチルリチウム (1.6 M ヘキサン溶液) 31.7 mL を滴下し、0 にて 1 時間攪拌し

50

た。次いで、5, 12-ナフタセンキノン 3.9 g の脱水エーテル溶液 30 mL を滴下し、1 時間室温にて攪拌した後、さらに加熱還流させながら 1 時間攪拌した。室温に冷却した後、さらに加熱還流させながら 1 時間攪拌した。室温に冷却した後、0.1 M 塩酸水溶液 70 mL を加え、室温にて 1 時間攪拌し、トルエン 300 mL で抽出した。有機層を水 100 mL で 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応粗生成物を真空乾燥した後、赤橙色液体 6.7 g (収率 90%) を得た。

#### 【0087】

上記反応粗生成物 6.7 g をテトラヒドロフラン 210 mL に溶解し、塩化すず(II) 二水和物 6.1 g の 35% 塩酸溶液 60 mL を室温で滴下した後、加熱還流させながら 9 時間攪拌した。室温に冷却した後、析出した粉末をろ取り、メタノール 50 mL で洗浄した。得られた粉末をアセトン 30 mL で加熱還流させながら 1 時間攪拌し、室温に冷却した後、析出した粉末をろ取りした。次いで、得られた粉末をシクロペンチルメチルエーテル 30 mL で、60 にて 1 時間攪拌し、室温に冷却した後、析出した粉末をろ取りした。得られた粉末を真空乾燥した後、橙色粉末 3.4 g (収率 55%) を得た。得られた粉末の <sup>1</sup>H-NMR 分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末が化合物 [1] であることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 6.72(s, 2H), 7.10-7.91(m, 16H), 8.31(s, 2H)

#### 【0088】

なお、この化合物 [1] は、油拡散ポンプを用いて  $1 \times 10^{-3}$  Pa の圧力下、約 220 で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC 純度 (測定波長 254 nm における面積%) は昇華精製前が 99.2%、昇華精製後が 99.5% であった。

#### 【0089】

##### 合成例 3

##### 化合物 [16] の合成

フェナンシルプロマイド 9.5 g、4-ヒドロキシビフェニル 8.1 g、炭酸カリウム 13.3 g をアセトン 192 mL に溶解し、窒素気流下、加熱還流させながら 3 時間攪拌した。室温に冷却した後、水 200 mL を加え、ジクロロメタン 150 mL で抽出した。有機層を水 100 mL で 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応組成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、黄色液体 12.4 g (収率 90%) を得た。得られた液体の <sup>1</sup>H-NMR 分析結果は次の通りであり、上記で得られた黄色液体が 2-(ビフェニル-4-イル-オキシ)-1-フェニルエタノンであることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 5.20(s, 2H), 6.83-7.02(m, 2H), 7.22-7.48(m, 10H), 7.86-8.01(m, 2H)。

#### 【0090】

2-(ビフェニル-4-イル-オキシ)-1-フェニルエタノン 12.4 g をジクロロメタン 250 mL に溶解し、窒素気流下、メタンスルホン酸 20.7 g を滴下した後、加熱還流させながら 1 時間攪拌した。室温に冷却した後、水 250 mL を加え、ジクロロメタン 300 mL で抽出した。有機層を水 120 mL で 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応組成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、淡黄色液体 9.3 g (収率 80%) を得た。得られた液体の <sup>1</sup>H-NMR 分析結果は次の通りであり、上記で得られた淡黄色液体が 3,5-ジフェニルベンゾフランであることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 7.22-7.48(m, 12H), 7.50(s, 1H), 7.71(s, 1H)

#### 【0091】

3,5-ジフェニルベンゾフラン 9.3 g を脱水エーテル 138 mL に溶解させ、窒素気流下、0 で n-ブチルリチウム (1.6 M ヘキサン溶液) 25.8 mL を滴下し、0

にて1時間撈拌した。次いで、5, 12-ナフタセンキノン3.2gの脱水エーテル溶液25mLを滴下し、1時間室温にて撈拌した後、さらに加熱還流させながら1時間撈拌した。室温に冷却した後、0.1M塩酸水溶液55mLを加え、室温にて1時間撈拌し、トルエン250mLで抽出した。有機層を水100mLで2回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応粗生成物を真空乾燥した後、赤橙色液体9.5g(収率96%)を得た。

【0092】

上記反応粗生成物9.5gをテトラヒドロフラン238mLに溶解し、塩化不ず(II)二水和物5.4gの35%塩酸溶液60mLを室温で滴下した後、加熱還流させながら9時間撈拌した。室温に冷却した後、析出した粉末をろ取し、メタノール70mLで洗浄した。得られた粉末をアセトン40mLで加熱還流させながら1時間撈拌し、室温に冷却した後、析出した粉末をろ取した。次いで、得られた粉末をシクロペンチルメチルエーテル35mLで、60にて1時間撈拌し、室温に冷却した後、析出した粉末をろ取した。得られた粉末を真空乾燥した後、橙色粉末5.4g(収率60%)を得た。得られた粉末の<sup>1</sup>H-NMR分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末が化合物[16]であることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>(d=ppm)): 7.22-7.91(m, 34H), 8.31(s, 2H)。

【0093】

なお、この化合物[16]は、油拡散ポンプを用いて1×10<sup>-3</sup>Paの圧力下、約280で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC純度(測定波長254nmにおける面積%)は昇華精製前が99.4%、昇華精製後が99.6%であった。

【0094】

合成例4

化合物[18]の合成

フェナンシルプロマイド9.5g、2-ヒドロキシナフタレン6.9g、炭酸カリウム13.3gをアセトン192mLに溶解し、窒素気流下、加熱還流させながら3時間撈拌した。室温に冷却した後、水200mLを加え、ジクロロメタン150mLで抽出した。有機層を水100mLで2回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応組成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、黄色液体10.6g(収率85%)を得た。得られた液体の<sup>1</sup>H-NMR分析結果は次の通りであり、上記で得られた黄色液体が2-(ナフタレン-2-イル-オキシ)-1-フェニルエタノンであることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>(d=ppm)): 5.30(s, 2H), 6.97-7.86(m, 12H)。

【0095】

2-(ナフタレン-2-イル-オキシ)-1-フェニルエタノン10.6gをジクロロメタン200mLに溶解し、窒素気流下、メタンスルホン酸19.4gを滴下した後、加熱還流させながら1時間撈拌した。室温に冷却した後、水200mLを加え、ジクロロメタン250mLで抽出した。有機層を水100mLで2回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応組成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、淡黄色液体4.7g(収率48%)を得た。得られた液体の<sup>1</sup>H-NMR分析結果は次の通りであり、上記で得られた淡黄色液体が1-フェニル-ナフト[2, 1-b]フランであることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>(d=ppm)): 7.22-7.48(m, 9H), 7.51(s, 1H), 7.67(d, 2H)。

【0096】

1-フェニル-ナフト[2, 1-b]フラン4.7gを脱水エーテル77mLに溶解させ、窒素気流下、0でn-ブチルリチウム(1.6Mヘキサン溶液)14.4mLを滴下し、0にて1時間撈拌した。次いで、5, 12-ナフタセンキノン1.8gの脱水エーテル溶液10mLを滴下し、1時間室温にて撈拌した後、さらに加熱還流させながら1時間撈拌した。室温に冷却した後、0.1M塩酸水溶液30mLを加え、室温にて1時間撈

10

20

30

40

50

拌し、トルエン 200 mL で抽出した。有機層を水 100 mL で 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた反応粗生成物を真空乾燥した後、赤橙色液体 4.6 g (収率 88%) を得た。

**【0097】**

上記反応粗生成物 4.6 g をテトラヒドロフラン 123 mL に溶解し、塩化すず (II) 二水和物 2.8 g の 35% 塩酸溶液 25 mL を室温で滴下した後、加熱還流させながら 9 時間攪拌した。室温に冷却した後、析出した粉末をろ取し、メタノール 40 mL で洗浄した。得られた粉末をアセトン 25 mL で加熱還流させながら 1 時間攪拌し、室温に冷却した後、析出した粉末をろ取した。次いで、得られた粉末をシクロペンチルメチルエーテル 20 mL で、60 °C にて 1 時間攪拌し、室温に冷却した後、析出した粉末をろ取した。得られた粉末を真空乾燥した後、橙色粉末 2.5 g (収率 57%) を得た。得られた粉末の <sup>1</sup>H-NMR 分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末が化合物 [18] であることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 7.19-8.03(m, 30H), 8.36(s, 2H)。

**【0098】**

なお、この化合物 [18] は、油拡散ポンプを用いて  $1 \times 10^{-3}$  Pa の圧力下、約 270 °C で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC 純度 (測定波長 254 nm における面積%) は昇華精製前が 99.0%、昇華精製後が 99.2% であった。

**【0099】**

## 合成例 5

## 化合物 [6] の合成

5,12-ナフタセンキノンの代わりに、6,11-ジフェニル-5,12-ナフタセンキノンをを用いた以外は、合成例 2 と同様な方法で合成し、橙色粉末 5.5 g (収率 46%) を得た。得られた粉末の <sup>1</sup>H-NMR 分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末が化合物 [6] であることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 6.72(s, 2H), 7.11-7.91(m, 26H)。

**【0100】**

なお、この化合物 [6] は、油拡散ポンプを用いて  $1 \times 10^{-3}$  Pa の圧力下、約 290 °C で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC 純度 (測定波長 254 nm における面積%) は昇華精製前が 99.2%、昇華精製後が 99.5% であった。

**【0101】**

## 合成例 6

## 化合物 [21] の合成

3-フェニルベンゾフランの代わりに、3-(2-ベンゾフラニル)ベンゾフランを用いた以外は、合成例 1 と同様な方法で合成し、橙色粉末 4.1 g (収率 56%) を得た。得られた粉末の <sup>1</sup>H-NMR 分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末が化合物 [21] であることが確認された。

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub> (d=ppm)) : 6.85-8.25(m, 26H), 8.48(s, 2H)。

**【0102】**

なお、この化合物 [21] は、油拡散ポンプを用いて  $1 \times 10^{-3}$  Pa の圧力下、約 260 °C で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC 純度 (測定波長 254 nm における面積%) は昇華精製前が 99.0%、昇華精製後が 99.2% であった。

**【0103】**

## 合成例 7

## 化合物 [22] の合成

3-フェニルベンゾフランの代わりに、3-(2-ナフチル)-5-メチルベンゾフランを用いた以外は、合成例 1 と同様な方法で合成し、橙色粉末 3.7 g (収率 48%) を得た。得られた粉末の <sup>1</sup>H-NMR 分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末

が化合物 [ 2 2 ] であることが確認された。

$^1\text{H-NMR}$  (  $\text{CDCl}_3$  (  $d=\text{ppm}$  ) ) : 2.35(s, 6H), 6.98-8.25(m, 28H), 8.48(s, 2H)

【 0 1 0 4 】

なお、この化合物 [ 2 2 ] は、油拡散ポンプを用いて  $1 \times 10^{-3} \text{ Pa}$  の圧力下、約 290 で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC 純度 ( 測定波長 254 nm における面積% ) は昇華精製前が 99.1%、昇華精製後が 99.3% であった。

【 0 1 0 5 】

合成例 8

化合物 [ 4 3 ] の合成

3 - フェニルベンゾフランの代わりに、3 - フェニル - 5 - フェニルベンゾチオフェンを用いた以外は、合成例 1 と同様な方法で合成し、橙色粉末 4.5 g ( 収率 54% ) を得た。得られた粉末の  $^1\text{H-NMR}$  分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末が化合物 [ 4 3 ] であることが確認された。

$^1\text{H-NMR}$  (  $\text{CDCl}_3$  (  $d=\text{ppm}$  ) ) : 7.32-8.01(m, 34H), 8.45(s, 2H)。

【 0 1 0 6 】

なお、この化合物 [ 4 3 ] は、油拡散ポンプを用いて  $1 \times 10^{-3} \text{ Pa}$  の圧力下、約 290 で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC 純度 ( 測定波長 254 nm における面積% ) は昇華精製前が 99.2%、昇華精製後が 99.3% であった。

【 0 1 0 7 】

合成例 9

化合物 [ 6 2 ] の合成

3 - フェニルベンゾフランの代わりに、N - メチル - 3 - フェニルインドールを用いた以外は、合成例 1 と同様な方法で合成し、橙色粉末 3.5 g ( 収率 52% ) を得た。得られた粉末の  $^1\text{H-NMR}$  分析結果は次の通りであり、上記で得られた橙色粉末が化合物 [ 6 2 ] であることが確認された。

$^1\text{H-NMR}$  (  $\text{CDCl}_3$  (  $d=\text{ppm}$  ) ) : 3.60(s, 6H), 6.81-8.05(m, 26H), 8.41(s, 2H)

【 0 1 0 8 】

なお、この化合物 [ 6 2 ] は、油拡散ポンプを用いて  $1 \times 10^{-3} \text{ Pa}$  の圧力下、約 240 で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。HPLC 純度 ( 測定波長 254 nm における面積% ) は昇華精製前が 99.0%、昇華精製後が 99.1% であった。

【 0 1 0 9 】

合成例 10

化合物 [ 9 4 ] の合成

特開 2005 - 53900 号公報記載の方法に従い合成した。2 - ( 2 - メトキシベンゾイル ) - 3 , 5 - ビス ( 4 - t - ブチルフェニル ) ピロール 4.7 g、2 , 4 - ビス ( 4 - t - ブチルフェニル ) ピロール 3.3 g を 1 , 2 - ジクロロエタン 30 mL に溶解し、オキシ塩化リン 1.5 g を加え、加熱還流下 12 時間反応させた。室温に冷却後、ジイソプロピルエチルアミン 5.2 g、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体 5.6 g を加え、6 時間攪拌した。50 mL の水を加え、ジクロロメタンを投入後、有機層を抽出し、濃縮した。粗生成物をシリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、化合物 [ 9 4 ] 4.5 g を得た。

【 0 1 1 0 】

合成例 11

化合物 [ 9 3 ] の合成

特開 2005 - 53900 号公報記載の方法に従い合成した。2 - ( 4 - メトキシベン

10

20

30

40

50

ゾイル) - 3, 5 - ビス(4 - t - ブチルフェニル)ピロール 4.7 g、2, 4 - ビス(4 - t - ブチルフェニル)ピロール 3.3 g を 1, 2 - ジクロロエタン 30 mL に溶解し、オキシ塩化リン 1.5 g を加え、加熱還流下 12 時間反応させた。室温に冷却後、ジイソプロピルエチルアミン 5.2 g、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体 5.6 g を加え、6 時間撈拌した。50 mL の水を加え、ジクロロメタンを投入後、有機層を抽出し、濃縮した。粗生成物をシリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、化合物 [93] 5.0 g を得た。

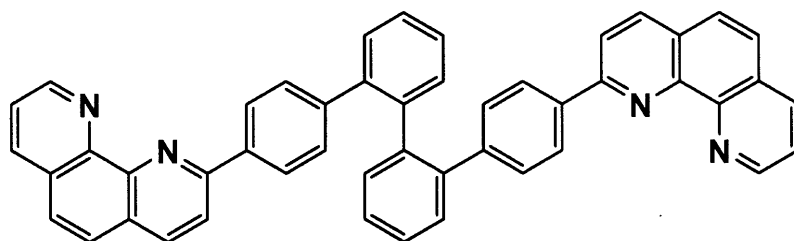
【0111】

実施例 1

化合物 [7] および化合物 [94] を用いた発光素子を次のように作製した。30 × 40 mm のガラス基板(旭硝子(株)製、15 / 、電子ビーム蒸着品)上に ITO 導電膜をガラス基板中央部分に 150 nm の厚さで 30 × 13 mm の大きさに形成し陽極とした。陽極が形成された基板を“セミコクリン 56”(商品名、フルウチ化学(株)製)で 15 分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。この基板を素子を作製する直前に 1 時間 UV - オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が  $5 \times 10^{-4}$  Pa 以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、銅フタロシアニンを 10 nm、正孔輸送材料として、4, 4' - ビス(N - (1 - ナフチル) - N - フェニルアミノ)ピフェニルを 50 nm 蒸着した。次に、発光材料として、ホスト材料として化合物 [7] を、ドーパント材料として化合物 [94] ( $1.0 \times 10^{-6}$  mol/L ジクロロメタン溶液状態での蛍光ピーク波長: 612 nm) をドーパ濃度が 0.5 重量% になるように 40 nm の厚さに蒸着した。次に、電子輸送材料として、下記に示す E - 1 を 35 nm の厚さに積層した。次に、フッ化リチウムを 0.5 nm 蒸着した後、アルミニウムを 1000 nm 蒸着して陰極とし、5 × 5 mm 角の素子を作製した。ここで言う膜厚は、水晶発振式膜厚モニター表示値である。この発光素子からは、発光効率 4.5 lm/W の高効率赤色発光が得られた。この発光素子は、40 mA/cm<sup>2</sup> で直流駆動したところ、輝度半減時間は 3,500 時間であった。

【0112】

【化 18】



(E-1)

【0113】

比較例 1

ホスト材料として 1, 4 - ジケト - 2, 5 - ビス(3, 5 - ジメチルベンジル) - 3, 6 - ビス(4 - メチルフェニル)ピロロ[3, 4 - c]ピロール(以下、H - 1 とする)を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。この素子からは、発光効率 2.5 lm/W の赤色発光が得られた。この発光素子は、40 mA/cm<sup>2</sup> で直流駆動したところ、輝度半減時間は 600 時間であった。なお、H - 1 は、EP 公開公報 0133156 号の実施例に従い合成したものをを用いた。

【0114】

比較例 2

ホスト材料として下記に示す H - 2 を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。この素子からは、発光効率 2.2 lm/W の桃色発光が得られた。この発光素子は、40 mA/cm<sup>2</sup> で直流駆動したところ、輝度半減時間は 400 時間であった。なお、H - 2 は、市販品(東京化成工業株式会社製)を用いた。

【0115】

10

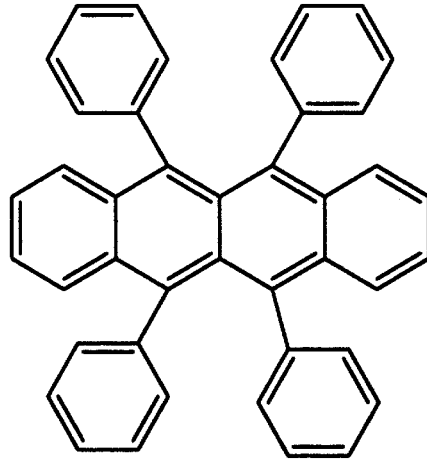
20

30

40

50

【化 19】



(H-2)

10

【0116】

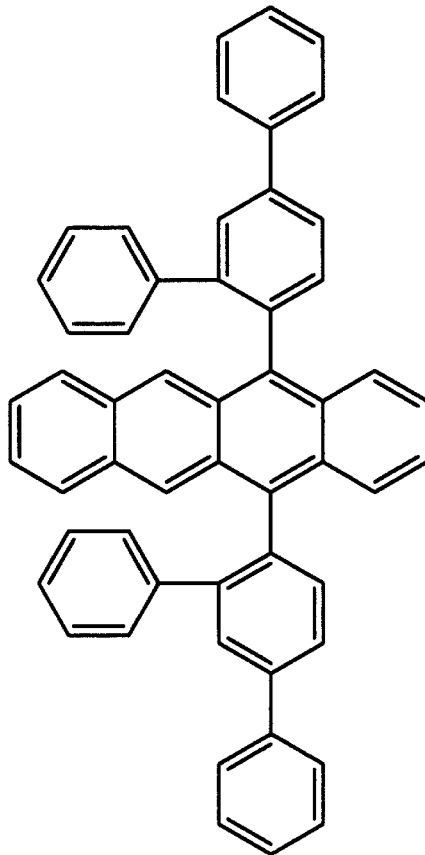
比較例 3

ホスト材料として下記に示す H - 3 を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。この素子からは、発光効率  $3.01 \text{ m/W}$  の桃色発光が得られた。この発光素子は、 $40 \text{ mA/cm}^2$  で直流駆動したところ、輝度半減時間は  $900$  時間であった。なお、H - 3 は、国際公開第  $2007/097178$  号パンフレットの製造例 1 に従い合成したものをを用いた。

20

【0117】

【化 20】



(H-3)

30

40

【0118】

実施例 2 ~ 19

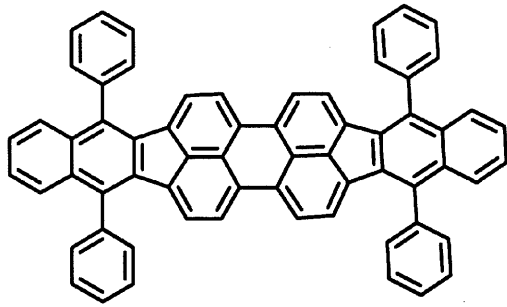
ホスト材料、ドーパント材料、電子輸送材料として表 1 に示す材料を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。なお、実施例 15 の化合物 [ 64 ] は、市販品

50

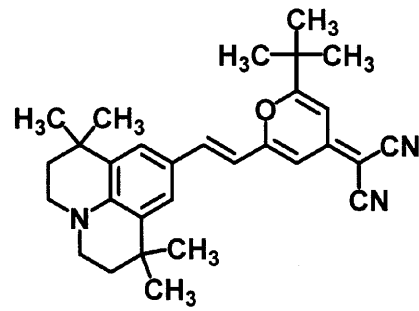
(Pyromethene 546; 米国 Exciton 社製) を用いた。

【0119】

【化21】

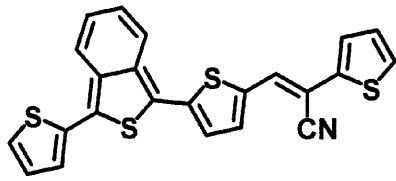


(D-1)

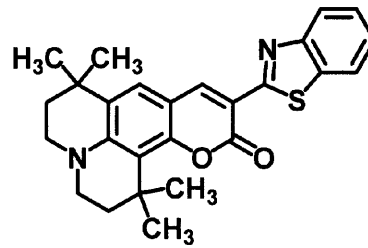


(D-2)

10

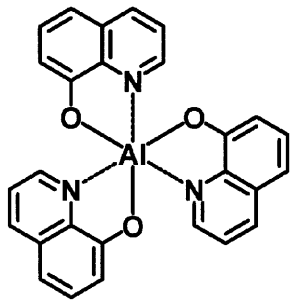


(D-3)

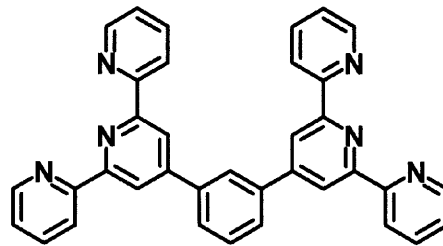


(D-4)

20

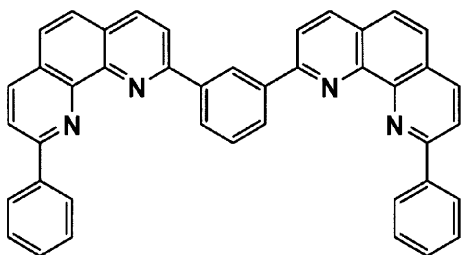


(E-2)

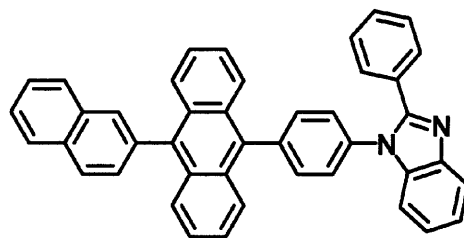


(E-3)

30



(E-4)



(E-5)

40

【0120】

比較例 4、5

ホスト材料、ドーパント材料、電子輸送材料として表 1 に示す材料を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。

【0121】

【表 1】

表1

	発光層		電子輸送材料	発光色	発光効率 (lm/W)	輝度半減 時間 (h)
	ホスト材料	ドーパント材料 (希薄溶液中における 蛍光ピーク波長)				
実施例1	化合物[7]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	4.5	3500
比較例1	H-1	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	2.5	600
比較例2	H-2	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	2.2	400
比較例3	H-3	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	3.0	900
実施例2	化合物[1]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	3.2	2000
実施例3	化合物[6]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	3.5	2500
実施例4	化合物[21]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	4.2	3200
実施例5	化合物[43]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	3.8	3000
実施例6	化合物[62]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	3.5	2800
実施例7	化合物[16]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	4.4	3400
実施例8	化合物[18]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	4.2	3400
実施例9	化合物[22]	化合物[94](612nm)	E-1	赤色	4.3	3300
実施例10	化合物[7]	化合物[93](606nm)	E-1	赤色	4.3	3300
実施例11	化合物[7]	D-1 (602nm)	E-1	赤色	3.1	1800
実施例12	化合物[7]	D-2 (602nm)	E-1	赤色	2.7	1400
実施例13	化合物[7]	D-3 (655nm)	E-1	赤色	2.2	1600
実施例14	化合物[7]	D-4 (506nm)	E-1	緑色	3.0	1200
比較例4	H-2	D-1 (602nm)	E-1	赤色	2.0	300
比較例5	H-3	D-1 (602nm)	E-1	赤色	2.5	700
実施例15	化合物[7]	化合物[64](524nm)	E-1	緑色	3.3	2600
実施例16	化合物[7]	化合物[94](612nm)	E-2	赤色	2.0	3000
実施例17	化合物[7]	化合物[94](612nm)	E-3	赤色	3.0	3500
実施例18	化合物[7]	化合物[94](612nm)	E-4	赤色	5.0	4000
実施例19	化合物[7]	化合物[94](612nm)	E-5	赤色	4.6	3400

【産業上の利用可能性】

【0122】

本発明の発光素子材料は、発光素子等に利用可能であり、薄膜安定性に優れた発光素子材料を提供できる。本発明によれば、発光効率が高く、色純度および耐久性に優れた発光

10

20

30

40

50

素子が得られる。本発明の発光素子は、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機および光信号発生器などの分野に利用可能である。

## 【 国際調査報告 】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/050541

<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> H01L51/50(2006.01)i, C07D209/14(2006.01)i, C07D213/22(2006.01)i, C07D235/08(2006.01)i, C07D333/18(2006.01)i, C07D333/54(2006.01)i, C07D471/04(2006.01)i, C07F5/02(2006.01)i, C09K11/06(2006.01)i According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) H01L51/50, C07D209/14, C07D213/22, C07D235/08, C07D333/18, C07D333/54, C07D471/04, C07F5/02, C09K11/06		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2010 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2010 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2010		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) CaPlus (STN)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
E, A	WO 2010/016331 A1 (Toray Industries, Inc.), 11 February 2010 (11.02.2010), paragraphs [0085] to [0087] (Family: none)	1-7
A	JP 2006-352143 A (Samsung SDI Co., Ltd.), 28 December 2006 (28.12.2006), paragraphs [0013] to [0024] & US 2006/0286314 A1 & KR 10-2006-0132395 A & CN 1881644 A	1-7
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents:		
"A"	document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T"
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date	later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"X"
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"Y"
		document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
		"&"
		document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 01 April, 2010 (01.04.10)	Date of mailing of the international search report 13 April, 2010 (13.04.10)	
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer	
Facsimile No.	Telephone No.	

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2010/050541									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))											
Int.Cl. H01L51/50(2006.01)i, C07D209/14(2006.01)i, C07D213/22(2006.01)i, C07D235/08(2006.01)i, C07D333/18(2006.01)i, C07D333/54(2006.01)i, C07D471/04(2006.01)i, C07F5/02(2006.01)i, C09K11/06(2006.01)i											
B. 調査を行った分野											
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))											
Int.Cl. H01L51/50, C07D209/14, C07D213/22, C07D235/08, C07D333/18, C07D333/54, C07D471/04, C07F5/02, C09K11/06											
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの											
<table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2010年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2010年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2010年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2010年	日本国実用新案登録公報	1996-2010年	日本国登録実用新案公報	1994-2010年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2010年										
日本国実用新案登録公報	1996-2010年										
日本国登録実用新案公報	1994-2010年										
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)											
CaPlus (STN)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
E, A	WO 2010/016331 A1 (東レ株式会社) 2010.02.11, [0085]-[0087] (ファミリーなし)	1-7									
A	JP 2006-352143 A (三星エスディアイ株式会社) 2006.12.28, 【0013】 - 【0024】 & US 2006/0286314 A1 & KR 10-2006-0132395 A & CN 1881644 A	1-7									
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。		<input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。									
* 引用文献のカテゴリー		の日の後に公表された文献									
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの		「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの									
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの		「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの									
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)		「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの									
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」同一パテントファミリー文献									
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願											
国際調査を完了した日 01.04.2010		国際調査報告の発送日 13.04.2010									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 東松 修太郎	20 3208								
		電話番号 03-3581-1101	内線 3271								

## フロントページの続き

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード(参考)
C 0 7 D 307/77	(2006.01)	C 0 7 D 307/80	
C 0 7 D 209/14	(2006.01)	C 0 7 D 307/92	
C 0 7 D 333/52	(2006.01)	C 0 7 D 307/77	
C 0 7 D 207/46	(2006.01)	C 0 7 D 209/14	
C 0 7 F 5/02	(2006.01)	C 0 7 D 333/52	
		C 0 7 D 207/46	
		C 0 7 F 5/02	D

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

Fターム(参考) 4C204 BB05 CB03 DB13 EB03 FB03 GB01  
4H048 AA03 AB92 VA11 VA20 VA32 VA75 VB10

(注) この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。

专利名称(译)	发光元件材料和发光元件		
公开(公告)号	<a href="#">JPWO2010084852A1</a>	公开(公告)日	2012-07-19
申请号	JP2010503316	申请日	2010-01-19
[标]申请(专利权)人(译)	东丽株式会社		
申请(专利权)人(译)	东丽株式会社		
[标]发明人	杉本和則 富永剛		
发明人	杉本 和則 富永 剛		
IPC分类号	C09K11/06 H05B33/12 H01L51/50 C07D307/80 C07D307/92 C07D307/77 C07D209/14 C07D333/52 C07D207/46 C07F5/02		
CPC分类号	C07D209/14 C07D213/22 C07D235/08 C07D333/18 C07D333/54 C07D401/14 C07D403/06 C07D407/10 C07D407/14 C07D409/10 C07D409/14 C07D413/14 C07D471/04 C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1029 C09K2211/1088 C09K2211/1092 H01L51/0054 H01L51/0056 H01L51/0064 H01L51/0065 H01L51/0067 H01L51/0068 H01L51/008 H01L51/0081 H01L51/5012 H05B33/10		
FI分类号	C09K11/06.635 H05B33/12.B H05B33/22.B C09K11/06.690 C09K11/06.660 C07D307/80 C07D307/92 C07D307/77 C07D209/14 C07D333/52 C07D207/46 C07F5/02.D		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/BB03 3K107/BB04 3K107/BB06 3K107/BB08 3K107/CC04 3K107/CC21 3K107/DD59 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/DD74 3K107/DD78 3K107/FF13 4C037/PA06 4C037/TA01 4C037/XA03 4C069/AC10 4C069/AD01 4C069/AD18 4C069/BA01 4C069/BA08 4C069/BB02 4C069/BB41 4C204/BB05 4C204/CB03 4C204/DB13 4C204/EB03 4C204/FB03 4C204/GB01 4H048/AA03 4H048/AB92 4H048/VA11 4H048/VA20 4H048/VA32 4H048/VA75 4H048/VB10		
优先权	2009012636 2009-01-23 JP		
其他公开文献	JP5408124B2		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		

摘要(译)

公开了一种发光效率高且耐久性优异的发光元件。具体地公开了一种发光体，该发光体至少包括在正极和负极之间的发光层，并通过电能发光。发光元件的特征在于，包含具有特定结构的并四苯化合物和荧光峰波长为500nm以上690nm以下的有机荧光物质。

