

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5194031号
(P5194031)

(45) 発行日 平成25年5月8日(2013.5.8)

(24) 登録日 平成25年2月8日(2013.2.8)

(51) Int.Cl.		F I	
HO 1 L 51/50	(2006.01)	HO 5 B 33/14	B
CO 9 K 11/06	(2006.01)	CO 9 K 11/06	6 9 0
CO 7 D 239/26	(2006.01)	CO 7 D 239/26	

請求項の数 5 (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2009-548050 (P2009-548050)	(73) 特許権者	000006644
(86) (22) 出願日	平成20年12月24日 (2008.12.24)		新日鉄住金化学株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2008/073468		東京都千代田区外神田四丁目14番1号
(87) 国際公開番号	W02009/084546	(74) 代理人	100082739
(87) 国際公開日	平成21年7月9日 (2009.7.9)		弁理士 成瀬 勝夫
審査請求日	平成23年8月9日 (2011.8.9)	(74) 代理人	100087343
(31) 優先権主張番号	特願2007-336283 (P2007-336283)		弁理士 中村 智廣
(32) 優先日	平成19年12月27日 (2007.12.27)	(74) 代理人	100088203
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 佐野 英一
		(74) 代理人	100132230
			弁理士 佐々木 一也
		(72) 発明者	甲斐 孝弘
			福岡県北九州市戸畑区大字中原先の浜46番地の80 新日鉄化学株式会社内

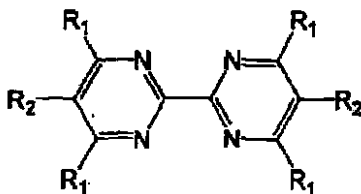
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機電界発光素子用化合物及びこれを用いた有機電界発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

基板上に、陽極、有機層及び陰極が積層されてなる有機電界発光素子において、有機層の少なくとも1つが発光層であり、該発光層がホスト材と燐光発光ドーパントを含有する発光層であり、ホスト材が下記一般式(1)で表わされる有機電界発光素子用化合物を含むことを特徴とする有機電界発光素子。



(1)

式中、 R_1 はそれぞれ独立して水素、炭素数6～25の芳香族炭化水素基、炭素数2～24の芳香族複素環基、又は芳香族炭化水素基若しくは芳香族複素環基で置換されたアミノ基を表し、 R_2 はそれぞれ独立して、水素、炭素数1～12のアルキル基、炭素数1～12のアルコキシ基、又は炭化水素基若しくは複素環基で置換されたアミノ基を表わす。

【請求項2】

一般式(1)において、 R_1 が独立に、炭素数6～14の芳香族炭化水素基、炭素数3

～ 13 の芳香族複素環基、又は炭素数 6 ～ 14 の芳香族炭化水素基若しくは炭素数 3 ～ 13 の芳香族複素環基で置換されたアミノ基である請求項 1 に記載の有機電界発光素子。

【請求項 3】

一般式 (1) において、 R_2 が水素又は炭素数 1 ～ 12 のアルキル基である請求項 1 に記載の有機電界発光素子。

【請求項 4】

一般式 (1) において、 R_1 がフェニル基又は炭素数 1 ～ 3 のアルキル置換フェニル基であり、 R_2 が水素又は炭素数 1 ～ 3 のアルキル基である請求項 1 に記載の有機電界発光素子。

【請求項 5】

発光層中の燐光発光ドーパントの含有量が 5 ～ 10 重量%である請求項 1 に記載の有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は有機電界発光素子用化合物及びこれを用いた有機電界発光素子に関するものであり、詳しくは、有機化合物からなる発光層に電界をかけて光を放出する薄膜型デバイスに関するものである。

【背景技術】

【0002】

一般に、有機電界発光素子（以下、有機 EL 素子という）、その最も簡単な構造としては発光層及び該層を挟んだ一对の対向電極から構成されている。すなわち、有機 EL 素子では、両電極間に電界が印加されると、陰極から電子が注入され、陽極から正孔が注入され、これらが発光層において再結合し、光を放出する現象を利用する。

【0003】

近年、有機薄膜を用いた有機 EL 素子の開発が行われるようになった。特に、発光効率を高めるため、電極からキャリア注入の効率向上を目的として電極の種類最適化を行い、芳香族ジアミンからなる正孔輸送層と 8-ヒドロキシキノリンアルミニウム錯体（以下、Alq3 という）からなる発光層とを電極間に薄膜として設けた素子の開発により、従来のアントラセン等の単結晶を用いた素子と比較して大幅な発光効率の改善がなされたことから、自発光・高速応答性といった特徴を持つ高性能フラットパネルへの実用化を目指して進められてきた。

【0004】

また、素子の発光効率を上げる試みとして、蛍光ではなく燐光を用いることも検討されている。上記の芳香族ジアミンからなる正孔輸送層と Alq3 からなる発光層とを設けた素子をはじめとした多くの素子が蛍光発光を利用したものであったが、燐光発光を用いる、すなわち、三重項励起状態からの発光を利用することにより、従来の蛍光（一重項）を用いた素子と比べて、3 ～ 4 倍程度の効率向上が期待される。この目的のためにクマリン誘導体やベンゾフェノン誘導体を発光層とすることが検討されてきたが、極めて低い輝度しか得られなかった。また、三重項状態を利用する試みとして、ユーロピウム錯体を用いることが検討されてきたが、これも高効率の発光には至らなかった。近年では、特許文献 1 に挙げられるように発光の高効率化や長寿命化を目的にイリジウム錯体等の有機金属錯体を中心に研究が多数行われている。

【0005】

【特許文献 1】特表 2003-515897 号公報

【特許文献 2】特開 2001-313178 号公報

【特許文献 3】特許第 3711157 号公報

【特許文献 4】特開 2006-510732 号公報

【非特許文献 1】Applied Physics Letters, 2003, 83, 569-571

【非特許文献 2】Applied Physics Letters, 2003, 82, 2422-2424

10

20

30

40

50

【0006】

高い発光効率を得るには、前記ドーパント材料と同時に、使用するホスト材料が重要になる。ホスト材料として提案されている代表的なものとして、特許文献2で紹介されているカルbazol化合物の4,4'-ビス(9-カルbazolリル)ピフェニル(以下、CBPという)が挙げられる。CBPはトリス(2-フェニルピリジン)イリジウム錯体(以下、Ir(ppy)3という)に代表される緑色燐光発光材料のホスト材料として使用した場合に比較的良好な発光特性を示す。一方で、青色燐光発光材料のホスト材料として使用した場合には十分な発光効率は得られない。これは、CBPの最低励起三重項状態のエネルギーレベルが、一般的な青色燐光発光材料のそれより低いために、青色燐光発光材料の三重項励起エネルギーがCBPに移動することに起因する。つまり、燐光ホスト材料は、燐光発光材料よりも高い三重項励起エネルギーを持つことで、燐光発光材料の三重項励起エネルギーを効果的に閉じ込め、その結果高い発光効率が達成される。このエネルギー閉じ込め効果改善を目的として、非特許文献1ではCBPの構造改変により三重項励起エネルギーを向上させており、これによりビス[2-(4,6-ジフルオロフェニル)ピリジナト-N, C2'] (ピコリナト)イリジウム錯体(以下、FIrpicという)の発光効率を向上させている。また、非特許文献2では、1,3-ジカルbazolリルベンゼン(以下、mCPという)をホスト材料に用いることで、同様の効果により発光効率を改善している。しかしながら、これらの材料においては、特に耐久性の観点から実用上満足できるものではない。

10

【0007】

また、高い発光効率を得るためには、バランスの良い両電荷(正孔・電子)の注入輸送特性が必要となる。CBPは正孔輸送能に対して電子輸送能が劣るために、発光層中の電荷のバランスが崩れ、過剰の正孔は陰極側に流出し、発光層中の再結合確率の低下による発光効率低下を招く。更に、この場合、発光層の再結合領域は陰極側の界面近傍の狭い領域に限られるために、Alq3のようなIr(ppy)3に対して最低励起三重項状態のエネルギーレベルが低い電子輸送材料を用いた場合、ドーパントから電子輸送材料への三重項励起エネルギーの移動による発光効率低下も起こり得る。

20

【0008】

電子輸送層への正孔の流出防止策として、発光層と電子輸送層の間に正孔阻止層を設ける手法がある。この正孔阻止層により正孔を発光層中に効率よく蓄積することによって、発光層中での電子との再結合確率を向上させ、発光効率を向上させることができることが知られている(特許文献2)。一般的に用いられている正孔阻止材料として、2,9-ジメチル-4,7-ジフェニル-1,10-フェナントロリン(以下、BCPという)及びp-フェニルフェノラト-ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(以下、BAIqという)が挙げられる。これにより、発光層から電子輸送層への正孔の流出を防止することは可能であるが、両材料共にIr(ppy)3等の燐光発光ドーパントに対して最低励起三重項状態のエネルギーレベルが低いために、満足できる効率は得られない。

30

【0009】

また、BCPは室温でも結晶化し易く材料としての信頼性に欠けるため、素子寿命が極端に短い。BAIqはTgが約100と比較的良好な素子寿命結果が報告されているが、正孔阻止能力が十分でない。

40

【0010】

前述の例より、有機EL素子で高い発光効率を得るには、高い三重項励起エネルギーを有し、かつ両電荷(正孔・電子)注入輸送特性においてバランスがとれたホスト材料が求められることがわかる。更に、電気化学的に安定であり、高い耐熱性と共に優れたアモルファス安定性を備える化合物が望まれるが、このような特性を実用レベルで満足する化合物は未だ知られて無いのが現状である。

【0011】

特許文献3及び4においては、いくつかの特定のピリミジン骨格を有する有機EL素子用化合物の開示がなされている。しかし、特許文献3においてはp-位に共役系の置換基を有するピリミジン2,5-ジイルを2つ以上有する化合物及びその製造方法を開示するの

50

みであり、有機EL素子用材料と記載はあるものの、有機EL素子用材料としての有用性については検証されていない。また、特許文献4においては、発光層用材料として使用できるピリミジン骨格を含有する化合物を開示しているが、ビピリミジン骨格を含有する化合物を開示するものではなく、燐光系ホスト材料としての使用を開示するものでもない。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

有機EL素子をフラットパネルディスプレイ等の表示素子に応用するためには、素子の発光効率を改善すると同時に駆動時の安定性を十分に確保する必要がある。本発明は、上記現状に鑑み、高効率かつ高い駆動安定性を有した実用上有用な有機EL素子及びそれに適する化合物を提供することを目的とする。

10

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明者らは、鋭意検討した結果、特定構造のビピリミジン化合物を有機EL素子に使用することで、上記課題を解決することができることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0014】

すなわち、ビピリミジン骨格を持つ化合物群が、バランスの良い良好な両電荷（正孔・電子）注入輸送特性を示すことを見出し、該化合物を有する有機EL素子が優れた特性を示すことを明らかにした。

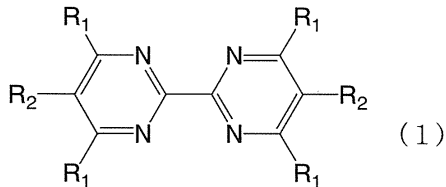
20

【0015】

加えて、該化合物群は良好な薄膜安定性と熱安定性を有することを見出し、該化合物を含む有機EL素子が、優れた駆動安定性を示す耐久性の高い素子であることを明らかにし、本発明を完成した。

【0016】

本発明は、一般式(1)で表わされるビピリミジン骨格を持つ有機電界発光素子用化合物に係る。



30

式中、R₁はそれぞれ独立して水素、炭素数6～25の芳香族炭化水素基、炭素数2～24の芳香族複素環基、又は芳香族炭化水素基若しくは芳香族複素環基で置換されたアミノ基を表し、R₂はそれぞれ独立して、水素、炭素数1～12のアルキル基、炭素数1～12のアルコキシ基、又は炭化水素基若しくは複素環基で置換されたアミノ基を表わす。

【0017】

また、本発明は、基板上に、陽極、有機層及び陰極が積層されてなる有機電界発光素子において、上記の有機電界発光素子用化合物を含む有機層を有する有機電界発光素子に係る。別の観点から本発明は、基板上に、陽極、有機層及び陰極が積層されてなる有機電界発光素子において、有機層の少なくとも1つが発光層であり、該発光層がホスト材と燐光発光ドーパントを含有する発光層であり、発光層中の燐光発光ドーパントの含有量が5～10重量%であり、ホスト材が上記一般式(1)で表わされる有機電界発光素子用化合物を含むことを特徴とする有機電界発光素子に係る。

40

【0018】

また、本発明は、次の態様を有する。

1) 一般式(1)において、R₁が独立に、炭素数6～14の芳香族炭化水素基、炭素数3～13の芳香族複素環基、又は炭素数6～14の芳香族炭化水素基若しくは炭素数3～1

50

3の芳香族複素環基で置換されたアミノ基である上記の有機電界発光素子用化合物。

2)一般式(1)において、 R_2 が水素又は炭素数1~12のアルキル基である上記有機電界発光素子用化合物。

3)一般式(1)において、 R_1 がフェニル基又は炭素数1~3のアルキル置換フェニル基であり、 R_2 が水素又は炭素数1~3のアルキル基である上記有機電界発光素子用化合物

4)基板上に、陽極、有機層及び陰極が積層されてなる有機電界発光素子において、上記の有機電界発光素子用化合物を含む有機層が、発光層、正孔輸送層、電子輸送層及び正孔阻止層からなる群れから選ばれる少なくとも一つの層である上記の有機電界発光素子。

5)上記の有機電界発光素子用化合物を含む有機層が、更に燐光発光ドーパントを含有する発光層である上記の有機電界発光素子。

10

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】は本発明の有機EL素子の一例を示した模式断面図である。

【0020】

符号の説明：1 基板、2 陽極、3 正孔注入層、4 正孔輸送層、5 発光層、6 電子輸送層、7 陰極

【発明を実施するための最良の形態】

【0021】

本発明の有機EL素子用化合物は前記一般式(1)で表される。

20

一般式(1)において、 R_1 はそれぞれ独立して、水素、炭素数6~25の芳香族炭化水素基、炭素数2~24の芳香族複素環基、又は芳香族炭化水素基若しくは芳香族複素環基で置換されたアミノ基を表す。

【0022】

ここで、炭素数6~25の芳香族炭化水素基は、6~14の芳香族炭化水素基がより好ましく挙げられる。炭素数2~24の芳香族複素環基は、炭素数3~13の芳香族複素環基がより好ましく挙げられる。芳香族炭化水素基若しくは芳香族複素環基で置換されたアミノ基としては、炭素数6~14の芳香族炭化水素基又は炭素数3~13の芳香族複素環基で置換されたアミノ基がより好ましく挙げられる。

【0023】

30

一般式(1)において、 R_2 はそれぞれ独立して、水素、炭素数1~12のアルキル基、炭素数1~12のアルコキシ基、又は炭化水素基若しくは複素環基で置換されたアミノ基を表す。より好ましくは、水素、炭素数1~12のアルキル基である。

【0024】

ここで、アミノ基に置換する炭化水素基としては、炭素数1~12のアルキル基、炭素数6~25、好ましくは6~14の芳香族炭化水素基が挙げられる。複素環基としては、炭素数3~13の芳香族複素環基が挙げられる。

【0025】

R_1 、 R_2 において、芳香族複素環基としてはN原子を1~3個有する含窒素複素環基、好ましくは含窒素芳香族複素環基が挙げられる。

40

【0026】

芳香族炭化水素基の好ましい具体例としては、フェニル基、ナフチル基、フェナントリル基、アントリル基、インデニル基、ピフェニル基、ターフェニル基、テトラフェニル基等が挙げられ、より好ましくはフェニル基、ピフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基である。

【0027】

芳香族複素環基の好ましい例としては、チエニル基、フリル基、ピラニル基、ピロリル基、イミダゾリル基、ピラゾリル基、イソチザゾリル基、イソオキサゾリル基、ピリジリル基、ピラジニル基、ピリミジニル基、ピリダジニル基、チアントレニル基、イソベンゾフリル基、クロメンニル基、ギサンテニル基、フェノキサチニル基、インドリジニル基、イ

50

ソインドリル基、インダゾリル基、プリニル基、キノリニル基、イソキノリル基、キノリル基、フタラジニル基、ナフチリジニル基、キノキサリニル基、キナゾリンニル基、シンノリニル基、プテリジニル基、カルバゾリル基、カルボリニル基、フェナントリジニル基、アクリジニル基、ペリミジニル基、フェナントロリニル基、フェナジニル基、フェノチアジニル基、フラザニル基、フェノキサジニル基、チアゾリル基、オキサゾリル基、ジベンゾジオキシニル基、トリアゾリル基、ベンゾオキサゾリル基、ベンゾチアゾリル基、ベンゾイミダゾリル基、ベンゾトリアゾリル基などが挙げられ、より好ましくは、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、カルバゾリル基等が挙げられる。

【0028】

置換アミノ基の好ましい例としては、上記で例示した芳香族炭化水素基又は芳香族複素環基がアミノ基に置換した置換アミノ基が挙げられる。

10

【0029】

炭素数1~12のアルキル基の好ましい例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ステアリル基等が挙げられる。炭素数1~12のアルコキシ基の好ましい例としては、上記アルキルに対応するアルコキシ基が挙げられる。

【0030】

ここで、 R_1 が炭素数6~25の芳香族炭化水素基、炭素数2~24の芳香族複素環基、である場合、上記芳香族炭化水素基、芳香族複素環基は、置換基を有してもよい。そして、置換基が炭素原子を含む場合は、炭素数はその炭素数も含めて計算する。また、 R_1 、 R_2 において、炭化水素基若しくは複素環基で置換されたアミノ基である場合、上記炭化水素基、複素環基は、置換基を有してもよい。そして、芳香族炭化水素基、芳香族複素環基、炭化水素基又は複素環基が有し得る置換基の好ましい例としては、芳香族炭化水素基、炭素数1~12のアルキル基、複素環基、置換アミノ基等が挙げられる。

20

【0031】

置換基の具体例としては、アルキル基、アラルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シアノ基、ジアルキルアミノ基、ジアリールアミノ基、ジアラルキルアミノ基、アミノ基、ニトロ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、カルボキシル基、アルコキシル基、アルキルスルホニル基、ハロアルキル基、水酸基、アミド基、置換若しくは未置換の芳香族炭化水素基又は芳香族複素環基等がある。好ましくは、炭素数1~4のアルキル基、炭素数1~4のアルコキシ基、フェノキシ基、置換アミノ基、置換若しくは未置換の炭素数5~18の芳香族炭化水素基又は炭素数3~17の芳香族複素環基である。より好ましい置換基としては、炭素数6~14の芳香族炭化水素基、炭素数3~13の芳香族複素環基である。

30

【0032】

一般式(1)において、4つの R_1 は独立して変化しうるが、好ましくは4つの R_1 は水素以外の置換基であることが好ましい。また、一般式(1)において、2つの R_2 は独立して変化しうるが、2つの R_2 は水素又は炭素数1~12のアルキル基であることが好ましい。一般式(1)において、4つの R_1 がフェニル基又は炭素数1~3のアルキル置換フェニル基であり、2つの R_2 が水素又は炭素数1~3のアルキル基であることがより好ましい。

40

【0033】

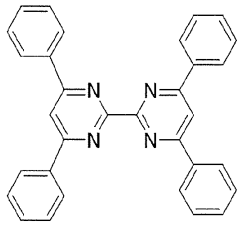
一般式(1)で表される2,2'-ビピリミジルを基本骨格とする化合物は、1,1',3,3'位の窒素原子同士の反発により両ピリミジン環がねじれた構造をとり、このために高い三重項励起エネルギーを有する。また、該基本骨格は高い電子注入輸送特性を有しており、芳香族炭化水素基や芳香族複素環基、または置換アミノ基を導入することで、この電子注入輸送特性を維持し正孔注入輸送特性を向上させることが可能である。これらの理由で本発明化合物はバランスの良い両電荷注入輸送特性を実現した。特に4,4',6,6'位に芳香族基、あるいは置換アミノ基を導入することで、高い三重項励起エネルギーレベルを維持し、正孔・電子の注入輸送特性を制御することが可能となる。

【0034】

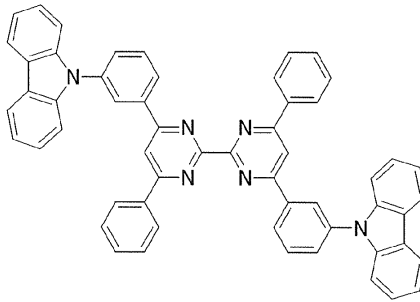
50

一般式(1)で表される化合物の具体例を以下に示す。

【0035】

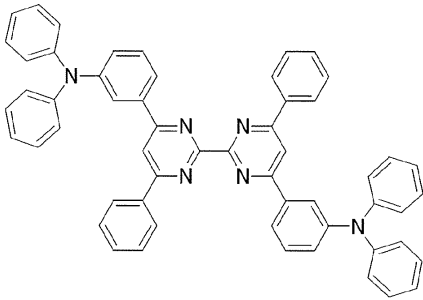


(1)

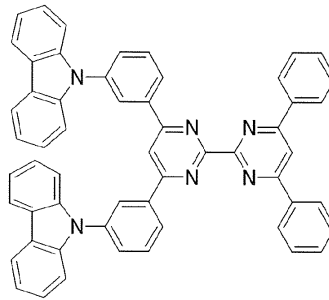


(2)

10

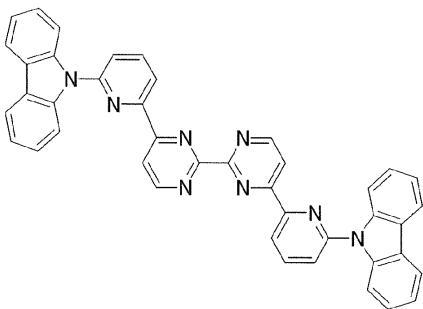


(3)

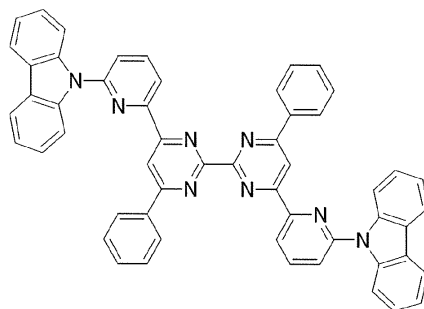


(4)

20

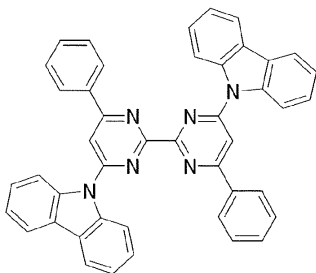


(5)

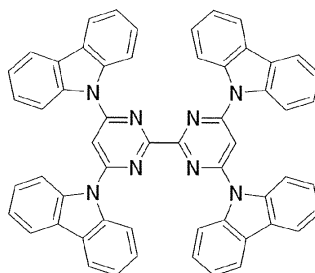


(6)

30



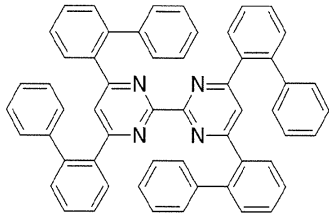
(7)



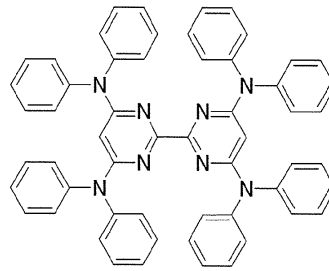
(8)

40

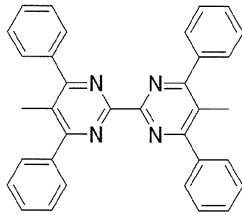
【0036】



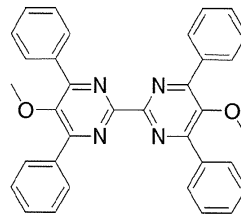
(9)



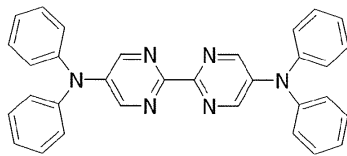
(10)



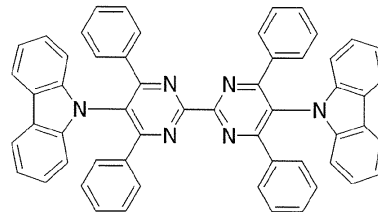
(11)



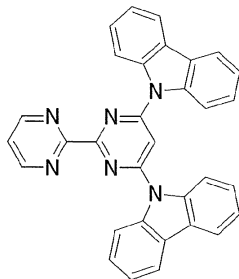
(12)



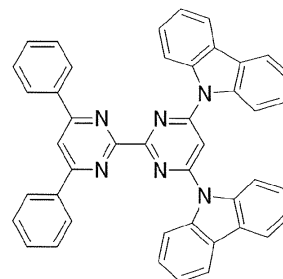
(13)



(14)



(15)



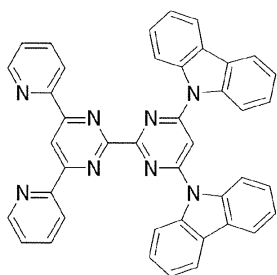
(16)

10

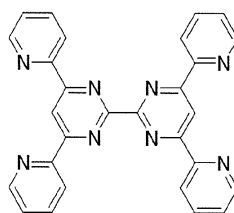
20

30

【 0 0 3 7 】

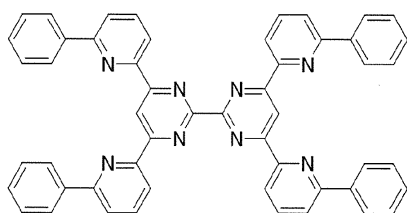


(17)

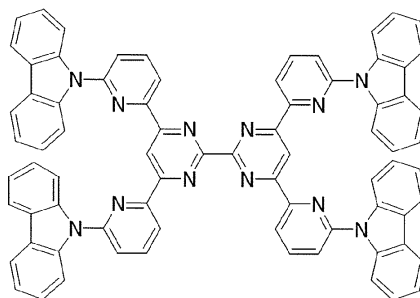


(18)

10

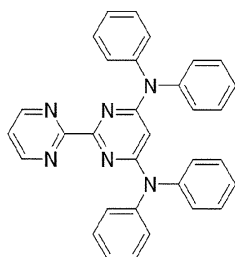


(19)

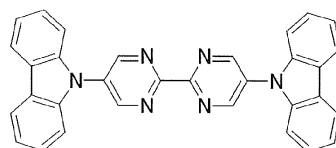


(20)

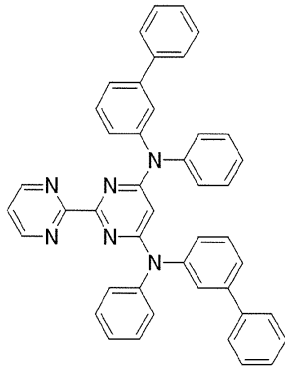
20



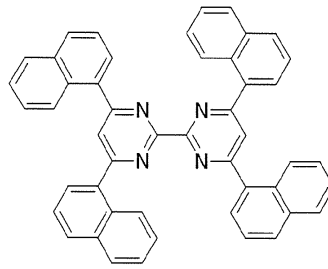
(21)



(22)

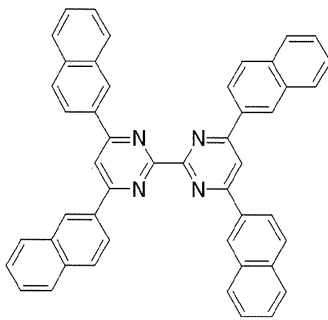


(23)

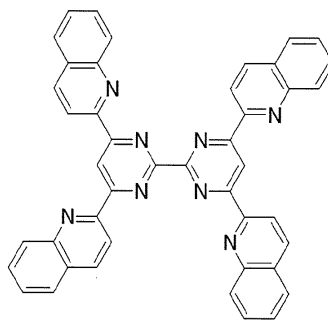


(24)

10

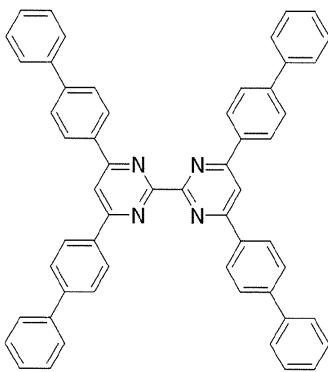


(25)

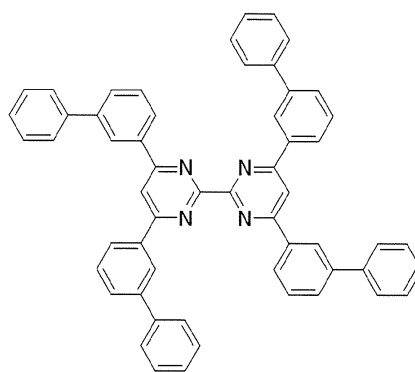


(26)

20



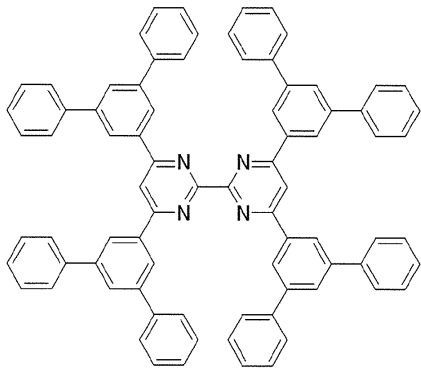
(27)



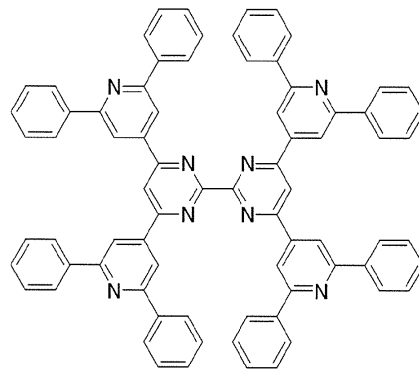
(28)

30

【 0 0 3 9 】

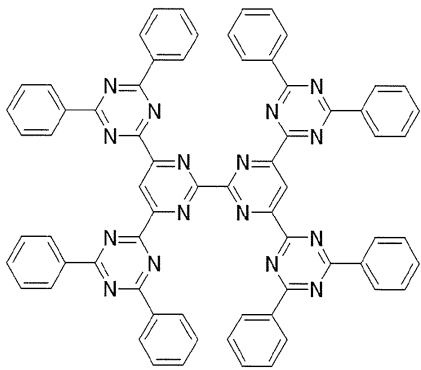


(29)

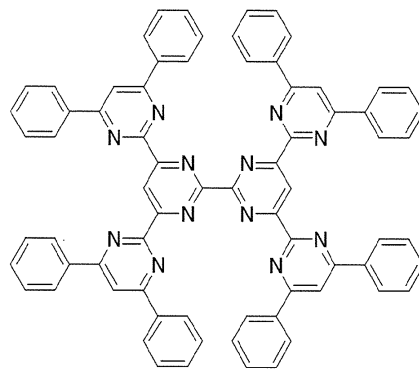


(30)

10

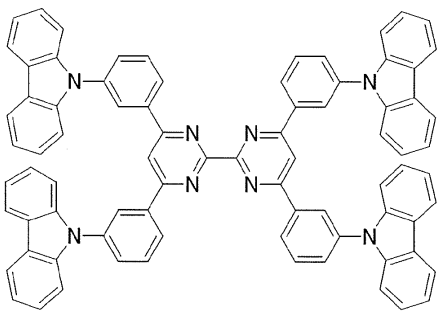


(31)

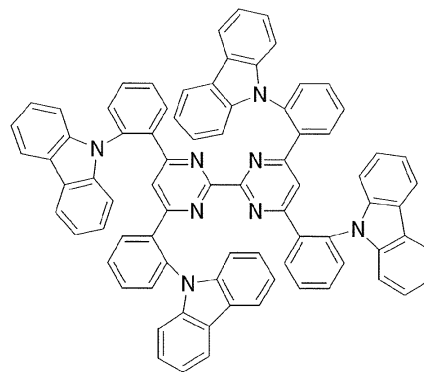


(32)

20



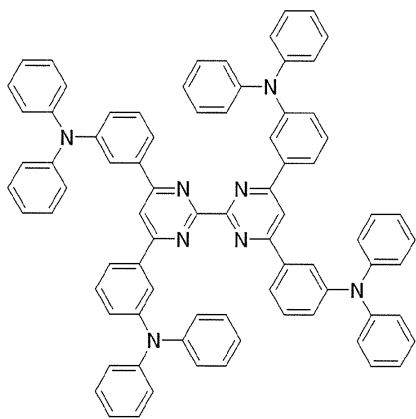
(33)



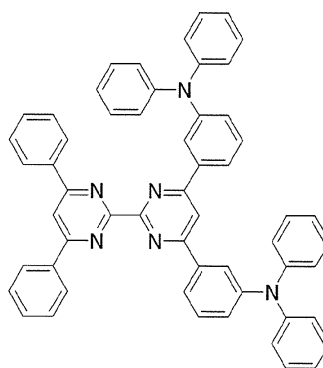
(34)

30

【 0 0 4 0 】

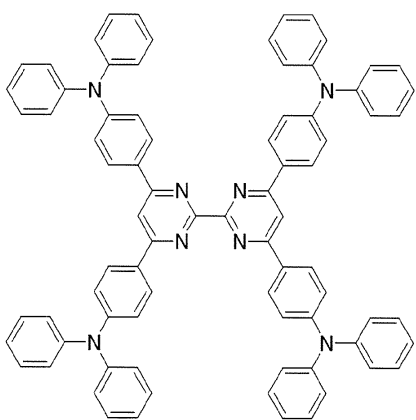


(35)

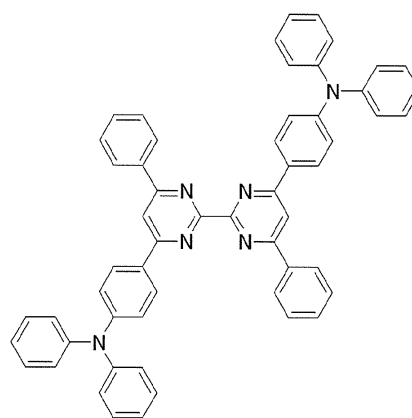


(36)

10

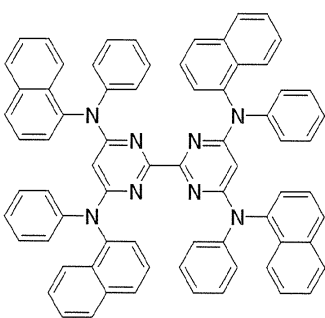


(37)

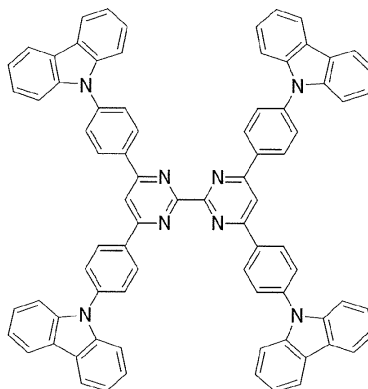


(38)

20



(39)



(40)

30

【0041】

本発明の有機電界発光素子用化合物は、有機EL素子の有機層に含有させることにより、優れた有機電界発光素子を与える。好ましくは、発光層に含有させることがよいが、更に好ましくは、燐光発光ドーパントを含有する発光層のホスト材料として含有させることがよい。

【0042】

発光層における燐光発光ドーパント材料としては、ルテニウム、ロジウム、パラジウム、銀、レニウム、オスミウム、イリジウム、白金及び金から選ばれる少なくとも一つの金属を含む有機金属錯体を含有するものがよい。かかる有機金属錯体は、前記特許文献等で公知であり、これらが選択されて使用可能である。

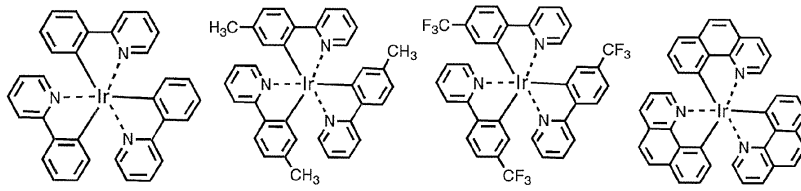
40

50

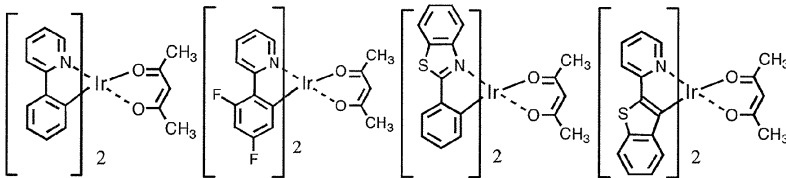
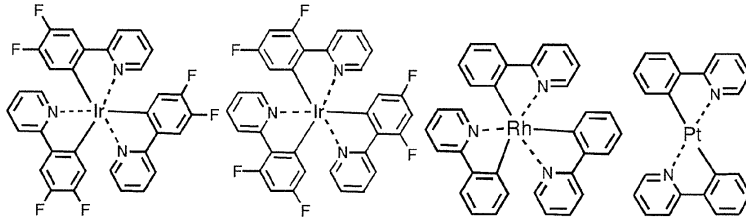
【 0 0 4 3 】

好ましい燐光発光ドーパントとしては、Ir等の貴金属元素を中心金属として有するIr(p py)₃等の錯体類、Ir(bt)₂・acac₃等の錯体類、PtOEt₃等の錯体類が挙げられる。これらの錯体類の具体例を以下に示すが、下記の化合物に限定されない。

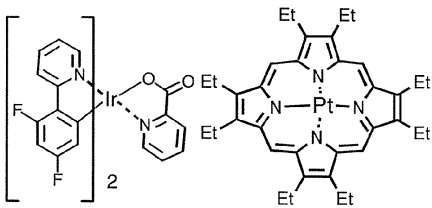
【 0 0 4 4 】



10

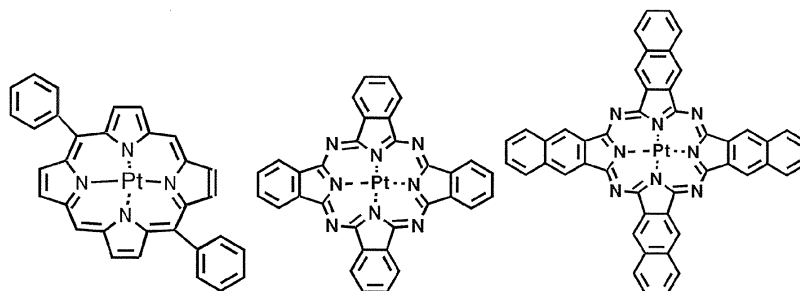
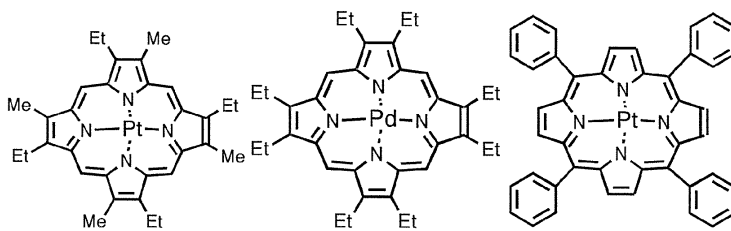


20



30

【 0 0 4 5 】



40

【 0 0 4 6 】

発光層中に燐光発光ドーパントを含有させる場合、燐光発光ドーパントが発光層中に含有される量は、1～20重量%の範囲が適するが、5～10重量%の範囲にあることがよ

50

り好ましい。この場合、前記一般式(1)で表される本発明の有機EL素子用化合物が発光層中に含有される量は、50重量%以上、より好ましくは70重量%以上、更に好ましくは90~95重量%の範囲とすることがよい。発光層中のホスト材として本発明の有機EL素子用化合物以外のホスト材を含むことも可能である。しかし、ホスト材の80重量%以上、好ましくは全部を本発明の有機EL素子用化合物とすることがよい。

【0047】

次に、本発明の有機EL素子用化合物を用いた有機EL素子について説明する。

【0048】

本発明の有機EL素子は、基板上に積層された陽極と陰極の間に、少なくとも一つの発光層を有する有機層を有し、且つ少なくとも一つの有機層は、本発明の有機EL素子用化合物を含む。有利には、本発明の有機EL素子用化合物を発光層中に含む。更に有利には、燐光発光ドーパントと共に本発明の有機EL素子用化合物を発光層中に含む。

10

【0049】

次に、本発明の有機EL素子の構造について、図面を参照しながら説明するが、本発明の有機EL素子の構造は何ら図示のものに限定されるものではない。

【0050】

図1は本発明に用いられる一般的な有機EL素子の構造例を模式的に示す断面図であり、1は基板、2は陽極、3は正孔注入層、4は正孔輸送層、5は発光層、6は電子輸送層、7は陰極を各々表わす。本発明の有機EL素子では、基板、陽極、発光層及び陰極を必須の層として有するが、必須の層以外の層に、正孔注入輸送層、電子注入輸送層を有することがよく、更に発光層と電子注入輸送層の間に正孔阻止層を有することがよい。なお、正孔注入輸送層は、正孔注入層と正孔輸送層のいずれか又は両者を意味し、電子注入輸送層は、電子注入層と電子輸送層のいずれか又は両者を意味する。

20

【0051】

なお、図1とは逆の構造、すなわち、基板1上に陰極7、電子輸送層6、発光層5、正孔輸送層4、陽極2の順に積層することも可能であり、既述したように少なくとも一方が透明性の高い2枚の基板の間に本発明の有機EL素子を設けることも可能である。この場合も、必要により層を追加したり、省略したりすることが可能である。

【0052】

本発明は、有機EL素子が、単一の素子、アレイ状に配置された構造からなる素子、陽極と陰極がX-Yマトリックス状に配置された構造のいずれにおいても適用することができる。本発明の有機EL素子によれば、発光層に特定の骨格を有する化合物と、燐光発光ドーパントを含有させることにより、従来の一重項状態からの発光を用いた素子よりも発光効率が高くかつ駆動安定性においても大きく改善された素子が得られ、フルカラーあるいはマルチカラーのパネルへの応用において優れた性能を発揮できる。

30

【実施例】

【0053】

以下、本発明を実施例によって更に詳しく説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではなく、その要旨を越えない限りにおいて、種々の形態で実施することが可能である。

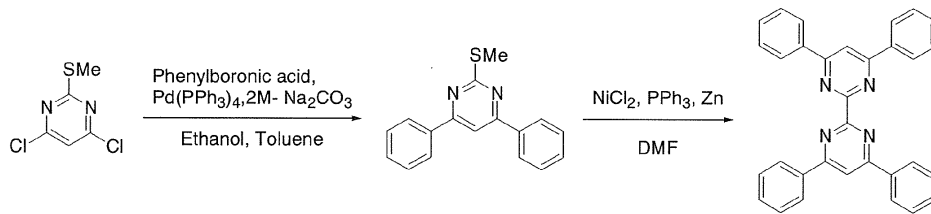
40

【0054】

実施例1

以下に示すルートにより化合物1を合成した。なお、化合物番号は、上記化学式に付した番号に対応する。

【0055】



1

10

【 0 0 5 6 】

窒素気流下2000 ml三口フラスコに4,6-ジクロロ-2-(メチルチオ)ピリミジン 15.0 g (76.9mmol)、フェニルボロン酸 24.3 g(185mmol)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) 6.80 g (6.15mmol)、エタノール200 ml、トルエン600 mlを加えて攪拌した。その後、炭酸ナトリウム60.0 gを水285 mlに溶解させ、これを同フラスコ内に加え90 にて一晩攪拌した。室温まで冷却した後、水500 mlを加え、攪拌後、有機層と水層に分画した。有機層を200 mlの水で三回洗浄し、その後、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水し、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去した。得られた灰色固体(30.0g)を活性炭処理し、白色粉末(25.0g)を得た。

【 0 0 5 7 】

20

次に、窒素気流下 2000 ml三口フラスコにニッケルクロリド無水物 9.30 g(72mmol)、トリフェニルホスフィン 75.5 g(288mmol)、ジメチルホルムアミド300 mlを加えて、15分脱気を行った。50 にて15分攪拌した後、フラスコ内に亜鉛 7.02(108mmol)を加え、30分攪拌した。その後、上記で得た白色粉末20.0 g (72mmol)をジメチルホルムアミド200 mlに溶解させ、これを同フラスコ内に加え、90 にて三日間攪拌した。室温まで冷却した後、10%アンモニア水500 mlを加え、攪拌後、析出した灰色固体を濾取した。得られた固体をTHFとメタノールにより晶析精製し、淡黄色固体を得た。その後、活性炭処理を行い、白色粉末状の化合物1(4.95g)を得た。

【 0 0 5 8 】

APCI-MS, m/z 463 [M+1]⁺ 融点, 257

30

【 0 0 5 9 】

実施例 2

膜厚 110 nm の酸化インジウムスズ(ITO)からなる陽極が形成されたガラス基板上に、各薄膜を真空蒸着法にて、真空度 4.0×10^{-4} Pa で積層させた。まず、ITO 上に正孔注入層として、銅フタロシアニン(CuPC)を 30 nm の厚さに形成した。次に、正孔輸送層として NPB を 80 nm の厚さに形成した。次に、正孔輸送層上に、発光層として化合物 1 と青色燐光材料であるイリジウム錯体[イリジウム(III)ビス(4,6-ジ-フルオロフェニル)-ピリジネート-N,C2']ピコリネート](Flrpic)とを異なる蒸着源から、共蒸着し、35 nm の厚さに形成した。Flrpicの濃度は 8.0 %であった。次に、電子輸送層として Alq3 を 25 nm の厚さに形成した。更に、電子輸送層上に、電子注入層としてフッ化リチウム(LiF)を 0.5nmの厚さに形成した。最後に、電子注入層上に、電極としてアルミニウム(Al)を170 nm の厚さに形成し、図 1 に示す素子構成例の陰極と電子輸送層の間に、電子注入層を追加した構成の有機 EL 素子を作成した。

40

【 0 0 6 0 】

得られた有機 EL 素子に外部電源を接続し直流電圧を印加したところ、表 1 に示すような発光特性を有することが確認された。表 1 において、輝度、電圧、及び発光効率、は、10 mA/cm²での値を示す。なお、素子発光スペクトルの極大波長は470 nmであり、Flrpicからの発光が得られていることがわかった。

【 0 0 6 1 】

実施例 3

50

発光層のホスト材料として、化合物 8 を用いた以外は実施例 2 と同様にして有機 E L 素子を作成した。表 1 に発光特性を示す。なお、素子発光スペクトルの極大波長は 470 nm であり、Flrpic からの発光が得られていることがわかった。

【 0 0 6 2 】

実施例 4

発光層のホスト材料として、化合物 1 0 を用いた以外は実施例 2 と同様にして有機 E L 素子を作成した。表 1 に発光特性を示す。なお、素子発光スペクトルの極大波長は 470 nm であり、Flrpic からの発光が得られていることがわかった。

【 0 0 6 3 】

実施例 5

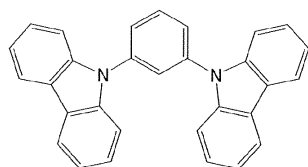
発光層のホスト材料として、化合物 2 2 を用いた以外は実施例 2 と同様にして有機 E L 素子を作成した。表 1 に発光特性を示す。なお、素子発光スペクトルの極大波長は 470 nm であり、Flrpic からの発光が得られていることがわかった。

【 0 0 6 4 】

比較例 1

発光層のホスト材料として、1,3-ジカルバゾリルベンゼン (mCP) を用いた以外は実施例 2 と同様にして有機 E L 素子を作成した。表 1 に発光特性を示す。

【 0 0 6 5 】



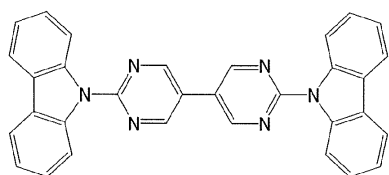
(mCP)

【 0 0 6 6 】

比較例 2

発光層のホスト材料として、H-1 を用いた以外は実施例 2 と同様にして有機 E L 素子を作成した。表 1 に発光特性を示す。

【 0 0 6 7 】



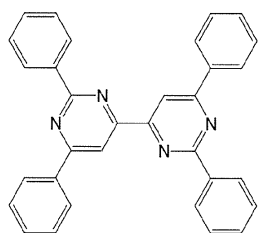
(H-1)

【 0 0 6 8 】

比較例 3

発光層のホスト材料として、H-2 を用いた以外は実施例 2 と同様にして有機 E L 素子を作成した。表 1 に発光特性を示す。

【 0 0 6 9 】



(H-2)

10

20

30

40

50

【 0 0 7 0 】

【 表 1 】

	輝度 (cd/m ²)	電圧 (V)	視感発光効率 (lm/W)
実施例 2	1140	9.8	3.7
実施例 3	1215	8.2	4.7
実施例 4	1145	9.7	3.7
実施例 5	950	9.9	3.0
比較例 1	875	13.2	2.1
比較例 2	210	9.6	0.7
比較例 3	85	9.4	0.3

10

【 0 0 7 1 】

表 1 より、本発明の化合物を使用した例（実施例 2 ~ 5）は、青色ホスト材料として公知の mCP（比較例 1）と比較して高い発光効率を示すことが判る。また、5,5'-ビピリミジルを基本骨格に持つ H-1（比較例 2）や、4,4'-ビピリミジルを基本骨格に持つ H-2（比較例 3）は低い発光効率に留まっており、2,2'-ビピリミジル基本骨格の有用性は明らかである。

20

【 0 0 7 2 】

本発明の有機 EL 素子用化合物は、両電荷の注入輸送能が高いことから、これを有機 EL 素子に使用することにより、素子の駆動電圧が低減する。更に、発光層中の電荷のバランスが良好になることから、再結合確率が向上する。また、該化合物はドーパントの最低励起三重項状態のエネルギーを閉じ込めるのに十分高い最低励起三重項状態のエネルギーを有しているために、ドーパントからホスト分子への三重項励起エネルギーの移動を効果的に抑えることができる。以上の点から、高い発光効率を達成した。加えて、該化合物は良好なアモルファス特性と高い熱安定性を示し、また電気化学的に安定であることから、駆動寿命が長く、耐久性の高い有機 EL 素子を実現する。

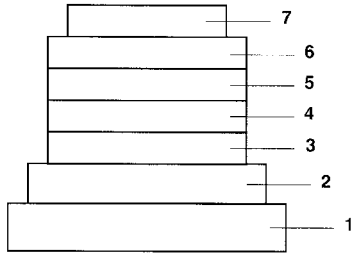
30

【 産業上の利用の可能性 】

【 0 0 7 3 】

本発明による有機 EL 素子は、発光特性、駆動寿命ならびに耐久性において、実用上満足できるレベルにあり、フラットパネルディスプレイ（携帯電話表示素子、車載表示素子、OA コンピュータ表示素子やテレビ等）、面発光体としての特徴を生かした光源（照明、複写機の光源、液晶ディスプレイや計器類のバックライト光源）、表示板や標識灯等への応用において、その技術的価値は大きいものである。

【 1】



フロントページの続き

- (72)発明者 小川 淳也
福岡県北九州市戸畑区大字中原先の浜46番地の80 新日鐵化学株式会社内
- (72)発明者 山本 敏浩
福岡県北九州市戸畑区大字中原先の浜46番地の80 新日鐵化学株式会社内

審査官 本田 博幸

- (56)参考文献 国際公開第03/078541(WO, A1)
特開2004-006287(JP, A)
特開2004-031004(JP, A)
ITAMI, K. et al, Pyrimidine-Core Extended -Systems: General Synthesis and Interesting
Fluorescent Properties, Journal of the American Chemical Society, 2004年, Vol.126
, No.47, p.15396-15397

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
CAplus(STN)
REGISTRY(STN)
JSTPlus(JDreamII)

专利名称(译)	用于有机电致发光器件的化合物和使用其的有机电致发光器件		
公开(公告)号	JP5194031B2	公开(公告)日	2013-05-08
申请号	JP2009548050	申请日	2008-12-24
[标]申请(专利权)人(译)	新日铁化学株式会社		
申请(专利权)人(译)	新日铁化学株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	新日铁住金化学株式会社		
[标]发明人	甲斐孝弘 小川淳也 山本敏浩		
发明人	甲斐 孝弘 小川 淳也 山本 敏浩		
IPC分类号	H01L51/50 C09K11/06 C07D239/26		
CPC分类号	H01L51/0067 C07D239/26 C07D239/42 C07D239/48 C07D401/14 C07D403/14 C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 C09K2211/1029 C09K2211/1044 H01L51/0085 H01L51/5016 H05B33/14		
FI分类号	H05B33/14.B C09K11/06.690 C07D239/26		
代理人(译)	佐野荣一 佐佐木哉		
审查员(译)	本田博之		
优先权	2007336283 2007-12-27 JP		
其他公开文献	JPWO2009084546A1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明公开了一种有机电致发光器件(有机EL器件),其发光效率得到改善,驱动稳定性得到充分保证,并且结构简单。还公开了可用于制造所述有机电致发光器件的化合物。该有机电致发光器件用化合物是联咪啶基化合物,其具有2,2'-联咪啶基的基本骨架,并被芳族烃基,芳族杂环基或取代的氨基取代。上述有机电致发光器件在阳极和阴极之间具有发光层,所述发光层在基板上一个接一个地堆叠,并且所述发光层包含磷光掺杂剂和上述联咪啶基化合物作为主体材料。

