

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-91444

(P2004-91444A)

(43) 公開日 平成16年3月25日(2004.3.25)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C07D 471/04	C07D 471/04 112Z	3K007
C07D 471/22	C07D 471/22	4C065
C09K 11/06	C09K 11/06 640	
H05B 33/14	C09K 11/06 645	
H05B 33/22	C09K 11/06 650	
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 41 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2002-258591 (P2002-258591)	(71) 出願人	000001007 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
(22) 出願日	平成14年9月4日(2002.9.4)	(74) 代理人	100096828 弁理士 渡辺 敬介
		(74) 代理人	100110870 弁理士 山口 芳広
		(72) 発明者	鈴木 幸一 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
		(72) 発明者	笠原 麻紀 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
最終頁に続く			

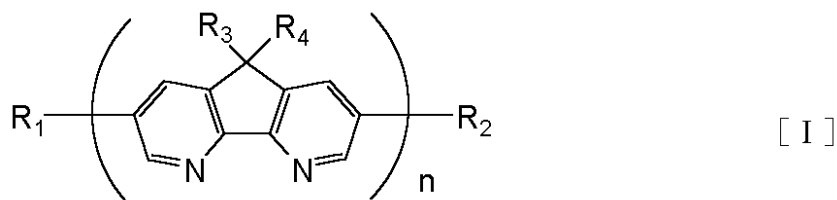
(54) 【発明の名称】 ジアザフルオレン化合物及びそれを用いた有機発光素子

(57) 【要約】

【課題】 新規なジアザフルオレン化合物を提供し、この化合物を用いて、極めて高効率で、高輝度な光出力を有し、極めて耐久性のある有機発光素子を提供する。

【解決手段】 下記一般式 [I] で示されるジアザフルオレン化合物。

【化 1】



10

(式中、R₁ および R₂ は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基、置換あるいは無置換の縮合多環複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。R₃ および R₄ は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、異なるフルオレン基に結合する R₃ 同士、R₄ 同士は、同じであっても異なってもよく、同じフルオレン基に結合する R₃ および R₄ は、同じであっても異なってもよい。n は、1 乃至 10 の整数を表す。)

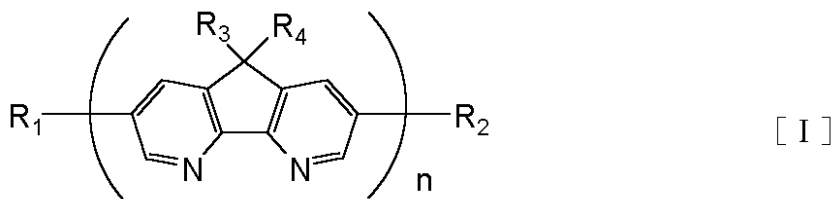
20

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 [I] で示されることを特徴とするジアザフルオレン化合物。

【化 1】



10

(式中、 R_1 および R_2 は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基、置換あるいは無置換の縮合多環複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。 R_3 および R_4 は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、異なるフルオレン基に結合する R_3 同士、 R_4 同士は、同じであっても異なってもよく、同じフルオレン基に結合する R_3 および R_4 は、同じであっても異なってもよい。

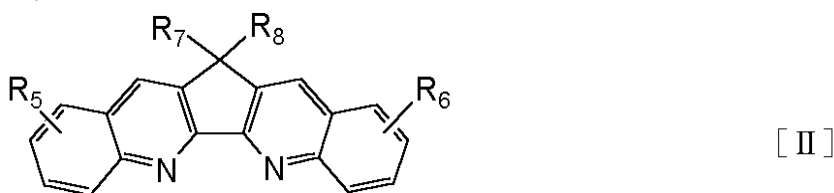
n は、1 乃至 10 の整数を表す。)

【請求項 2】

20

下記一般式 [II] で示されることを特徴とするジアザフルオレン化合物。

【化 2】



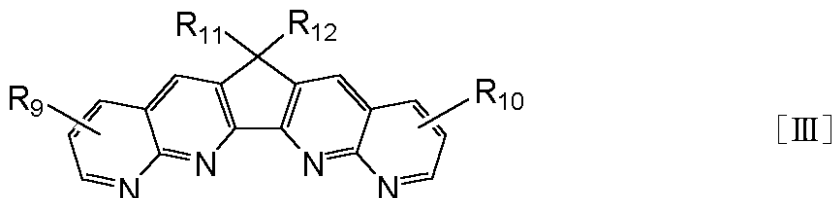
(式中、 R_5 および R_6 は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基、置換あるいは無置換の縮合多環複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。 R_7 および R_8 は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。)

30

【請求項 3】

下記一般式 [III] で示されることを特徴とするジアザフルオレン化合物。

【化 3】



40

(式中、 R_9 および R_{10} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基、置換あるいは無置換の縮合多環複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。

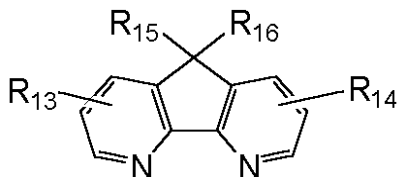
R_{11} および R_{12} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。)

50

【請求項 4】

下記一般式 [IV] で示されることを特徴とする請求項 1 に記載のジアザフルオレン化合物。

【化 4】



[IV]

(式中、 R_{13} および R_{14} は、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基または置換あるいは無置換の縮合多環複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。

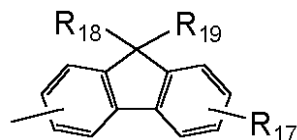
R_{15} および R_{16} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。)

10

【請求項 5】

前記 R_1 、 R_2 、 R_5 、 R_6 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{13} または R_{14} が、下記一般式 [V] ~ [X] のいずれかで示される縮合多環芳香族基であることを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載のジアザフルオレン化合物。

【化 5】

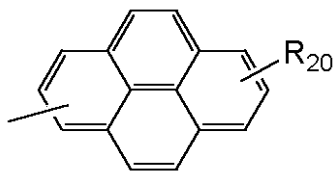


[V]

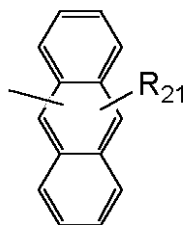
(式中、 R_{17} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わす。 R_{18} および R_{19} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。)

20

【化 6】

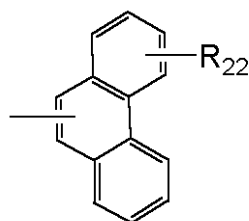


[VI]



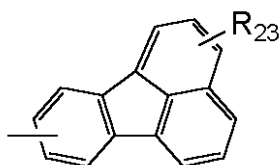
[VII]

10



[VIII]

20

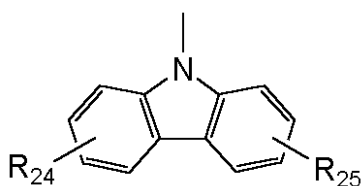


[IX]

(式中、 $R_{20} \sim R_{23}$ は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わす。)

30

【化 7】



[X]

(式中、 R_{24} および R_{25} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。)

40

【請求項 6】

陽極及び陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層の少なくとも一層が請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載のジアザフルオレン化合物の少なくとも一種を含有することを特徴とする有機発光素子。

【請求項 7】

前記有機化合物を含む層のうち少なくとも電子輸送層または発光層が、前記ジアザフルオレン化合物の少なくとも一種を含有することを特徴とする請求項 6 に記載の有機発光素子。

50

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、新規な有機化合物およびそれを用いた有機発光素子に関する。

【0002】

【従来の技術】

有機発光素子は、陽極と陰極間に蛍光性有機化合物または燐光性有機化合物を含む薄膜を挟持させて、各電極から電子およびホール（正孔）を注入することにより、蛍光性化合物または燐光性化合物の励起子を生成させ、この励起子が基底状態にもどる際に放射される光を利用する素子である。

10

【0003】

1987年コダック社の研究（非特許文献1）では、陽極にITO、陰極にマグネシウム銀の合金をそれぞれ用い、電子輸送材料および発光材料としてアルミニウムキノリノール錯体を用い、ホール輸送材料にトリフェニルアミン誘導体を用いた機能分離型2層構成の素子で、10V程度の印加電圧において1000cd/m²程度の発光が報告されている。関連の特許としては、特許文献1～3等が挙げられる。

【0004】

また、蛍光性有機化合物の種類を変えることにより、紫外から赤外までの発光が可能であり、最近では様々な化合物の研究が活発に行われている。例えば、特許文献4～11等に記載されている。

20

【0005】

近年、燐光性化合物を発光材料として用い、三重項状態のエネルギーをEL発光に用いる検討が多くなされている。プリンストン大学のグループにより、イリジウム錯体を発光材料として用いた有機発光素子が、高い発光効率を示すことが報告されている（非特許文献2）。

【0006】

さらに、上記のような低分子材料を用いた有機発光素子の他にも、共役系高分子を用いた有機発光素子が、ケンブリッジ大学のグループ（非特許文献3）により報告されている。この報告ではポリフェニレンビニレン（PPV）を塗工系で成膜することにより、単層で発光を確認している。

30

【0007】

共役系高分子を用いた有機発光素子の関連特許としては、特許文献12～16等が挙げられる。

【0008】

このように有機発光素子における最近の進歩は著しく、その特徴は低印加電圧で高輝度、発光波長の多様性、高速応答性、薄型、軽量の発光デバイス化が可能であることから、広汎な用途への可能性を示唆している。

【0009】

しかしながら、現状では更なる高輝度の光出力あるいは高変換効率が必要である。また、長時間の使用による経時変化や酸素を含む雰囲気気体や湿気などによる劣化等の耐久性の面で未だ多くの問題がある。さらにはフルカラーディスプレイ等への応用を考えた場合の色純度の良い青、緑、赤の発光が必要となるが、これらの問題に関してもまだ十分でない。

40

【0010】

一方、電子輸送材料としてフェナントロリン化合物、オキサジアゾール化合物またはトリアゾール化合物などが知られている。これらの化合物を有機発光素子に用いた例として、特許文献17～19などが挙げられるが、電子輸送層や発光層として用いた際の特性は十分なものではない。

【0011】

【特許文献1】

50

- 米国特許第 4, 539, 507 号明細書
【特許文献 2】
- 米国特許第 4, 720, 432 号明細書
【特許文献 3】
- 米国特許第 4, 885, 211 号明細書
【特許文献 4】
- 米国特許第 5, 151, 629 号明細書
【特許文献 5】
- 米国特許第 5, 409, 783 号明細書
【特許文献 6】 10
- 米国特許第 5, 382, 477 号明細書
【特許文献 7】
- 特開平 2 - 247278 号公報
【特許文献 8】
- 特開平 3 - 255190 号公報
【特許文献 9】
- 特開平 5 - 202356 号公報
【特許文献 10】
- 特開平 9 - 202878 号公報
【特許文献 11】 20
- 特開平 9 - 227576 号公報
【特許文献 12】
- 米国特許第 5, 247, 190 号明細書
【特許文献 13】
- 米国特許第 5, 514, 878 号明細書
【特許文献 14】
- 米国特許第 5, 672, 678 号明細書
【特許文献 15】
- 特開平 4 - 145192 号公報
【特許文献 16】 30
- 特開平 5 - 247460 号公報
【特許文献 17】
- 特開平 5 - 331459 号公報
【特許文献 18】
- 特開平 4 - 363891 号公報、
【特許文献 19】
- 特開平 7 - 41759 号公報
【非特許文献 1】
- Appl. Phys. Lett. 51, 913 (1987)
【非特許文献 2】 40
- Nature, 395, 151 (1998)
【非特許文献 3】
- Nature, 347, 539 (1990)
【0012】
【発明が解決しようとする課題】
- 本発明の目的は、新規なジアザフルオレン化合物を提供することにある。
【0013】
- また本発明の目的は、特定なジアザフルオレン化合物を用い、極めて高効率で高輝度な光出力を有する有機発光素子を提供することにある。
【0014】 50

また、極めて耐久性のある有機発光素子を提供することにある。

【0015】

さらには製造が容易でかつ比較的安価に作成可能な有機発光素子を提供する事にある。

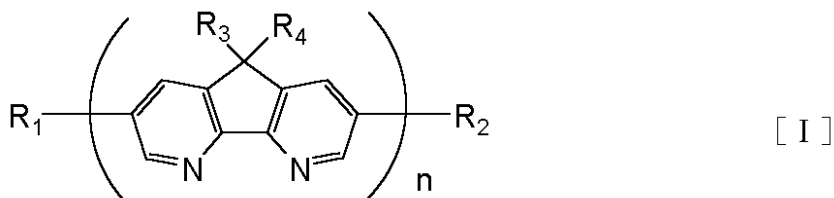
【0016】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明のジアザフルオレン化合物は、下記一般式 [I] ~ [I I I] で示されることを特徴とする。

【0017】

【化8】



10

【0018】

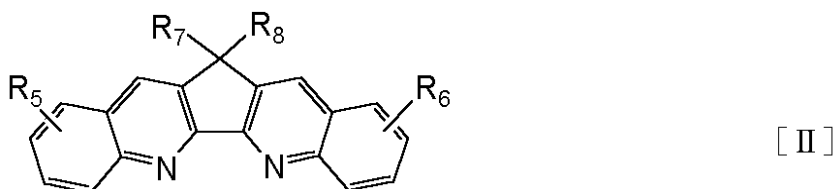
(式中、 R_1 および R_2 は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基、置換あるいは無置換の縮合多環複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。 R_3 および R_4 は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、異なるフルオレン基に結合する R_3 同士、 R_4 同士は、同じであっても異なってもよく、同じフルオレン基に結合する R_3 および R_4 は、同じであっても異なってもよい。

20

n は、1乃至10の整数を表す。)

【0019】

【化9】



30

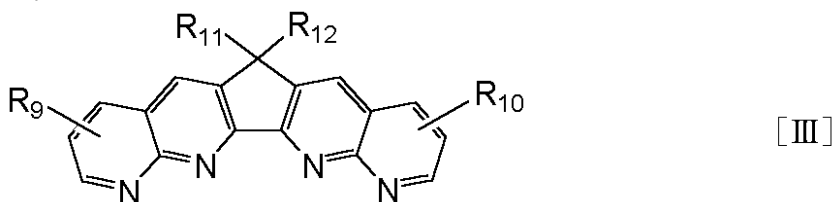
【0020】

(式中、 R_5 および R_6 は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基、置換あるいは無置換の縮合多環複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。 R_7 および R_8 は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。)

40

【0021】

【化10】



【0022】

(式中、 R_9 および R_{10} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは

50

は無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基、置換あるいは無置換の縮合多環複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。

R_{11} および R_{12} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。)

【0023】

また、本発明の有機発光素子は、陽極及び陰極からなる一対の電極と、該一対の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層の少なくとも一層が上記ジアザフルオレン化合物の少なくとも一種を含有することを特徴とする。

10

【0024】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0025】

まず、本発明のジアザフルオレン化合物について説明する。

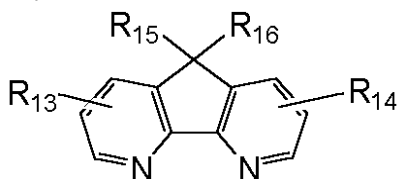
【0026】

本発明のジアザフルオレン化合物は、上記一般式 [I] ~ [III] で示され、一般式 [I] で示されるジアザフルオレン化合物は、下記一般式 [IV] で示される化合物であることが好ましい。

20

【0027】

【化11】



[IV]

【0028】

(式中、 R_{13} および R_{14} は、置換あるいは無置換の縮合多環芳香族基または置換あるいは無置換の縮合多環複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。

30

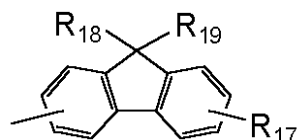
R_{15} および R_{16} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。)

【0029】

また、一般式 [I] ~ [III] で示されるジアザフルオレン化合物における R_1 、 R_2 、 R_5 、 R_6 、 R_9 、 R_{10} 、 R_{13} または R_{14} が、下記一般式 [V] ~ [X] のいずれかで示される縮合多環芳香族基であることが好ましい。

【0030】

【化12】



[V]

40

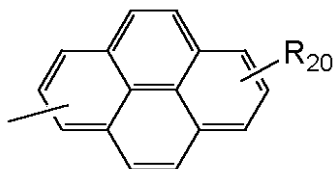
【0031】

(式中、 R_{17} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わす。 R_{18} および R_{19} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を表わし、同じであっても異なってもよい。)

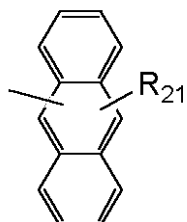
【0032】

50

【化 1 3】

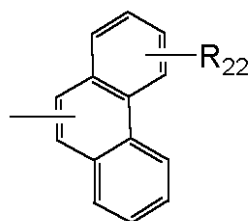


[VI]



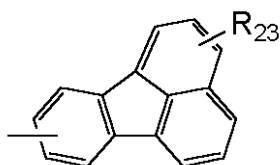
[VII]

10



[VIII]

20



[IX]

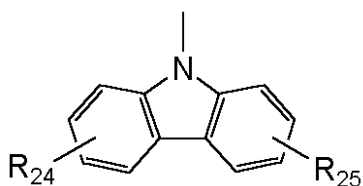
【0033】

(式中、 $R_{20} \sim R_{23}$ は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わす。)

30

【0034】

【化 1 4】



[X]

40

【0035】

(式中、 R_{24} および R_{25} は、水素原子、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基、置換アミノ基、シアノ基またはハロゲン原子を表わし、同じであっても異なってもよい。)

【0036】

上記一般式 [I] ~ [X] における置換基の具体例を以下に示す。

【0037】

アルキル基としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*iso*-プロピル基、*n*-ブチル基、*ter*-ブチル基、オクチル基などが挙げられる。

【0038】

50

アリール基としては、フェニル基、ビフェニル基、ターフェニル基などが挙げられる。

【0039】

複素環基としては、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基、チアゾリル基、チアジアゾリル基、ターチエニル基などが挙げられる。

【0040】

縮合多環芳香族基としては、フルオレニル基、ナフチル基、フルオランテニル基、アンスリル基、フェナンスリル基、ピレニル基、テトラセニル基、ペンタセニル基、トリフェニレニル基、ペリレニル基などが挙げられる。

【0041】

縮合多環複素環基としては、カルバゾリル基、フェナントロリル基、アクリジニル基などが挙げられる。 10

【0042】

置換アミノ基としては、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジベンジルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、ジアニソリルアミノ基などが挙げられる。

【0043】

ハロゲン原子としては、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素などが挙げられる。

【0044】

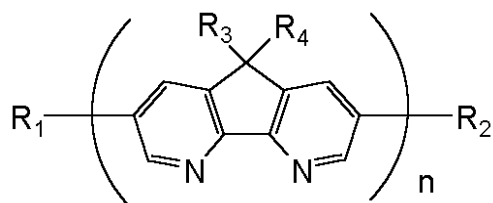
上記置換基が有してもよい置換基としては、メチル基、エチル基、プロピル基などのアルキル基、フェニル基、ビフェニル基などのアリール基、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基などの複素環基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジベンジルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、ジアニソリルアミノ基などのアミノ基、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、フェノキシ基などのアルコキシ基、シアノ基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素などのハロゲン原子などが挙げられる。 20

【0045】

次に、本発明のジアザフルオレン化合物の代表例を以下に挙げるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0046】

【化15】

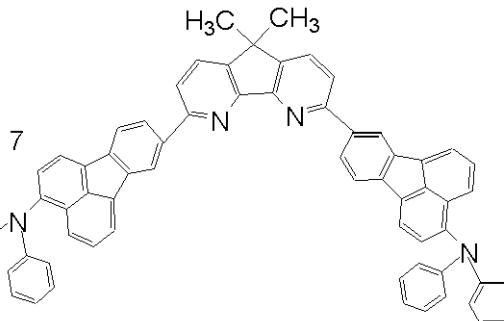
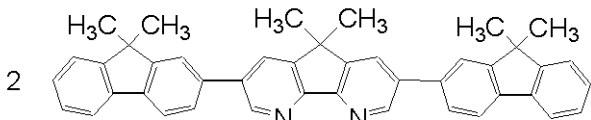
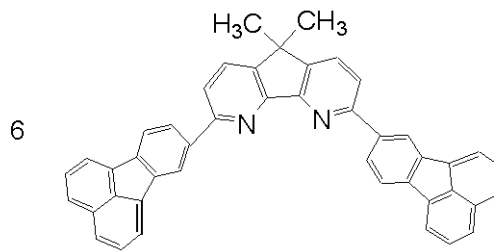
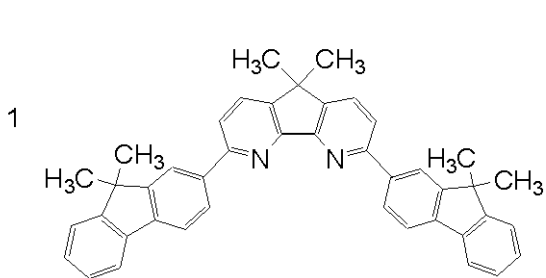


[I]

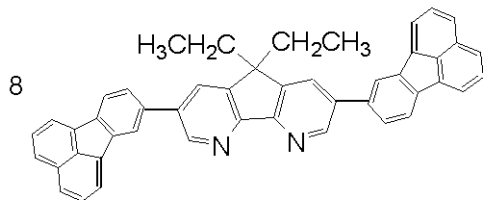
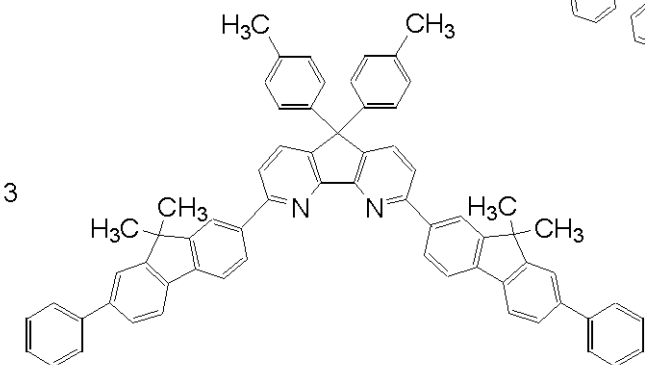
30

【0047】

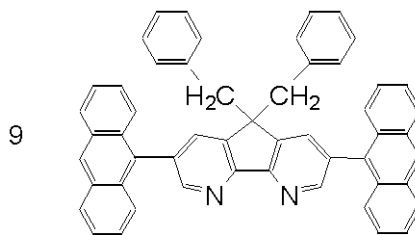
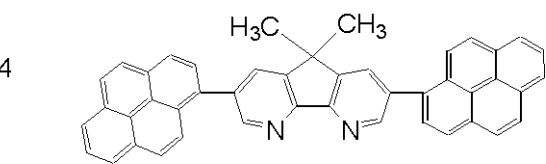
【化16】



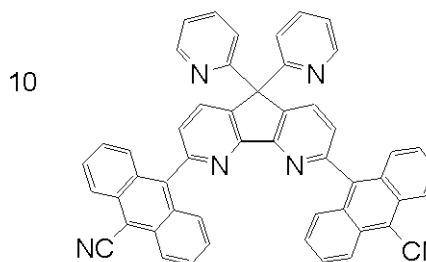
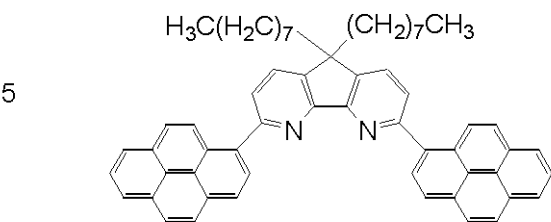
10



20

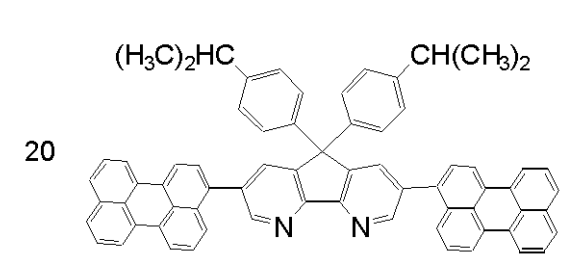
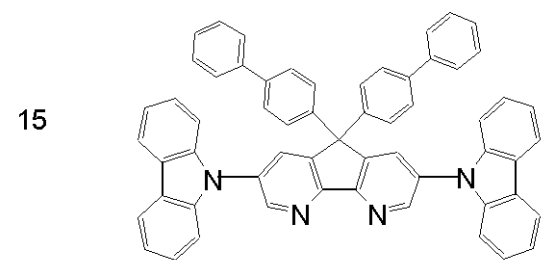
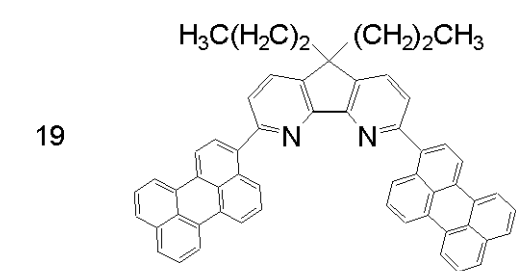
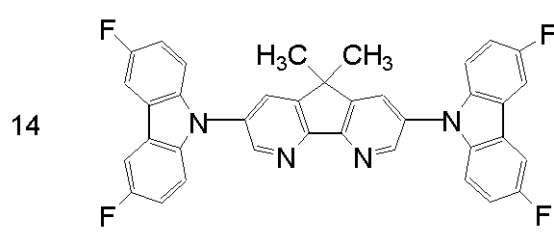
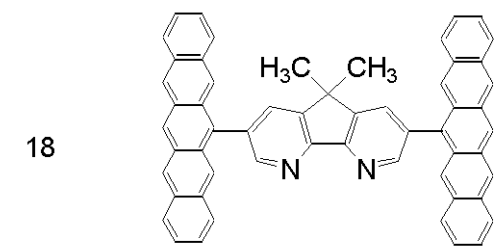
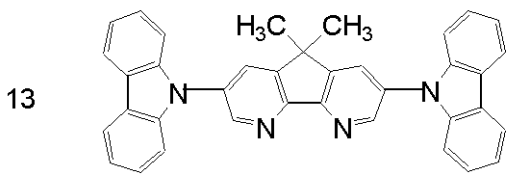
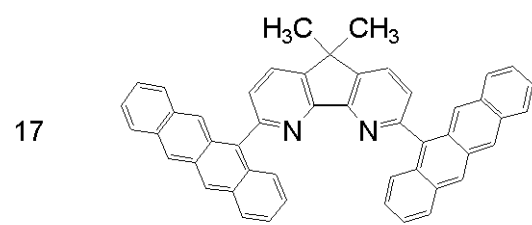
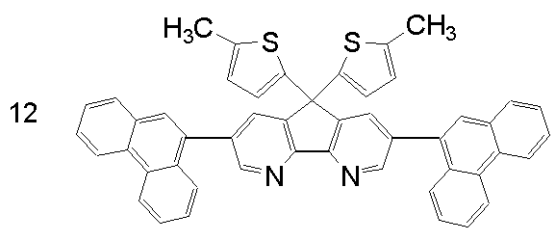
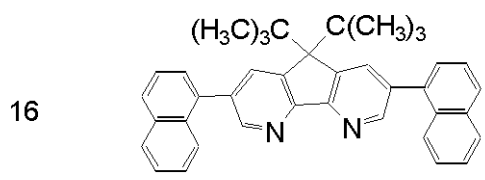
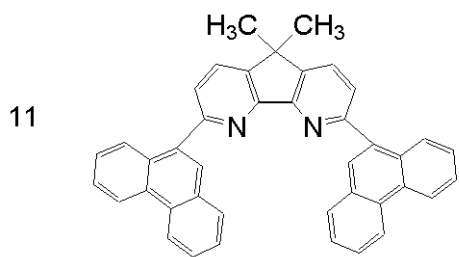


30



【 0 0 4 8 】

【 化 1 7 】

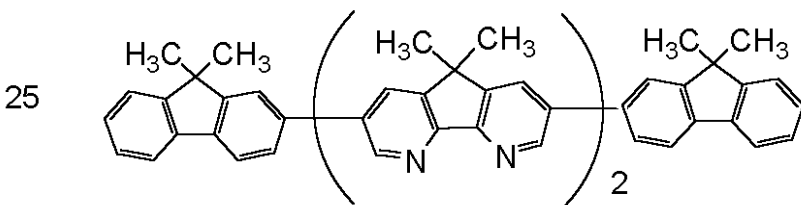
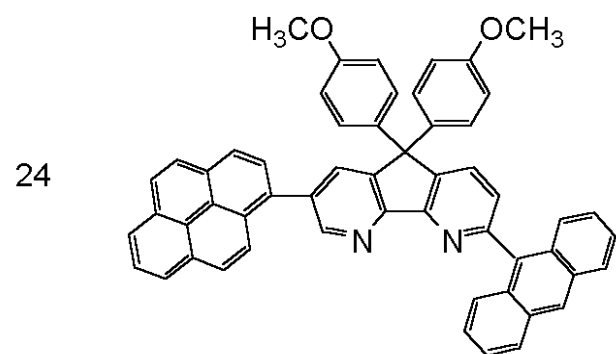
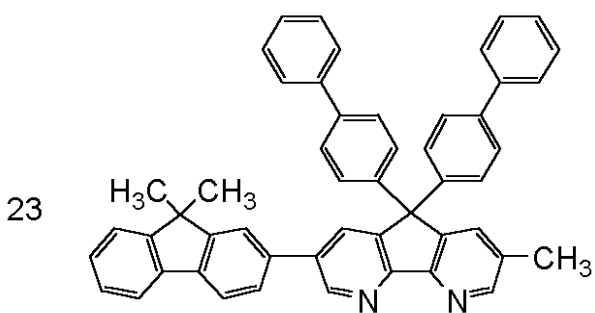
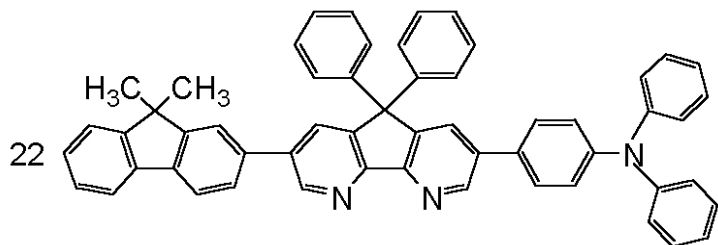
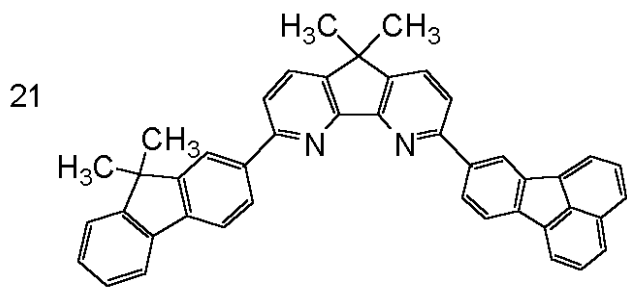


【 0 0 4 9 】
【 化 1 8 】

10

20

30



10

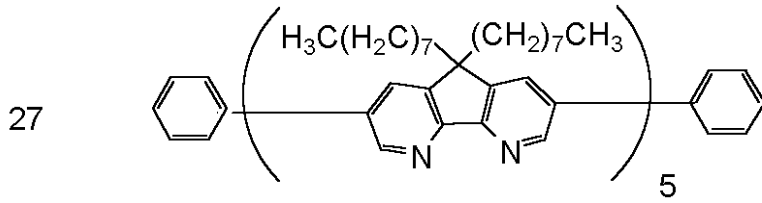
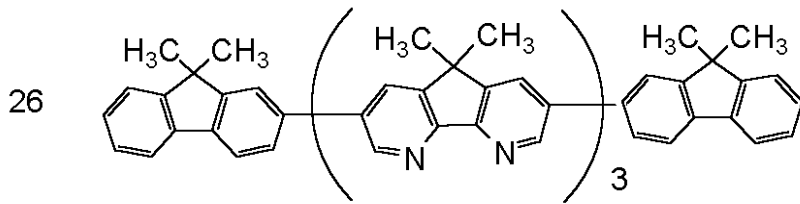
20

30

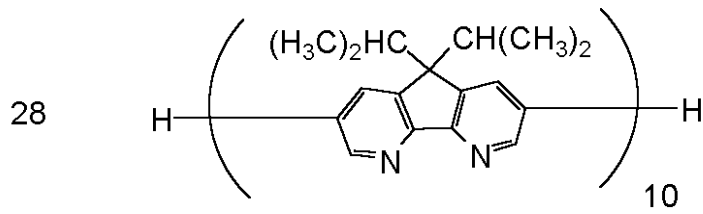
40

【 0 0 5 0 】

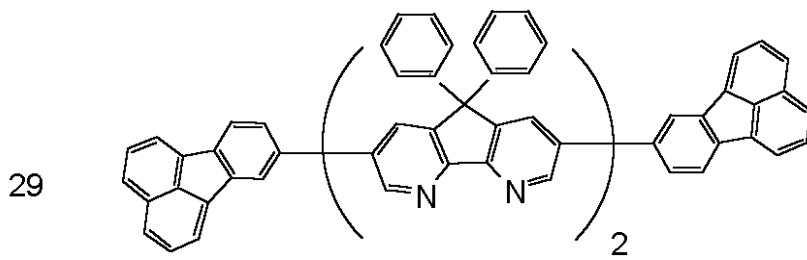
【 化 1 9 】



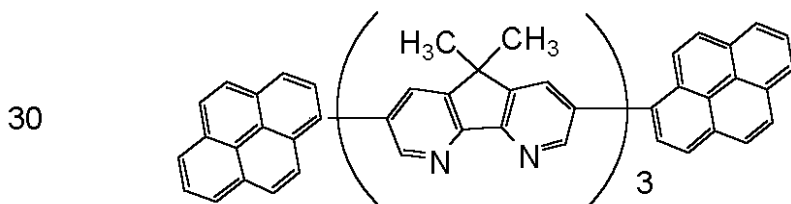
10



20



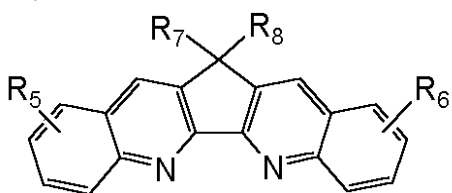
30



40

【 0 0 5 1 】

【 化 2 0 】

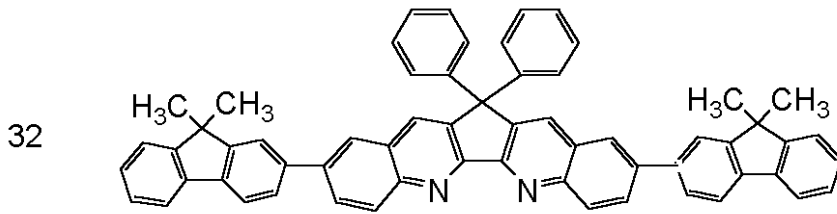
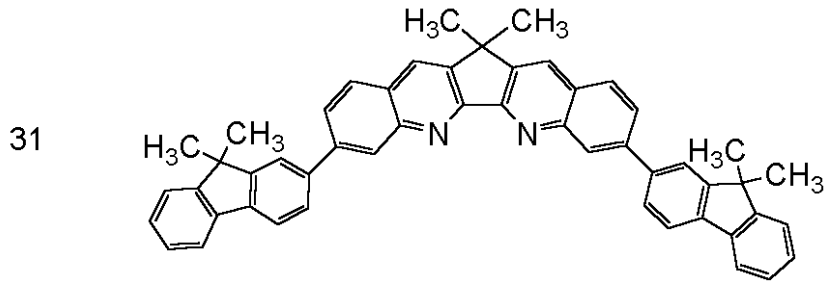


[II]

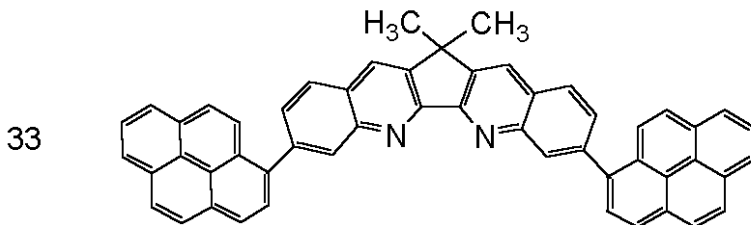
【 0 0 5 2 】

【 化 2 1 】

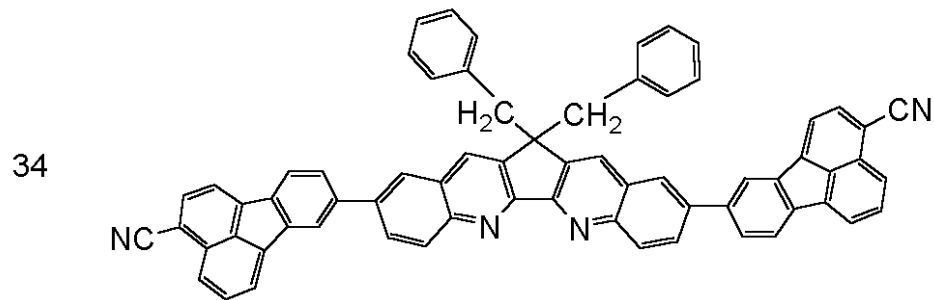
50



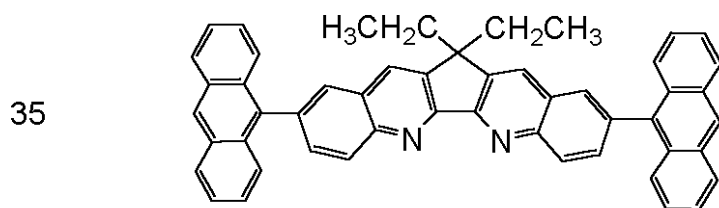
10



20



30

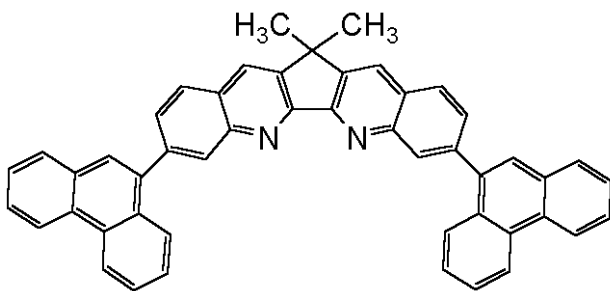


40

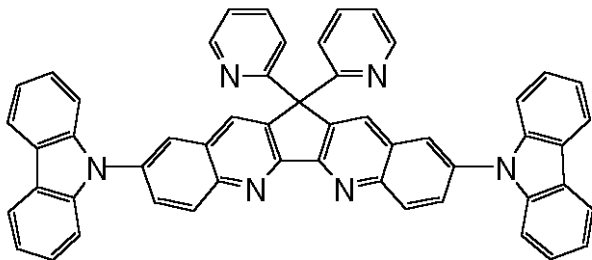
【 0 0 5 3 】

【 化 2 2 】

36

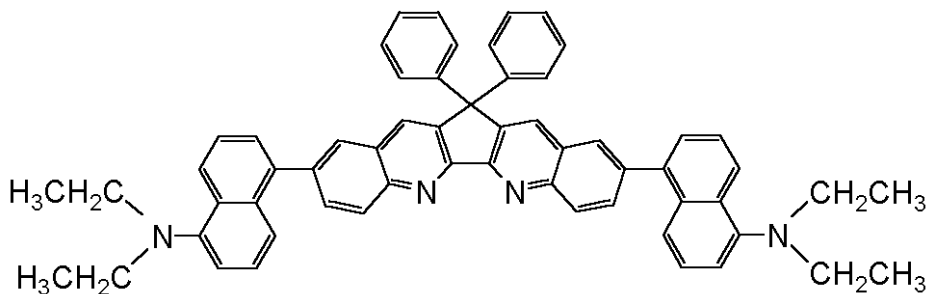


37



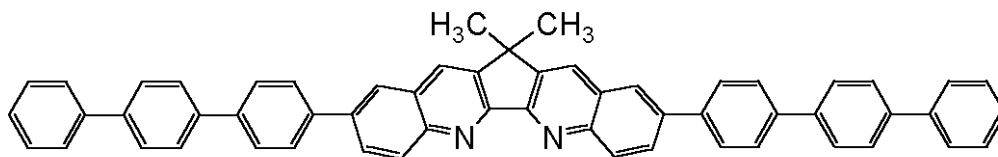
10

38



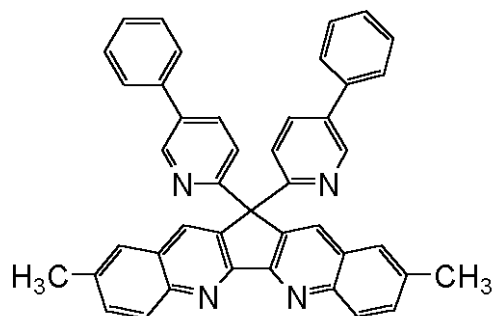
20

39



30

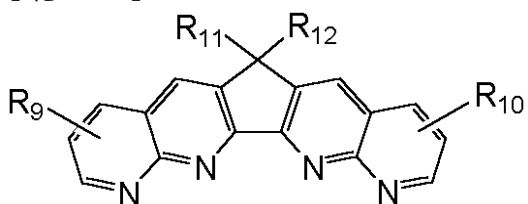
40



40

【 0 0 5 4 】

【 化 2 3 】

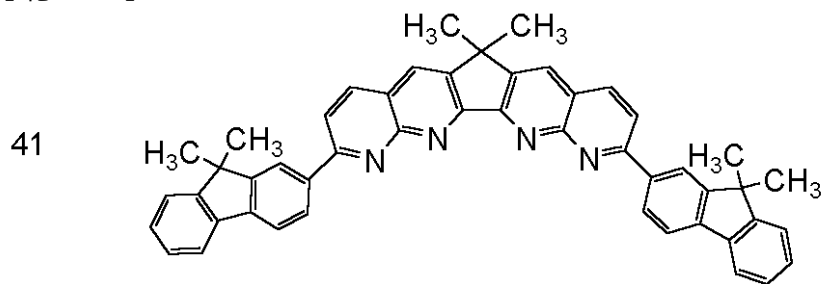


【 III 】

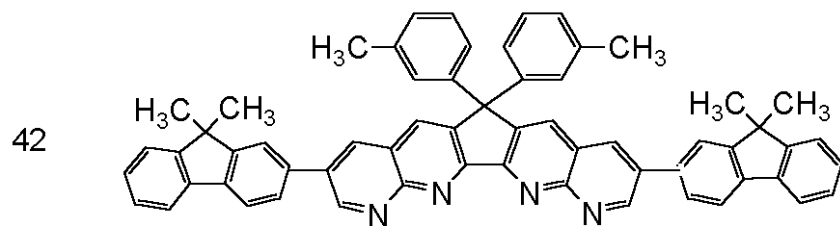
50

【 0 0 5 5 】

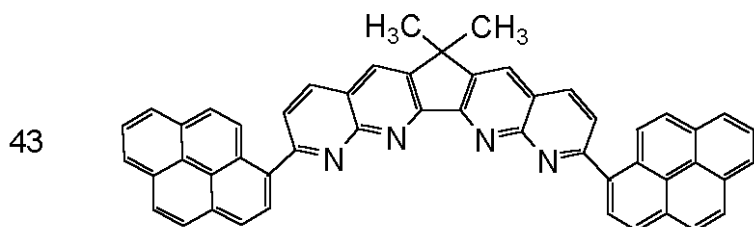
【 化 2 4 】



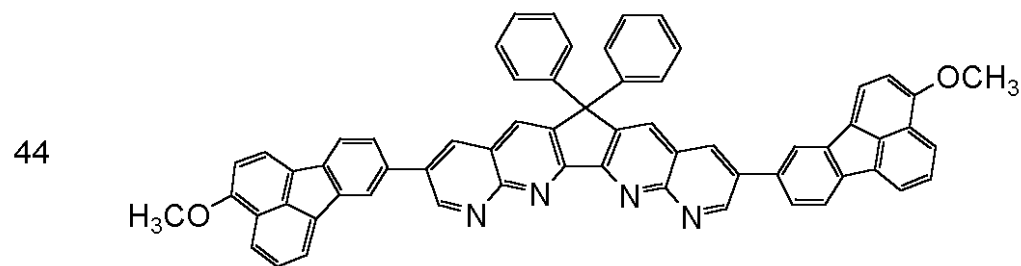
10



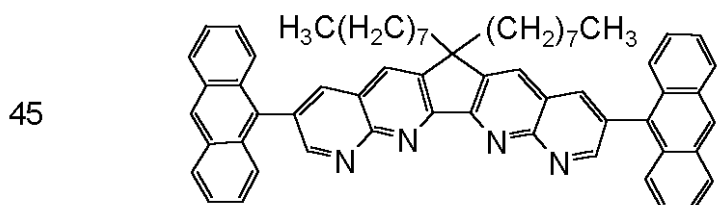
20



30



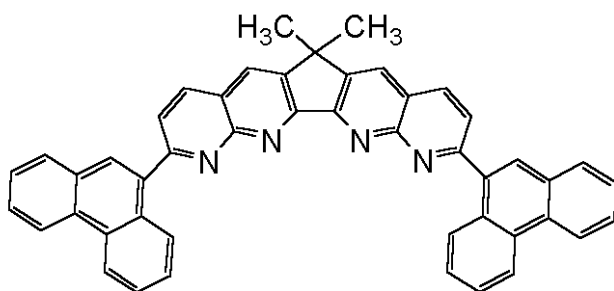
40



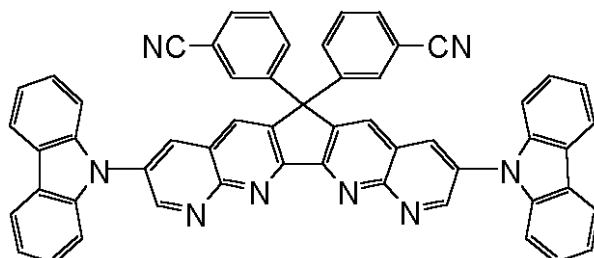
【 0 0 5 6 】

【 化 2 5 】

46

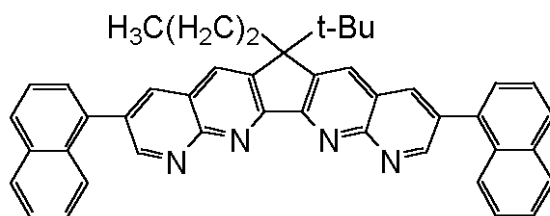


47



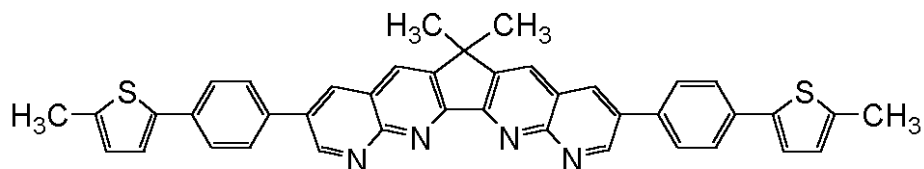
10

48



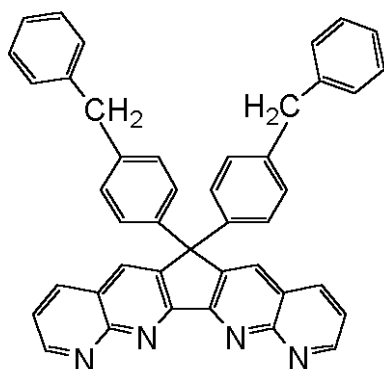
20

49



30

50



40

【0057】

本発明のジアザフルオレン化合物は、一般的に知られている方法で合成でき、例えば、J. Am. Chem. Soc., 106, 5876-5879 (1984)、J. Org. Chem., 50, 666-670, (1985)、J. Org. Chem., 49, 2208-2212 (1984)などに記載の方法でジアザフルオレン化合物中間体を得て、さらにパラジウム触媒を用いたsuzuki coupling法(例えばChem. Rev. 1995, 95, 2457-2483)などの合成法で得ることができる。

50

【0058】

本発明のジアザフルオレン化合物は、従来の化合物に比べ電子輸送性および耐久性の優れた化合物であり、有機発光素子の有機化合物を含む層、特に、電子輸送層および発光層として有用であり、また真空蒸着法や溶液塗布法などによって形成した層は結晶化などが起こりにくく経時安定性に優れている。

【0059】

次に、本発明の有機発光素子について詳細に説明する。

【0060】

本発明の有機発光素子は、陽極及び陰極からなる一对の電極と、該一对の電極間に挟持された一または複数の有機化合物を含む層を少なくとも有する有機発光素子において、前記有機化合物を含む層の少なくとも一層が一般式 [I] ~ [I I I] で示されるジアザフルオレン化合物の少なくとも一種を含有する。

10

【0061】

本発明の有機発光素子は、有機化合物を含む層のうち少なくとも電子輸送層または発光層が、前記ジアザフルオレン化合物の少なくとも一種を含有することが好ましい。

【0062】

本発明の有機発光素子においては、上記一般式 [I] ~ [I I I] で示されるジアザフルオレン化合物を真空蒸着法や溶液塗布法により陽極及び陰極の間に形成する。その有機層の厚みは $10 \mu\text{m}$ より薄く、好ましくは $0.5 \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$ の厚みに薄膜化することが好ましい。

20

【0063】

図1～図6に本発明の有機発光素子の好ましい例を示す。

【0064】

図1は、本発明の有機発光素子の一例を示す断面図である。図1は、基板1上に、陽極2、発光層3及び陰極4を順次設けた構成のものである。ここで使用する発光素子は、それ自体でホール輸送能、エレクトロン輸送能及び発光性の性能を単一で有している場合や、それぞれの特性を有する化合物を混ぜて使う場合に有用である。

【0065】

図2は、本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図2は、基板1上に、陽極2、ホール輸送層5、電子輸送層6及び陰極4を順次設けた構成のものである。この場合は、発光物質はホール輸送性かあるいは電子輸送性のいずれか、あるいは両方の機能を有している材料をそれぞれの層に用い、発光性の無い単なるホール輸送物質あるいは電子輸送物質と組み合わせる場合に有用である。また、この場合、発光層は、ホール輸送層5あるいは電子輸送層6のいずれかから成る。

30

【0066】

図3は、本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図3は、基板1上に、陽極2、ホール輸送層5、発光層3、電子輸送層6及び陰極4を順次設けた構成のものである。これは、キャリア輸送と発光の機能を分離したものであり、ホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した化合物と適時組み合わせる用いられ、極めて材料選択の自由度が増すとともに、発光波長を異にする種々の化合物が使用できるため、発光色相の多様化が可能になる。さらに、中央の発光層3に各キャリアあるいは励起子を有効に閉じこめて、発光効率の向上を図ることも可能になる。

40

【0067】

図4は、本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図4は、図3に対して、ホール注入層7を陽極2側に挿入した構成であり、陽極2とホール輸送層5の密着性改善あるいはホールの注入性改善に効果があり、低電圧化に効果的である。

【0068】

図5および図6は、本発明の有機発光素子における他の例を示す断面図である。図5および図6は、図3および図4に対してホールあるいは励起子(エキシトン)を陰極4側に抜けることを阻害する層(ホールブロッキング層8)を、発光層3、電子輸送層6間に挿入

50

した構成である。イオン化ポテンシャルの非常に高い化合物をホールプロッキング層 8 として用いる事により、発光効率の向上に効果的な構成である。

【0069】

ただし、図 1 ~ 図 6 はあくまで、ごく基本的な素子構成であり、本発明の化合物を用いた有機発光素子の構成はこれらに限定されるものではない。例えば、電極と有機層界面に絶縁性層を設ける、接着層あるいは干渉層を設ける、ホール輸送層がイオン化ポテンシャルの異なる 2 層から構成される、など多様な層構成をとることができる。

【0070】

本発明に用いられる一般式 [I] ~ [I I I] で示されるジアザフルオレン化合物は、従来の化合物に比べ電子輸送性および耐久性の優れた化合物であり、図 1 ~ 図 6 のいずれの形態でも使用することができる。

10

【0071】

本発明は、電子輸送層または発光層の構成成分として一般式 [I] ~ [I I I] で示されるジアザフルオレン化合物を用いるものであるが、これまで知られているホール輸送性化合物、発光性化合物あるいは電子輸送性化合物などを必要に応じて一緒に使用することもできる。

【0072】

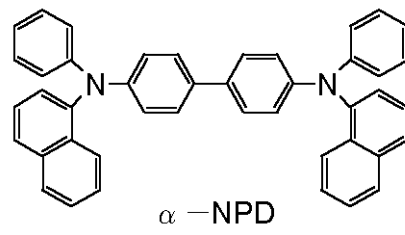
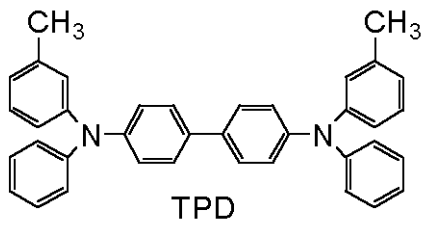
以下にこれらの化合物例を挙げる。

【0073】

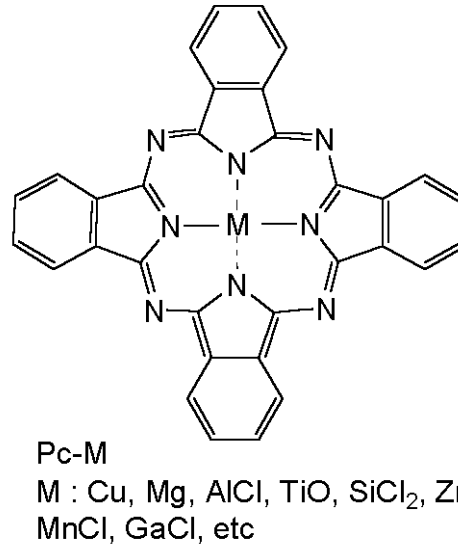
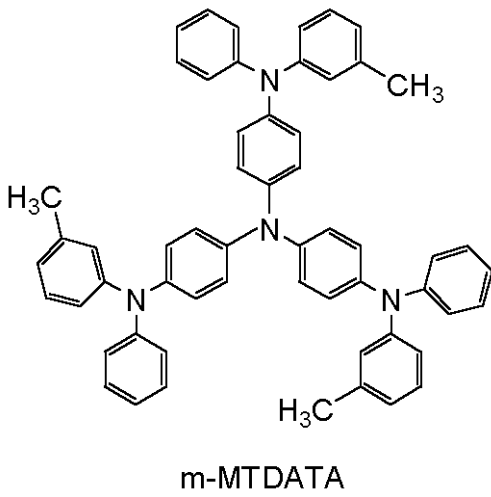
【化 2 6】

20

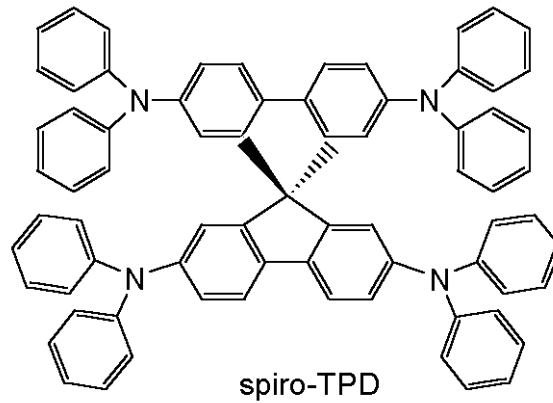
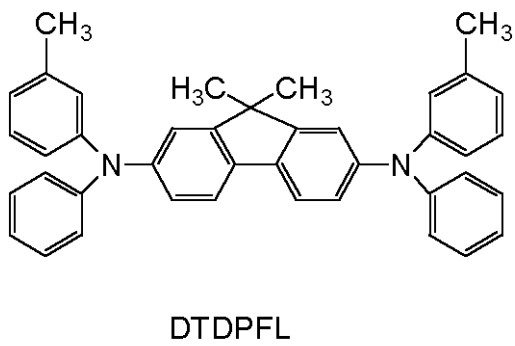
ホール輸送性化合物



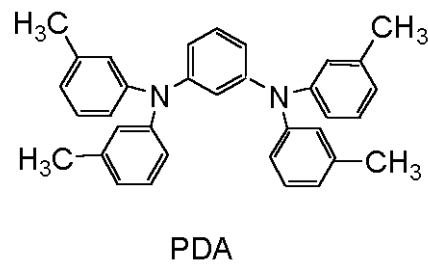
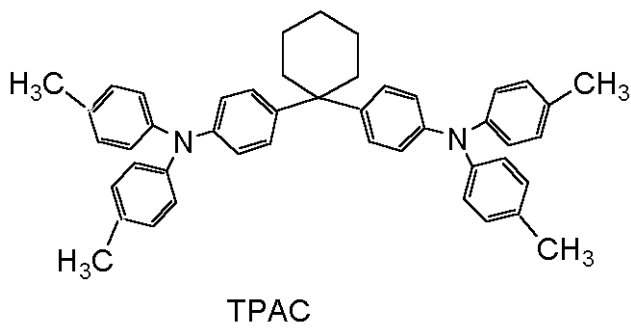
10



20



30

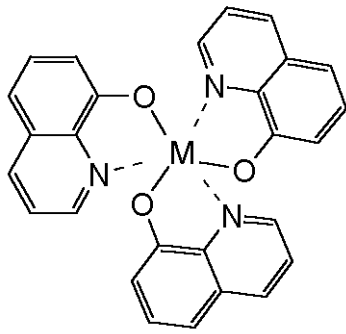


40

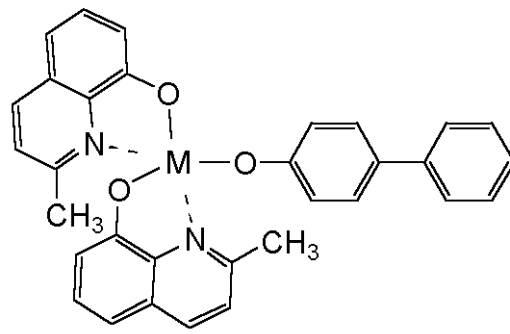
【 0 0 7 4 】

【 化 2 7 】

電子輸送性発光材料

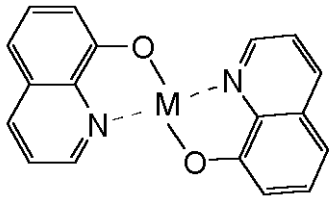


M : Al , Ga

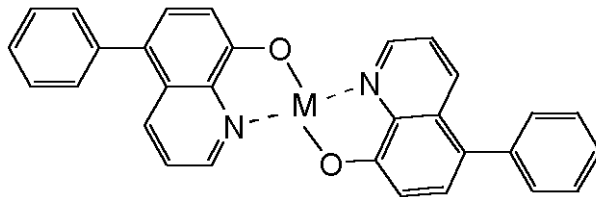


M : Al , Ga

10

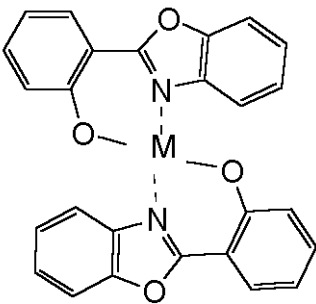


M : Zn , Mg , Be

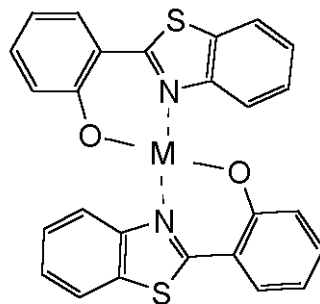


M : Zn , Mg , Be

20

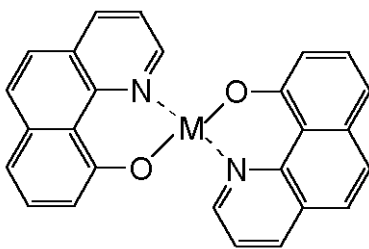
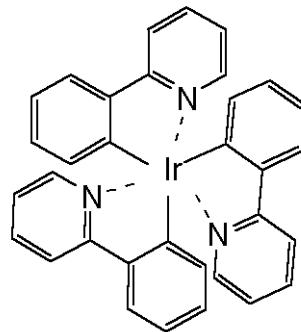


M : Zn , Mg , Be

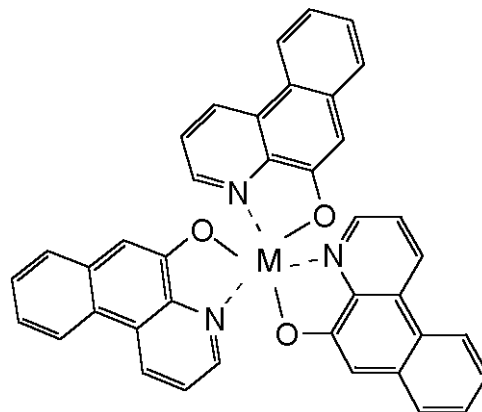


M : Zn , Mg , Be

30



M : Zn , Mg , Be



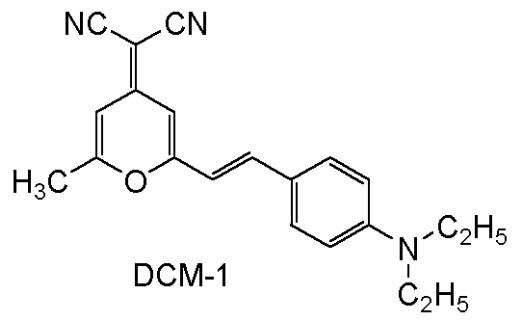
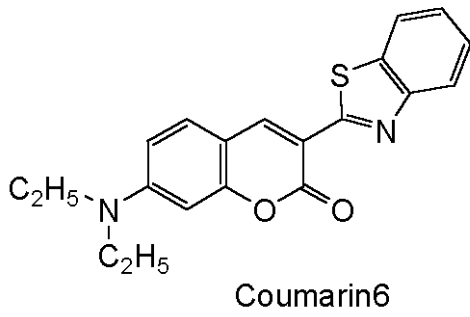
M : Al , Ga

40

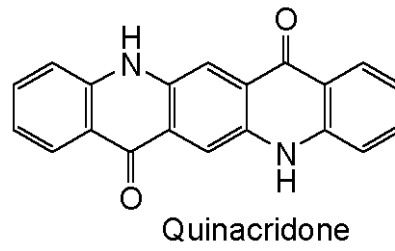
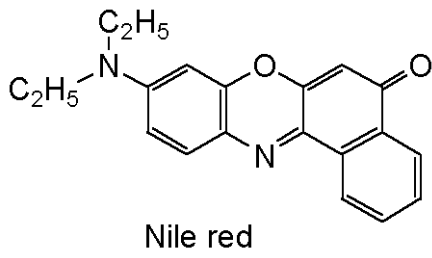
【 0 0 7 5 】

【 化 2 8 】

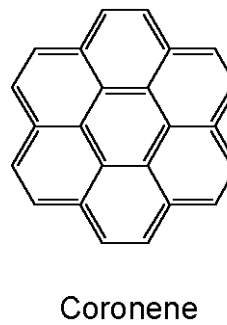
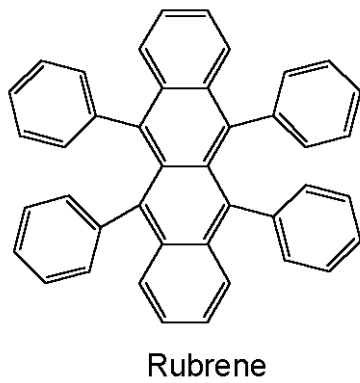
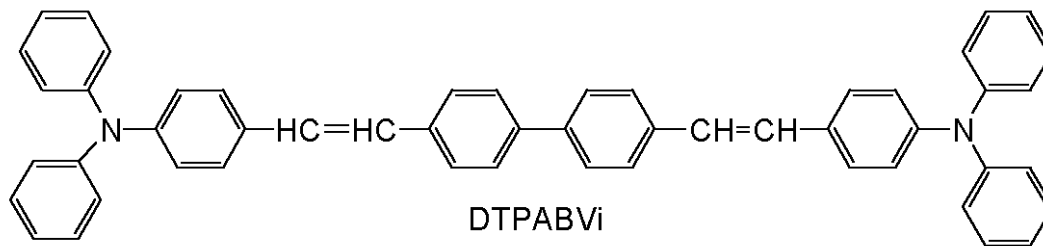
発光材料



10



20

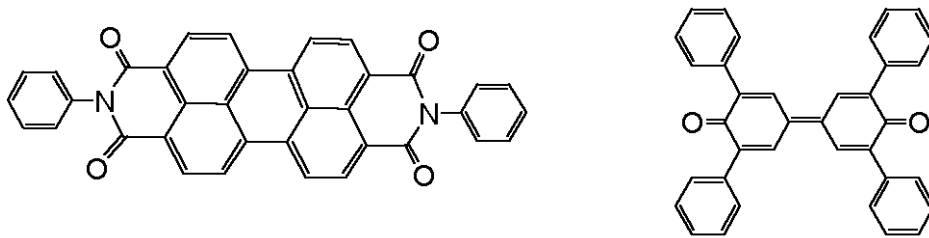
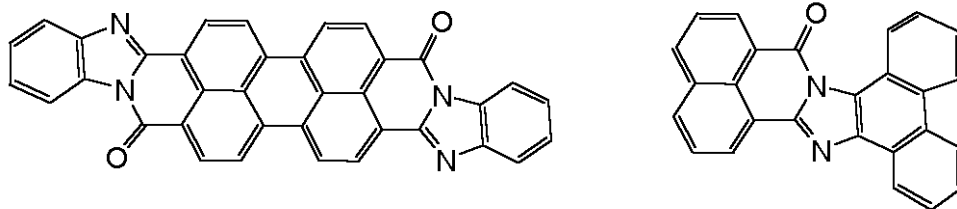
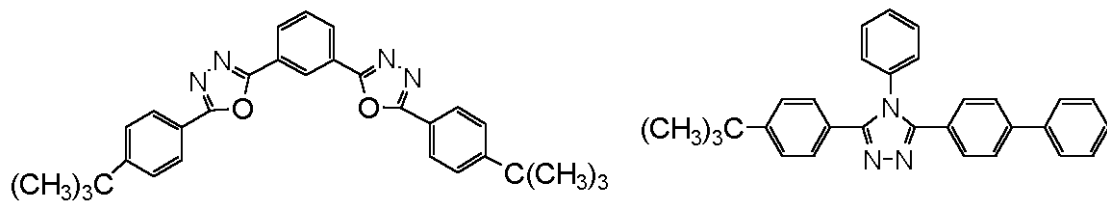
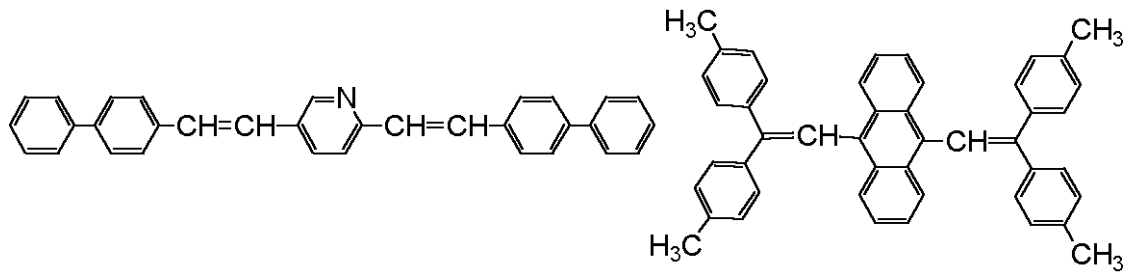
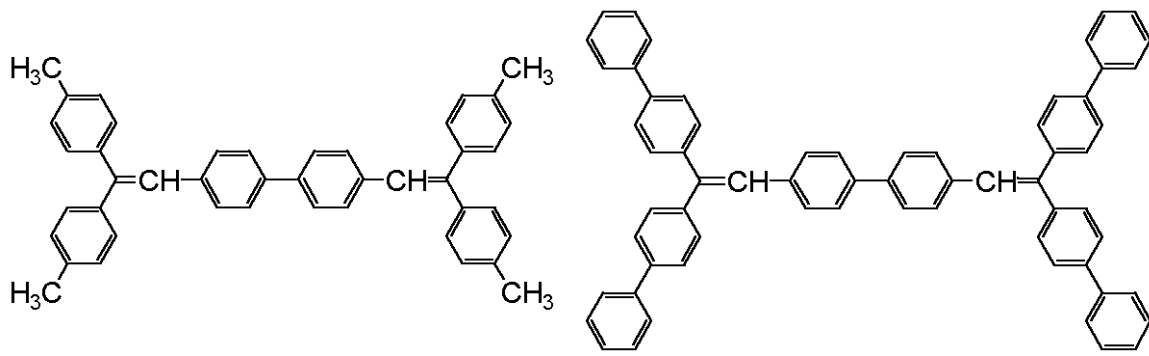


30

【 0 0 7 6 】

【 化 2 9 】

発光層マトリックス材料および電子輸送材料



【 0 0 7 7 】
【 化 3 0 】

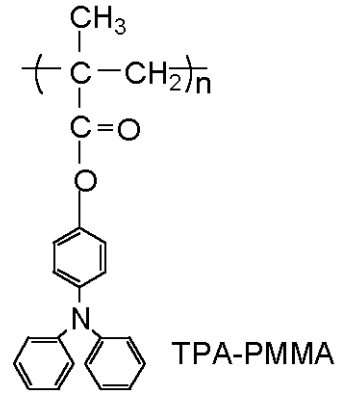
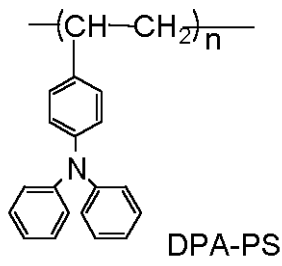
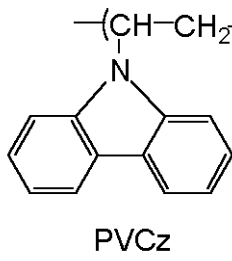
10

20

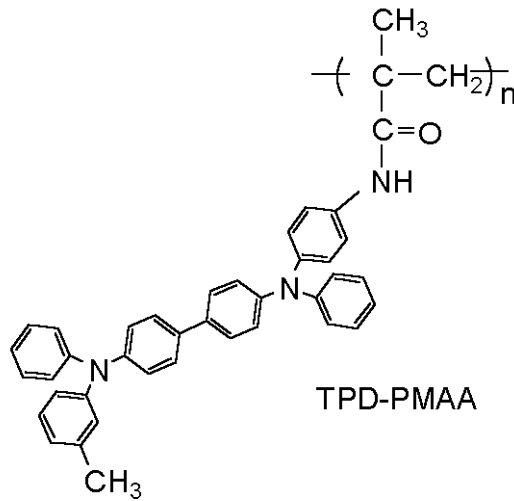
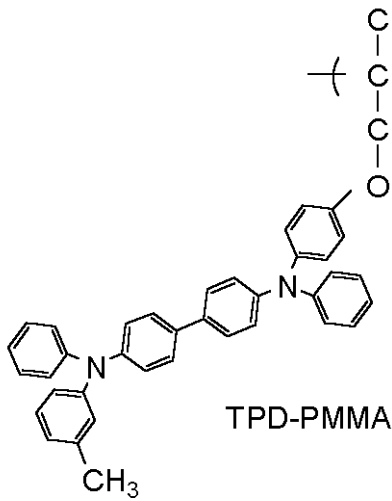
30

40

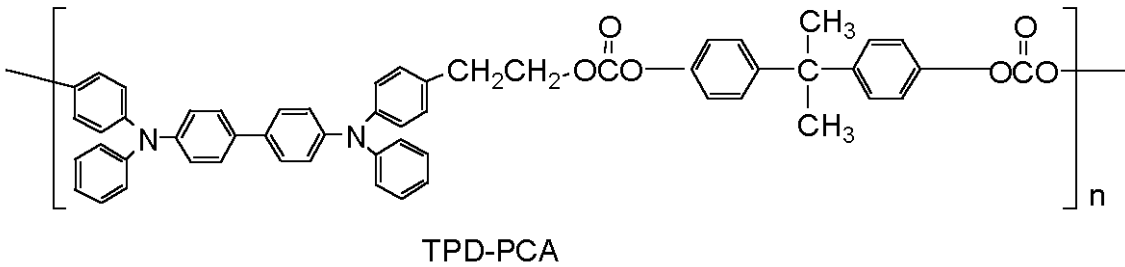
ポリマー系ホール輸送性材料



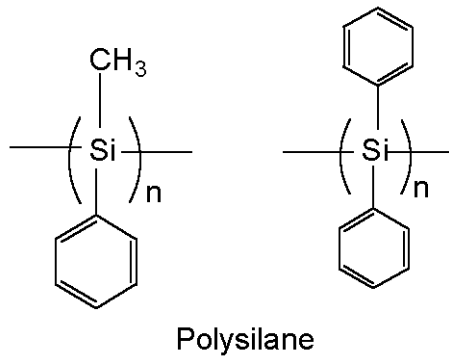
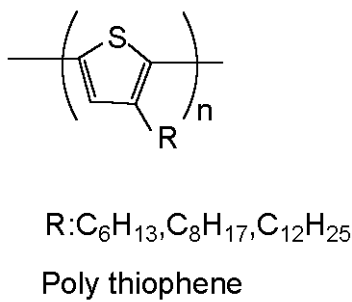
10



20



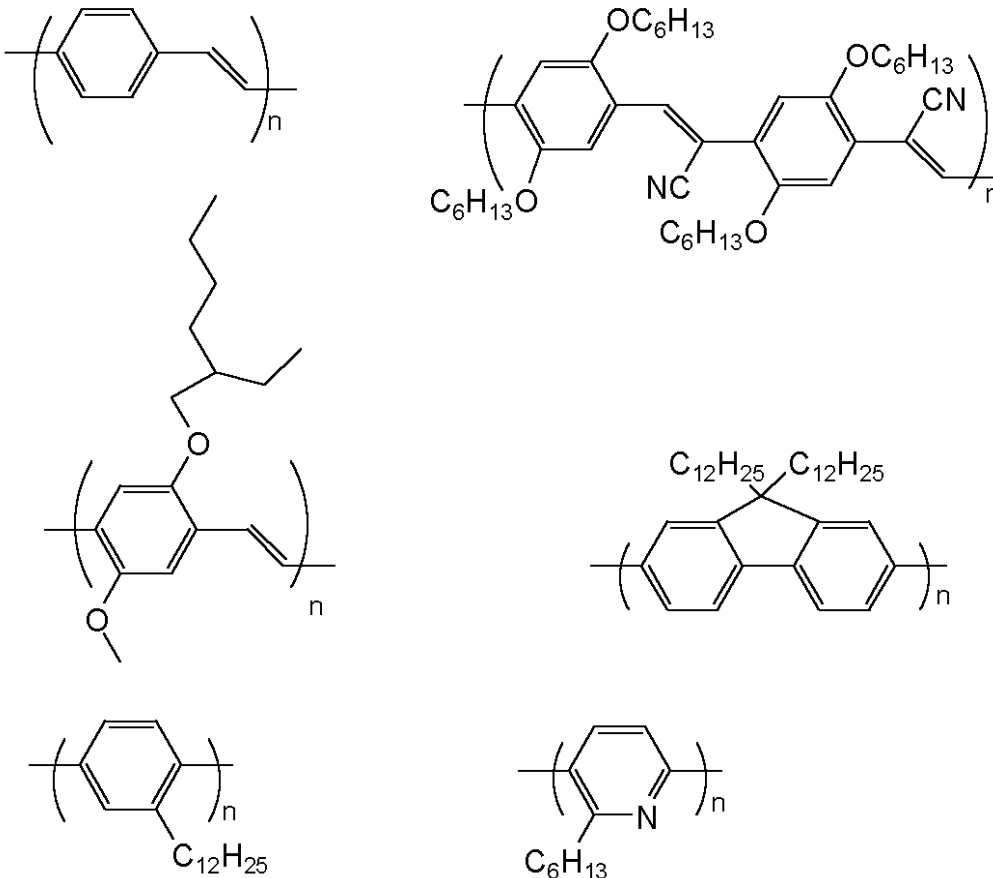
30



40

【 0 0 7 8 】
【 化 3 1 】

ポリマー系発光材料および電荷輸送性材料



10

20

【0079】

本発明の有機発光素子において、一般式 [I] ~ [I I I] で示されるジアザフルオレン化合物を含有する層および他の有機化合物を含有する層は、一般には真空蒸着法あるいは、

30

【0080】

適切な溶媒に溶解させて塗布法により薄膜を形成する。特に塗布法で成膜する場合は、適切な結着樹脂と組み合わせて膜を形成することもできる。

上記結着樹脂としては、広範囲な結着性樹脂より選択でき、たとえばポリビニルカルバゾール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリスチレン樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ブチラール樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、ジアルキルフタレート樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、ポリスルホン樹脂、尿素樹脂等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、これらは単独または共重合体ポリマーとして1種または2種以上混合してもよい。

40

【0081】

陽極材料としては、仕事関数ができるべく大きなものがよく、例えば、金、白金、ニッケル、パラジウム、コバルト、セレン、バナジウム等の金属単体あるいはこれらの合金、酸化錫、酸化亜鉛、酸化錫インジウム (ITO)、酸化亜鉛インジウム等の金属酸化物が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン、ポリフェニレンスルフィド等の導電性ポリマーも使用できる。これらの電極物質は単独で用いてもよく、複数併用することもできる。

【0082】

一方、陰極材料としては、仕事関数の小さなものがよく、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、アルミニウム、インジウム、銀、鉛、錫、クロム等の金属単体あるいは複数の合金として用いることができる。酸化錫インジウム (I

50

TO)等の金属酸化物の利用も可能である。また、陰極は一層構成でもよく、多層構成をとることもできる。

【0083】

本発明で用いる基板としては、特に限定するものではないが、金属製基板、セラミックス製基板等の不透明性基板、ガラス、石英、プラスチックシート等の透明性基板が用いられる。また、基板にカラーフィルター膜、蛍光色変換フィルター膜、誘電体反射膜などを用いて発色光をコントロールする事も可能である。

【0084】

なお、作成した素子に対して、酸素や水分等との接触を防止する目的で保護層あるいは封止層を設けることもできる。保護層としては、ダイヤモンド薄膜、金属酸化物、金属窒化物等の無機材料膜、フッ素樹脂、ポリパラキシレン、ポリエチレン、シリコン樹脂、ポリスチレン樹脂等の高分子膜、さらには、光硬化性樹脂等が挙げられる。また、ガラス、気体不透過性フィルム、金属などをカバーし、適当な封止樹脂により素子自体をパッケージングすることもできる。

10

【0085】

【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明していくが、本発明はこれらに限定されるものではない。

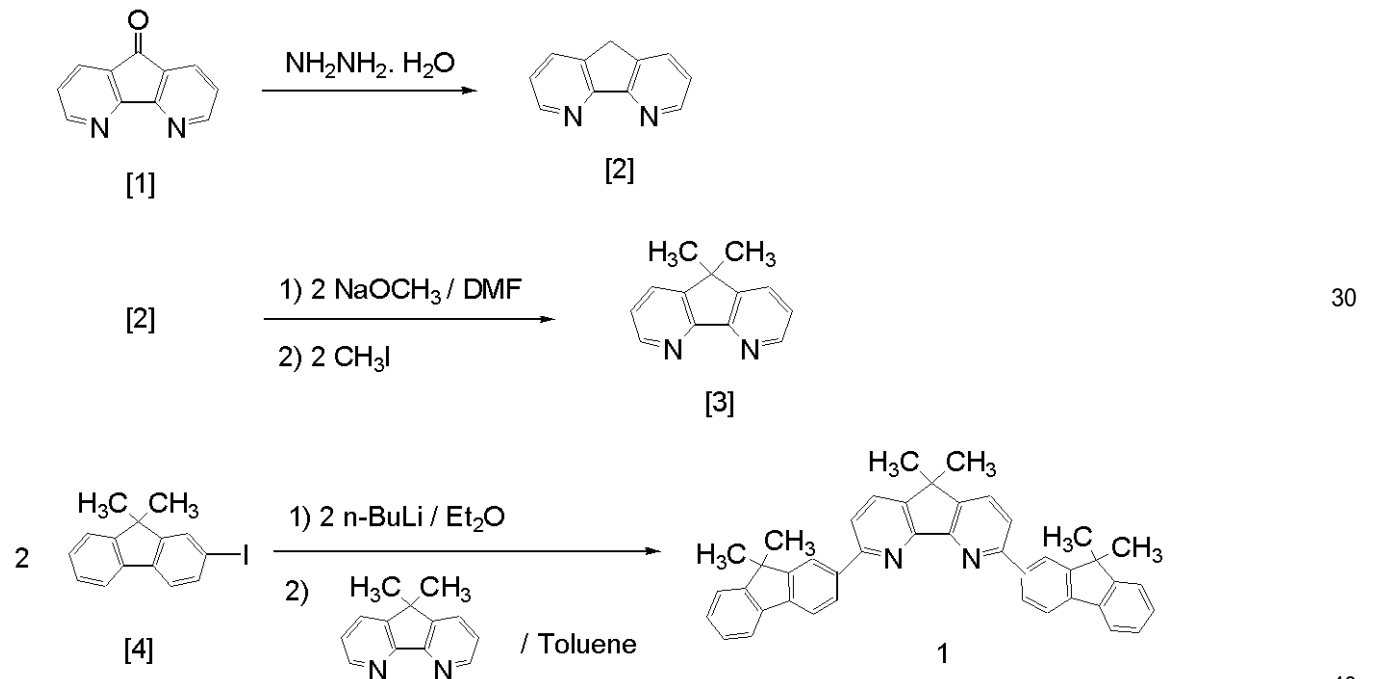
【0086】

<合成例1> [例示化合物No.1の合成]

20

【0087】

【化32】



30

40

【0088】

200ml三ツ口フラスコに、4,5-ジアザフルオレン-9-オン[1]10.0g(55.0mmol)およびヒドラジン-水和物13.4ml(80%、220mmol)を入れ、160で12時間攪拌した後、水を加え有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、アルミナカラム(クロロホルム展開溶媒)で精製し、[2](白色結晶)4.8g(収率52%)を得た。

【0089】

次に、200ml三ツ口フラスコに、[2]3.0g(17.8mmol)およびDMF70mlを入れ、窒素雰囲気中、0で攪拌下、ナトリウムメトキサイド2.1g(39.2mmol)を添加後、ヨウ化メチル4.4ml(71.2mmol)を滴下した。室

50

温で12時間攪拌した後、水を加え有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、アルミナカラム（クロロホルム展開溶媒）で精製し、[3]（白色結晶）2.8 g（収率80%）を得た。

【0090】

さらに、200ml三口フラスコに、2-ヨード-9,9-ジメチルフルオレン[4] 5.9 g（18.3mmol）およびジエチルエーテル50mlを入れ、窒素雰囲気中、-78℃で攪拌下、n-ブチルリチウム（15%ヘキサン溶液）11.9ml（18.3mmol）を滴下した。室温まで昇温し1時間攪拌した後、-20℃に冷却し[3] 1.0 g（5.10mmol）のトルエン80ml分散液を滴下した。室温で12時間攪拌後、水を加え有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、アルミナカラム（ヘキサン+クロロホルム混合展開溶媒）で精製し、例示化合物No. 1（黄色結晶）1.6 g（収率54%）を得た。

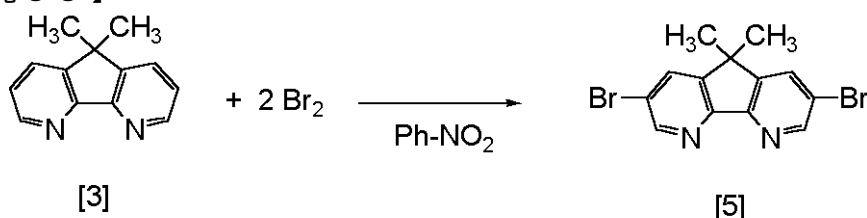
10

【0091】

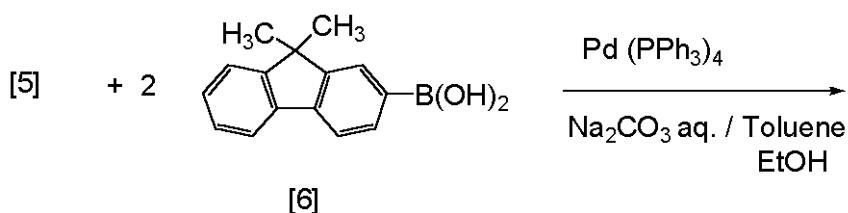
<合成例2> [例示化合物No. 2の合成]

【0092】

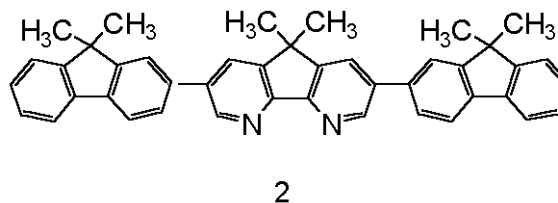
【化33】



20



30



【0093】

200ml三口フラスコに、[3] 3.0 g（15.3mmol）およびニトロベンゼン70mlを入れ、130℃で攪拌下、臭素2.4ml（45.9mmol）のニトロベンゼン10ml溶液を滴下し、140℃で5時間攪拌した。反応液を水に滴下し、有機層をクロロホルムで抽出、チオ硫酸ナトリウム水溶液で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、アルミナカラム（ヘキサン+クロロホルム混合展開溶媒）で精製し、ジプロモ体[5]（白色結晶）1.8 g（収率33%）を得た。

40

【0094】

次に、200ml三口フラスコに、ジプロモ体[5] 0.5 g（1.41mmol）、ボロン酸[6] 1.3 g（5.65mmol）、トルエン60mlおよびエタノール30mlを入れ、窒素雰囲気中、室温で攪拌下、炭酸ナトリウム6g/水30mlの水溶液を滴下し、次いでテトラキス（トリフェニルホスフィン）パラジウム(0) 0.16 g（0.14mmol）を添加した。室温で30分攪拌した後、77℃に昇温し3時間攪拌した。反応後、有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、アルミナカラム

50

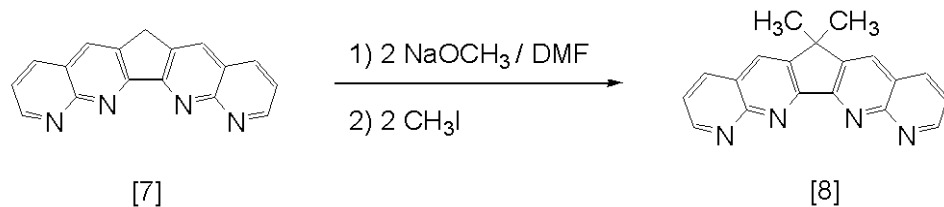
(クロロホルム展開溶媒)で精製し、例示化合物 No. 2 (黄色結晶) 0.7 g (収率 85%)を得た。

【0095】

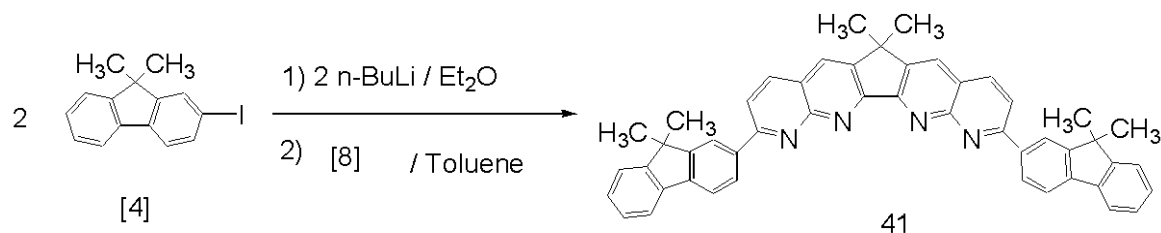
<合成例3> [例示化合物 No. 41の合成]

【0096】

【化34】



10



20

*) J. Org. Chem., 49, 2208-2212 (1984)

【0097】

200 ml三口フラスコに、[7]^{*}) 3.0 g (11.1 mmol) および DMF 70 ml を入れ、窒素雰囲気中、0 で攪拌下、ナトリウムメトキサイド 1.3 g (24.4 mmol) を添加後、ヨウ化メチル 2.1 ml (33.3 mmol) を滴下した。室温で 12 時間攪拌した後、水を加え有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、アルミナカラム (クロロホルム展開溶媒) で精製し、[8] (黄色結晶) 2.5 g (収率 76%) を得た。

【0098】

さらに、200 ml三口フラスコに、2-ヨード-9,9-ジメチルフルオレン [4] 3.9 g (12.1 mmol) およびジエチルエーテル 50 ml を入れ、窒素雰囲気中、-78 で攪拌下、n-ブチルリチウム (15%ヘキサン溶液) 7.8 ml (12.1 mmol) を滴下した。室温まで昇温し 1 時間攪拌した後、-20 に冷却し [8] 1.0 g (3.36 mmol) のトルエン 80 ml 分散液を滴下した。室温で 12 時間攪拌後、水を加え有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、アルミナカラム (ヘキサン+クロロホルム混合展開溶媒) で精製し、例示化合物 No. 41 (黄色結晶) 1.1 g (収率 48%) を得た。

30

【0099】

<実施例1>

図3に示す構造の素子を作成した。

40

【0100】

基板1としてのガラス基板の上に、陽極2としての酸化錫インジウム (ITO) をスパッタ法にて 120 nm の膜厚で成膜したものを透明導電性支持基板として用いた。これをアセトン、イソプロピルアルコール (IPA) で順次超音波洗浄し、次いで IPA で煮沸洗浄後、乾燥した。さらに、UV/オゾン洗浄したものを透明導電性支持基板として使用した。

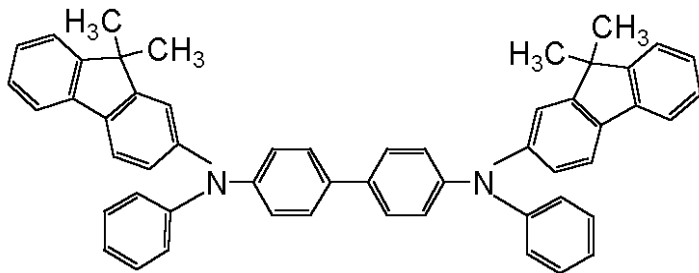
【0101】

透明導電性支持基板上に下記構造式で示される化合物のクロロホルム溶液をスピンコート法により 30 nm の膜厚で成膜し、ホール輸送層5を形成した。

50

【0102】

【化35】



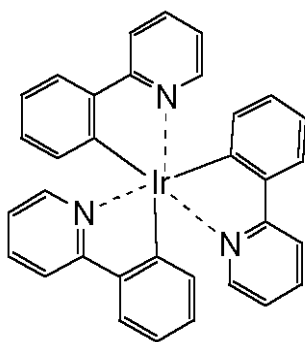
10

【0103】

さらに下記構造式で示されるIr錯体および例示化合物No. 1で示されるジアザフルオレン化合物（重量比5：100）を真空蒸着法により20nmの膜厚で成膜し、発光層3を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は0.2～0.3 nm/secの条件で成膜した。

【0104】

【化36】



20

【0105】

さらにアルミニウムトリスキノリノールを真空蒸着法により40nmの膜厚で成膜し、電子輸送層6を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は0.2～0.3 nm/secの条件で成膜した。

30

【0106】

次に、陰極4として、アルミニウムとリチウム（リチウム濃度1原子%）からなる蒸着材料を用いて、上記有機層の上に真空蒸着法により厚さ50nmの金属層膜を形成し、さらに真空蒸着法により厚さ150nmのアルミニウム層を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は1.0～1.2 nm/secの条件で成膜した。

【0107】

さらに、窒素雰囲気中で保護用ガラス板をかぶせ、アクリル樹脂系接着材で封止した。

【0108】

この様にして得られた素子に、ITO電極（陽極2）を正極、Al-Li電極（陰極4）を負極にして、10Vの直流電圧を印加すると 21.0 mA/cm^2 の電流密度で電流が素子に流れ、 6000 cd/m^2 の輝度で緑色の発光が観測された。

40

【0109】

さらに、電流密度を 10.0 mA/cm^2 に保ち100時間電圧を印加したところ、初期輝度 2000 cd/m^2 から100時間後 1500 cd/m^2 と輝度劣化は小さかった。

【0110】

<実施例2～10>

例示化合物No. 1に代えて、表1に示す例示化合物を用いた他は実施例1と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表1に示す。

【0111】

50

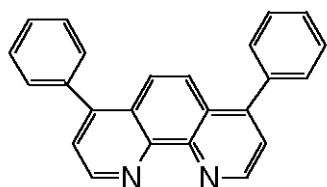
< 比較例 1 ~ 3 >

例示化合物 No. 1 に代えて、下記構造式で示される化合物を用いた他は実施例 1 と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表 1 に示す。

【 0 1 1 2 】

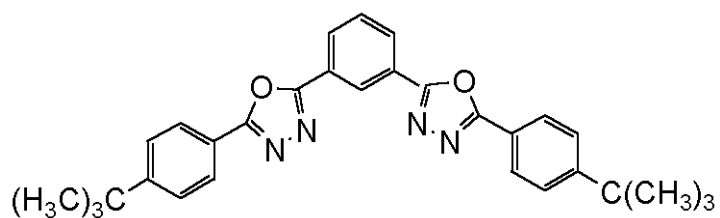
【 化 3 7 】

例示化合物 No. 1



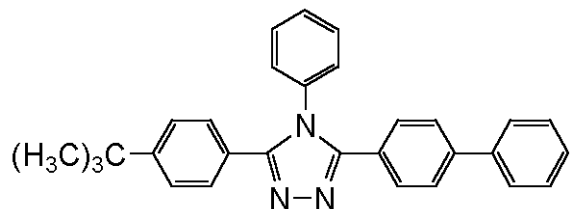
10

例示化合物 No. 2



20

例示化合物 No. 3



30

【 0 1 1 3 】

【 表 1 】

例 No.	例示化合物 No.	初期		耐久		
		印加電圧 (V)	輝度 (cd/m ²)	電流密度 (mA/cm ²)	初期輝度 (cd/m ²)	100 時間後輝度 (cd/m ²)
実施例 1	1	10	6000	10.0	2000	1500
実施例 2	3	10	5500	10.0	1600	1100
実施例 3	13	10	6600	10.0	2500	1900
実施例 4	14	10	4500	10.0	1600	1200
実施例 5	15	10	4900	10.0	1800	1200
実施例 6	16	10	4400	10.0	1300	900
実施例 7	23	10	4600	10.0	1500	1100
実施例 8	25	10	5600	10.0	1800	1300
実施例 9	37	10	4000	10.0	1000	700
実施例 10	47	10	4300	10.0	1300	900
比較例 1	比較 1	10	2200	10.0	600	200
比較例 2	比較 2	10	700	10.0	400	100
比較例 3	比較 3	10	600	10.0	350	150

10

20

【0114】

< 実施例 11 >

図 3 に示す構造の素子を作成した。

【0115】

実施例 1 と同様に、透明導電性支持基板上にホール輸送層 5 を形成した。

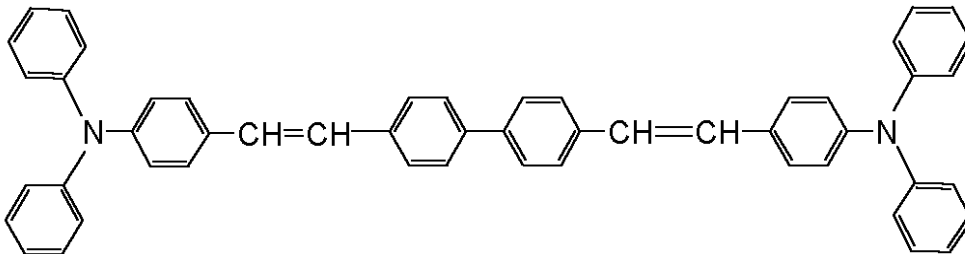
【0116】

さらに下記構造式で示されるアリールアミノ化合物および例示化合物 No. 4 で示されるジアザフルオレン化合物（重合比 1 : 20）を真空蒸着法により 20 nm の膜厚で成膜し、発光層 3 を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は 0.2 ~ 0.3 nm/sec の条件で成膜した。

30

【0117】

【化 38】



40

【0118】

さらにアルミニウムトリスキノリノールを真空蒸着法により 40 nm の膜厚で成膜し、電子輸送層 6 を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は 0.2 ~ 0.3 nm/sec の条件で成膜した。

【0119】

次に、実施例 1 と同様にして陰極 4 を形成した後に封止した。

【0120】

50

この様にして得られた素子に、ITO電極（陽極2）を正極、Al-Li電極（陰極4）を負極にして、6Vの直流電圧を印加すると120 mA/cm²の電流密度で電流が素子に流れ、9500 cd/m²の輝度で青色の発光が観測された。

【0121】

さらに、電流密度を100 mA/cm²に保ち100時間電圧を印加したところ、初期輝度7500 cd/m²から100時間後6000 cd/m²と輝度劣化は小さかった。

【0122】

<実施例12~25>

例示化合物No. 4に代えて、表2に示す例示化合物を用いた他は実施例11と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表2に示す。

【0123】

<比較例4~6>

例示化合物No. 4に代えて、比較化合物No. 1~3を用いた他は実施例11と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表2に示す。

【0124】

【表2】

例 No.	例示化合物 No.	初期		耐久		
		印加電圧 (V)	輝度 (cd/m ²)	電流密度 (mA/cm ²)	初期輝度 (cd/m ²)	100時間後輝度 (cd/m ²)
実施例 11	4	6	9500	100	7500	6000
実施例 12	7	6	8000	100	6000	5000
実施例 13	8	6	9000	100	7000	5500
実施例 14	9	6	6000	100	4500	3500
実施例 15	12	6	5500	100	4500	3000
実施例 16	17	6	5500	100	4000	3000
実施例 17	18	6	7000	100	5000	4000
実施例 18	19	6	5000	100	4000	3000
実施例 19	22	6	7500	100	5500	4000
実施例 20	26	6	9000	100	7000	5000
実施例 21	30	6	8000	100	6500	4500
実施例 22	33	6	9000	100	7500	6000
実施例 23	38	6	5000	100	4000	3000
実施例 24	43	6	7500	100	5000	3500
実施例 25	46	6	6000	100	5000	4000
比較例 4	比較 1	6	700	100	500	150
比較例 5	比較 2	6	800	100	700	200
比較例 6	比較 3	6	1000	100	850	250

【0125】

<実施例26>

図3に示す構造の素子を作成した。

【0126】

実施例1と同様に、透明導電性支持基板上にホール輸送層5を形成した。

【0127】

さらにクマリンおよびアルミニウムトリスキノリノール（重合比1：20）を真空蒸着法により20nmの膜厚で成膜し、発光層3を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は0.2～0.3 nm/secの条件で成膜した。

【0128】

さらに例示化合物No. 1で示されるジアザフルオレン化合物を40nmの膜厚で成膜し、電子輸送層6を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は0.2～0.3 nm/secの条件で成膜した。

【0129】

次に、実施例1と同様にして陰極4を形成した後に封止した。

10

【0130】

この様にして得られた素子に、ITO電極（陽極2）を正極、Al-Li電極（陰極4）を負極にして、6Vの直流電圧を印加すると190 mA/cm²の電流密度で電流が素子に流れ、17000 cd/m²の輝度で緑色の発光が観測された。

【0131】

さらに、電流密度を150 mA/cm²に保ち100時間電圧を印加したところ、初期輝度8000 cd/m²から100時間後6000 cd/m²と輝度劣化は小さかった。

【0132】

<実施例27～40>

例示化合物No. 1に代えて、表3に示す例示化合物を用いた他は実施例26と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表3に示す。

20

【0133】

<比較例7～9>

例示化合物No. 1に代えて、比較化合物No. 1～3を用いた他は実施例26と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表3に示す。

【0134】

【表3】

例 No.	例示化合物 No.	初期		耐久		
		印加電圧 (V)	輝度 (cd/m ²)	電流密度 (mA/cm ²)	初期輝度 (cd/m ²)	100 時間後輝度 (cd/m ²)
実施例 26	1	6	17000	150	8000	6000
実施例 27	2	6	17000	150	8500	6000
実施例 28	6	6	16000	150	7000	4500
実施例 29	10	6	18000	150	9000	6500
実施例 30	20	6	11000	150	6000	4500
実施例 31	29	6	9000	150	4500	3500
実施例 32	31	6	15000	150	7000	4500
実施例 33	34	6	8000	150	4500	3000
実施例 34	39	6	8500	150	5000	3500
実施例 35	40	6	10000	150	5500	3500
実施例 36	41	6	16000	150	7500	4500
実施例 37	44	6	9000	150	4500	3000
実施例 38	45	6	8000	150	4500	3000
実施例 39	48	6	9000	150	5000	4000
実施例 40	50	6	9000	150	6000	3500
比較例 7	比較 1	6	4000	150	2500	1000
比較例 8	比較 2	6	2000	150	1500	700
比較例 9	比較 3	6	1500	150	1000	300

10

20

30

40

50

【 0 1 3 5 】

< 実施例 4 1 >

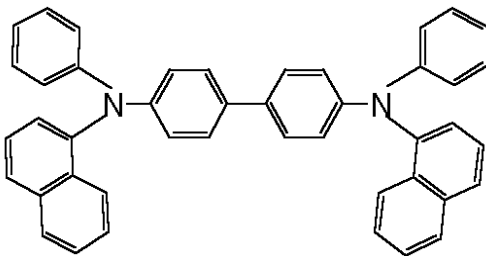
図 3 に示す構造の素子を作成した。

【 0 1 3 6 】

実施例 1 と同様な透明導電性支持基板上に、下記構造式で示されるアリールアミン化合物を真空蒸着法により 40 nm の膜厚で成膜し、ホール輸送層 5 を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は 0.2 ~ 0.3 nm / sec の条件で成膜した。

【 0 1 3 7 】

【 化 3 9 】



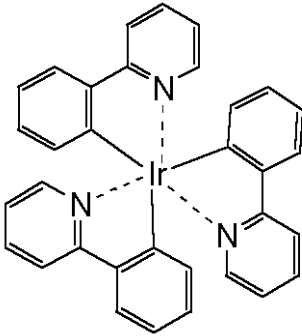
【 0 1 3 8 】

さらに下記構造式で示される Ir 錯体および下記構造式で示されるカルバゾール化合物 (重合比 5 : 100) を真空蒸着法により 20 nm の膜厚で成膜し、発光層 3 を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は 0.2 ~ 0.3 nm / sec の条件

で成膜した。

【0139】

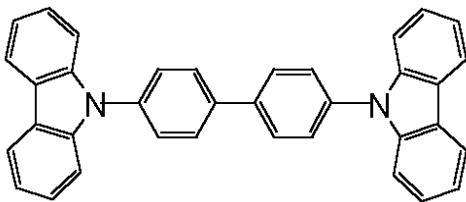
【化40】



10

【0140】

【化41】



20

【0141】

さらに例示化合物 No. 11 で示されるジアザフルオレン化合物を 40 nm の膜厚で成膜し電子輸送層 6 を形成した。蒸着時の真空度は 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度は 0.2 ~ 0.3 nm/sec の条件で成膜した。

【0142】

次に、実施例 1 と同様にして陰極 4 を形成した後に封止した。

【0143】

この様にして得られた素子に、ITO 電極（陽極 2）を正極、Al-Li 電極（陰極 4）を負極にして、10 V の直流電圧を印加すると 24.0 mA/cm^2 の電流密度で電流が素子に流れ、 9000 cd/m^2 の輝度で緑色の発光が観測された。

30

【0144】

さらに、電流密度を 10.0 mA/cm^2 に保ち 100 時間電圧を印加したところ、初期輝度 3500 cd/m^2 から 100 時間後 2500 cd/m^2 と輝度劣化は小さかった。

【0145】

< 実施例 42 ~ 55 >

例示化合物 No. 11 に代えて、表 4 に示す例示化合物を用いた他は実施例 41 と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表 4 に示す。

【0146】

< 比較例 10 ~ 12 >

例示化合物 No. 11 に代えて、比較化合物 No. 1 ~ 3 を用いた他は実施例 41 と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表 4 に示す。

40

【0147】

【表 4】

例 No.	例示化合物 No.	初期		耐久		
		印加電圧 (V)	輝度 (cd/m ²)	電流密度 (mA/cm ²)	初期輝度 (cd/m ²)	100 時間後輝度 (cd/m ²)
実施例 41	11	10	9000	10.0	3500	2500
実施例 42	1	10	11000	10.0	4500	3000
実施例 43	2	10	10000	10.0	3500	2500
実施例 44	5	10	6500	10.0	2500	2000
実施例 45	6	10	9500	10.0	3500	2500
実施例 46	11	10	9000	10.0	3500	3000
実施例 47	21	10	12000	10.0	4500	3000
実施例 48	24	10	7000	10.0	2500	1500
実施例 49	32	10	8500	10.0	3000	2000
実施例 50	35	10	10000	10.0	4000	3000
実施例 51	36	10	9000	10.0	3000	2500
実施例 52	42	10	8500	10.0	2500	1500
実施例 53	48	10	7000	10.0	2500	1500
実施例 54	49	10	6500	10.0	2000	1500
実施例 55	50	10	5500	10.0	2000	1500
比較例 10	比較 1	10	3500	10.0	1500	500
比較例 11	比較 2	10	1500	10.0	900	400
比較例 12	比較 3	10	900	10.0	700	300

10

20

30

40

50

【0148】

< 実施例 56 >

図 1 に示す構造の素子を作成した。

【0149】

実施例 1 と同様な透明導電性支持基板上に、例示化合物 No. 25 で示されるジアザフルオレン化合物を 0.050 g およびポリ-N-ビニルカルbazol (重量平均分子量 = 63,000) 1.00 g をクロロホルム 80 ml に溶解した溶液をスピンコート法 (回転数 = 2000 rpm) により 120 nm の膜厚に成膜し、有機層 (発光層 3) を形成した。

【0150】

次に、実施例 1 と同様にして陰極 4 を形成した後に封止した。

【0151】

この様にして得られた素子に、ITO 電極 (陽極 2) を正極、Al-Li 電極 (陰極 4) を負極にして、10 V の直流電圧を印加すると 8.5 mA/cm² の電流密度で電流が素子に流れ、1500 cd/m² の輝度で青色の発光が観測された。

【0152】

さらに、窒素雰囲気下で電流密度を 8.0 mA/cm² に保ち 100 時間電圧を印加したところ、初期輝度 1300 cd/m² から 100 時間後 1100 cd/m² と輝度劣化は小さかった。

【0153】

< 実施例 57 ~ 60 >

例示化合物 No. 25 に代えて、表 5 に示す例示化合物を用いた他は実施例 56 と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表 5 に示す。

【0154】

< 比較例 13 ~ 15 >

例示化合物 No. 25 に代えて、比較化合物 No. 1 ~ 3 を用いた他は実施例 56 と同様に素子を作成し、同様な評価を行った。結果を表 5 に示す。

【0155】

【表 5】

例 No.	例示化合物 No.	初期		耐久		
		印加電圧 (V)	輝度 (cd/m ²)	電流密度 (mA/cm ²)	初期輝度 (cd/m ²)	100 時間後輝度 (cd/m ²)
実施例 56	25	10	1500	8.0	1300	1100
実施例 57	26	10	1700	8.0	1600	1400
実施例 58	27	10	1800	8.0	1600	1400
実施例 59	28	10	1400	8.0	1300	1000
実施例 60	30	10	1600	8.0	1500	1300
比較例 13	比較 1	10	70	8.0	60	発光せず
比較例 14	比較 2	10	100	8.0	100	発光せず
比較例 15	比較 3	10	160	8.0	140	30

10

20

【0156】

【発明の効果】

以上説明のように、一般式 [I] ~ [I I I] で示されるジアザフルオレン化合物を用いた有機発光素子は、低い印加電圧で高輝度な発光が得られ、耐久性にも優れている。特に本発明のジアザフルオレン化合物を含有する有機層は、電子輸送層として優れ、かつ発光層としても優れている。

30

【0157】

さらに、素子の作成も真空蒸着あるいはキャスト法等を用いて作成可能であり、比較的安価で大面積の素子を容易に作成できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明における有機発光素子の一例を示す断面図である。

【図 2】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

【図 3】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

【図 4】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

【図 5】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

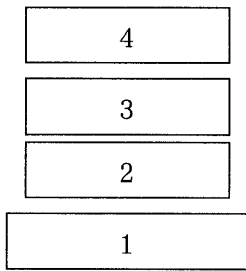
【図 6】本発明における有機発光素子の他の例を示す断面図である。

40

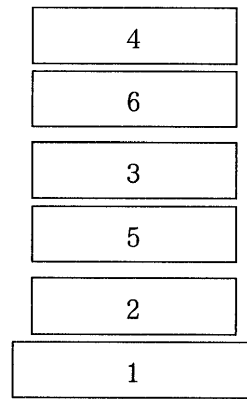
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 ホール輸送層
- 6 電子輸送層
- 7 ホール注入層
- 8 ホール / エキシトンブロッキング層

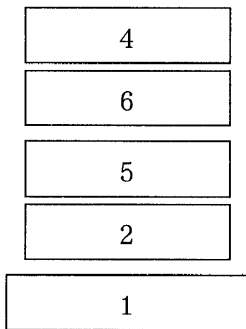
【 図 1 】



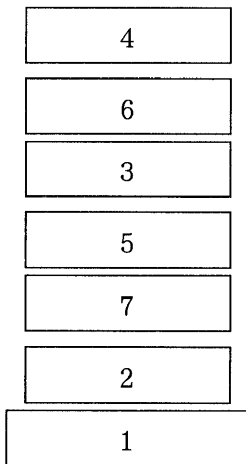
【 図 3 】



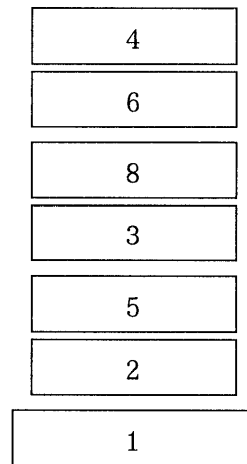
【 図 2 】



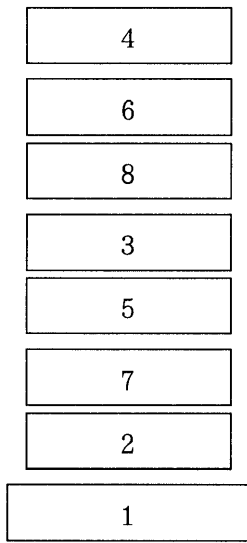
【 図 4 】



【 図 5 】



【 図 6 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	F I		テーマコード(参考)
	C 0 9 K	11/06	6 9 0
	H 0 5 B	33/14	B
	H 0 5 B	33/22	B

(72)発明者 川合 達人
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

(72)発明者 長谷川 利則
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

(72)発明者 沖中 啓二
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

(72)発明者 妹尾 章弘
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB11 AB18 DB03 FA01
 4C065 AA04 BB09 CC05 DD02 DD04 EE02 EE04 HH02 JJ01 KK02
 LL01 PP03 PP04 PP06 PP12

【要約の続き】

【選択図】 なし

专利名称(译)	二氮杂茚化合物和使用其的有机发光器件		
公开(公告)号	JP2004091444A	公开(公告)日	2004-03-25
申请号	JP2002258591	申请日	2002-09-04
[标]申请(专利权)人(译)	佳能株式会社		
申请(专利权)人(译)	佳能公司		
[标]发明人	鈴木幸一 笠原麻紀 川合達人 長谷川利則 沖中啓二 妹尾章弘		
发明人	鈴木 幸一 笠原 麻紀 川合 達人 長谷川 利則 沖中 啓二 妹尾 章弘		
IPC分类号	H01L51/50 C07D471/04 C07D471/22 C09K11/06 H05B33/14 H05B33/22		
FI分类号	C07D471/04.112.Z C07D471/22 C09K11/06.640 C09K11/06.645 C09K11/06.650 C09K11/06.690 H05B33/14.B H05B33/22.B		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB03 3K007/AB11 3K007/AB18 3K007/DB03 3K007/FA01 4C065/AA04 4C065/BB09 4C065/CC05 4C065/DD02 4C065/DD04 4C065/EE02 4C065/EE04 4C065/HH02 4C065/JJ01 4C065/KK02 4C065/LL01 4C065/PP03 4C065/PP04 4C065/PP06 4C065/PP12 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC02 3K107/CC04 3K107/CC21 3K107/DD59 3K107/DD74 3K107/DD78		
代理人(译)	渡边圭佑 山口 芳広		
其他公开文献	JP4336483B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：提供一种新颖的二氮杂茚化合物，并提供一种通过使用该化合物具有极高的效率，高亮度的光输出以及极度耐用的有机发光器件。由下列通式(I)表示的二氮杂茚化合物：[化学1]（式中，R1和R2为氢原子，取代或未取代的烷基，取代或未取代的芳基，取代或未取代的杂环基，或取代或未取代的稠合多环基。R3和R4分别为环状芳香族基团，取代或未取代的稠合多环杂环基，取代的氨基，氰基或卤素原子。氢原子，取代或未取代的烷基，取代或未取代的芳基或取代或未取代的杂环基，键合至不同茚基的R3为R4，它们可以相同或不同，并且键合至相同茚基的R3和R4可以相同或不同，并且n表示1至10的整数。）[选择图]无

