

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

WO2008/105471

発行日 平成22年6月3日(2010.6.3)

(43) 国際公開日 平成20年9月4日(2008.9.4)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
CO9K 11/06 (2006.01)	CO9K 11/06 690	3K107
HO1L 51/50 (2006.01)	CO9K 11/06 625	
HO5B 33/10 (2006.01)	CO9K 11/06 620	
	CO9K 11/06 610	
	HO5B 33/14 B	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 44 頁) 最終頁に続く		

出願番号	特願2009-501282 (P2009-501282)	(71) 出願人	000183646 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
(21) 国際出願番号	PCT/JP2008/053435	(74) 代理人	110000637 特許業務法人樹之下知的財産事務所
(22) 国際出願日	平成20年2月27日(2008.2.27)	(72) 発明者	井上 哲也 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地
(31) 優先権主張番号	特願2007-50858 (P2007-50858)	(72) 発明者	福田 雅彦 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地
(32) 優先日	平成19年2月28日(2007.2.28)	(72) 発明者	竹嶋 基浩 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地
(33) 優先権主張国	日本国(JP)	(72) 発明者	細川 地潮 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 有機EL材料含有溶液、有機EL薄膜形成方法および有機EL素子

(57) 【要約】

有機EL材料と溶媒とを含有する有機EL材料含有溶液であって、有機EL材料は、少なくともホストとドーパントとを含み、ホストは、アントラセン誘導体であり、溶媒は、ホストを0.5重量%以上溶解させ、かつ、粘度が5cP以上である。また、溶媒は、炭素数1~10のアルキル基を置換基に有するアルキル置換ピフェニルを含む。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

有機 E L 材料と溶媒とを含有する有機 E L 材料含有溶液であって、
前記有機 E L 材料は、少なくともホストとドーパントとを含み、
前記ホストは、アントラセン誘導体であり、
前記溶媒は、前記ホストを 0.5 重量%以上溶解させ、かつ、粘度が 5 c P 以上であることを特徴とした有機 E L 材料含有溶液。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の有機 E L 材料含有溶液において、
前記溶媒は、ピフェニル誘導体を含む
ことを特徴とした有機 E L 材料含有溶液。

10

【請求項 3】

請求項 2 に記載の有機 E L 材料含有溶液において、
前記溶媒は、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基を置換基に有するアルキル置換ピフェニルを含む
ことを特徴とした有機 E L 材料含有溶液。

【請求項 4】

請求項 3 に記載の有機 E L 材料含有溶液において、
前記アルキル置換ピフェニルの前記アルキル基の炭素数は、1 ~ 5 であることを特徴とした有機 E L 材料含有溶液。

20

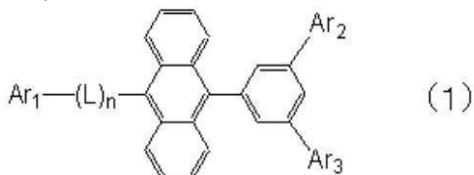
【請求項 5】

請求項 1 から請求項 4 のいずれかに記載の有機 E L 材料含有溶液において、
前記ホストは、分子量が 4000 以下であることを特徴とした有機 E L 材料含有溶液。

【請求項 6】

請求項 1 から請求項 5 のいずれかに記載の有機 E L 材料含有溶液において、
前記アントラセン誘導体は、下記式 (1) で表される
ことを特徴とした有機 E L 材料含有溶液。

【化 1】



(前記式 (1) 中、Ar₁ ~ Ar₃ は、置換または無置換の核原子数 5 ~ 50 のアリー
ル基またはヘテロアリール基、炭素数 10 ~ 30 の縮合芳香族基を示す。

L は単結合、または、2 価の連結基としての置換または無置換の核原子数 5 ~ 50 のア
リーレン基またはヘテロアリーレン基を示す。

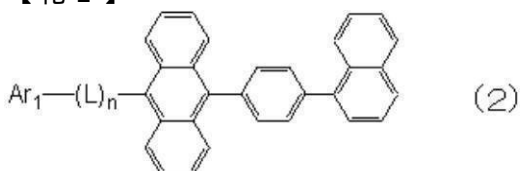
n は 1 ~ 4 までの整数を示す。)

40

【請求項 7】

請求項 1 から請求項 5 のいずれかに記載の有機 E L 材料含有溶液において、
前記アントラセン誘導体は、下記式 (2) で表される
ことを特徴とした有機 E L 材料含有溶液。

【化 2】



(前記式(2)中、Ar₁は、置換または無置換の核原子数5～50のアリール基またはヘテロアリール基を示し、

Lは、2価の連結基であり、置換または無置換の核原子数5～50のアリーレン基またはヘテロアリーレン基、炭素数10～30の縮合芳香族基を示す。

nは0～4までの整数を示す。)

10

【請求項 8】

請求項6または請求項7に記載の有機EL材料含有溶液において、前記式(1)または前記式(2)中のnは、0～2の整数であることを特徴とした有機EL材料含有溶液。

【請求項 9】

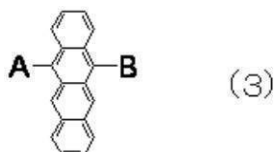
請求項1に記載の有機EL材料含有溶液において、

前記アントラセン誘導体に代えて、下記式(3)で表されるナフタセン誘導体を前記ホストとする

ことを特徴とした有機EL材料含有溶液。

20

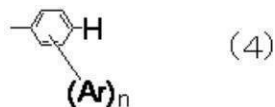
【化 3】



(前記式(3)中、A、Bは炭素数6～20の置換または無置換の芳香族基、炭素数10～20の置換または無置換の縮合芳香族基であり、A、Bは同一でも異なっていても良い。ただし、A、Bの少なくともいずれか一つは下記式(4)で表される構造を有する。

30

【化 4】



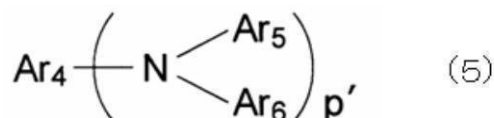
前記式(4)中、Arは、炭素数6～20の置換または無置換の芳香族、炭素数10～20の置換または無置換の縮合芳香族基である。nは、0～4の整数である。)

40

【請求項 10】

請求項1から請求項8のいずれかに記載の有機EL材料含有溶液において、前記ドーパントは、下記式(5)で表されるスチリルアミン誘導体であることを特徴とした有機EL材料含有溶液。

【化 5】



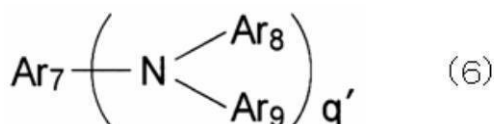
(前記式(5)中、Ar₄からAr₆のうち少なくとも一つは置換または無置換のスチリル基を含む。p'は、1~4の整数である。)

【請求項11】

請求項10に記載の有機EL材料含有溶液において、
前記式(5)に示されるスチリルアミン誘導体に代えて、下記式(6)に示されるアリールアミンの置換誘導体を前記ドーパントとする
ことを特徴とした有機EL材料含有溶液。

【化6】

10



(前記式(6)中、Ar⁷~Ar⁹は、置換または無置換の核炭素数5~40のアリール基である。

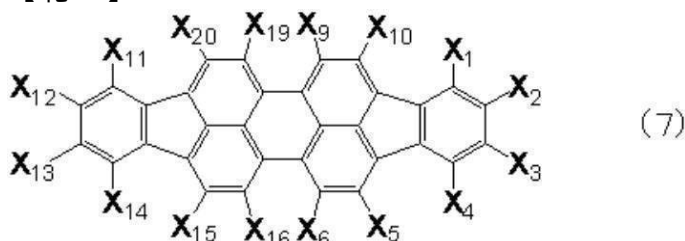
q'は、1~4の整数である。)

【請求項12】

20

請求項9に記載の有機EL材料含有溶液において、
前記ドーパントは、下記式(7)で表されるインデノペリレン誘導体である
ことを特徴とした有機EL材料含有溶液。

【化7】



(前記式(7)中、X₁~X₆、X₉、X₁₀、X₁₁~X₁₆、X₁₉、X₂₀はそれぞれ独立に水素、ハロゲン、アルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アルケニル基、アルケニルオキシ基、アルケニルチオ基、芳香環含有アルキル基、芳香環含有アルキルオキシ基、芳香環含有アルキルチオ基、芳香環基、芳香族複素環基、芳香環オキシ基、芳香環チオ基、芳香環アルケニル基、アルケニル芳香環基、アミノ基、カルバゾリル基、シアノ基、水酸基、-COOR^{1'}(R^{1'}は水素、アルキル基、アルケニル基、芳香環含有アルキル基または芳香環基である。)、-COR^{2'}(R^{2'}は水素、アルキル基、アルケニル基、芳香環含有アルキル基、芳香環基またはアミノ基である。)、または-OCOR^{3'}(R^{3'}はアルキル基、アルケニル基、芳香環含有アルキル基または芳香環基である。)である。X₁~X₆、X₉、X₁₀、X₁₁~X₁₆、X₁₉、X₂₀の隣接する基は、互いに結合して、または置換している炭素原子と共に環を形成していてもよい。X₁~X₆、X₉、X₁₀、X₁₁~X₁₆、X₁₉、X₂₀の少なくとも一つは水素ではない。)

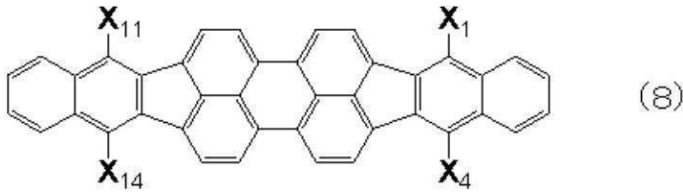
40

【請求項13】

請求項12に記載の有機EL材料含有溶液において、
前記インデノペリレン誘導体は、下記式(8)で表される
ことを特徴とした有機EL材料含有溶液。

50

【化 8】



(前記式(8)中、 X_1 、 X_4 、 X_{11} 、 X_{14} は芳香環基である。)

【請求項 14】

請求項 1 から請求項 13 のいずれかに記載の有機 EL 材料含有溶液において、
粘度調整液を含有する
ことを特徴とした有機 EL 材料含有溶液。

10

【請求項 15】

請求項 1 から請求項 14 のいずれかに記載の有機 EL 材料含有溶液を用いて前記有機 EL 材料を成膜する
ことを特徴とする有機 EL 薄膜形成方法。

【請求項 16】

請求項 15 に記載の有機 EL 薄膜形成方法において、
前記有機 EL 材料含有溶液をインクジェット法により吐出する吐出工程と、
吐出された前記有機 EL 材料含有溶液から前記溶媒を揮発させて前記有機 EL 材料を膜
化させる膜化工程と、
を備える
ことを特徴とする有機 EL 薄膜形成方法。

20

【請求項 17】

請求項 15 または請求項 16 に記載の有機 EL 薄膜形成方法により形成された有機 EL 薄膜を含む
ことを特徴とする有機 EL 素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は、有機 EL 材料含有溶液、有機 EL 薄膜形成方法および有機 EL 素子に関し、
有機 EL 素子を構成する有機薄膜を塗布法で形成する際に用いられる有機 EL 材料含有溶液、
この溶液を用いて薄膜を形成する方法、この方法により形成された有機 EL 薄膜を含む
有機 EL 素子に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、下記のような有機 EL 素子が知られている。

有機 EL 素子は、電界を印加することにより、陽極より注入された正孔と陰極より注入
された電子の再結合エネルギーにより蛍光物質が発光する原理を利用した自発光素子である。

40

【0003】

このような有機 EL 素子を構成する材料として、低分子有機 EL 材料が知られている。

低分子有機 EL 材料としては、トリス(8-キノリノール)アルミニウム錯体等のキレート錯体、
クマリン錯体、テトラフェニルプタジエン誘導体、ビススチリルアレーン誘導体、
オキサジアゾール誘導体等の発光材料が知られており、それらは青色から赤色までの
可視領域の発光が得られることが報告されており、カラー表示素子の実現が期待されて
いる。

【0004】

低分子有機 EL 材料を薄膜に成膜するにあたっては、真空蒸着法が採用され、良好な熱

50

的安定性を持って昇華させて基板上に蒸着させることにより、高性能の有機EL素子が得られている（例えば、特許文献1等）。

しかしながら、蒸着法にあつては、高真空の設備や複雑な製造工程が必要であり、赤緑青の各色の区分が困難であるという問題があつた。また、蒸着法は、材料利用効率が低いという問題があつた。

【0005】

これに対し、有機EL材料の他の成膜法として塗布法が知られている。

塗布法は、一般に高分子有機EL材料の成膜に用いられており、溶媒に溶解された有機EL材料を使用して有機EL材料の薄膜を形成することが行われている（例えば、特許文献2等）。この塗布法によれば、有機EL材料の薄膜を簡易かつ低コストに成膜することができ、色の区分も容易になるという利点がある。

しかしながら、高分子有機EL材料は、合成経路が複雑で、高純度精製も困難である。そのため、発光効率、寿命、色純度等に優れた高分子有機EL材料は、未だ知られていない。特に、青色発光の高分子有機EL材料は、青色発光の低分子有機EL材料と比較して性能が低い。

【0006】

そこで、低分子有機EL材料を塗布法で成膜するという考え方がある。

しかし、低分子有機EL材料を溶解させた塗布用組成物には、溶解度や粘度等の問題点があつた。

【0007】

塗布法にて有機EL材料の薄膜を成膜するにあつては、有機EL材料を溶液に溶解させる必要がある。

高分子有機EL材料の場合、トルエン、キシレン、テトラリン等の溶媒に溶解させた塗布用組成物が一般に知られている（例えば、特許文献3、4、5等）。

しかし、低分子有機EL材料を塗布法で成膜するにあたり、任意の低分子有機EL材料を上記の溶媒に溶解させようとすると、低分子有機EL材料は難溶性であるという問題がある。

【0008】

所定量以上（例えば0.5重量%以上）の溶解度がないと、塗布法を適用できないところ、低分子有機EL材料の溶解度は、一般に、0.1重量%～0.2重量%であり、このような低い溶解度であるため、低分子有機EL材料を塗布法で成膜することができなかった。

最近では、低分子系材料でも塗布法による成膜ができることをみだしているが（例えば、特許文献6等）、この場合においても、低分子系材料の溶解度は不十分である。また、特許文献6に記載の塗布用組成物を用いて有機EL素子を実際に製造した場合、得られる有機EL素子の性能（発光効率、寿命、色純度等）が不十分である。

【0009】

また、低分子有機EL材料を溶媒に溶解させた塗布用組成物は、一般に溶液粘度が低いため、塗布法による成膜への適性が低いという問題がある。

例えば、インクプリント法やノズルジェット法等の塗布法で有機EL材料を成膜する場合、インクジェット法で1.5cP以上、ノズルプリント法で1cP以上の粘度が必要である。

この点、高分子有機EL材料であれば、溶媒にEL材料を溶解させると粘度を大きくすることができる。

【0010】

これに対し、低分子有機EL材料は、溶媒に溶解させてもそれだけでは粘度を高くすることができない。例えば、低分子有機EL材料をトルエンやキシレンなどの溶媒に溶かしても、その溶液粘度は1cP未満である。したがって、何らかの手段により塗布用組成物の粘度を高くする必要がある。

塗布用組成物の増粘手段としては、例えば、アルコール系溶液等の粘度調整液が知られ

10

20

30

40

50

ている。しかし、アルコール系溶液は低分子有機EL材料に対しては貧溶媒であるため、粘度を高くするためにアルコール系溶液を添加すると、低分子有機EL材料の溶解度が低下する。

また、低分子有機EL材料に炭素数の大きいアルキル基を導入することにより塗布用組成物の粘度を高くすることも可能である。しかし、この場合においても、低分子有機EL材料の溶解度が低下するという問題がある。

【0011】

【特許文献1】WO2004/018587号公報

【特許文献2】特開2003-229256号公報

【特許文献3】WO2005/059267号公報

【特許文献4】特開2002-313561号公報

【特許文献5】特開2004-119351号公報

【特許文献6】特開2006-190759号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

上記のような問題のため、発光効率、寿命、色純度等の点で非常に優れた低分子有機EL材料を、簡易かつ低コストに薄膜形成が可能な塗布法によって成膜することができず、有機EL材料の本格的実用化にとって大きな障害となっている。

【0013】

本発明の目的は、上記問題を解消し、性能の高い有機EL材料を塗布法で成膜するための有機EL材料含有溶液を提供することにある。あわせて、本発明は、この有機EL材料含有溶液を用いた有機EL薄膜形成方法およびこの有機EL薄膜形成方法により形成された有機EL薄膜を含む有機EL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】

【0014】

本発明の有機EL材料含有溶液は、有機EL材料と溶媒とを含有する有機EL材料含有溶液であって、前記有機EL材料は、少なくともホストとドーパントとを含み、前記ホストは、アントラセン誘導体であり、前記溶媒は、前記ホストを0.5重量%以上溶解させ、かつ、粘度が5cP以上であることを特徴とする。

【0015】

このような有機EL材料含有溶液によれば、簡易かつ低コストに薄膜形成が可能な塗布法により有機EL薄膜を成膜することができる。

【0016】

ここで、ホスト材料とドーパント材料について説明する。

有機EL素子は、例えば、正孔注入層/正孔輸送層/発光層/電子輸送層/電子注入層、等の各機能を有する層の積層によって構成される。そして、発光層はホスト材料とドーパント材料とで構成され、ホスト材料からドーパント材料にエネルギー移動等が生じ、ドーパント材料が発光機能を担う。

ホスト材料に対してドーパント材料が添加(ドープ)されており、その比(ドーパント材料/ホスト材料)は0.01~20重量%とすることが一例として挙げられる。ホスト材料は、例えば30nm~100nmの発光層の大部分(例えば80%以上)を構成することになるので、塗布法にて発光層を成膜するには、有機EL材料含有溶液に所定量のホスト材料が溶解していなければならない。

この点、本発明においては発光層の膜の大部分を構成するホストについては溶解度を0.5重量%以上とするので、十分な膜厚の発光層を塗布法により成膜できる。

【0017】

また、塗布法に用いる有機EL材料含有溶液としては、所定量以上に有機EL材料を含有することに加えて、所定以上の粘度を有することが必要である。

例えば、スピンコート、インクジェット、ノズルプリンティング等の塗布法で有機EL

10

20

30

40

50

薄膜を成膜する場合、溶液の粘度としては数 c P 以上が必要である。

この点、本発明では、溶媒の粘度が、5 c P 以上であるため、塗布法により有機 E L 薄膜を成膜することができる。そして、溶液の粘度が、5 c P 以上である場合、比較的高い粘度を要するインクジェットに好適である。

なお、溶液の粘度は、6 c P 以上であることがより好ましく、7 c P 以上であることがさらに好ましい。

【0018】

本溶液を用いて厚さ数 10 nm の薄膜を成膜する必要性から、粘度の上限値は自ずと決まるものであるが、例えば、100 c P 程度を粘度の上限とすることが例として挙げられる。

【0019】

さらに、ホストとして用いるアントラセン誘導体は、有機 E L 材料としての性能が高い。よって、本発明の有機 E L 材料含有溶液を用い塗布法によって成膜した有機 E L 薄膜は、発光効率、寿命、色純度等の点で優れた性能を有する。

【0020】

本発明において、前記溶媒は、ピフェニル誘導体を含むことが好ましい。

ピフェニル誘導体を溶媒とすることにより、十分な量の低分子有機 E L 材料を含有し、塗布法に適した高い粘度を有する有機 E L 材料含有溶液を調製することができる。

【0021】

本発明者らは、種々の検討の結果、ピフェニル誘導体は、他の溶媒に比して、粘度が高く、かつ、高濃度に低分子有機 E L 材料を溶解させることを見出した。

そして、ピフェニル誘導体を用いることで、十分な量の低分子有機 E L 材料を含有し、塗布法に適した高い粘度を有する有機 E L 材料含有溶液を調製できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0022】

ここで、特許文献 2 には、高粘度の溶媒であるイソプロピルピフェニルを用いて有機 E L 装置用インク組成物を調製できることが開示されている。

しかし、特許文献 2 に記載のインク組成物は、主に高分子有機 E L 材料を溶媒に溶解させたものである。

ペリレン系やクマリン系等の低分子有機 E L 材料を適用することについての記載も見られるが、これらは少量のドーパントとして用いられているに過ぎず、低分子有機 E L 材料からなるホストを、溶媒に高濃度に溶解させることについての知見は開示されていない。

【0023】

また、高分子有機 E L 材料を用いた場合、高分子材料を溶媒に溶解させれば溶液の粘度が高くなるので溶液の粘度を問題にすることはない。その一方、低分子有機 E L 材料では、材料を溶かしても溶液の粘度が高くないという問題がある。

この点、本発明では、粘度が高いピフェニル誘導体を選択することにより、低分子有機 E L 材料であっても塗布成膜プロセスに好適な有機 E L 材料含有溶液とすることができる。

【0024】

なお、有機 E L 材料含有溶液の増粘手段としては、例えば、アルコール系溶液が知られているが、低分子有機 E L 材料に対して貧溶媒であるアルコール系溶液を添加すると低分子有機 E L 材料の溶解度が低下するので多量に加えるわけにはいかない。

また、低分子有機 E L 材料に炭素数の大きいアルキル基を導入することにより有機 E L 材料含有溶液の粘度を高くすることも可能であるが、この場合も、低分子有機 E L 材料の溶解度が低下する。

これに対し、本発明では、溶媒としてピフェニル誘導体を選択することにより、粘度と溶解性の両方の課題を解決することができる。

【0025】

本発明では、前記溶媒は、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基を置換基に有するアルキル置換

10

20

30

40

50

ビフェニルを含むことが好ましい。

このような構成によれば、溶媒に対する低分子有機EL材料の溶解度を高めるとともに、溶媒の粘度を高めることができる。

アルキル置換ビフェニルとしては、例えば、メチルビフェニル、エチルビフェニル、ジエチルビフェニル、イソプロピルビフェニル、ジイソプロピルビフェニル、nプロピルビフェニル、nペンチルビフェニル、メトキシビフェニル等が挙げられる。

なお、アルキル置換ビフェニルのアルキル基の炭素数は、1～5であることがより好ましい。この場合、適切な粘度と溶解性を両立させることができる。

例えば、エチルビフェニル、イソプロピルビフェニル等が、本発明の有機EL材料含有溶液の溶媒として好適に使用できる。

10

【0026】

なお、溶媒組成は、100%がビフェニル誘導体であってもよく、粘度調整液等を混合した混合溶液としてもよい。

混合溶液とする場合、20%以上をビフェニル誘導体としてもよく、50%以上をビフェニル誘導体としてもよく、75%以上をビフェニル誘導体としてもよい。ビフェニル誘導体の粘度および溶解性の利点を活かす観点から、ビフェニル誘導体の割合が高い方が好ましい。

【0027】

本発明では、前記ホストは、分子量が4000以下であることが好ましい。

このような低分子有機EL材料は、発光層の材料として性能が高いからである。

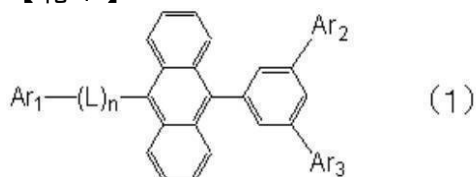
20

【0028】

本発明において、前記アントラセン誘導体は、下記式(1)で表されることが好ましい。

【0029】

【化1】



【0030】

前記式(1)中、Ar₁～Ar₃は、置換または無置換の核原子数5～50のアリール基またはヘテロアリール基、炭素数10～30の縮合芳香族基を示す。

Lは単結合、または、2価の連結基としての置換または無置換の核原子数5～50のアリーレン基またはヘテロアリーレン基を示す。

nは0～4までの整数を示す。

【0031】

前記式(1)に示すように、アントラセン中心骨格に結合したフェニル基に対して置換基をメタ位につけることにより溶媒に対する溶解度を高くすることができる。また、このような材料は有機EL材料としての性能も高い。よって、塗布法による成膜に適した有機EL材料含有溶液とすることができる。

40

本発明ではアントラセン中心骨格の9位、10位に置換基をつけることとしているが、従来は、可溶化させるために、1～4位および5～8位に置換基をつけていた。そのため、有機EL材料としての性能が低く、発光性能、寿命の点で不十分であった。

この点、本発明の化合物によれば、溶媒に対する溶解度が高く、さらに、有機EL材料としての性能も高い。

また、このようにホスト材料の溶解度を十分に高くできるので、塗布法に必要とされる粘度の調整を行うための粘度調整用の溶液を加えることができる。このような粘度調整液

は貧溶媒であることが多いが、このような貧溶媒であってもホストの溶解度が十分に高いので、必要な溶解量を確保したうえで粘度調整用の溶液を加えることができる。

したがって、塗布法に適した有機EL材料含有溶液とすることができる。

【0032】

前記式(1)において、 $Ar_1 \sim Ar_3$ は、置換または無置換の核原子数5~50のアリール基であることが好ましく、置換または無置換のフェニル基またはナフチル基であることがより好ましい。

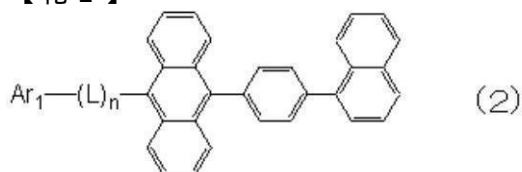
$Ar_1 \sim Ar_3$ をフェニル基やナフチル基とすれば、ホスト材料としての性能、寿命ともに向上させることができる。

【0033】

本発明において、前記アントラセン誘導体は、下記式(2)で表されることが好ましい。

【0034】

【化2】



【0035】

前記式(2)中、 Ar_1 は、置換または無置換の核原子数5~50のアリール基またはヘテロアリール基を示し、 L は、2価の連結基であり、置換または無置換の核原子数5~50のアリーレン基またはヘテロアリーレン基、炭素数10~30の縮合芳香族基を示す。 n は0~4までの整数を示す。

【0036】

前記式(2)に示すように、アントラセン中心骨格にフェニル基を挟んでパラ位でナフチル基を繋いだ場合にも、溶媒に対する溶解度を高くすることができる。

このような化合物は、前記式(1)の化合物と同様に、有機EL材料としての性能が高いので、塗布法による成膜に適した有機EL材料含有溶液とすることができる。

なお、前記式(2)において、 Ar_1 は、置換または無置換の核原子数5~50のアリール基であることが好ましく、置換または無置換のフェニル基またはナフチル基であることがより好ましい。

Ar_1 をフェニル基やナフチル基とすれば、ホスト材料としての性能、寿命ともに向上させることができる。

【0037】

本発明では、前記式(1)、式(2)中の n は、0~2の整数であることが好ましい。

n が大きすぎる場合、有機EL材料としての性能が十分に発現されないところ、 n を1または2とすることにより、発光性能および寿命の点で優れた材料とできる。そして、このような材料は溶解性も高いので、塗布法による成膜に好適な有機EL材料含有溶液とすることができる。

【0038】

本発明では、前記アントラセン誘導体に代えて、下記式(3)で表されるナフタセン誘導体を前記ホストとすることが好ましい。

【0039】

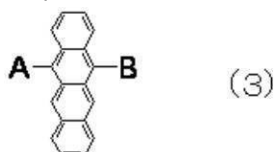
10

20

30

40

【化3】

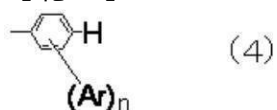


前記式(3)中、A、Bは炭素数6~20の置換または無置換の芳香族基、炭素数10~20の置換または無置換の縮合芳香族基であり、A、Bは同一でも異なっていても良い。

10

【0040】

【化4】



【0041】

前記式(4)中、Arは、炭素数6~20の置換または無置換の芳香族、炭素数10~20の置換または無置換の縮合芳香族基である。nは0~4の整数である。

20

【0042】

このような構造によれば、ホストの溶媒に対する溶解度を所定以上にすることができる。

例えば、ナフタセン骨格に置換基として芳香族基がパラ位で接続すると溶解度が低くなり、例えば、下記化合物では、0.1重量%以下と、極めて溶解度が小さい。

【0043】

【化5】



【0044】

この点、本発明では、ナフタセン骨格に置換基として一般式(4)の構造をとることにより、溶媒に対する溶解度を所定値以上にすることができる。これにより、有機EL材料として性能も高く、かつ、溶解度も高い化合物を選択することができ、これによって塗布法に好適な有機EL材料含有溶液とすることができる。

【0045】

なお、nが0のとき上記式(4)は無置換のフェニル基である。上記式(3)で表される化合物中にパラ位での置換基が2つ存在しないことが重要であるところ、nは0であってもよい。前記式(4)中、nは、0~2の整数であることが好ましい。

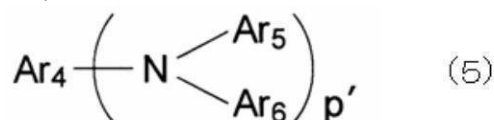
40

【0046】

本発明において、前記ドーパントは、下記式(5)で表されるスチリルアミン誘導体であることが好ましい。

【0047】

【化6】



前記式(5)中、 $\text{Ar}_4 \sim \text{Ar}_6$ のうち少なくとも一つは置換または無置換のスチリル基を含む。

好ましくは、 Ar_4 は、フェニル、ビフェニル、テルフェニル、スチルベン、ジスチリルアリールから選ばれる基であり、 Ar_5 および Ar_6 は、それぞれ水素原子または炭素数が6~20の芳香族基であり、 p' は、1~4の整数である。

10

【0048】

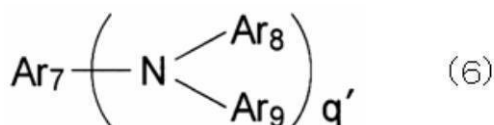
ここで、炭素数が6~20の芳香族基としては、フェニル基、ナフチル基、アントラセニル基、フェナントリル基、テルフェニル基等が好ましい。

【0049】

本発明では、前記式(5)に示されるスチリルアミン誘導体に代えて、下記式(6)に示されるアリールアミンの置換誘導体を前記ドーパントとすることが好ましい。

【0050】

【化7】



20

前記式(6)中、 $\text{Ar}_7 \sim \text{Ar}_9$ は、置換または無置換の核炭素数5~40のアリール基である。 q' は、1~4の整数である。

【0051】

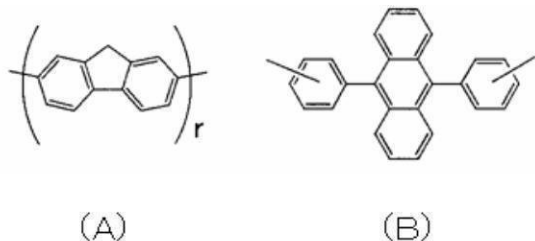
ここで、核原子数が5~40のアリール基としては、フェニル、ナフチル、アントラセニル、フェナントリル、ピレニル、クリセニル、コロニル、ビフェニル、テルフェニル、ピローリル、フラニル、チオフェニル、ベンゾチオフェニル、オキサジアゾリル、ジフェニルアントラセニル、インドリル、カルバゾリル、ピリジル、ベンゾキノリル、フルオレニル、フルオランテニル、アセナフトフルオランテニル、スチルベン、または、下記一般式(A)、(B)で示される基等が好ましい。

30

下記一般式(A)において r は1~3の整数である。

【0052】

【化8】



【0053】

なお、核原子数が5~40のアリール基は、さらに置換基により置換されていてもよく、好ましい置換基としては、炭素数2~6のアルキル基(エチル基、メチル基、イソプロ

50

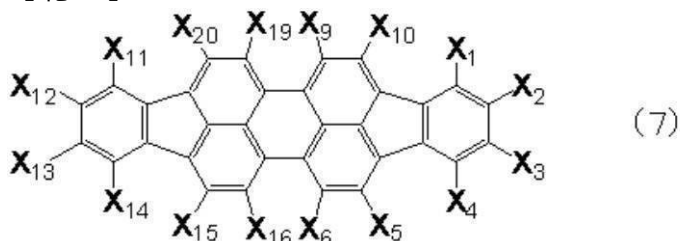
ピル基、*n*-プロピル基、*s*-ブチル基、*t*-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等)が挙げられる。

【0054】

本発明では、前記ドーパントは、下記式(7)で表されるインデノペリレン誘導体であることが好ましい。

【0055】

【化9】



【0056】

前記式(7)中、 $X_1 \sim X_6$ 、 X_9 、 X_{10} 、 $X_{11} \sim X_{16}$ 、 X_{19} 、 X_{20} はそれぞれ独立に水素、ハロゲン、アルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アルケニル基、アルケニルオキシ基、アルケニルチオ基、芳香環含有アルキル基、芳香環含有アルキルオキシ基、芳香環含有アルキルチオ基、芳香環基、芳香族複素環基、芳香環オキシ基、芳香環チオ基、芳香環アルケニル基、アルケニル芳香環基、アミノ基、カルバゾリル基、シアノ基、水酸基、 $-COOR^{1'}$ ($R^{1'}$ は水素、アルキル基、アルケニル基、芳香環含有アルキル基または芳香環基である。)、 $-COR^{2'}$ ($R^{2'}$ は水素、アルキル基、アルケニル基、芳香環含有アルキル基、芳香環基またはアミノ基である。)、または $-OCOR^{3'}$ ($R^{3'}$ はアルキル基、アルケニル基、芳香環含有アルキル基または芳香環基である。)である。 $X_1 \sim X_6$ 、 X_9 、 X_{10} 、 $X_{11} \sim X_{16}$ 、 X_{19} 、 X_{20} の隣接する基は、互いに結合して、または置換している炭素原子と共に環を形成していてもよい。 $X_1 \sim X_6$ 、 X_9 、 X_{10} 、 $X_{11} \sim X_{16}$ 、 X_{19} 、 X_{20} の少なくとも1つは水素ではない。

20

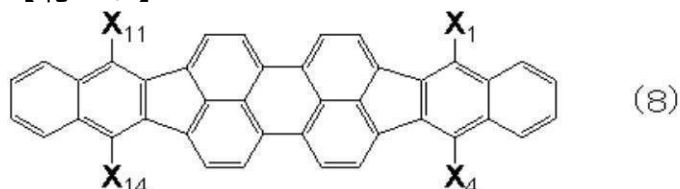
【0057】

本発明では、前記インデノペリレン誘導体は、下記式(8)で表されることが好ましい。

30

【0058】

【化10】



【0059】

前記式(8)中、 X_1 、 X_4 、 X_{11} 、 X_{14} は芳香環基である。

芳香環基としては、フェニル基、オルトビフェニル基、メタビフェニル基、ナフチル基が好ましく、さらに好ましくはフェニル基、オルトビフェニル基である。

【0060】

本発明では、有機EL材料含有溶液は、粘度調整液を含有することが好ましい。

このような構成によれば、有機EL材料含有溶液の粘度を調整することができ、より確実に塗布法による成膜に適した粘度の溶液とすることができる。

なお、粘度の調整には、粘度を高めることのみならず、粘度を低くすることも含まれる。

【 0 0 6 1 】

本発明の有機 E L 薄膜形成方法は、上述の有機 E L 材料含有溶液を用いて前記有機 E L 材料を成膜することを特徴とする。

また、本発明の有機 E L 薄膜形成方法は、前記有機 E L 材料含有溶液をインクジェット法により吐出する吐出工程と、吐出された前記有機 E L 材料含有溶液から前記溶媒を揮発させて前記有機 E L 材料を膜化させる膜化工程と、を備えることが好ましい。

このような構成によれば、発光効率、寿命、色純度等の点で非常に優れた低分子有機 E L 材料を、簡易かつ低コストに薄膜形成が可能な塗布法によって成膜することができる。

10

【 0 0 6 2 】

なお、塗布プロセスによる有機 E L 薄膜形成方法としては、上記のインクジェットを用いたものに限らず、例えば、スピコート法、キャスト法、マイクログラビアコート法、グラビアコート法、バーコート法、ロールコート法、ワイアーバーコート法、ディップコート法、スプレーコート法、スクリーン印刷法、フレキソ印刷法、オフセット印刷法、等の塗布法を用いることができる。パターン形成や多色の塗分けが容易であるという点で、スクリーン印刷法、フレキソ印刷法、オフセット印刷法、インクジェットプリント法等の印刷法が好ましい。

【 0 0 6 3 】

本発明の有機 E L 素子は、上述の有機 E L 薄膜形成方法により形成された有機 E L 薄膜を含むことを特徴とする。

20

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 6 4 】

以下、本発明の実施形態を説明する。

【 0 0 6 5 】

本発明の有機 E L 材料含有溶液は、有機 E L 材料が溶媒に溶解されたものである。

有機 E L 材料含有溶液は、ホストとドーパントとを含む。

ホストは、分子量 4 0 0 0 以下であることが好ましく、アントラセン誘導体であることが好ましい。

【 0 0 6 6 】

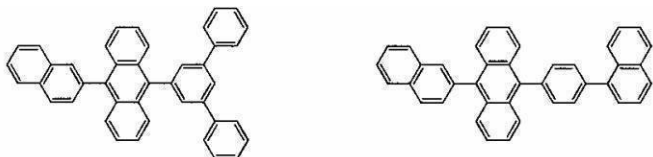
アントラセン誘導体として、前記式 (1) または式 (2) で表される化合物が挙げられる。

30

このようなアントラセン誘導体としては、例えば、下記のもの挙げられる。

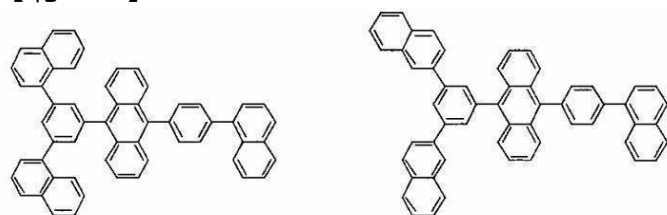
【 0 0 6 7 】

【 化 1 1 】



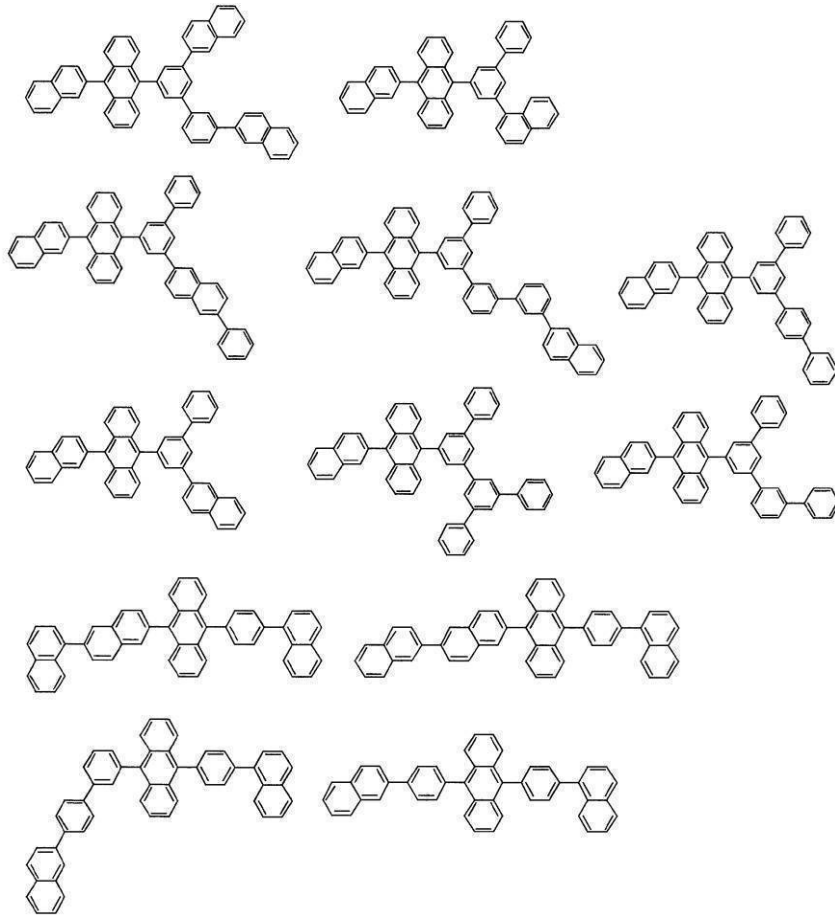
【 0 0 6 8 】

【 化 1 2 】



【 0 0 6 9 】

【 化 1 3 】



【 0 0 7 0 】

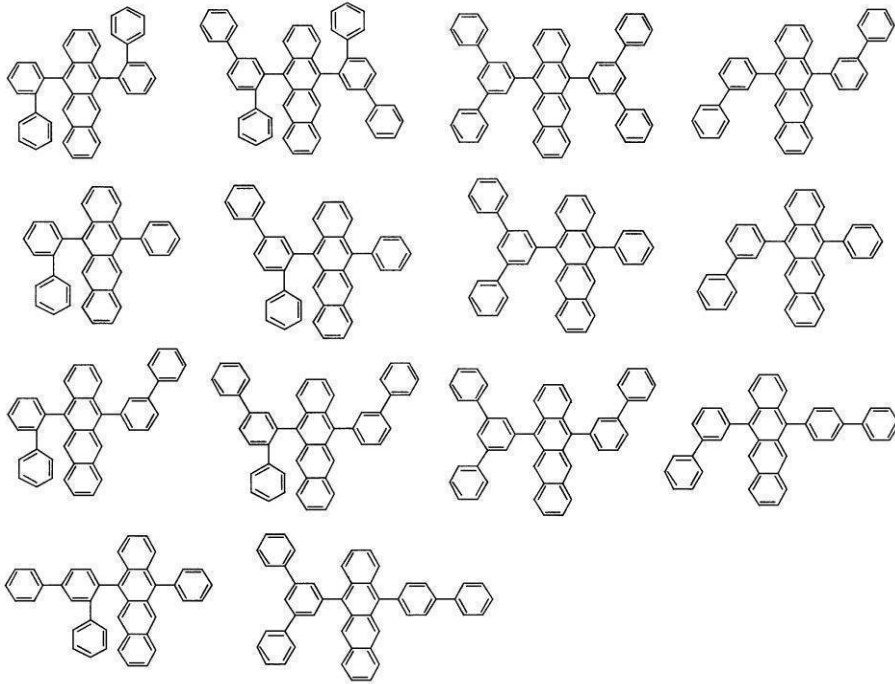
アントラセン誘導体に代えて、前記式(3)で表されるナフタセン誘導体をホストとしてもよい。

30

具体的には、次の化合物を挙げることができる。

【 0 0 7 1 】

【化 1 4】



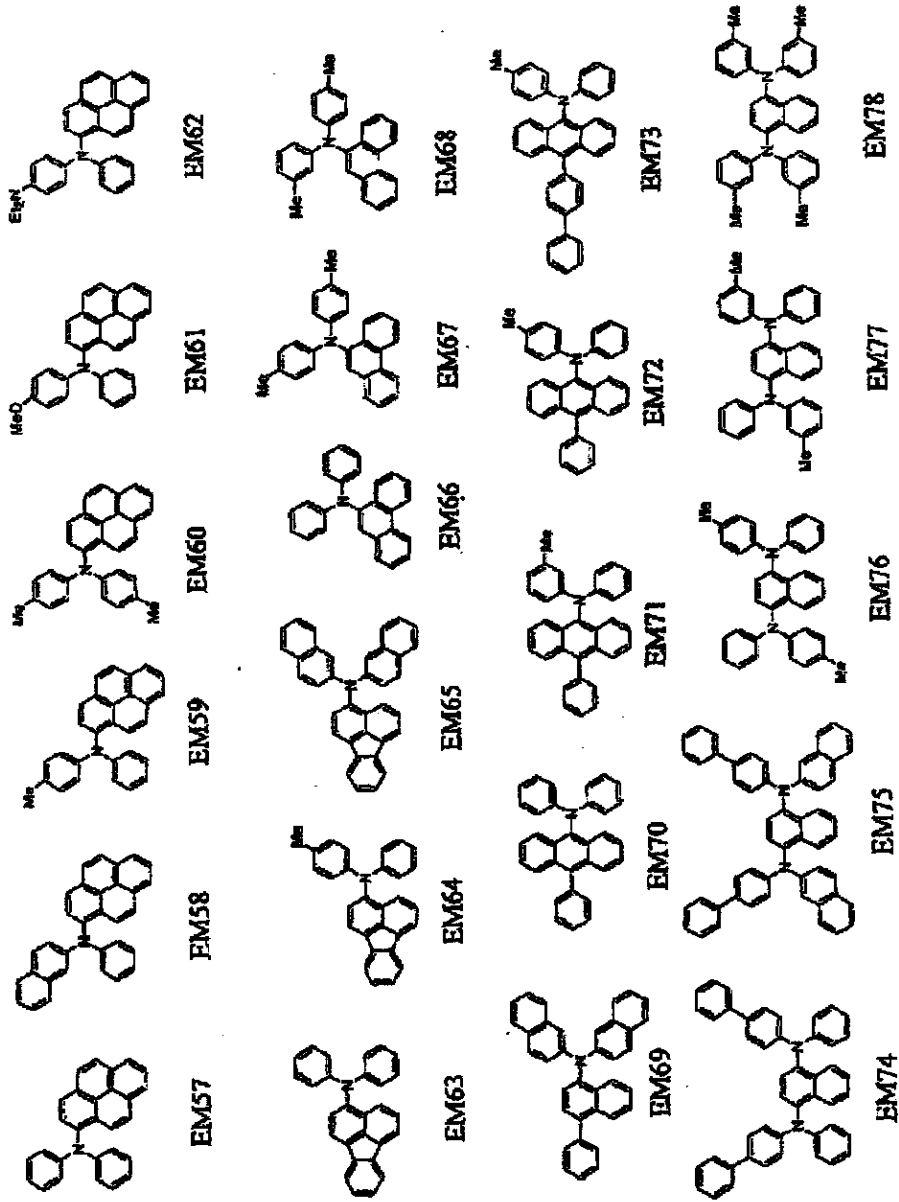
【 0 0 7 2】

前記アントラセン誘導体のホスト（前記式（ 1 ）、式（ 2 ））に組合せられるドーパントとしては、前記式（ 5 ）で表されるスチリルアミン誘導体または前記式（ 6 ）で表されるアリールアミンの置換誘導体が挙げられる。

このようなドーパントとしては、例えば、下記に示す化合物が挙げられる。

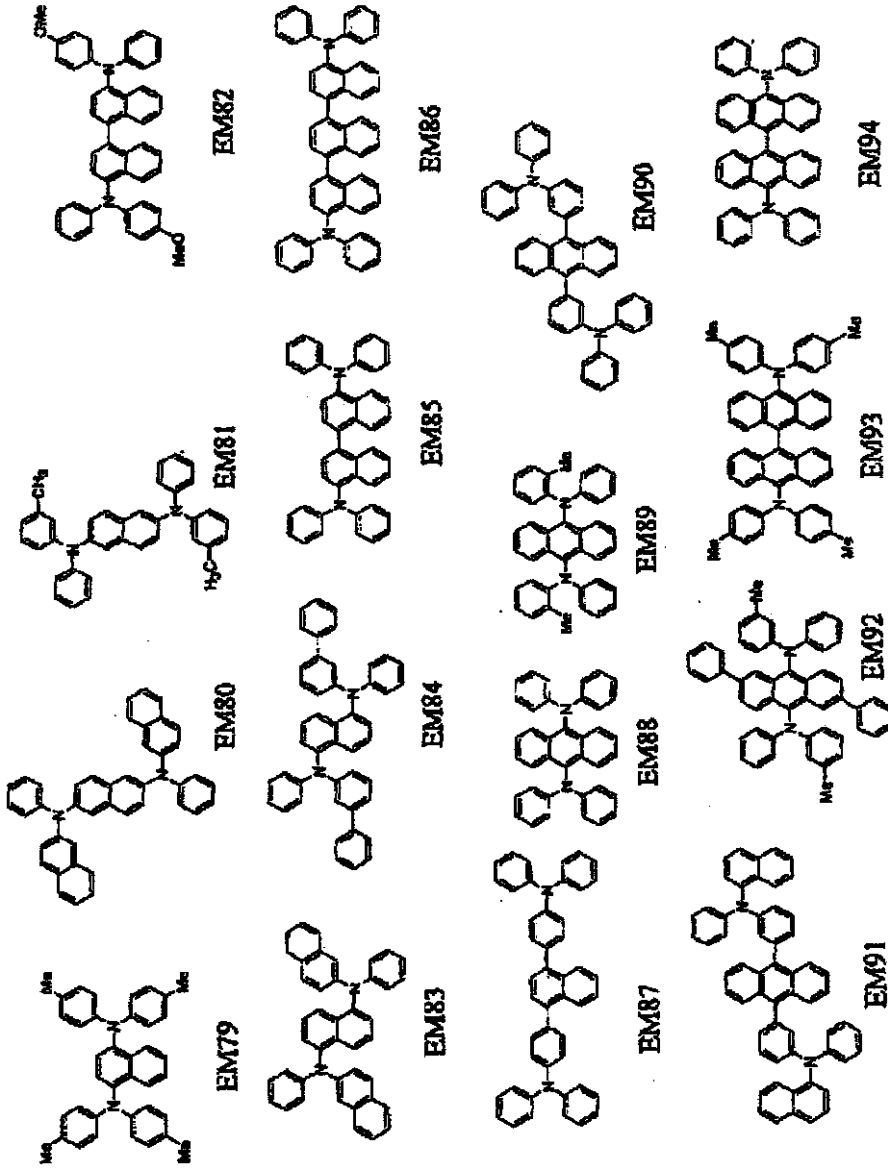
【 0 0 7 3】

【化 1 5】



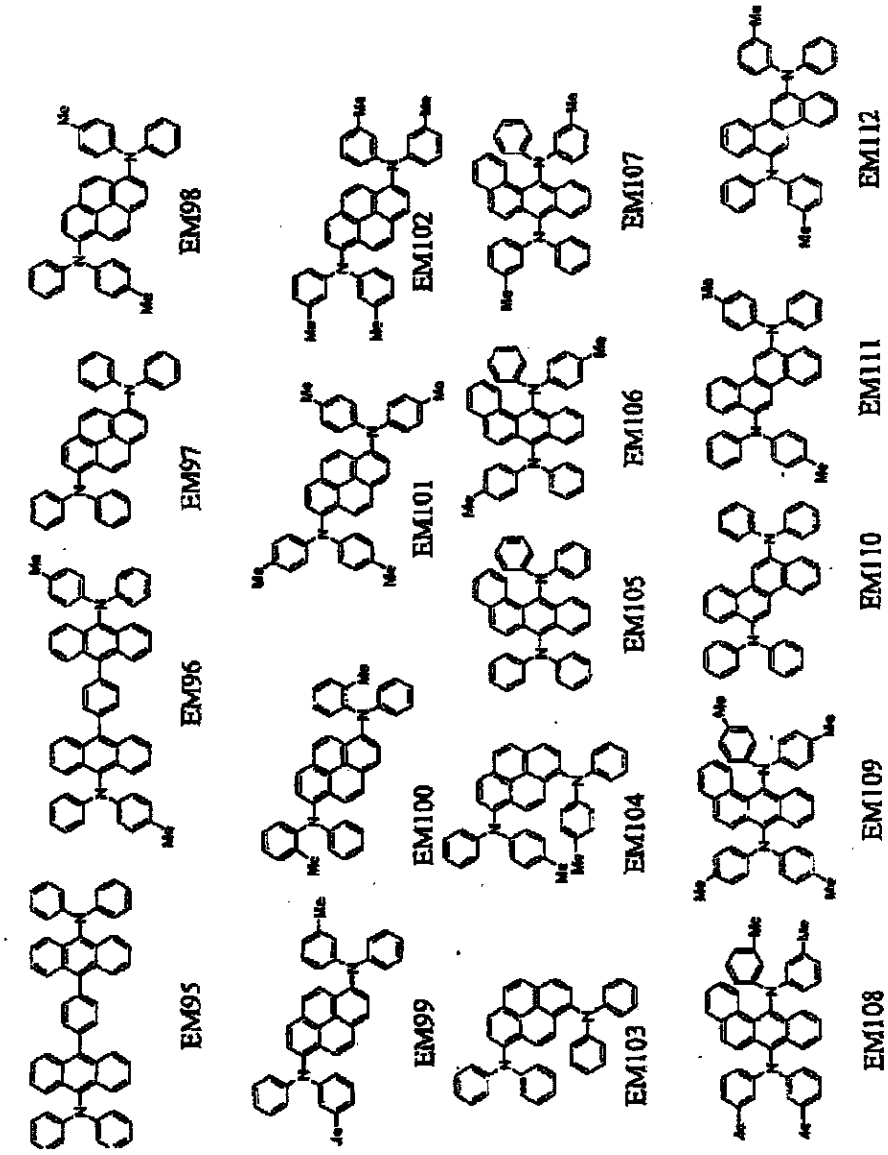
【 0 0 7 4】

【化 1 6】



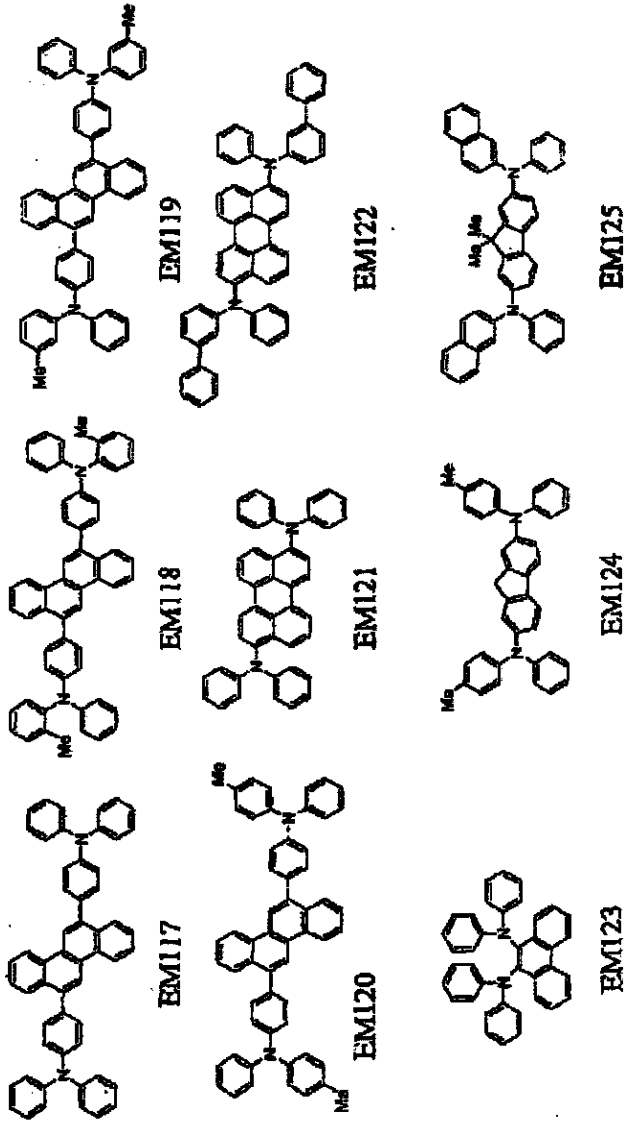
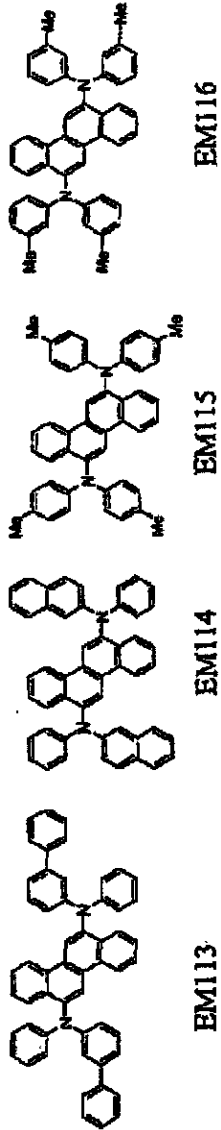
【 0 0 7 5 】

【化 1 7】



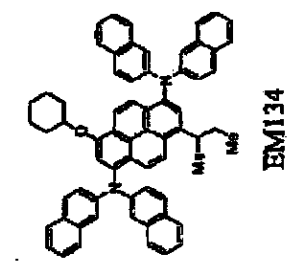
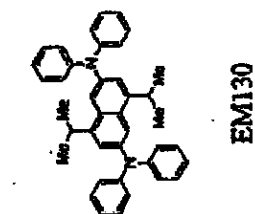
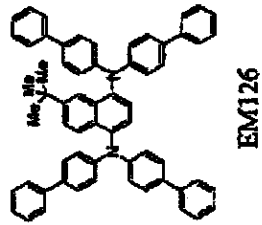
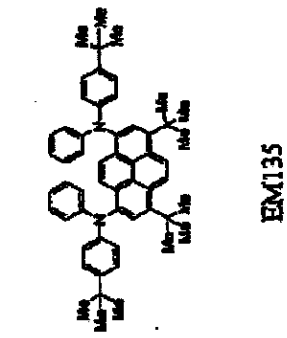
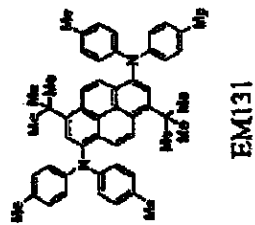
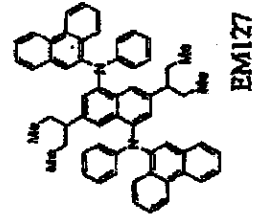
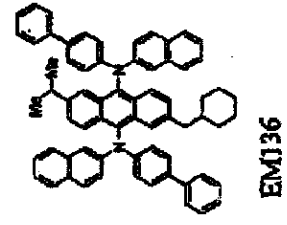
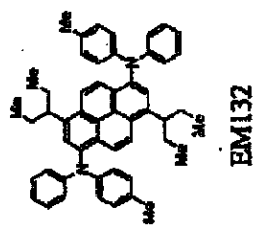
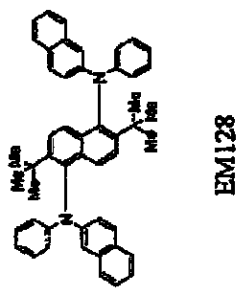
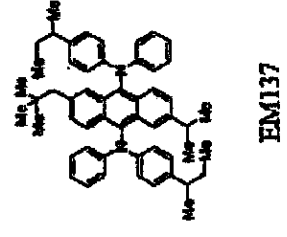
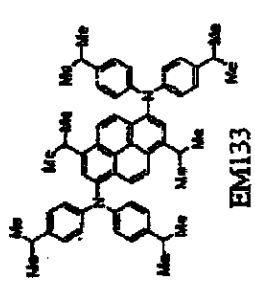
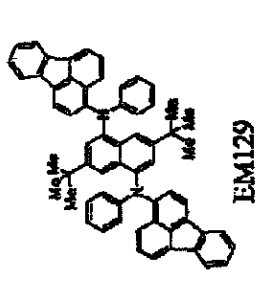
【 0 0 7 6 】

【化 1 8】



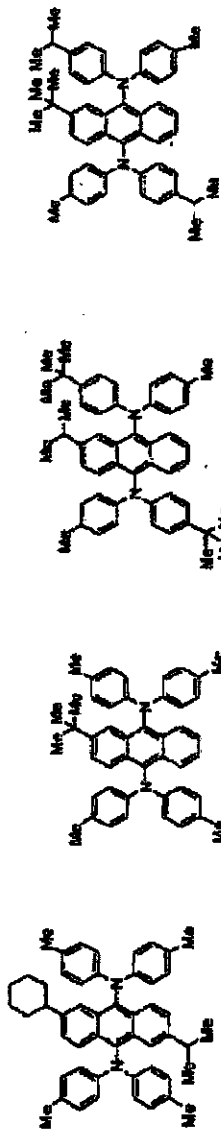
【 0 0 7 7 】

【化 1 9】

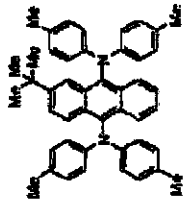


【 0 0 7 8 】

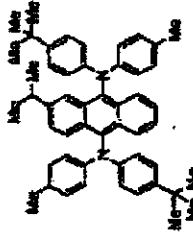
【化 2 0】



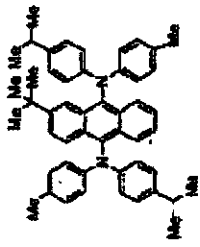
EM138



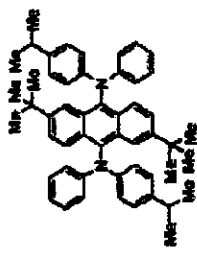
EM139



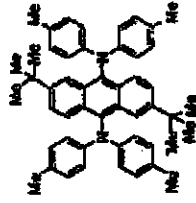
EM140



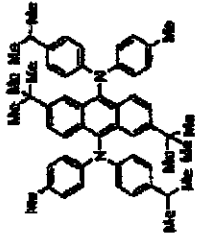
EM141



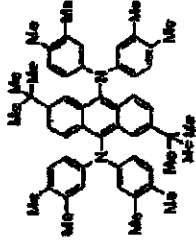
EM142



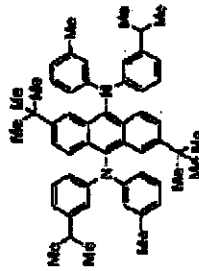
EM143



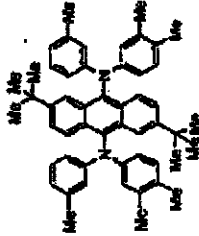
EM144



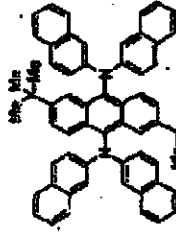
EM145



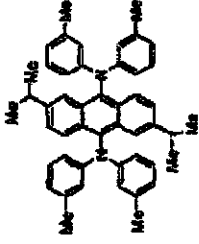
EM146



EM147



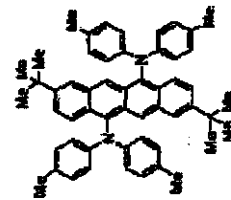
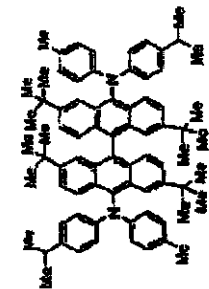
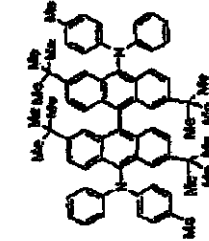
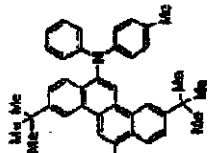
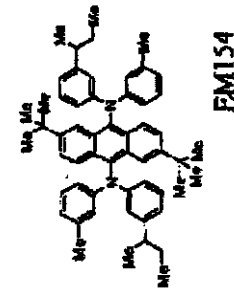
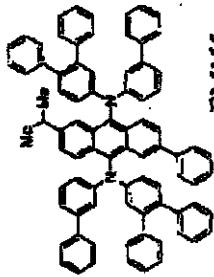
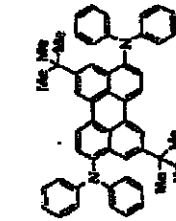
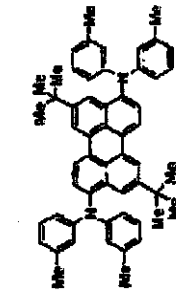
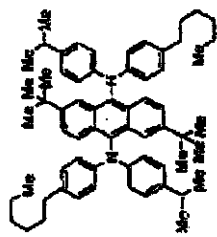
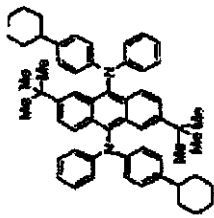
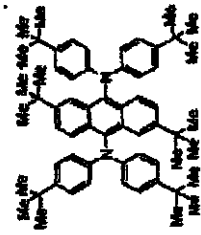
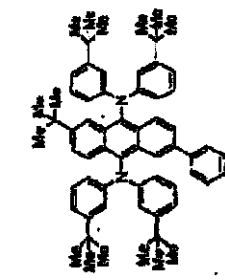
EM148



EM149

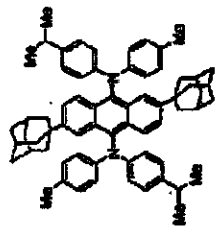
【 0 0 7 9】

【化 2 1】

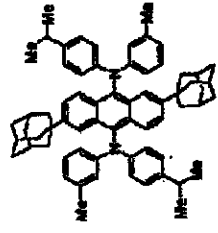


【 0 0 8 0 】

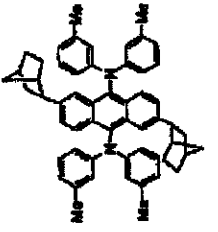
【化 2 2】



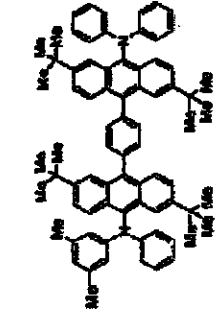
EM165



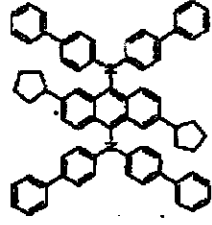
EM164



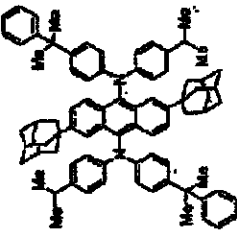
EM163



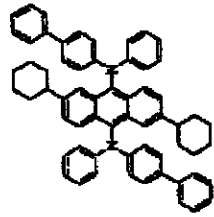
EM162



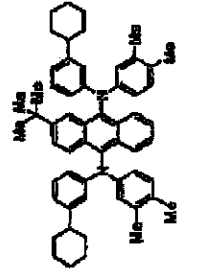
EM168



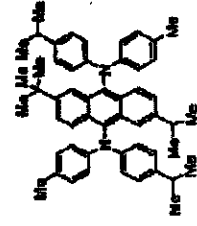
EM167



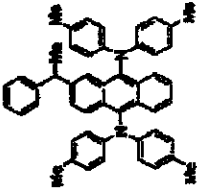
EM166



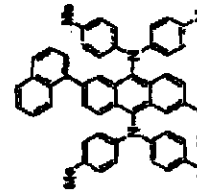
EM172



EM171



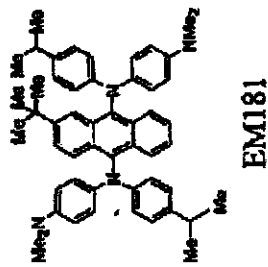
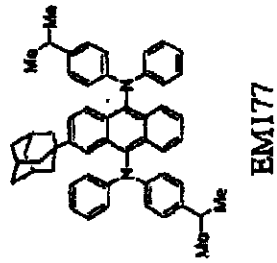
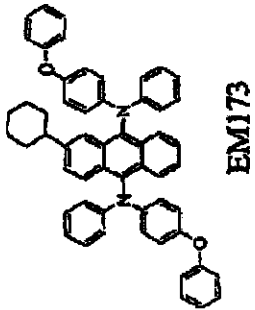
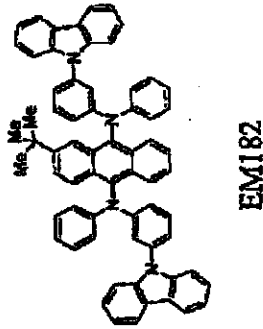
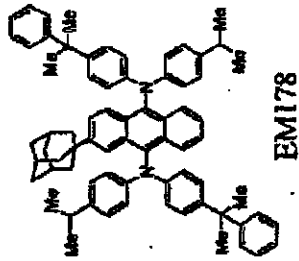
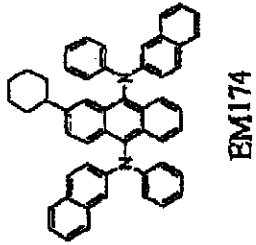
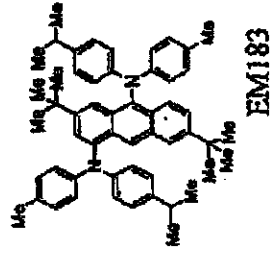
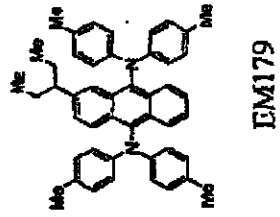
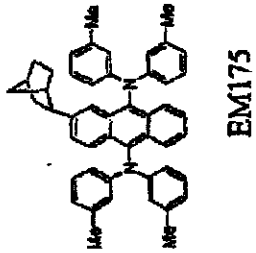
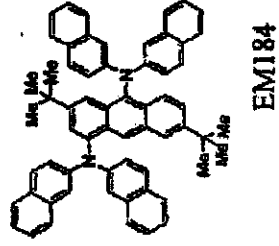
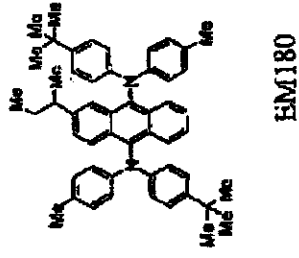
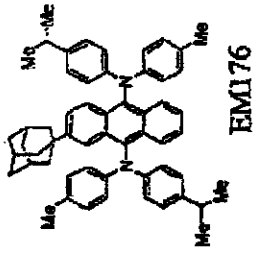
EM170



EM169

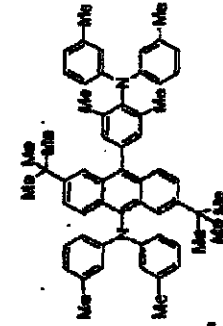
【 0 0 8 1 】

【化 2 3】

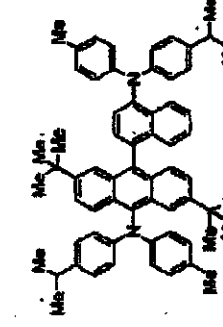


【 0 0 8 2 】

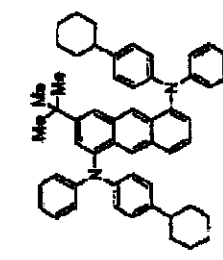
【化 2 4】



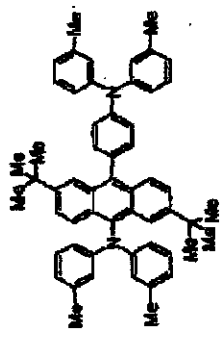
EM188



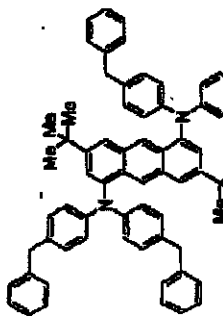
EM187



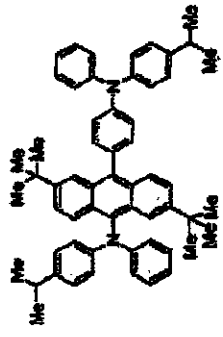
EM186



EM190



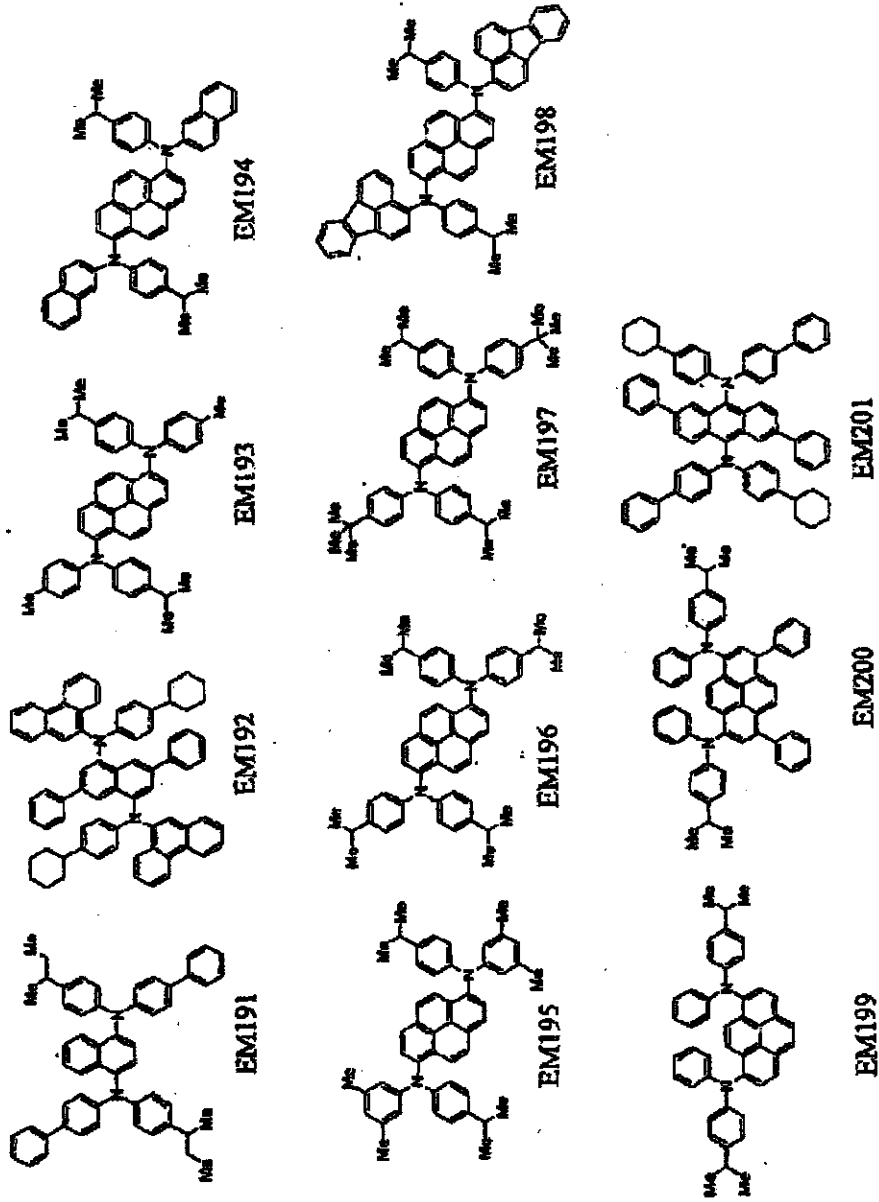
EM185



EM189

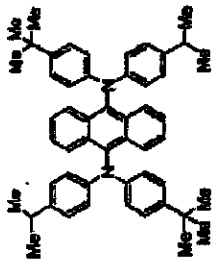
【 0 0 8 3 】

【化 2 5】

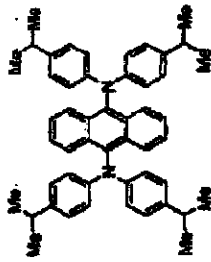


【 0 0 8 4 】

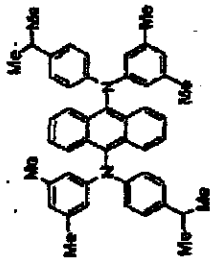
【化 2 6】



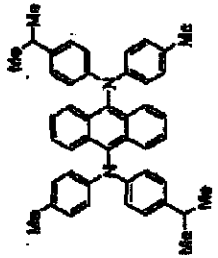
EM205



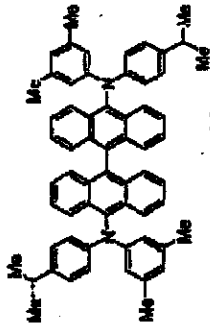
EM204



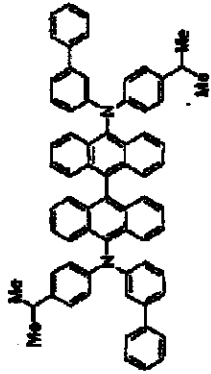
EM203



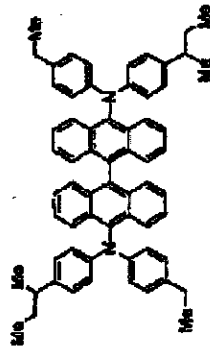
EM202



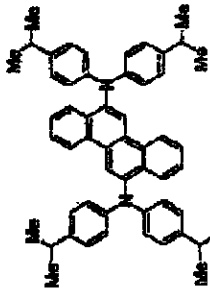
EM208



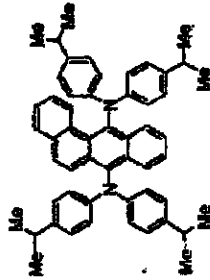
EM207



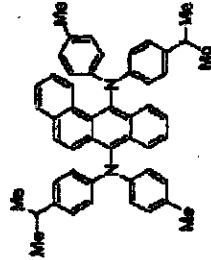
EM206



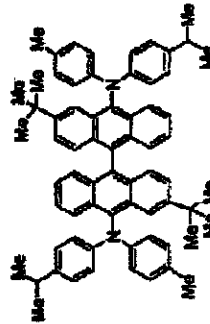
EM212



EM211



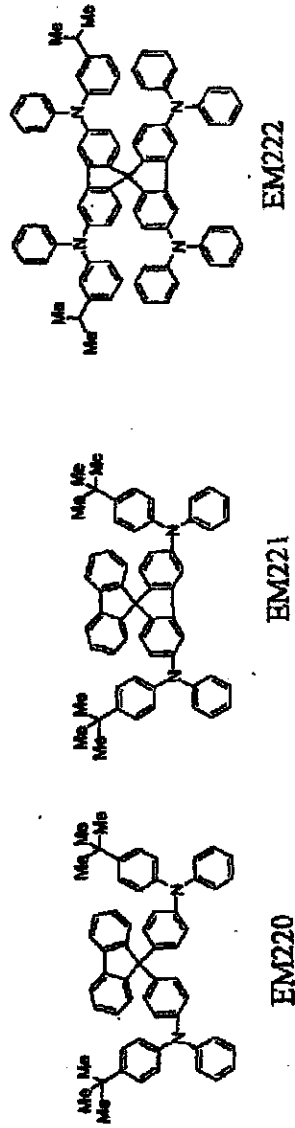
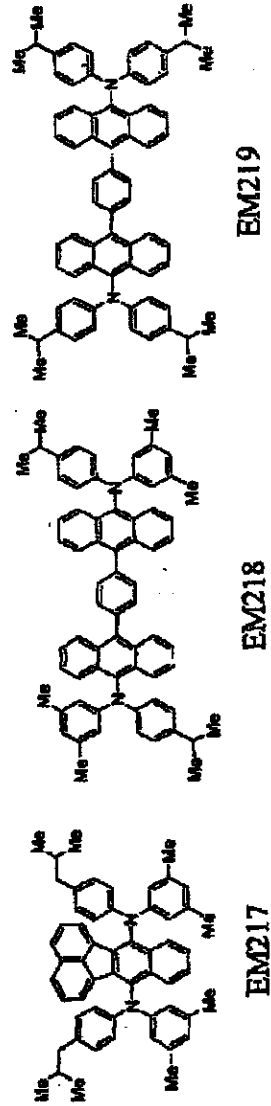
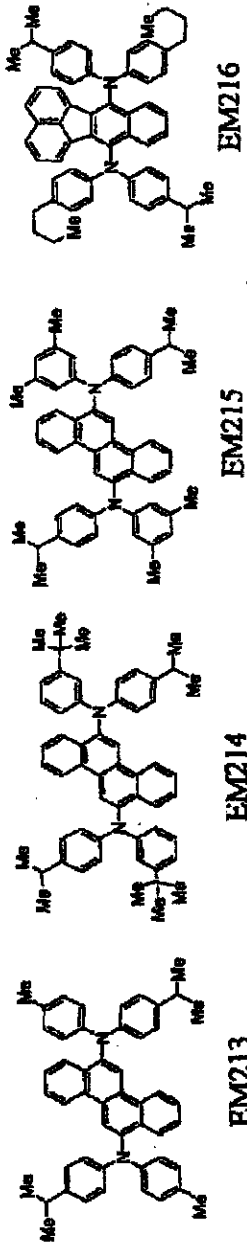
EM210



EM209

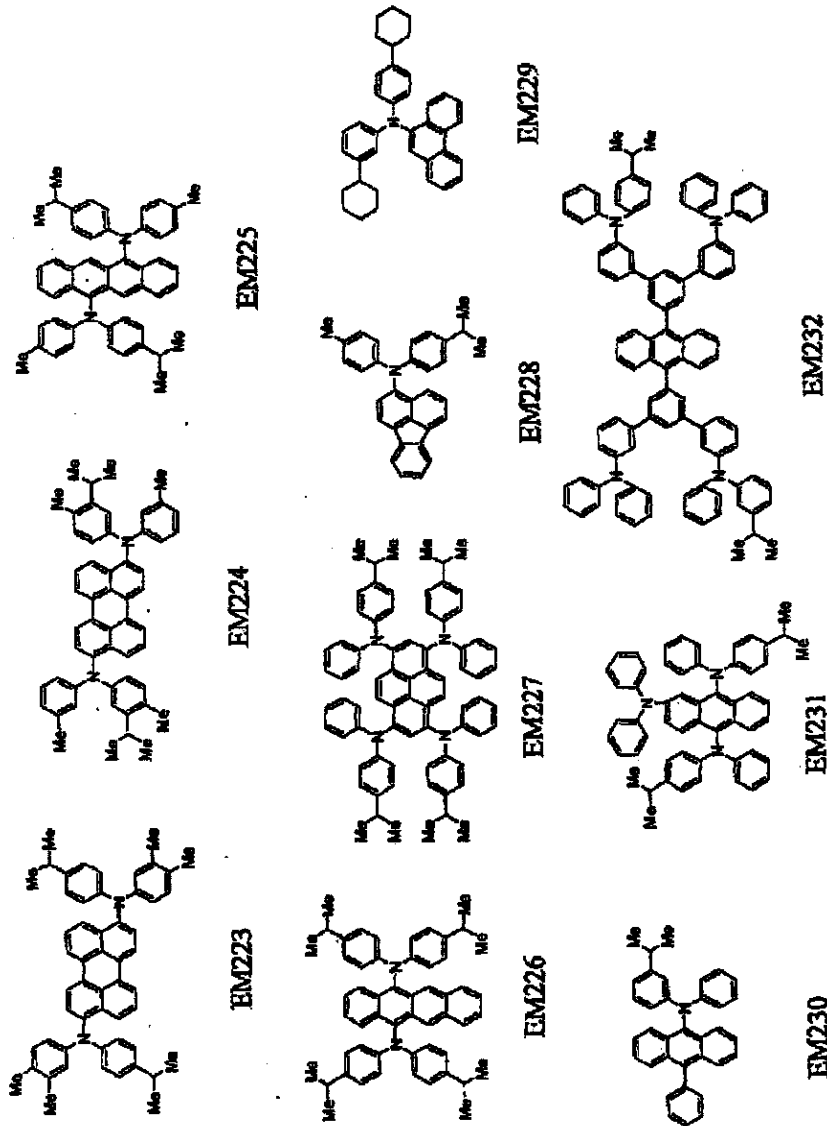
【 0 0 8 5】

【化 2 7】



【 0 0 8 6 】

【化 2 8】



【 0 0 8 7】

また、前記ナフタセン誘導体（前記式（3））のホストに組合せられるドーパントとしては、前記式（7）で表されるインデノペリレン誘導体が例として挙げられ、好ましくは、前記式（8）で表されるものである。

【 0 0 8 8】

溶媒は、ホストを0.5重量%以上溶解させ、かつ、粘度が5cP以上である。

溶媒は、ビフェニル誘導体を含むことが好ましい。特に、炭素数1～10のアルキル基を置換基に有するアルキル置換ビフェニルを含むことが好ましい。

アルキル置換ビフェニルとしては、例えば、メチルビフェニル、エチルビフェニル、ジエチルビフェニル、イソプロピルビフェニル、ジイソプロピルビフェニル、nプロピルビフェニル、nペンチルビフェニル、メトキシビフェニル等が挙げられる。

なお、アルキル置換ビフェニルのアルキル基の炭素数は、1～5であることがより好ましい。例えば、エチルビフェニル、イソプロピルビフェニル等が、溶媒として好適に使用できる。

【 0 0 8 9】

有機EL材料含有溶液は、粘度調整液を含有することが好ましい。

粘度調整液としては、例えば、アルコール系溶液、ケトン系溶液、パラフィン系溶液お

よびアルキル置換芳香族系溶液等が挙げられる。好ましくは、アルコール系溶液、アルキル置換芳香族系溶液である。

【0090】

アルコール系溶液としては、メタノールやエタノール、プロパノール、n ブタノール、s ブタノール、2 メチル 1 ブタノール、2 メチル 2 ブタノール、3 メチル 2 ブタノール、t ブタノール、n ペンタノール、4 メチル 2 ペンタノール、3 メチル 1 ペンチン 3 オール、n ヘキサノール、2 エチルヘキサノール、3、5 ジメチル 1 ヘキシシ 3 オール、n ヘプタノール、3、3,5 トリメチルヘキサノール、3 ヘプタノール、n オクタノール、2 オクタノール、n ノナノール、n デカノール、メチルシクロヘキサノール、シクロヘキサノール、テルピネオール、ネオペンチルアルコール、グリシドール、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、エチレングリコール、プロパンジオール、ブタンジオール、ベンジルアルコール、などが例として挙げられる。上記アルコールは直鎖、分岐構造のどちらでも良い。

10

【0091】

アルキル置換芳香族系溶液としては直鎖または分岐のブチルベンゼン、ドデシルベンゼン、テトラリン、シクロヘキシルベンゼン、ジシクロヘキシルベンゼン、1,1 ビス(3,4 ジメチルフェニル)エタン、3 メチルジフェニルエーテルなどが挙げられる。上記粘度調整液のなかでも、5 c P を超えるもの、さらには 10 c p を超えるものが好ましい。

また、粘度調整液は単独で使用してもよく、複数混合して用いてもよい。

20

【実施例】

【0092】

以下、本発明の実施例、比較例について説明する。

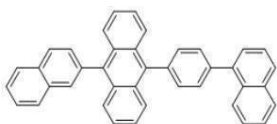
【0093】

(実施例 1 ~ 2、比較例 1 ~ 9)

下記式で表される化合物 A を 100 mg 秤量してサンプル瓶に入れ、攪拌しながら、化合物 A が完全に溶解するまで溶媒を滴下した。滴下した溶媒の量から、その溶媒に対する化合物 A の溶解度を計算した。また、22 の条件で溶媒の粘度を測定した。結果を表 1 に示す。

【0094】

【化 29】



化合物A

30

【0095】

40

【表 1】

	溶媒	粘度 (cP)	溶解度 (wt%)
実施例 1	3-エチルビフェニル	5.6	2
実施例 2	4-イソプロピルビフェニル	6.9	1
比較例 1	トルエン	0.65	5
比較例 2	キシレン	0.76	2
比較例 3	メシチレン	0.76	2
比較例 4	シクロヘキシルベンゼン	2.6	<0.5
比較例 5	s-ブチルベンゼン	1.0	1
比較例 6	t-ブチルベンゼン	1.2	1
比較例 7	ドデシルベンゼン	4.5	<0.5
比較例 8	テトラリン	2.3	<0.5
比較例 9	1,1-ビス(3,4-ジメチルフェニル)メタン	33.6	<0.5

【0096】

有機 EL 材料含有溶液は、十分な膜厚の発光層を形成するために、ホストを数重量%以上溶解させることが好ましい。また、スピンコート、インクジェット、ノズルプリンティング等の塗布法で成膜するために、溶媒の粘度が数 cP 以上であることが好ましい。

30

比較例 1 ~ 3、5、6 の各溶媒は、発光層のホストとなる化合物 A に対し、比較的良好的な溶解性を示したが、粘度が低いため、有機 EL 材料含有溶液の溶媒としては好ましくない。比較例 4、7、8 の各溶媒は、溶解性、粘度の双方が低く、有機 EL 材料含有溶液の溶媒として好ましくない。比較例 9 の溶媒は、高い粘度を有するが、溶解性が低いため、有機 EL 材料含有溶液の溶媒として好ましくない。

これに対し、実施例 1 および 2 のビフェニル誘導体は、化合物 A に対し、比較的良好的な溶解性を示し、粘度も高い。したがって、有機 EL 材料含有溶液の溶媒として好適に用いることができる。

【0097】

40

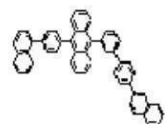
(実施例 3 ~ 8、比較例 10 ~ 16)

4-イソプロピルビフェニルに、0.5 重量%に相当する量のアントラセン誘導体(下記の化合物 B ~ N)を加え、目視にて溶解性を評価した。

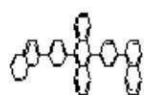
不溶成分がないものを A、不溶成分があるものを B とし、結果を表 2 に示す。

【0098】

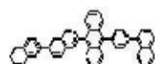
【化 3 0】



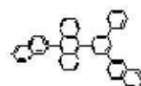
化合物 B



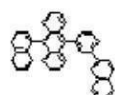
化合物 C



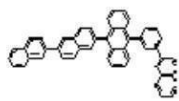
化合物 D



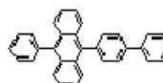
化合物 E



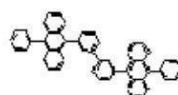
化合物 F



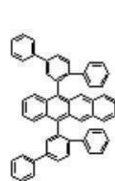
化合物 G



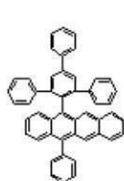
化合物 H



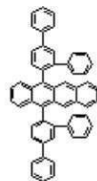
化合物 I



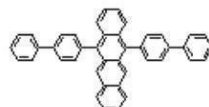
化合物 J



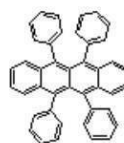
化合物 K



化合物 L



化合物 M



化合物 N

【 0 0 9 9】

【表 2】

	アントラセン誘導体 (ナフタセン誘導体)	溶解性
実施例 3	化合物 B	A
実施例 4	化合物 C	A
実施例 5	化合物 D	A
実施例 6	化合物 E	A
比較例 10	化合物 F	B
比較例 11	化合物 G	B
比較例 12	化合物 H	B
比較例 13	化合物 I	B
実施例 7	化合物 J	A
実施例 8	化合物 K	A
比較例 14	化合物 L	B
比較例 15	化合物 M	B
比較例 16	化合物 N	B

【0100】

アントラセン誘導体を溶媒とした場合、実施例 3～6 および比較例 10～13 により、アントラセン中心骨格にフェニル基を挟んでメタ位でナフチル基を繋いだ化合物 F、G は、4-イソプロピルピフェニルに対する溶解度が低いことがわかった。また、アントラセン中心骨格に結合したフェニル基に対して置換基をパラ位につけた化合物 H、アントラセン骨格をピフェニレンで結合させたビスアントラセン化合物 I も、4-イソプロピルピフェニルに対する溶解度が低いことがわかった。

ナフタセン誘導体を溶媒とした場合、実施例 7、8 および比較例 14～16 により、パラ位への置換数が 2 である化合物 L、M は、4-イソプロピルピフェニルに対する溶解度が低いことがわかった。また、パラ位置換のない化合物 N も、化合物 J、K に比べて溶解度が低いことがわかった。

【0101】

(実施例 9～14)

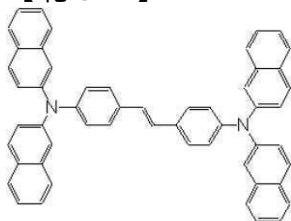
次に、ホストとして化合物 A、ドーパントとして下記のドーパント A を用い、実際に有機 EL 材料含有溶液を調整した。

ホストとドーパントの混合比率は、重量比で 20/1 とし、溶媒に対する固形分濃度は、0.5 重量%とした。

調製した有機EL材料含有溶液の粘度を表3に示す。測定条件は上述の実施例1と同様である。

【0102】

【化31】



ドーパントA

【0103】

【表3】

	溶媒 (S)	粘度調整液 (V)	質量比 S/V	粘度 (cP)
実施例9	4-イソプロピル ビフェニル	なし	100/0	6.9
実施例10	4-イソプロピル ビフェニル	1,1-ビス (3,4-ジメチル フェニル)エタン	75/25	8.9
実施例11	4-イソプロピル ビフェニル	トルエン	95/5	5.2
実施例12	3-エチル ビフェニル	なし	100/0	5.6
実施例13	3-エチル ビフェニル	1,1-ビス (3,4-ジメチル フェニル)エタン	75/25	7.0
実施例14	3-エチル ビフェニル	トルエン	98/2	5.1

【0104】

実施例9と10および実施例12と13の比較の結果、1,1-ビス(3,4-ジメチルフェニル)エタンは粘度調整液として粘度を高める作用を示すことがわかった。

一方、実施例10と11および実施例13と14の比較の結果、トルエンは、粘度調整液として粘度を低くする作用を示すことがわかった。

【0105】

(実施例15~19)

次に、ホストとして化合物J、ドーパントとして下記のドーパントBを用い、実際に有機EL材料含有溶液を調整した。

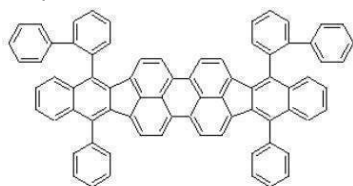
ホストとドーパントの混合比率は、重量比で20/1とし、溶媒に対する固形分濃度は

、0.5重量%とした。

調製した有機EL材料含有溶液の粘度を表4に示す。測定条件は上述の実施例1と同様である。

【0106】

【化32】



ドーパントB

【0107】

【表4】

	溶媒 (S)	粘度調整液 (V)	質量比 S/V	粘度 (cP)
実施例15	4-イソプロピル ビフェニル	なし	100/0	6.9
実施例16	4-イソプロピル ビフェニル	1,1-ビス (3,4-ジメチル フェニル)エタン	75/25	8.9
実施例17	4-イソプロピル ビフェニル	トルエン	95/5	5.2
実施例18	3-エチル ビフェニル	なし	100/0	5.6
実施例19	3-エチル ビフェニル	トルエン	98/2	5.1

【0108】

表4の結果により、実施例9から実施例14と同様の傾向がみられる。すなわち、実施例9から実施例10で用いた材料(青色発光材料)と実施例15から実施例19で用いた材料(赤色発光材料)とでは、溶液の粘度としては同様の傾向が見られることがわかる。

【0109】

(実施例20~28、比較例17)

次に、有機EL素子を作成した例を下記に示す。

【0110】

【表 5】

	ホスト /ドーパント (重量比)	溶剤 (重量比)	固形分 濃度	粘度 (cP)	インク ジェット 吐出性
実施例 20	化合物 A /ドーパント A (20/1)	4-イソプロピル ビフェニル /シクロヘキサノール (75/25)	0.5 重量%	8.2	安定に 吐出した
比較例 17		イソプロピルベンゼン /シクロヘキサノール (75/25)		2.3	安定に 吐出でき なかった
実施例 21		3-エチルビフェニル /シクロヘキサノール (75/25)		6.5	安定に 吐出した
実施例 22	化合物 E /ドーパント A (20/1)	8.3			
実施例 23	化合物 A /EM144 (20/1)	8.3			
実施例 24	化合物 A /EM145 (20/1)	8.4			
実施例 25	化合物 A /EM151 (20/1)	4-イソプロピル ビフェニル /シクロヘキサノール (75/25)		8.3	
実施例 26	化合物 A /EM131 (20/1)	8.3			
実施例 27	化合物 A /EM195 (20/1)	8.4			
実施例 28	化合物 J /ドーパント B (100/1)	8.3			

【0111】

(実施例 20 : 青色素子の作成)

(1) 有機 EL 材料含有溶液の調製

有機 EL 材料である化合物 A (ホスト) /ドーパント A (ドーパント) (重量比 20 / 1) を 4 - イソプロピルビフェニル / シクロヘキサノール (重量比 75 / 25) の溶媒に固形分として 0.5 重量% 濃度で溶解させた。溶液粘度は、8.2 cP であった。

(2) 有機 EL 薄膜の形成

市販のインクジェット装置（ダイマティックス製DMP - 2381、インクジェットヘッド10p1（DMC - 11610）を用いて、ガラス基板（ジオマテック社製）の上に、上記（1）で作製した有機EL材料含有溶液を吐出させた。インクジェットと基板を結ぶ線の直角方向から吐出の様子を光学カメラを用いて観察した。インクジェットヘッドから液滴が形成され、ヘッド直下の基板位置に吐出され、膜を形成した。ヘッド直下以外の基板上に吐出されることはなく、安定した吐出といえた。

その後、120℃で30分加熱乾燥させた。基板上を光学顕微鏡で観察したところ、液滴に対応した膜が形成された。直径100μm、膜厚20nmの膜が形成されていた。

（3）有機EL素子の作成と評価

25mm×75mm×1.1mm厚のITO透明電極付きガラス基板（ジオマテック社製）を、イソプロピルアルコール中で5分間超音波洗浄した後、UV（紫外線）オゾン洗浄を30分間行った。

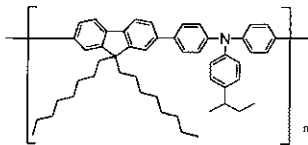
洗浄後のITO透明電極付きガラス基板に、スピコート法で正孔注入層として用いるポリエチレンジオキシチオフェン・ポリスチレンスルホン酸（PEDOT・PSS）を50nmの膜厚で成膜し、ホットプレート上で200℃で15分間加熱乾燥させた。

その後、酸素濃度、水分濃度が1ppm以下で管理されたグローブボックスの中に、上記基板を搬入し、再度200℃で15分間加熱乾燥させた。

ついで、下記ポリマ-1（Mw：145000）のトルエン溶液（固形分濃度0.6重量%）をスピコート法で20nmの膜厚で成膜し、ホットプレート上で170℃で30分間加熱乾燥させた。

【0112】

【化33】



ポリマー1

ついで、上記インクジェット装置を用いて、上記有機EL材料含有溶液を40nmの膜厚で成膜した。ホットプレート上で120℃で30分間加熱乾燥させた。

その後、グローブボックスと連結したチャンバーを経由し、上記基板を真空蒸着チャンバーに搬送した。電子注入層として、トリス（8-キノリノール）アルミニウムを膜厚20nmで蒸着し、その上に無機膜をLiFを膜厚0.5nm、陰極としてアルミニウムを膜厚100nm蒸着し、有機EL素子を作製した。各層の蒸着時の真空度は10⁻⁵Paであった。

作製した有機EL素子の発光性能と、発光効率5.1cd/A、初期輝度1000cd/m²にて、室温における、DC定電流での発光輝度の半減寿命は、4000時間であった。

【0113】

（比較例17）

有機EL材料である化合物A（ホスト）/ドーパントA（ドーパント）（重量比20/1）をイソプロピルベンゼン/シクロヘキサノール（重量比75/25）の溶媒に固形分として0.5重量%濃度で溶解させた。溶液粘度は、2.3cPであった。

本溶液を上述の実施例20と同様のインクジェット装置を用いて吐出させた。吐出の様子を観察すると、ヘッド直下の基板位置に吐出される液滴と、飛行形状が乱れ、ヘッド直下の基板位置以外に吐出される液滴が観察された。安定に吐出されたといえなかった。

【0114】

10

20

30

40

50

(実施例 21：青色素子の作成)

有機 E L 材料含有溶液の調製において、有機 E L 材料である化合物 A (ホスト) / ドーパント A (ドーパント) (重量比 20 / 1) を 3 - エチルピフェニル / シクロヘキサノール (重量比 75 / 25) の溶媒に固形分として 0.5 重量% 濃度で溶解させた。溶液粘度は、6.5 cP であった。インクジェットによる成膜は、上述の実施例 20 と同じ方法で行なった。

インクジェットの吐出性は、前記実施例 20 と同等であった。

【0115】

(実施例 22：青色素子の作成)

有機 E L 材料含有溶液の調製において、有機 E L 材料である化合物 E (ホスト) / ドーパント A (ドーパント) (重量比 20 / 1) を 4 - イソプロピルピフェニル / シクロヘキサノール (重量比 75 / 25) の溶媒に固形分として 0.5 重量% 濃度で溶解させた。溶液粘度は、8.3 cP であった。インクジェットによる成膜は、上述の実施例 20 と同じ方法で行なった。

インクジェットの吐出性は、前記実施例 20 と同等であった。

【0116】

(実施例 23：緑色素子の作成)

有機 E L 材料含有溶液の調製において、有機 E L 材料である化合物 A (ホスト) / 化合物 E M 1 4 4 (ドーパント) (重量比 20 / 1) を 4 - イソプロピルピフェニル / シクロヘキサノール (重量比 75 / 25) の溶媒に固形分として 0.5 重量% 濃度で溶解させた。

インクジェットの吐出性は、前記実施例 20 と同等であった。

【0117】

(実施例 24 ~ 27：緑色素子の作成)

有機 E L 材料として、表 5 に記載のドーパントをそれぞれ用いた。ホスト、溶剤、溶剤の重量比、固形分濃度は、上述の実施例 23 と同様である。実施例 24 および実施例 27 における溶液粘度は、8.4 cP であった。実施例 25 および実施例 26 における溶液粘度は、8.3 cP であった。

インクジェットの吐出性は、前記実施例 20 と同等であった。

【0118】

(実施例 28：赤色素子)

有機 E L 材料含有溶液の調製において、有機 E L 材料である化合物 J (ホスト) / ドーパント B (重量比 100 / 1) を 4 - イソプロピルピフェニル / シクロヘキサノール (重量比 75 / 25) の溶媒に固形分として 0.5 重量% 濃度で溶解させた。溶液粘度は、8.3 cP であった。インクジェットによる成膜は、上述の実施例 20 と同じ方法で行なった。

インクジェットの吐出性は、前記実施例 20 と同等であった。

【産業上の利用可能性】

【0119】

本発明は、性能の高い有機 E L 材料を塗布法で成膜するための有機 E L 材料含有溶液、およびこの溶液を用いて有機 E L 薄膜を形成する方法として利用できる。

10

20

30

40

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2008/053435
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C09K11/06(2006.01)i, H01L51/50(2006.01)i, H05B33/10(2006.01)i, C07C15/20(2006.01)n, C07C211/57(2006.01)n According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C09K11/06, H01L51/50, H05B33/10, C07C15/20, C07C211/57 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 1996-2008 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2008 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2008 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) CA, REGISTRY (STN)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2006/073072 A1 (Idemitsu Kosan Co., Ltd.), 13 July, 2006 (13.07.06), Claims; Par. Nos. [0031] to [0032] & JP 2006-190759 A & EP 1835006 A1 & IN 200702979 P4 & KR 2007-091318 A	1-17
Y	WO 2006/070712 A1 (Idemitsu Kosan Co., Ltd.), 06 July, 2006 (06.07.06), Claims; Par. Nos. [0035], [0047] to [0052] & US 2008/0001123 A1	1-17
Y	JP 2006-186269 A (TDK Corp.), 13 July, 2006 (13.07.06), Claims; Par. Nos. [0048], [0070] to [0072], [0191] to [0192], [0212] to [0213] (Family: none)	1-17
<input checked="" 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 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "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) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" 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 "X" 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 "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 08 May, 2008 (08.05.08)		Date of mailing of the international search report 20 May, 2008 (20.05.08)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/053435

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2004-214201 A (Eastman Kodak Co.), 29 July, 2004 (29.07.04), Claims; Par. Nos. [0037] to [0046], [0096] & US 2004/0126617 A1 & EP 1435669 A2 & KR 2004-062412 A & CN 1534077 A	1-17
Y	JP 2006-000772 A (Seiko Epson Corp.), 05 January, 2006 (05.01.06), Claims; Par. Nos. [0060] to [0061] (Family: none)	1-17
Y	JP 2004-355913 A (Seiko Epson Corp.), 16 December, 2004 (16.12.04), Claims; Par. Nos. [0033], [0057] to [0060] (Family: none)	1-17
Y	JP 2003-229256 A (Seiko Epson Corp.), 15 August, 2003 (15.08.03), Claims; Par. Nos. [0018], [0024] & US 2004/0099882 A1	1-17
A	JP 2006-241309 A (Seiko Epson Corp.), 14 September, 2006 (14.09.06), Claims; Par. Nos. [0004], [0015] to [0016] (Family: none)	1-17
A	JP 2002-008867 A (TDK Corp.), 11 January, 2002 (11.01.02), Claims & US 2003/0027016 A1 & EP 1148109 A2 & TW 508971 A & KR 2001-099713 A	1-17

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2008/053435									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C09K11/06 (2006.01)i, H01L51/50 (2006.01)i, H05B33/10 (2006.01)i, C07C15/20 (2006.01)n, C07C211/57 (2006.01)n											
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. C09K11/06, H01L51/50, H05B33/10, C07C15/20, C07C211/57											
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>1971-2008年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2008年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2008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	1971-2008年	日本国実用新案登録公報	1996-2008年	日本国登録実用新案公報	1994-2008年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2008年										
日本国実用新案登録公報	1996-2008年										
日本国登録実用新案公報	1994-2008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) CA, REGISTRY (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 請求の範囲の番号									
Y	WO 2006/073072 A1 (出光興産株式会社) 2006.07.13, 特許請求の範囲, [0031] ~ [0032] & JP 2006-190759 A&EP 1835006 A1 & IN 200702979 P4 & KR 2007-091318 A	1-17									
Y	WO 2006/070712 A1 (出光興産株式会社) 2006.07.06, 特許請求の範囲, [0035], [0047] ~ [0052] & US 2008/0001123 A1	1-17									
<input checked="" 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 「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 「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 「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) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「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 「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 「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 「&」 同一パテントファミリー文献									
国際調査を完了した日 08.05.2008		国際調査報告の発送日 20.05.2008									
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) 天野 宏樹	4V 9272								
		電話番号 03-3581-1101 内線	3483								

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2008/053435
C (続き) . 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 請求の範囲の番号
Y	JP 2006-186269 A (TDK株式会社) 2006. 07. 13, 特許請求の範囲, 【0048】, 【0070】～【0072】, 【0191】～【0192】, 【0212】～【0213】 (ファミリーなし)	1-17
Y	JP 2004-214201 A (イーストマン コダック カンパニー) 2004. 07. 29, 特許請求の範囲, 【0037】～【0046】, 【0096】 & US 2004/0126617 A1 & EP 1435669 A2 & KR 2004-062412 A & CN 1534077 A	1-17
Y	JP 2006-000772 A (セイコーエプソン株式会社) 2006. 01. 05, 特許請求の範囲, 【0060】～【0061】 (ファミリーなし)	1-17
Y	JP 2004-355913 A (セイコーエプソン株式会社) 2004. 12. 16, 特許請求の範囲, 【0033】, 【0057】～【0060】 (ファミリーなし)	1-17
Y	JP 2003-229256 A (セイコーエプソン株式会社) 2003. 08. 15, 特許請求の範囲, 【0018】, 【0024】 & US 2004/0099882 A1	1-17
A	JP 2006-241309 A (セイコーエプソン株式会社) 2006. 09. 14, 特許請求の範囲, 【0004】, 【0015】～【0016】 (ファミリーなし)	1-17
A	JP 2002-008867 A (ティーディーケイ株式会社) 2002. 01. 11, 特許請求の範囲 & US 2003/0027016 A1 & EP 1148109 A2 & TW 508971 A & KR 2001-099713 A	1-17

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード(参考)

H 0 5 B 33/10

(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,MT,NL,NO,PL,PT,RO,SE,SI,SK,T
R),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,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,K
G,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,PG,PH,PL,PT
,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SV,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

F ターム(参考) 3K107 AA01 CC04 CC07 CC21 CC45 DD53 DD59 DD68 DD69 DD70
FF03 FF14 FF18 GG08

(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)	含有机EL材料的溶液，有机EL薄膜形成方法和有机EL元件		
公开(公告)号	JPWO2008105471A1	公开(公告)日	2010-06-03
申请号	JP2009501282	申请日	2008-02-27
[标]申请(专利权)人(译)	出光兴产株式会社		
申请(专利权)人(译)	出光兴产株式会社		
[标]发明人	井上哲也 福田雅彦 竹嶋基浩 細川地潮		
发明人	井上 哲也 福田 雅彦 竹嶋 基浩 細川 地潮		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50 H05B33/10		
CPC分类号	C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 H01L51/0007 H01L51/0054 H01L51/0055 H01L51/0058 H01L51/006 H01L51/5036 H05B33/14		
FI分类号	C09K11/06.690 C09K11/06.625 C09K11/06.620 C09K11/06.610 H05B33/14.B H05B33/10		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/CC04 3K107/CC07 3K107/CC21 3K107/CC45 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/DD70 3K107/FF03 3K107/FF14 3K107/FF18 3K107/GG08		
优先权	2007050858 2007-02-28 JP		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

包含有机EL材料和溶剂的含有机EL材料的溶液，其中有机EL材料至少包含主体和掺杂剂，主体为萘衍生物，并且溶剂以0.5重量%以上溶解主体。并且，粘度为5cP以上。此外，溶剂包含具有具有1至10个碳原子的烷基的烷基取代的联苯作为取代基。