

(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2007-335852

(P2007-335852A)

(43) 公開日 平成19年12月27日(2007.12.27)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14 B	3K107
C09K 11/06 (2006.01)	H05B 33/22 B	4C063
C07D 235/26 (2006.01)	H05B 33/22 D	
C07D 403/14 (2006.01)	C09K 11/06 690	
	C07D 235/26 C	
審査請求 未請求 請求項の数 15 O L (全 54 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2007-128159 (P2007-128159)	(71) 出願人	000005968
(22) 出願日	平成19年5月14日 (2007.5.14)		三菱化学株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2006-137939 (P2006-137939)		東京都港区芝4丁目14番1号
(32) 優先日	平成18年5月17日 (2006.5.17)	(74) 代理人	100086911
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 重野 剛
		(72) 発明者	飯田 宏一朗
			神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番
			地 株式会社三菱化学科学技術研究センタ
			一内
		(72) 発明者	石川 広典
			神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番
			地 株式会社三菱化学科学技術研究センタ
			一内
最終頁に続く			

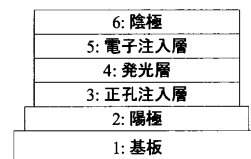
(54) 【発明の名称】 電荷輸送材料、有機電界発光素子用組成物、有機電界発光素子用薄膜および有機電界発光素子

(57) 【要約】

【課題】湿式製膜法により形成された層を有する有機電界発光素子であって、該層が結晶化しにくく、発光効率が低い有機電界発光素子を提供する。

【解決手段】励起三重項状態と基底状態のエネルギー差が2.9 eV以上であり、ガラス転移温度が120℃以上である化合物からなる電荷輸送材料。この化合物は、好ましくはトルエンに2重量%以上溶解し、第一酸化電位が1.4 Vvs. SCE以下、第一還元電位が-2.6 Vvs. SCE以上である。湿式製膜法により有機発光層を形成するために用いられる組成物中の電荷輸送材料の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差およびガラス転移温度をある一定の値以上にするにより、均一な膜質で、結晶化しにくい有機薄膜を得ることができ、さらには発光効率が高く実用性の高い有機電界発光素子を得ることができる。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

励起三重項状態と基底状態のエネルギー差が 2.9 eV 以上であり、ガラス転移温度が 120°C 以上である化合物からなる電荷輸送材料。

【請求項 2】

前記化合物がトルエンに 1 重量% 以上溶解する、請求項 1 に記載の電荷輸送材料。

【請求項 3】

前記化合物の第一酸化電位が 1.6 V vs. SCE 以下である、請求項 1 又は 2 に記載の電荷輸送材料。

【請求項 4】

前記化合物の第一還元電位が -2.8 V vs. SCE 以上である、請求項 1 ないし 3 のいずれか 1 項に記載の電荷輸送材料。

【請求項 5】

前記化合物の第一酸化電位と第一還元電位とのエネルギー差が 3.9 eV 以下である、請求項 1 ないし 4 のいずれか 1 項に記載の電荷輸送材料。

【請求項 6】

下記 (A) と (C) との差が、 0.9 eV 以下である、請求項 1 ないし 5 のいずれか 1 項に記載の電荷輸送材料。

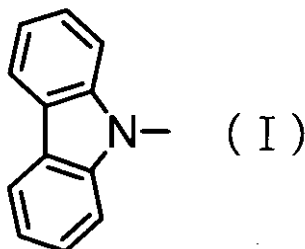
(A) 前記化合物の励起三重項と基底状態のエネルギー差

(C) 前記化合物の第一酸化電位と第一還元電位とのエネルギー差

【請求項 7】

前記化合物が、部分構造として、下記式 (I) で表される N-カルbazolil 基を含む、請求項 1 ないし 6 のいずれか 1 項に記載の電荷輸送材料。

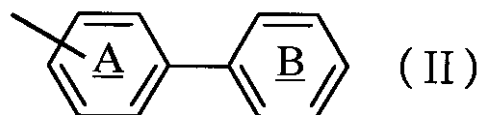
【化 1】



【請求項 8】

前記化合物が、部分構造として、下記式 (II) で表されるビフェニレン基を含まない、請求項 1 ないし 7 のいずれか 1 項に記載の電荷輸送材料。

【化 2】



(式中、環 A、環 B は置換基を有していてもよいベンゼン環を表す。ただし、環 A の置換基と環 B の置換基が結合して環を形成することはない。)

【請求項 9】

請求項 1 ないし 8 のいずれか 1 項に記載の電荷輸送材料と溶媒とを含有する、有機電界発光素子用組成物。

【請求項 10】

前記溶媒が芳香族炭化水素である、請求項 9 に記載の有機電界発光素子用組成物。

【請求項 11】

10

20

30

40

50

さらに、燐光発光材料を含有する、請求項 9 又は 10 に記載の有機電界発光素子用組成物。

【請求項 12】

前記燐光発光材料が青色燐光発光材料であって、下記 (A) と (B) とのギャップが、 0.1 eV 以上 0.8 eV 以下である、請求項 9 ないし 11 のいずれか 1 項に記載の有機電界発光素子用組成物。

(A) 前記化合物の励起三重項と基底状態のエネルギー差

(B) 該青色燐光発光材料の励起三重項と基底状態のエネルギー差

【請求項 13】

請求項 9 ないし 12 のいずれか 1 項に記載の有機電界発光素子用組成物を用いて、湿式製膜法により形成された、有機電界発光素子用薄膜。 10

【請求項 14】

基板上に、陽極、陰極およびこれら両極間に設けられた発光層を有する有機電界発光素子において、請求項 9 ないし 12 のいずれか 1 項に記載の有機電界発光素子用組成物を用いて、湿式製膜法により形成された層を有する、有機電界発光素子。

【請求項 15】

基板上に、陽極、陰極およびこれら両極間に設けられた発光層を有する有機電界発光素子において、請求項 1 ないし 8 のいずれか 1 項に記載の電荷輸送材料を含有する層を有する、有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】 20

【技術分野】

【0001】

本発明は、電荷輸送材料と、この電荷輸送材料を含有する有機電界発光素子用組成物と、この有機電界発光素子用組成物を用いて形成された有機電界発光素子用薄膜と、有機電界発光素子に関するものである。

【背景技術】

【0002】

近年、有機薄膜を用いた電界発光素子（有機電界発光素子）の開発が行われている。有機電界発光素子を構成する有機薄膜の形成方法としては、真空蒸着法と湿式製膜法が挙げられる。このうち、湿式製膜法は真空プロセスが要らず、大面積化が容易で、1つの層（塗布液）に様々な機能をもった複数の材料を混合して入れることが容易である等の利点がある。 30

【0003】

湿式製膜法によって形成される発光層の材料としては、従来、ポリ（p-フェニレンビニレン）誘導体やポリフルオレン誘導体等の高分子材料が主に用いられているが、高分子材料には以下のような問題がある。

- ・高分子材料は重合度や分子量分布を制御することが困難である。
- ・連続駆動時に末端残基による劣化が起こる。
- ・材料自体の高純度化が困難で、不純物を含む。

【0004】 40

上記問題のために、湿式製膜法による素子は、真空蒸着法による素子に比べて駆動安定性に劣り、一部を除いて実用レベルに至っていないのが現状である。

【0005】

以上のような問題を解決する試みとして、特許文献 1 では、高分子化合物ではなく、複数の低分子材料（電荷輸送材料、発光材料）を混合して湿式製膜法により形成した有機薄膜を用いた有機電界発光素子が提案されている。しかしながら、特許文献 1 に記載されている素子は発光効率が不十分であった。

【0006】

特許文献 2 では、素子の発光効率を高めるために、燐光発光を利用した素子が提案されている。しかしながら、特許文献 2 に記載されている電荷輸送材料は溶媒に対する溶解性 50

が低く、クロロホルム等のハロゲン系溶媒を塗布溶媒に用いる必要があった。ハロゲン系溶媒は環境負荷が大きく、実用上問題がある。また、該電荷輸送材料は、結晶化の恐れがあり、有機電界発光素子には好適とはいえなかった。

【特許文献１】特開平１１－２７３８５９号公報

【特許文献２】特開２００５－７８８９６号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００７】

本発明は、湿式製膜法により形成された層を有する有機電界発光素子であって、該層が結晶化しにくく、発光効率が高い有機電界発光素子を提供することを課題とする。

10

【課題を解決するための手段】

【０００８】

本発明者らは上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、湿式製膜法により有機発光層を形成するために用いられる組成物中の電荷輸送材料の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差およびガラス転移温度をある一定の値以上にするにより、均一な膜質で、結晶化しにくい有機薄膜を得ることができ、さらには発光効率が高く実用性の高い有機電界発光素子を得ることができることを見出し、本発明に到達した。

【０００９】

即ち、本発明の要旨は、

励起三重項状態と基底状態のエネルギー差が 2.9 eV 以上であり、ガラス転移温度が 120°C 以上である化合物からなる電荷輸送材料と、

20

該電荷輸送材料と溶媒とを含有する有機電界発光素子用組成物と、

該有機電界発光素子用組成物を用いて、湿式製膜法により形成された有機電界発光素子用薄膜と、

基板上に、陽極、陰極およびこれら両極間に設けられた発光層を有する有機電界発光素子において、該有機電界発光素子用組成物を用いて、湿式製膜法により形成された層を有する有機電界発光素子と、

基板上に、陽極、陰極およびこれら両極間に設けられた発光層を有する有機電界発光素子において、該電荷輸送材料を含有する層を有する有機電界発光素子、

30

【発明の効果】

【００１０】

本発明の電荷輸送材料を含む有機電界発光素子用組成物は、発光特性、熱安定性、均一性に優れる。また、製膜時の膜厚調整も容易である。このような本発明の有機電界発光素子用組成物を用いることにより、結晶化しにくい薄膜を得ることができる。さらには、発光効率、耐熱性を含めた駆動安定性に優れた有機電界発光素子を容易に得ることができる。特に、本発明の電荷輸送材料は、青色燐光発光材料のホスト材料として好適であり、従って、本発明によれば、従来、製造困難であった青色の有機電界発光素子も、湿式製膜法で形成することが可能となる。

【００１１】

40

本発明による有機電界発光素子は、フラットパネル・ディスプレイ（例えばOAコンピュータ用や壁掛けテレビ）、車載表示素子、携帯電話表示や面発光体としての特徴を生かした光源（例えば、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、標識灯への応用が考えられ、その技術的価値は大きいものである。

【発明を実施するための最良の形態】

【００１２】

以下に、本発明の電荷輸送材料、有機電界発光素子用組成物、有機電界発光素子用薄膜および有機電界発光素子の実施の形態を詳細に説明するが、以下に記載する構成要件の説明は、本発明の実施態様の一例（代表例）であり、本発明はその要旨を超えない限り、これらの内容に特定されない。

50

【0013】

〔電荷輸送材料〕

本発明の電荷輸送材料は、励起三重項状態と基底状態のエネルギー差が2.9 eV以上であり、ガラス転移温度が120℃以上である化合物（以下、「本発明の電荷輸送性化合物」と称する場合がある。）からなる。

通常、電荷輸送材料とは、与えられた電荷（即ち、電子や正孔）を移動させることができる材料であり、本発明の電荷輸送性化合物は、上記の条件を満たしていれば他に制限はない。

【0014】

有機電界発光素子の層として、従来の電荷輸送材料を用いて湿式製膜法により成膜された層を使用すると、上記の通り、該層は結晶化しやすく、該層を有する素子は発光効率が低いものであった。

結晶化を防ぐには、まず、ガラス転移温度をある一定の温度以上にすることが必要である。これに加えて、該層を有する素子の発光効率を向上させるためには、電荷輸送性化合物のエネルギー物性を一定の範囲にすることが必要であることが確認された。

しかして、種々検討した結果、励起三重項状態と基底状態のエネルギー差が2.9 eV以上となるような化合物を選択して用いれば、発光効率を従来よりも向上させることが出来ることが判明した。

【0015】

本発明の電荷輸送材料は、発光層に用いることが好ましく、発光材料をドーパント材料、本発明の電荷輸送材料をホスト材料として発光層に用いることがより好ましい。中でも、本発明の電荷輸送材料は、りん光発光材料、特に青色りん光材料をドーパント材料として用いる場合のホスト材料として使用することにより、特に高い効果を発揮することができる。

【0016】

〈励起三重項状態と基底状態のエネルギー差〉

本発明の電荷輸送性化合物の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差は2.9 eV以上である。この励起三重項状態と基底状態のエネルギー差の求め方は以下の通りである。

【0017】

最低三重項励起エネルギー状態の測定には、試料化合物を分光用に精製されたエーテル：イソペンタン：エタノール＝5：2：2（体積比）の溶媒に溶かした溶液を筒状石英セルに入れ、石英デュアーに液体窒素を入れ、77 Kに冷却してフォトルミネッセンスを測定する。その最大エネルギーの燐光発光（0，0遷移ピーク形状）から求める。燐光発光と蛍光発光の分別は、励起光入射後、フォトルミネッセンス観測開始時間を遅らせることによって行う。フォトルミネッセンスの測定は、材料の吸収をあわせ、N₂レーザー光源（波長337 nm）を用い、これを励起光として試料化合物に当てることによって行う。

【0018】

本発明の電荷輸送性化合物の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差は、通常、2.9 eV～3.4 eVであり、好ましくは、2.9 eV～3.1 eVである。電荷輸送性化合物の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差が小さいと青色燐光発光材料へのエネルギー移動の効率が悪くなる恐れがあり、大きすぎると、電荷輸送能が低下する恐れがあり、好ましくない。

励起三重項状態と基底状態のエネルギー差が2.9 eV以上である本発明の電荷輸送性化合物は、以下の理由により、青色燐光発光材料のホスト材料として特に好ましい。

【0019】

即ち、青色燐光発光材料の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差は、通常、2.6 eV～2.8 eVであり、本発明の電荷輸送性化合物の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差より小さいため、本発明の電荷輸送性化合物を青色燐光発光材料のホスト材料として有機電界発光素子を製造すると、高い効率で発光可能な青色燐光発光素子が得られる。

10

20

30

40

50

【0020】

高輝度、長寿命の有機電界発光素子を実現するために、ホスト分子の励起三重項状態を利用する方法が知られている。電極から注入された電子と正孔は発光層の中で再結合してホスト分子を電子励起する。その際、励起一重項状態が生成する確率と、励起三重項状態が生成する確率は約1：3の割合である。励起一重項状態は発光性色素分子を発光させるのに寄与するが、一般に励起三重項状態は発光性分子の発光には寄与しない。しかしながら、希土類金属錯体や直鎖状の π 電子共役分子のように、エネルギー準位が高度に縮退している発光性色素分子を使用した場合には、励起一重項状態のホスト分子から色素分子へのエネルギー移動だけでなく、励起三重項状態のホスト分子から色素分子へのエネルギー移動を利用して、色素分子を発光させることができる。このような観点から、希土類金属錯体をホスト分子中にドーピングし、励起三重項状態のホスト分子のエネルギーを希土類金属錯体に移動させて、希土類金属イオンを発光させることが提案されている。

10

【0021】

即ち、高効率発光の青色燐光素子を得るには、素子構造の最適化が必要である。設計指針パラメーターのうち重要なものの一つとして、電荷輸送材料の励起三重項状態と青色燐光発光材料の励起三重項状態のエネルギーレベルを制御する必要がある。理想的には、電流励起で生成された励起子を青色燐光発光材料へ全てエネルギー的に移動させるとよい。本発明の電荷輸送性化合物は、青色燐光発光材料より高い励起三重項状態であるので、効率良くエネルギーの移動が行われる。即ち、三重項励起状態を発光層内部に閉じ込めることが可能となる。

20

【0022】

本発明の電荷輸送性化合物の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差と、併用する青色燐光発光材料の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差とのギャップには、適切な範囲が必要であり、本発明の電荷輸送性化合物の（A）励起三重項と基底状態のエネルギー差と、併用する青色燐光発光材料の（B）励起三重項と基底状態のエネルギー差とのギャップは、好ましくは0.1 eV以上0.8 eV以下、より好ましくは0.1 eV以上0.6 eV以下、特に好ましくは0.1 eV以上0.4 eV以下である。このギャップが大き過ぎたり、小さ過ぎたりすると、青色燐光発光材料の三重項励起状態を効率よく生成させることができない恐れがある。

30

【0023】

〈ガラス転移温度〉

本発明の電荷輸送性化合物のガラス転移温度は、120℃以上、好ましくは120℃～300℃である。このガラス転移温度は、示差走査熱量分析（DSC分析）によって測定することができる。

【0024】

本発明の電荷輸送性化合物のガラス転移温度が低すぎると、有機電界発光素子に用いた場合の耐熱性が低下するおそれがあるほか、駆動寿命が短くなる可能性がある。また、湿式製膜法により有機薄膜を形成する際は、100℃以上の温度で、液膜を加熱乾燥することが好ましいが、本発明の電荷輸送性化合物のガラス転移温度が120℃以上であることにより、100℃以上の温度で加熱乾燥した場合にも、結晶化や凝集が起こらず、均一な薄膜を得ることができる。

40

【0025】

〈トルエン溶解性〉

後述するように、本発明の有機電界発光素子用組成物に含まれる溶媒は芳香族炭化水素系溶媒が好ましい。このため、本発明の電荷輸送性化合物は芳香族炭化水素系溶媒に対する溶解度が高いことが好ましい。例えば、トルエンに1重量%以上溶解することが好ましく、2重量%以上溶解することがより好ましく、5重量%以上溶解することがさらに好ましく、10重量%以上溶解することが特に好ましい。尚、本発明におけるトルエン溶解度の測定方法は、下記実施例にて詳述するものである。

【0026】

50

〈第一酸化電位，第一還元電位〉

本発明の電荷輸送性化合物の第一酸化電位は 1.6 V vs. SCE 以下であることが、正孔注入輸送性が高いため好ましく、 1.4 V vs. SCE 以下であることがさらに好ましい。また、本発明の電荷輸送性化合物の第一還元電位は -2.8 V vs. SCE 以上であることが、電子注入輸送性が高いため好ましく、 -2.6 V vs. SCE 以上であることがさらに好ましい。

【0027】

また、本発明の電荷輸送性化合物の第一酸化電位と第一還元電位とのエネルギー差が 3.9 eV 以下であることが、高い正孔輸送性と高い電子輸送性を両立するため好ましい。即ち、発光層の電荷輸送材料は正孔及び電子の両方を輸送する必要がある。発光層の電荷輸送材料の第一酸化電位と第一還元電位とのエネルギー差が大きいと、正孔又は電子、もしくは、その両方を輸送する能力が低いために、素子が高電圧化し、実用輝度を得るためには非常に大きな電力が必要となる。電荷輸送性化合物の第一酸化電位と第一還元電位とのエネルギー差が 3.9 eV 以下であれば、正孔及び電子の両方を円滑に輸送することができる。

10

【0028】

また、本発明の電荷輸送性化合物の第一酸化電位、第一還元電位、励起三重項状態と基底状態のエネルギー差は、下記の関係にあることが、高い発光効率と低い駆動電圧を両立する青色燐光発光素子が得られるため好ましい。

下記(C)と(A)との差が、 0.9 eV 以下

20

(A) 前記化合物の励起三重項と基底状態のエネルギー差

(C) 前記化合物の第一酸化電位と第一還元電位とのエネルギー差

【0029】

本発明における第一酸化電位，第一還元電位は、以下に述べるような電気化学測定（サイクリックボルタンメトリー）によって測定することができる。なお、測定に用いられる支持電解質、溶媒および電極については、以下に示す例示物に限定されるわけではなく、同程度の測定が可能なものであれば任意のものを用いることができる。

【0030】

（電気化学測定）

支持電解質として、例えば過塩素酸テトラブチルアンモニウムやヘキサフルオロリン酸テトラブチルアンモニウム等を 0.1 mol/L 程度含有させた有機溶媒に、測定対象材料（本発明の電荷輸送性化合物）を $0.1\sim 2\text{ mM}$ 程度溶解させる。こうして得られた溶液を、乾燥窒素バブリング、減圧脱気、超音波照射などの手法により、酸素を除去した後、作用電極として例えばグラッシーカーボン電極を用い、対電極として例えば白金電極を用い、掃引速度 100 mV/sec にて電気的中性状態から電解酸化又は還元する。電解酸化又は還元時に検出される最初のピーク値の電位を、例えばフェロセン等の基準物質の酸化還元電位と比較することにより、測定対象材料の酸化又は還元電位を得る。こうして得られた酸化又は還元電位を、さらに飽和甘コウ電極（SCE）を基準電極として換算した値が、本発明における第一酸化電位又は第一還元電位である。

30

【0031】

なお、測定用の有機溶媒としては、十分に水分含有量を低減したものを使用するものとし、例えば、アセトニトリル、塩化メチレン、N，N-ジメチルホルムアミド、あるいはテトラヒドロフランなど、本発明の電荷輸送性化合物を良く溶解させ、且つ、それ自体が電解酸化又は還元されにくい、従って、電位窓を広くとることができるものが用いられる。

40

【0032】

〈分子量〉

本発明の電荷輸送性化合物の分子量は、通常 5000 以下、好ましくは 4000 以下、より好ましくは 3000 以下であり、また通常 400 以上、好ましくは 500 以上、より好ましくは 600 以上である。

50

分子量がこの上限値を超えると、不純物の高分子量化によって精製が困難となる場合があり、また分子量がこの下限値を下回ると、ガラス転移温度が低下するため、耐熱性が著しく損なわれるおそれがある。

【0033】

＜物性ないし特性の調整＞

本発明の電荷輸送材料、即ち、励起三重項状態と基底状態のエネルギー差が2.9 eV以上であり、ガラス転移温度が120℃以上である化合物を得るための方法としては、以下のような方法が挙げられる。

【0034】

ガラス転移温度を120℃以上とするためには、例えば化合物の構造に、縮合多環を導入したり、かさ高い基を導入したりすることや、二量化などにより化合物を高分子量化するなどの方法が挙げられる。

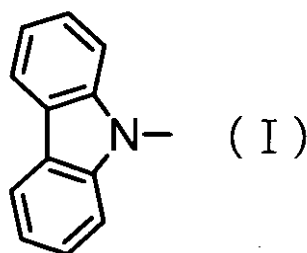
また、励起三重項状態と基底状態のエネルギー差を2.9 eV以上とするには、例えば化合物の構造において、立体障害を利用して共役系を切断させたり、水添によって共役系を切断させたり、あるいは、SP³混成の原子で連結させることによって共役系を切断させたりすることや、HOMOの分布とLUMOの分布の重なりを低減させたりする方法が挙げられる。

【0035】

具体的には、例えば、下記式(I)で表されるN-カルbazolリル基を部分構造として有する化合物を用いると、励起三重項状態と基底状態のエネルギー差やガラス転移温度を向上させることができる。

【0036】

【化3】

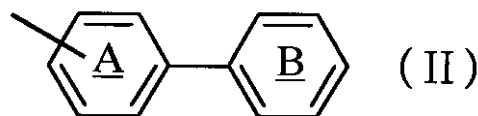


【0037】

また、例えば、下記式(II)で表されるようなビフェニレン基を部分構造として有する化合物を用いると、励起三重項状態のエネルギーを大きく低下させる場合があるので好ましくない。

【0038】

【化4】



(式中、環A、環Bは置換基を有しても良いベンゼン環を表すが、環Aの置換基と環Bの置換基が結合して環を形成することはない。)

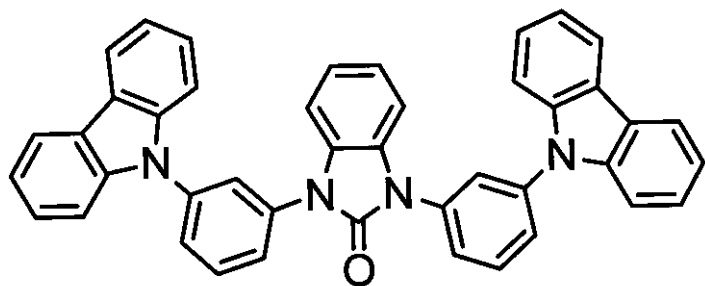
【0039】

＜具体例＞

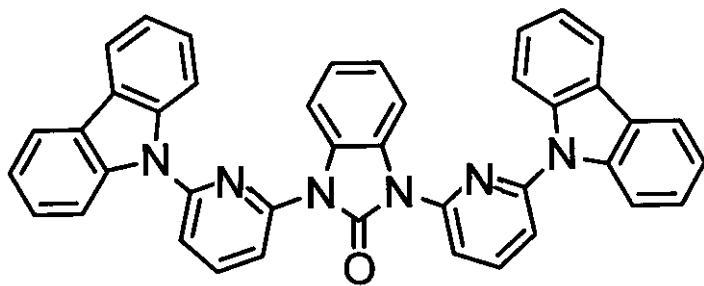
本発明の電荷輸送性化合物の具体例としては以下に構造式を示すものが挙げられるが、何ら以下のものに限定されるものではない。

【0040】

【化 5】



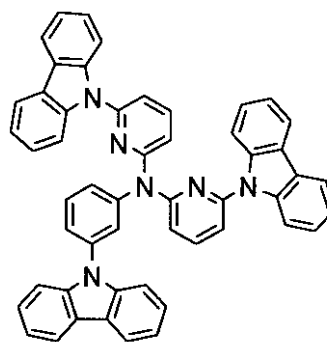
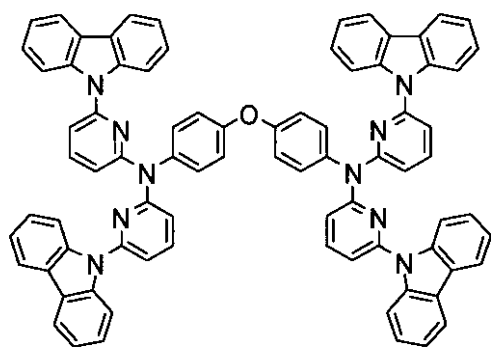
10



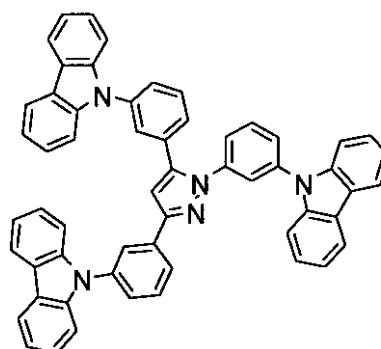
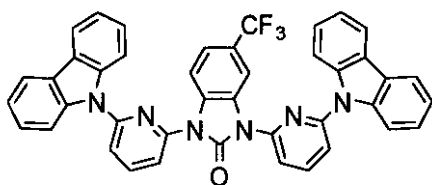
20

【 0 0 4 1 】

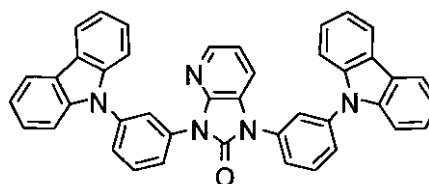
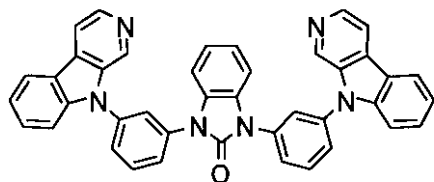
【化 6】



10



20



30

【0042】

〔有機電界発光素子用組成物〕

本発明の有機電界発光素子用組成物は、上述の本発明の電荷輸送性化合物よりなる電荷輸送材料と溶媒とを含有するものであり、さらに好ましくは燐光発光材料を含有する。

【0043】

〈溶媒〉

本発明の有機電界発光素子用組成物に含まれる溶媒としては、電荷輸送材料等の溶質が良好に溶解する溶媒であれば特に限定されない。

【0044】

例えば、トルエン、キシレン、メチシレン、シクロヘキシルベンゼン、テトラリン等の芳香族炭化水素；クロロベンゼン、ジクロロベンゼン、トリクロロベンゼン等のハロゲン化芳香族炭化水素；1, 2-ジメトキシベンゼン、1, 3-ジメトキシベンゼン、アニソール、フェネトール、2-メトキシトルエン、3-メトキシトルエン、4-メトキシトルエン、2, 3-ジメチルアニソール、2, 4-ジメチルアニソール等の芳香族エーテル；酢酸フェニル、プロピオン酸フェニル、安息香酸メチル、安息香酸エチル、安息香酸プロピル、安息香酸n-ブチル等の芳香族エステル；シクロヘキサノン、シクロオクタノン等

40

50

の脂環を有するケトン；メチルエチルケトン、ジブチルケトン等の脂肪族ケトン；メチルエチルケトン、シクロヘキサノール、シクロオクタノール等の脂環を有するアルコール；ブタノール、ヘキサノール等の脂肪族アルコール；エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコール-1-モノメチルエーテルアセタート（PGMEA）等の脂肪族エーテル；酢酸エチル、酢酸n-ブチル、乳酸エチル、乳酸n-ブチル等の脂肪族エステル等が利用できる。これらのうち、水の溶解度が低い点、容易には変質しない点で、トルエン、キシレン、メチシレン、シクロヘキシルベンゼン、テトラリン等の芳香族炭化水素が好ましい。

【0045】

有機電界発光素子には、陰極等の水分により著しく劣化する材料が多く使用されているため、組成物中の水分の存在は、乾燥後の膜中に水分が残留し、素子の特性を低下させる可能性が考えられ好ましくない。 10

【0046】

組成物中の水分量を低減する方法としては、例えば、蒸留や乾燥剤の使用などにより溶媒を予め脱水する、窒素ガスシール、水の溶解度が低い溶媒を使用する等が挙げられる。なかでも、水の溶解度が低い溶媒を使用する場合は、湿式製膜工程中に、溶液膜が大気中の水分を吸収して白化する現象を防ぐことができるため好ましい。この様な観点からは、本実施の形態が適用される有機電界発光素子用組成物は、例えば、25℃における水の溶解度が1重量%以下、好ましくは0.1重量%以下である溶媒を、組成物中10重量%以上含有することが好ましい。 20

【0047】

より均一な膜を得るためには、製膜直後の液膜から溶媒が適当な速度で蒸発することが必要であり、このためには通常沸点80℃以上、好ましくは沸点110℃以上で、通常沸点270℃未満、好ましくは沸点250℃未満の溶媒を用いることが有効である。

【0048】

有機電界発光素子用組成物の溶媒としては、上述の条件、即ち溶質の溶解性、蒸発速度、水の溶解度の条件を満足する溶媒を単独で用いても良いが、すべての条件を満たす溶媒が選定できない場合は、2種類以上の溶媒を混合して用いることもできる。

【0049】

〈発光材料〉

本発明の有機電界発光素子用組成物は、発光材料を含有することが好ましい。 30

【0050】

発光材料とは、本発明の有機電界発光素子用組成物において、主として発光する成分を指し、有機電界発光デバイスにおけるドーパント成分に当たる。即ち、有機電界発光素子用組成物から発せられる光量（単位： cd/m^2 ）の内、通常10～100%、好ましくは20～100%、より好ましくは50～100%、最も好ましくは80～100%が、ある成分材料からの発光と同定される場合、それを発光材料と定義する。

【0051】

発光材料としては、任意の公知材料を適用可能であり、蛍光発光材料或いは燐光発光材料を単独若しくは複数を混合して使用できるが、内部量子効率の観点から、好ましくは、燐光発光材料である。 40

この発光材料の最大発光ピーク波長は390～490nmの範囲にあることが好ましい。

【0052】

発光材料が青色燐光発光材料である場合には、前述のとおり、組成物中の（A）電荷輸送性化合物の励起三重項と基底状態のエネルギー差と（B）青色燐光発光材料の励起三重項と基底状態のエネルギー差とのギャップが、0.1eV以上、0.8eV以下であることが好ましい。

【0053】

なお、溶媒への溶解性を向上させる目的で、発光材料分子の対称性や剛性を低下させた 50

り、或いはアルキル基などの親油性置換基を導入したりすることも、重要である。

【0054】

青色発光を与える蛍光色素としては、ペリレン、ピレン、アントラセン、クマリン、p-ビス(2-フェニルエチニル)ベンゼンおよびそれらの誘導体等が挙げられる。緑色蛍光色素としては、キナクリドン誘導体、クマリン誘導体等が挙げられる。黄色蛍光色素としては、ルブレン、ペリミドン誘導体等が挙げられる。赤色蛍光色素としては、DCM系化合物、ベンゾピラン誘導体、ローダミン誘導体、ベンゾチオキサントテン誘導体、アザベンゾチオキサントテン等が挙げられる。

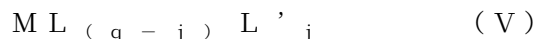
【0055】

燐光発光材料としては、例えば周期表7ないし11族から選ばれる金属を含む有機金属錯体が挙げられる。

10

【0056】

周期表7ないし11族から選ばれる金属を含む燐光性有機金属錯体における金属として好ましくは、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、金等が挙げられる。これらの有機金属錯体として、好ましくは下記一般式(V)又は式(VI)で表される化合物が挙げられる。

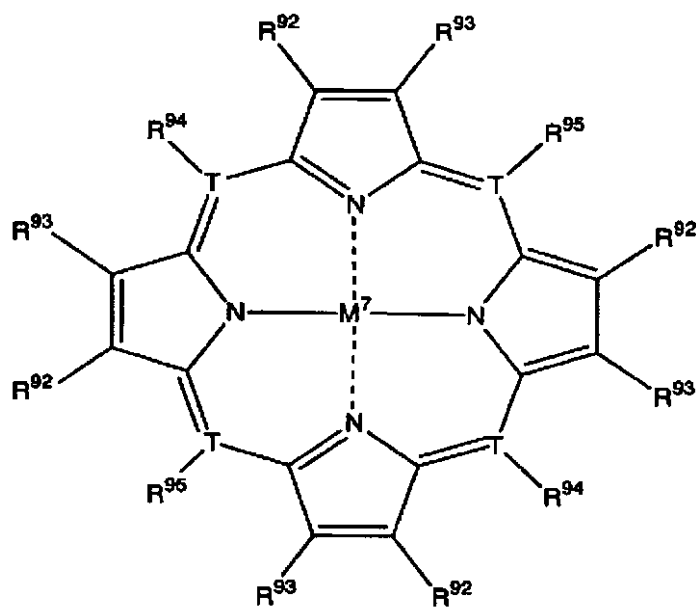


(一般式(V)中、Mは金属を表し、qは上記金属の価数を表す。また、LおよびL'は二座配位子を表す。jは0、1又は2を表す。)

【0057】

20

【化7】



(VI)

30

(一般式(VI)中、M⁷は金属を表し、Tは炭素又は窒素を表す。R⁹²~R⁹⁵は、それぞれ独立に、置換基を表す。ただし、Tが窒素の場合は、R⁹⁴およびR⁹⁵は無い。)

40

【0058】

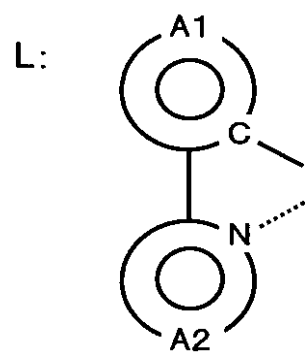
以下、まず、一般式(V)で表される化合物について説明する。

一般式(V)中、Mは任意の金属を表し、好ましいものの具体例としては、周期表7ないし11族から選ばれる金属として前述した金属が挙げられる。

また、一般式(V)中の二座配位子LおよびL'は、それぞれ、以下の部分構造を有する配位子を示す。

【0059】

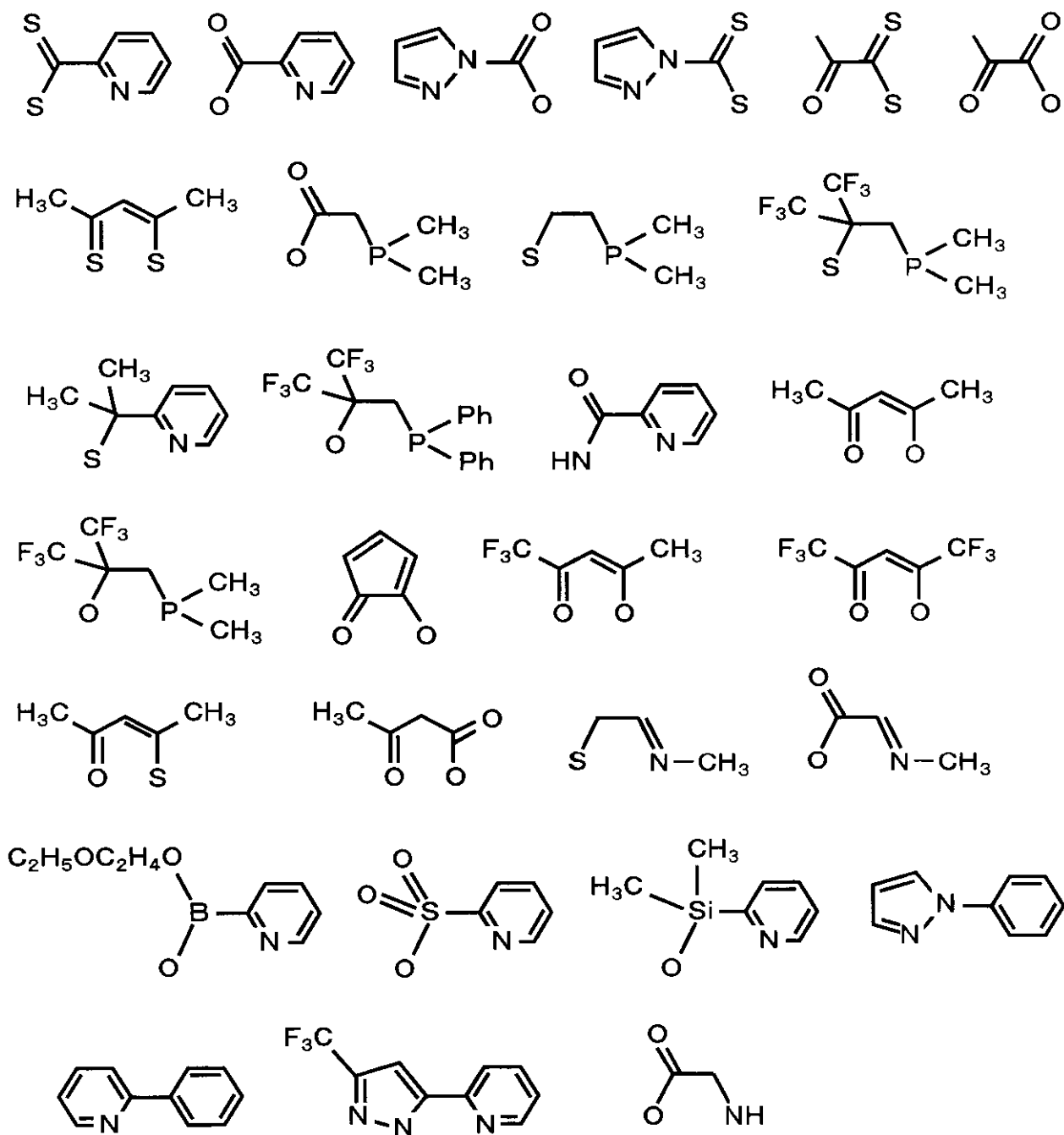
【化 8】



【 0 0 6 0 】

【化 9】

L' :



10

20

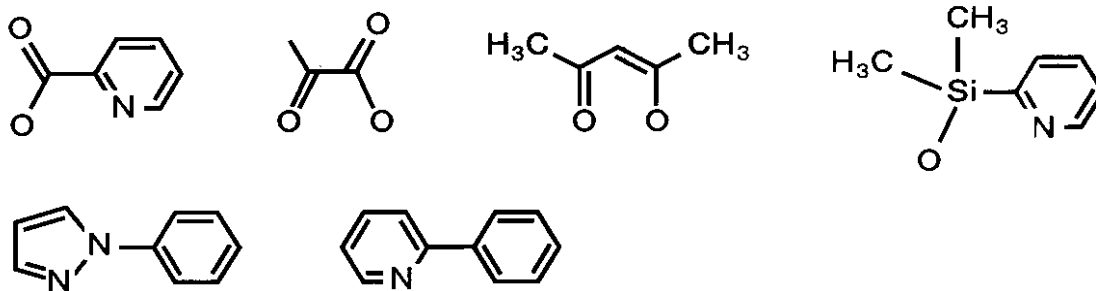
30

40

【0061】

L' として、錯体の安定性の観点から、特に好ましくは、下記のものが挙げられる。

【化 10】



10

【0062】

上記 L, L' の部分構造において、環 A 1 は、芳香族炭化水素基又は芳香族複素環基を表し、これらは置換基を有していてもよい。また、環 A 2 は、含窒素芳香族複素環基を表し、これらは置換基を有していてもよい。

【0063】

環 A 1, A 2 が置換基を有する場合、好ましい置換基としては、フッ素原子等のハロゲン原子；メチル基、エチル基等のアルキル基；ビニル基等のアルケニル基；メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基等のアルコキシカルボニル基；メトキシ基、エトキシ基等のアルコキシ基；フェノキシ基、ベンジルオキシ基などのアリールオキシ基；ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基等のジアルキルアミノ基；ジフェニルアミノ基等のジアリールアミノ基；カルバゾリル基；アセチル基等のアシル基；トリフルオロメチル基等のハロアルキル基；シアノ基；フェニル基、ナフチル基、フェナンチル基等の芳香族炭化水素基等が挙げられる。

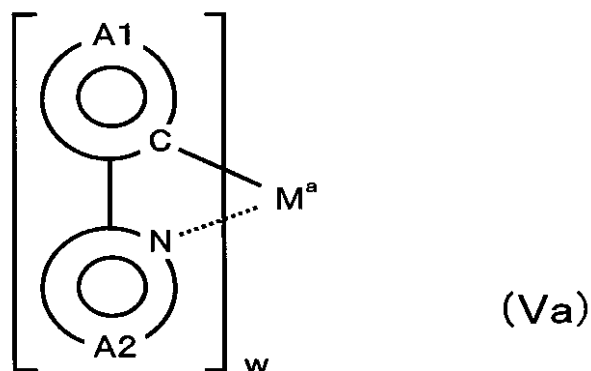
20

【0064】

一般式 (V) で表される化合物として、さらに好ましくは、下記一般式 (Va)、(Vb)、(Vc) で表される化合物が挙げられる。

【0065】

【化 11】



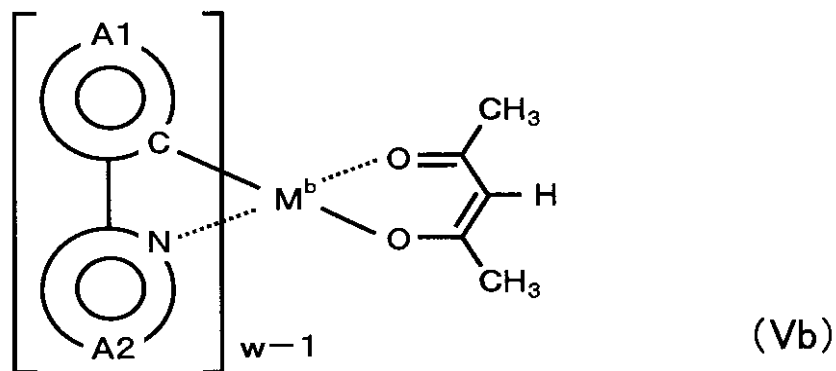
30

40

(一般式 (Va) 中、 M^a は M と同様の金属を表し、 w は上記金属の価数を表す。また、環 A 1 は置換基を有していてもよい芳香族炭化水素基を表し、環 A 2 は置換基を有していてもよい含窒素芳香族複素環基を表す。)

【0066】

【化 1 2】

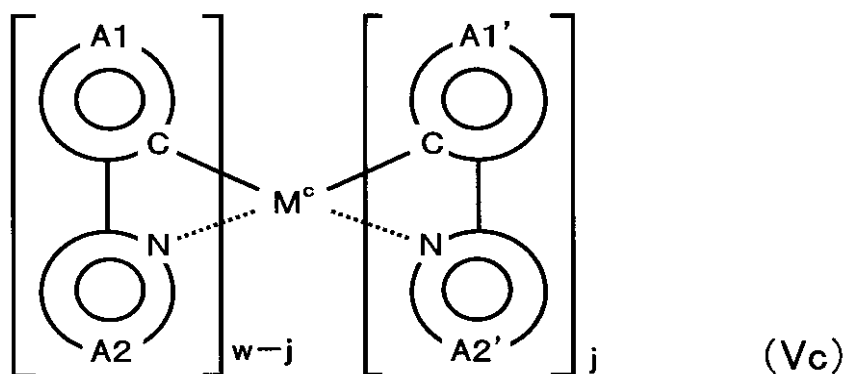


10

(一般式 (V b) 中、 M^b は M と同様の金属を表し、 w は上記金属の価数を表す。また、環 A 1 は置換基を有していてもよい芳香族炭化水素基又は置換基を有していてもよい芳香族複素環基を表し、環 A 2 は置換基を有していてもよい含窒素芳香族複素環基を表す。)

【0067】

【化 1 3】



20

(一般式 (V c) 中、 M^c は M と同様の金属を表し、 w は上記金属の価数を表す。また、 j は 0、1 又は 2 を表す。さらに、環 A 1 および環 A 1' は、それぞれ独立に、置換基を有していてもよい芳香族炭化水素基又は置換基を有していてもよい芳香族複素環基を表す。また、環 A 2 および環 A 2' は、それぞれ独立に、置換基を有していてもよい含窒素芳香族複素環基を表す。)

【0068】

上記一般式 (V a)、(V b)、(V c) において、環 A 1 および環 A 1' の基としては、好ましくは、例えばフェニル基、ビフェニル基、ナフチル基、アントリル基、チエニル基、フリル基、ベンゾチエニル基、ベンゾフリル基、ピリジル基、キノリル基、イソキノリル基、カルバゾリル基等が挙げられる。

40

【0069】

また、環 A 2、環 A 2' の基としては、好ましくは、例えばピリジル基、ピリミジル基、ピラジル基、トリアジル基、ベンゾチアゾール基、ベンゾオキサゾール基、ベンゾイミダゾール基、キノリル基、イソキノリル基、キノキサリル基、フェナントリル基等が挙げられる。

【0070】

さらに、一般式 (V a)、(V b)、(V c) で表される化合物が有していてもよい置換基としては、フッ素原子等のハロゲン原子；メチル基、エチル基等のアルキル基；ビニ

50

ル基等のアルケニル基；メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基等のアルコキシカルボニル基；メトキシ基、エトキシ基等のアルコキシ基；フェノキシ基、ベンジルオキシ基などのアリールオキシ基；ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基等のジアルキルアミノ基；ジフェニルアミノ基等のジアリールアミノ基；カルバゾリル基；アセチル基等のアシル基；トリフルオロメチル基等のハロアルキル基；シアノ基等が挙げられる。

【0071】

上記置換基がアルキル基である場合は、その炭素数は通常1以上6以下である。さらに、置換基がアルケニル基である場合は、その炭素数は通常2以上6以下である。また、置換基がアルコキシカルボニル基である場合は、その炭素数は通常2以上6以下である。さらに、置換基がアルコキシ基である場合は、その炭素数は通常1以上6以下である。また、置換基がアリールオキシ基である場合は、その炭素数は通常6以上14以下である。さらに、置換基がジアルキルアミノ基である場合は、その炭素数は通常2以上24以下である。また、置換基がジアリールアミノ基である場合は、その炭素数は通常12以上28以下である。さらに、置換基がアシル基である場合は、その炭素数は通常1以上14以下である。また、置換基がハロアルキル基である場合は、その炭素数は通常1以上12以下である。

10

【0072】

なお、これら置換基は互いに連結して環を形成してもよい。具体例としては、環A1が有する置換基と環A2が有する置換基とが結合するか、又は、環A1'が有する置換基と環A2'が有する置換基とが結合するかして、一つの縮合環を形成してもよい。このような縮合環基としては、7, 8-ベンゾキノリン基等が挙げられる。

20

【0073】

中でも、環A1、環A1'、環A2および環A2'の置換基として、より好ましくはアルキル基、アルコキシ基、芳香族炭化水素基、シアノ基、ハロゲン原子、ハロアルキル基、ジアリールアミノ基、カルバゾリル基が挙げられる。

【0074】

また、一般式(Va)、(Vb)、(Vc)におけるM^a、M^b、M^cとして好ましくは、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、白金又は金が挙げられる。

【0075】

上記一般式(V)、(Va)、(Vb)又は(Vc)で示される有機金属錯体の具体例を以下に示すが、下記の化合物に限定されるものではない(以下において、Phはフェニル基を表す。)

30

【0076】

10

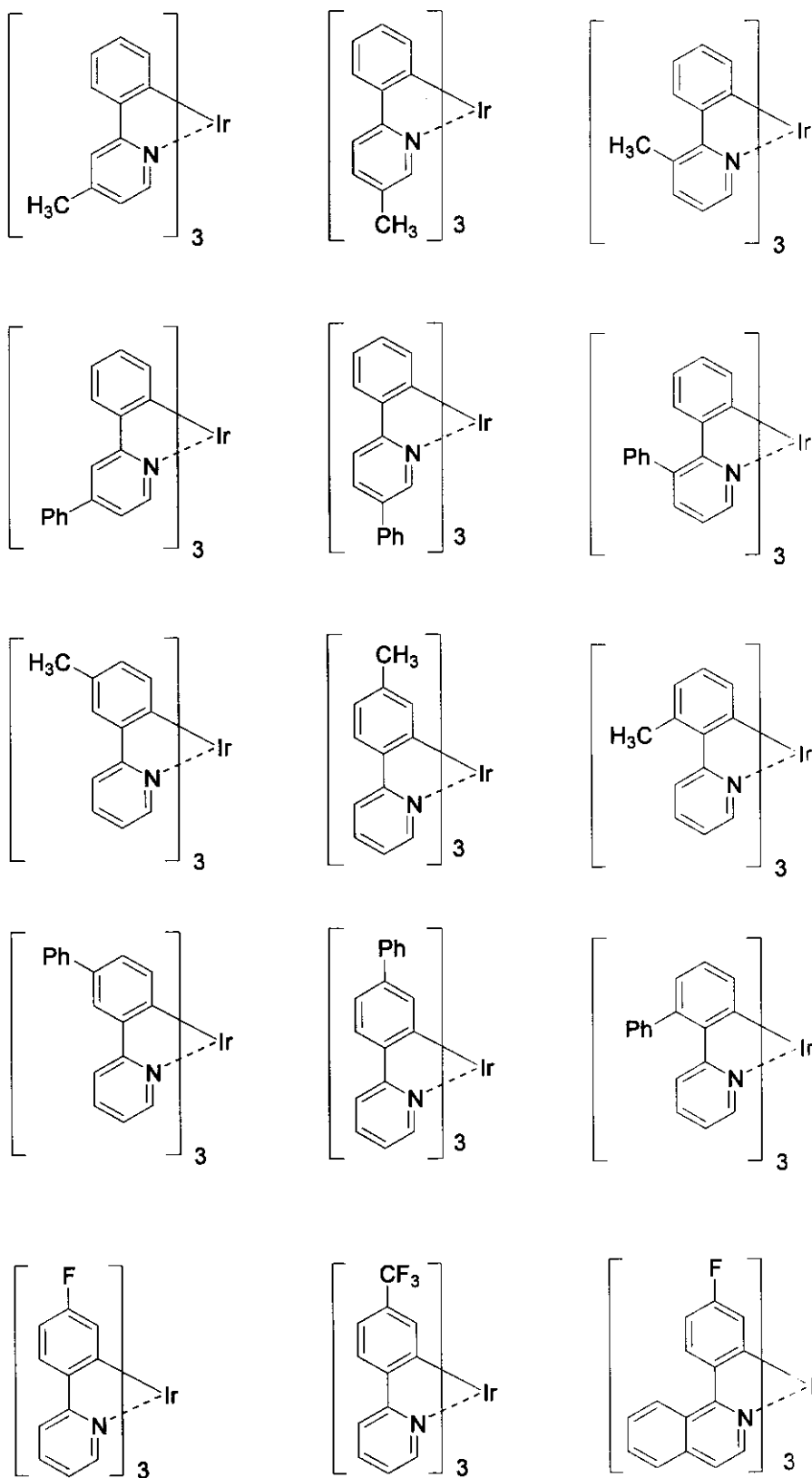


30

40

50

【化 1 5】



10

20

30

40

【0078】

上記一般式 (V)、(Va)、(Vb)、(Vc) で表される有機金属錯体の中でも、特に、配位子 L および／又は L' として 2-アリールピリジン系配位子、即ち、2-アリールピリジン、これに任意の置換基が結合したもの、および、これに任意の基が縮合してなるものを有する化合物が好ましい。

50

また、WO 2005/019373号公報に記載の化合物も使用することができる。

【0079】

次に、前記一般式(VI)で表される化合物について説明する。

一般式(VI)中、 M^7 は金属を表し、具体例としては、周期表7ないし11族から選ばれる金属として前述した金属が挙げられる。中でも好ましくは、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、白金又は金が挙げられ、特に好ましくは、白金、パラジウム等の2価の金属が挙げられる。

【0080】

また、一般式(VI)において、 R^{92} および R^{93} は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アラルキル基、アルケニル基、シアノ基、アミノ基、アシル基、アルコキシカルボニル基、カルボキシ基、アルコキシ基、アルキルアミノ基、アラルキルアミノ基、ハロアルキル基、水酸基、アリールオキシ基、芳香族炭化水素基又は芳香族複素環基を表す。 10

【0081】

さらに、Tが炭素の場合、 R^{94} および R^{95} は、それぞれ独立に、 R^{92} および R^{93} と同様の例示物で表される置換基を表す。また、前述の如く、Tが窒素の場合は R^{94} および R^{95} は無い。

【0082】

また、 $R^{92} \sim R^{95}$ はさらに置換基を有していてもよい。この場合のさらに有していてもよい置換基には特に制限はなく、任意の基を置換基とすることができる。 20

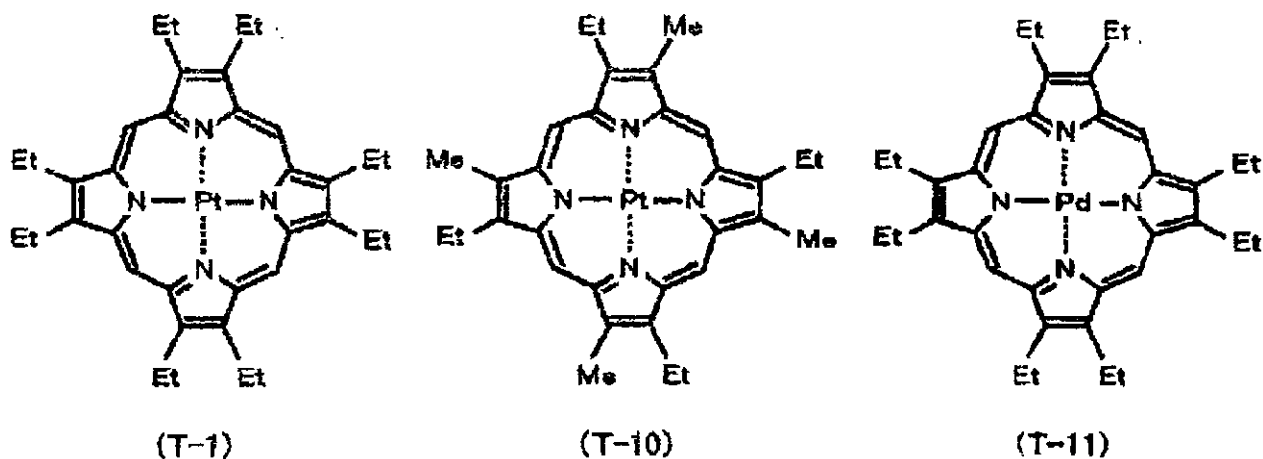
さらに、 $R^{92} \sim R^{95}$ は互いに連結して環を形成してもよく、この環がさらに任意の置換基を有していてもよい。

【0083】

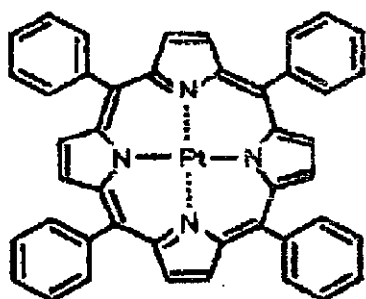
一般式(VI)で表される有機金属錯体の具体例(T-1, T-10~T-15)を以下に示すが、下記の例示化合物に限定されるものではない。なお、以下において、Meはメチル基を表し、Etはエチル基を表す。

【0084】

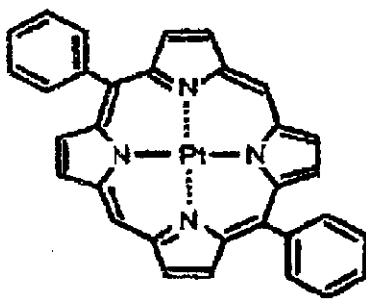
【化 1 6】



10

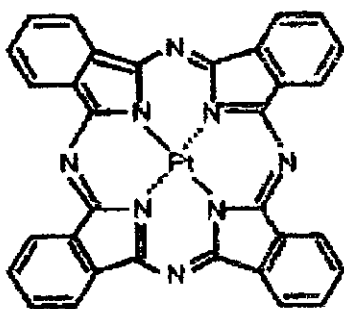


(T-12)

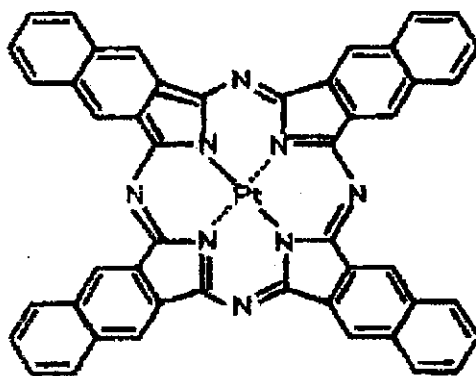


(T-13)

20



(T-14)



(T-15)

30

【0085】

〈その他の成分〉

本発明の有機電界発光素子用組成物中には、前述した溶媒および発光材料以外にも、必要に応じて、各種の他の溶媒を含んでもよい。このような他の溶媒としては、例えば、N，N-ジメチルホルムアミド、N，N-ジメチルアセトアミド等のアミド類、ジメチルスルホキシド等が挙げられる。

また、レベリング剤や消泡剤等の各種添加剤を含んでもよい。

40

【0086】

また、2層以上の層を湿式製膜法により積層する際に、これらの層が相溶することを防ぐため、製膜後に硬化させて不溶化させる目的で光硬化性樹脂や、熱硬化性樹脂を含有させておくこともできる。

【0087】

50

〈有機電界発光素子用組成物中の材料濃度と配合比〉

有機電界発光素子用組成物中の電荷輸送材料、発光材料および必要に応じて添加可能な成分（レベリング剤など）などの固形分濃度は、通常0.01重量%以上、好ましくは0.05重量%以上、より好ましくは0.1重量%以上、さらに好ましくは0.5重量%以上、最も好ましくは1重量%以上であり、通常80重量%以下、好ましくは50重量%以下、より好ましくは40重量%以下、さらに好ましくは30重量%以下、最も好ましくは20重量%以下である。この濃度が下限を下回ると、薄膜を形成する場合、厚膜を形成するのが困難となり、上限を超えると、薄膜を形成するのが困難となる恐れがある。

【0088】

また、本発明の有機電界発光素子用組成物において、発光材料／電荷輸送材料の重量混合比は、通常、0.1／99.9以上であり、より好ましくは0.5／99.5以上であり、さらに好ましくは1／99以上であり、最も好ましくは2／98以上で、通常、50／50以下であり、より好ましくは40／60以下であり、さらに好ましくは30／70以下であり、最も好ましくは20／80以下である。この比が下限を下回ったり、上限を超えたりすると、著しく発光効率が低下する恐れがある。

【0089】

〈有機電界発光素子用組成物の調製方法〉

本発明の有機電界発光素子用組成物は、電荷輸送材料、発光材料、および必要に応じて添加可能なレベリング剤や消泡剤等の各種添加剤よりなる溶質を、適当な溶媒に溶解させることにより調製される。溶解工程に要する時間を短縮するため、および組成物中の溶質濃度を均一に保つため、通常、液を攪拌しながら溶質を溶解させる。溶解工程は常温で行ってもよいが、溶解速度が遅い場合は加熱して溶解させることもできる。溶解工程終了後、必要に応じて、フィルタリング等の濾過工程を経由してもよい。

【0090】

〈有機電界発光素子用組成物の性状、物性等〉

（水分濃度）

有機電界発光素子を、本発明の有機電界発光素子用組成物を用いた湿式製膜法により層形成して製造する場合、用いる有機電界発光素子用組成物に水分が存在すると、形成された膜に水分が混入して膜の均一性が損なわれるため、本発明の有機電界発光素子用組成物中の水分含有量はできるだけ少ない方が好ましい。また一般に、有機電界発光素子は、陰極等の水分により著しく劣化する材料が多く使用されているため、有機電界発光素子用組成物中に水分が存在した場合、乾燥後の膜中に水分が残留し、素子の特性を低下させる可能性が考えられ好ましくない。

【0091】

具体的には、本発明の有機電界発光素子用組成物中に含まれる水分量は、通常1重量%以下、好ましくは0.1重量%以下、より好ましくは0.01重量%以下である。

【0092】

有機電界発光素子用組成物中の水分濃度の測定方法としては、日本工業規格「化学製品の水分測定法」（JIS K0068：2001）に記載の方法が好ましく、例えば、カールフィッシャー試薬法（JIS K0211-1348）等により分析することができる。

【0093】

（均一性）

本発明の有機電界発光素子用組成物は、湿式製膜プロセスでの安定性、例えば、インクジェット製膜法におけるノズルからの吐出安定性を高めるためには、常温で均一な液状であることが好ましい。常温で均一な液状とは、組成物が均一相からなる液体であり、かつ組成物中に粒径0.1 μm以上の粒子成分を含有しないことをいう。

【0094】

（物性）

本発明の有機電界発光素子用組成物の粘度については、極端に低粘度の場合は、例えば

製膜工程における過度の液膜流動による塗面不均一、インクジェット製膜におけるノズル吐出不良等が起こりやすくなり、極端に高粘度の場合は、インクジェット製膜におけるノズル目詰まり等が起こりやすくなる。このため、本発明の組成物の25℃における粘度は、通常2 mPa・s以上、好ましくは3 mPa・s以上、より好ましくは5 mPa・s以上であり、通常1000 mPa・s以下、好ましくは100 mPa・s以下、より好ましくは50 mPa・s以下である。

【0095】

また、本発明の有機電界発光素子用組成物の表面張力が高い場合は、基板に対する製膜溶液の濡れ性が低下する、液膜のレベリング性が悪く、乾燥時の製膜面乱れが起こりやすくなる等の問題が発生するため、本発明の組成物の20℃における表面張力は、通常50 mN/m未満、好ましくは40 mN/m未満である。 10

【0096】

さらに、本発明の有機電界発光素子用組成物の蒸気圧が高い場合は、溶媒の蒸発による溶質濃度の変化等の問題が起こりやすくなる。このため、本発明の組成物の25℃における蒸気圧は、通常50 mmHg以下、好ましくは10 mmHg以下、より好ましくは1 mmHg以下である。

【0097】

〈有機電界発光素子用組成物の保存方法〉

本発明の有機電界発光素子用組成物は、紫外線の透過を防ぐことのできる容器、例えば、褐色ガラス瓶等に充填し、密栓して保管することが好ましい。保管温度は、通常-30℃以上、好ましくは0℃以上で、通常35℃以下、好ましくは25℃以下である。 20

【0098】

〔有機電界発光素子用薄膜〕

本発明の有機電界発光素子用組成物を用いて湿式製膜法により形成された本発明の有機電界発光素子用薄膜は、均一な膜質で、結晶化しにくく、発光特性、耐熱性に優れた膜であり、通常有機電界発光素子の陰極と陽極との間の層として使用される。

【0099】

ここで、本発明における湿式製膜法とは、溶媒を含む組成物を、スピンコート法、スプレーコート法、ディップコート法、ダイコート法、フレキソ印刷法、スクリーン印刷法、インクジェット法などの塗布法を用いて製膜することを言う。 30

【0100】

本発明の有機電界発光素子用薄膜の膜厚は用途に応じて適宜決定され、例えば、有機電界発光素子の発光層であれば、後述の如く、通常10 nm以上、好ましくは20 nm以上で、通常300 nm以下、好ましくは200 nm以下、或いは、通常30 nm以上、好ましくは50 nm以上、通常500 nm以下、好ましくは300 nm以下である。

【0101】

〔有機電界発光素子〕

本発明の有機電界発光素子は、基板上に陽極、陰極、およびこれら両極間に設けられた発光層を有するものであって、本発明の電荷輸送材料を含有する層を有することを特徴とする。或いは、本発明の有機電界発光素子は、本発明の有機電界発光素子用組成物を用いて湿式製膜法により形成された層を有することを特徴とする。該電荷輸送材料を含有する層或いは有機電界発光素子用組成物を用いて湿式製膜法により形成された層は、発光層であることが好ましい。また、該電荷輸送材料を含有する層或いは有機電界発光素子用組成物を用いて湿式製膜法により形成された層に、有機金属錯体がドーピングされていることが好ましい。この有機金属錯体としては、前記発光材料として例示したものを使用できる。 40

【0102】

図1～9は本発明の有機電界発光素子に好適な構造例を示す断面の模式図であり、図1において、1は基板、2は陽極、3は正孔注入層、4は発光層、5は電子注入層、6は陰極を各々表す。

【0103】

〔１〕基板

基板１は有機電界発光素子の支持体となるものであり、石英やガラスの板、金属板や金属箔、プラスチックフィルムやシートなどが用いられる。特にガラス板や、ポリエステル、ポリメタクリレート、ポリカーボネート、ポリスルホンなどの透明な合成樹脂の板が好ましい。合成樹脂基板を使用する場合にはガスバリア性に留意する必要がある。基板のガスバリア性が小さすぎると、基板を通過した外気により有機電界発光素子が劣化することがあるので好ましくない。このため、合成樹脂基板の少なくとも片面に緻密なシリコン酸化膜等を設けてガスバリア性を確保する方法も好ましい方法の一つである。

【０１０４】

〔２〕陽極

基板１上には陽極２が設けられる。陽極２は発光層側の層（正孔注入層３又は発光層４など）への正孔注入の役割を果たすものである。

【０１０５】

この陽極２は、通常、アルミニウム、金、銀、ニッケル、パラジウム、白金等の金属、インジウムおよび／又はスズの酸化物などの金属酸化物、ヨウ化銅などのハロゲン化金属、カーボンブラック、或いは、ポリ（３－メチルチオフェン）、ポリピロール、ポリアニリン等の導電性高分子などにより構成される。

【０１０６】

陽極２の形成は通常、スパッタリング法、真空蒸着法などにより行われることが多い。また、銀などの金属微粒子、ヨウ化銅などの微粒子、カーボンブラック、導電性の金属酸化物微粒子、導電性高分子微粉末などを用いて陽極を形成する場合には、適当なバインダー樹脂溶液に分散させて、基板１上に塗布することにより陽極２を形成することもできる。さらに、導電性高分子の場合は、電解重合により直接基板１上に薄膜を形成したり、基板１上に導電性高分子を塗布して陽極２を形成することもできる（Appl. Phys. Lett., 60巻, 2711頁, 1992年）。

【０１０７】

陽極２は通常は単層構造であるが、所望により複数の材料からなる積層構造とすることも可能である。

【０１０８】

陽極２の厚みは、必要とする透明性により異なる。透明性が必要とされる場合は、可視光の透過率を、通常６０％以上、好ましくは８０％以上とすることが望ましい。この場合、陽極の厚みは通常５ｎｍ以上、好ましくは１０ｎｍ以上であり、また通常１０００ｎｍ以下、好ましくは５００ｎｍ以下程度である。不透明でよい場合は陽極２の厚みは任意であり、陽極２は基板１と同一でもよい。また、さらには上記の陽極２の上に異なる導電材料を積層することも可能である。

【０１０９】

陽極に付着した不純物を除去し、イオン化ポテンシャルを調整して正孔注入性を向上させることを目的に、陽極表面を紫外線（ＵＶ）／オゾン処理したり、酸素プラズマ、アルゴンプラズマ処理したりすることは好ましい。

【０１１０】

〔３〕正孔注入層

正孔注入層３は陽極２から発光層４へ正孔を輸送する層であるため、正孔注入層３には正孔輸送性化合物を含むことが好ましい。

【０１１１】

正孔注入層３では、電氣的に中性の化合物から電子が一つ除かれたカチオンラジカルが、近傍の電氣的に中性な化合物から一電子を受容することによって、正孔が移動する。素子非通電時の正孔注入層３にカチオンラジカル化合物が含まれない場合は、通電時に、正孔輸送性化合物が陽極２に電子を与えることにより正孔輸送性化合物のカチオンラジカルが生成し、このカチオンラジカルと電氣的に中性な正孔輸送性化合物との間で電子の授受が行われることにより正孔を輸送する。

10

20

30

40

50

【0112】

正孔注入層3にカチオンラジカル化合物が含まれると、陽極2による酸化によって生成する以上の濃度で正孔輸送に必要なカチオンラジカルが存在することになり、正孔輸送性能が向上するため、正孔注入層3にカチオンラジカル化合物を含むことが好ましい。カチオンラジカル化合物の近傍に電氣的に中性な正孔輸送性化合物が存在すると、電子の受け渡しがスムーズに行われるため、正孔注入層3にカチオンラジカル化合物と正孔輸送性化合物とを含むことがさらに好ましい。

【0113】

ここで、カチオンラジカル化合物とは、正孔輸送性化合物から一電子取り除いた化学種であるカチオンラジカルと、対アニオンからなるイオン化合物であり、移動しやすい正孔（フリーキャリア）を既に有している。

10

【0114】

また、正孔輸送性化合物に電子受容性化合物を混合することによって、正孔輸送性化合物から電子受容性化合物への一電子移動が起こり、上述のカチオンラジカル化合物が生成する。このため、正孔注入層3に正孔輸送性化合物と電子受容性化合物とを含むことが好ましい。

【0115】

以上の好ましい材料についてまとめると、正孔注入層3に正孔輸送性化合物を含むことが好ましく、正孔輸送性化合物と電子受容性化合物とを含むことがさらに好ましい。また、正孔注入層3にカチオンラジカル化合物を含むことが好ましく、カチオンラジカル化合物と正孔輸送性化合物とを含むことがさらに好ましい。

20

【0116】

さらに、必要に応じて、正孔注入層3には電荷のトラップになりにくいバインダー樹脂や、塗布性改良剤を含んでいてもよい。

【0117】

但し、正孔注入層3として、電子受容性化合物のみ、或いは電子受容性化合物と正孔輸送性化合物を用いて湿式製膜法によって陽極2上に製膜し、その上から直接、本発明の有機電界発光素子用組成物を塗布、又は蒸着によって積層することも可能である。この場合、本発明の有機電界発光素子用組成物の一部又は全部が電子受容性化合物と相互作用することによって、図7、8に示す如く、正孔注入性に優れた正孔輸送層10が形成される。

30

【0118】

（正孔輸送性化合物）

正孔輸送性化合物としては、4.5 eV～6.0 eVのイオン化ポテンシャルを有する化合物が好ましい。

【0119】

正孔輸送性化合物の例としては、本発明の電荷輸送材料の他、芳香族アミン化合物、フタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体、オリゴチオフェン誘導体、ポリチオフェン誘導体等が挙げられる。中でも非晶質性、可視光の透過率の点から、芳香族アミン化合物が好ましい。

【0120】

芳香族アミン化合物の中でも、特に、本発明の電荷輸送材料などの芳香族三級アミン化合物が好ましい。ここで、芳香族三級アミン化合物とは、芳香族三級アミン構造を有する化合物であって、芳香族三級アミン由来の基を有する化合物も含む。

40

【0121】

芳香族三級アミン化合物の種類は特に制限されないが、表面平滑化効果の点から、重量平均分子量が1000以上、1000000以下の高分子化合物（繰り返し単位が連なる重合型有機化合物）がさらに好ましい。

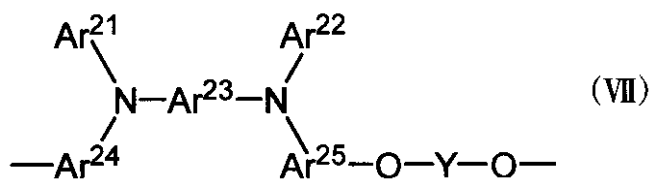
【0122】

芳香族三級アミン高分子化合物の好ましい例として、下記一般式（VII）で表される繰り返し単位を有する高分子化合物が挙げられる。

50

【0123】

【化17】

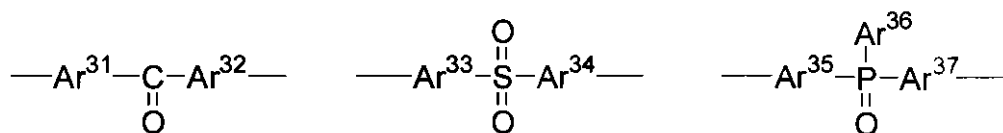


(一般式(VII)中、 Ar^{21} 、 Ar^{22} は各々独立して、置換基を有していてもよい芳香族炭化水素基、又は置換基を有していてもよい芳香族複素環基を表す。 $\text{Ar}^{23} \sim \text{Ar}^{25}$ は、各々独立して、置換基を有していてもよい2価の芳香族炭化水素基、又は置換基を有していてもよい2価の芳香族複素環基を表す。Yは、下記の連結基群の中から選ばれる連結基を表す。また、 $\text{Ar}^{21} \sim \text{Ar}^{25}$ のうち、同一のN原子に結合する二つの基は互いに結合して環を形成してもよい。)

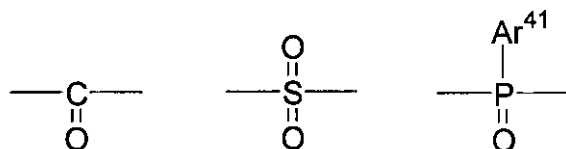
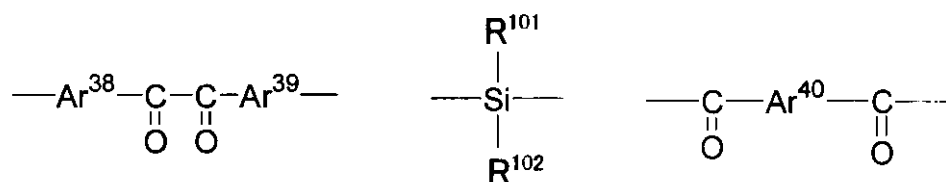
10

【0124】

【化18】



20



30

(上記各式中、 $\text{Ar}^{31} \sim \text{Ar}^{41}$ は、各々独立して、置換基を有していてもよい芳香族炭化水素環、又は置換基を有していてもよい芳香族複素環由来の1価又は2価の基を表す。 R^{101} および R^{102} は、各々独立して、水素原子又は任意の置換基を表す。))

【0125】

$\text{Ar}^{21} \sim \text{Ar}^{25}$ および $\text{Ar}^{31} \sim \text{Ar}^{41}$ としては、任意の芳香族炭化水素環又は芳香族複素環由来の、1価又は2価の基が適用可能である。これらは各々同一であっても、互いに異なってもよい。また、任意の置換基を有していてもよい。

40

【0126】

その芳香族炭化水素環としては、5又は6員環の単環又は2～5縮合環が挙げられる。具体例としては、ベンゼン環、ナフタレン環、アントラセン環、フェナントレン環、ペリレン環、テトラセン環、ピレン環、ベンズピレン環、クリセン環、トリフェニレン環、アセナフテン環、フルオランテン環、フルオレン環などが挙げられる。

【0127】

また、その芳香族複素環としては、5又は6員環の単環又は2～4縮合環が挙げられる。具体例としては、フラン環、ベンゾフラン環、チオフエン環、ベンゾチオフエン環、ピロール環、ピラゾール環、イミダゾール環、オキサジアゾール環、インドール環、カルバゾール環、ピロロイミダゾール環、ピロロピラゾール環、ピロロピロール環、チエノピロ

50

ール環、チエノチオフェン環、フロピロール環、フロフラン環、チエノフラン環、ベンゾイソオキサゾール環、ベンゾイソチアゾール環、ベンゾイミダゾール環、ピリジン環、ピラジン環、ピリダジン環、ピリミジン環、トリアジン環、キノリン環、イソキノリン環、シノリン環、キノキサリン環、フェナントリジン環、ベンゾイミダゾール環、ペリミジン環、キナゾリン環、キナゾリノン環、アズレン環などが挙げられる。

【0128】

また、 $Ar^{23} \sim Ar^{25}$ 、 $Ar^{31} \sim Ar^{35}$ 、 $Ar^{37} \sim Ar^{40}$ としては、上に例示した1種類又は2種類以上の芳香族炭化水素環および／又は芳香族複素環由来の2価の基を2つ以上連結して用いることもできる。

【0129】

$Ar^{21} \sim Ar^{41}$ の芳香族炭化水素環および／又は芳香族複素環由来の基は、さらに置換基を有していてもよい。置換基の分子量としては、通常400以下、中でも250以下程度が好ましい。置換基の種類は特に制限されないが、例としては、次の置換基群Dから選ばれる1種又は2種以上が挙げられる。

【0130】

[置換基群D]

メチル基、エチル基等の、炭素数が通常1以上、通常10以下、好ましくは8以下のアルキル基；ビニル基等の、炭素数が通常2以上、通常11以下、好ましくは5以下のアルケニル基；エチニル基等の、炭素数が通常2以上、通常11以下、好ましくは5以下のアルキニル基；メトキシ基、エトキシ基等の、炭素数が通常1以上、通常10以下、好ましくは6以下のアルコキシ基；フェノキシ基、ナフトキシ基、ピリジルオキシ基等の、炭素数が通常4以上、好ましくは5以上、通常25以下、好ましくは14以下のアリーロキシ基；メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基等の、炭素数が通常2以上、通常11以下、好ましくは7以下のアルコキシカルボニル基；ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基等の、炭素数が通常2以上、通常20以下、好ましくは12以下のジアルキルアミノ基；ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、N-カルバゾリル基等の、炭素数が通常10以上、好ましくは12以上、通常30以下、好ましくは22以下のジアリールアミノ基；フェニルメチルアミノ基等の、炭素数が通常6以上、好ましくは7以上、通常25以下、好ましくは17以下のアリールアルキルアミノ基；アセチル基、ベンゾイル基等の、炭素数が通常2以上、通常10以下、好ましくは7以下のアシル基；フッ素原子、塩素原子等のハロゲン原子；トリフルオロメチル基等の、炭素数が通常1以上、通常8以下、好ましくは4以下のハロアルキル基；メチルチオ基、エチルチオ基等の、炭素数が通常1以上、通常10以下、好ましくは6以下のアルキルチオ基；フェニルチオ基、ナフチルチオ基、ピリジルチオ基等の、炭素数が通常4以上、好ましくは5以上、通常25以下、好ましくは14以下のアリールチオ基；トリメチルシリル基、トリフェニルシリル基等の、炭素数が通常2以上、好ましくは3以上、通常33以下、好ましくは26以下のシリル基；トリメチルシロキシ基、トリフェニルシロキシ基等の、炭素数が通常2以上、好ましくは3以上、通常33以下、好ましくは26以下のシロキシ基；シアノ基；フェニル基、ナフチル基等の、炭素数が通常6以上、通常30以下、好ましくは18以下の芳香族炭化水素環基；チエニル基、ピリジル基等の、炭素数が通常3以上、好ましくは4以上、通常28以下、好ましくは17以下の芳香族複素環基。

【0131】

Ar^{21} 、 Ar^{22} としては、高分子化合物の溶解性、耐熱性、正孔注入・輸送性の点から、ベンゼン環、ナフタレン環、フェナントレン環、チオフェン環、ピリジン環由来の1価の基が好ましく、フェニル基、ナフチル基がさらに好ましい。

【0132】

また、 $Ar^{23} \sim Ar^{25}$ としては、耐熱性、酸化還元電位を含めた正孔注入・輸送性の点から、ベンゼン環、ナフタレン環、アントラセン環、フェナントレン環由来の2価の基が好ましく、フェニレン基、ピフェニレン基、ナフチレン基がさらに好ましい。

【0133】

10

20

30

40

50

R^{101} 、 R^{102} としては、水素原子又は任意の置換基が適用可能である。これらは互いに同一であってもよく、異なってもよい。置換基の種類は、特に制限されないが、適用可能な置換基を例示するならば、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、シリル基、シロキシ基、芳香族炭化水素基、芳香族複素環基、ハロゲン原子が挙げられる。これらの具体例としては、前記の置換基群 D において例示した各基が挙げられる。

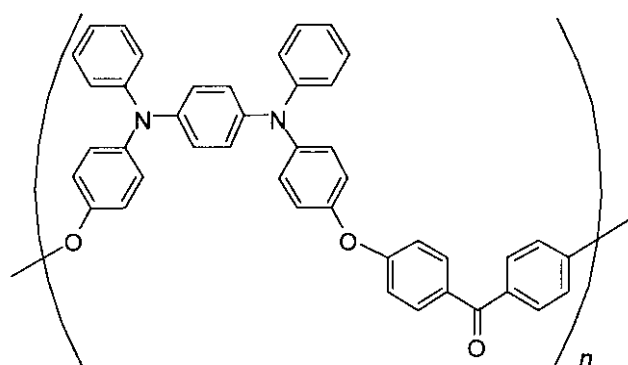
【0134】

一般式 (VII) で表される繰り返し単位を有する芳香族三級アミン高分子化合物の具体例としては、WO 2005/089024 号公報に記載のものが挙げられ、その好適例も同様であり、例えば下記構造式で表される化合物 (PB-1) が挙げられるが、何らそれらに限定されるものではない。

10

【0135】

【化19】



PB-1

20

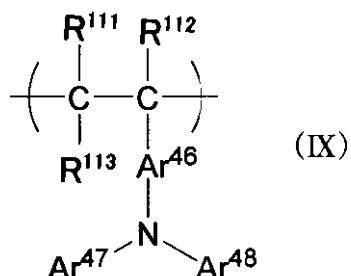
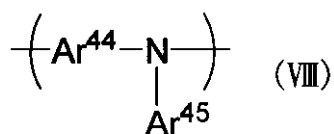
【0136】

他の芳香族三級アミン高分子化合物の好ましい例として、下記一般式 (VIII) および／又は一般式 (IX) で表される繰り返し単位を含む高分子化合物が挙げられる。

【0137】

【化20】

30



40

(一般式 (VIII)、(IX) 中、 Ar^{45} 、 Ar^{47} および Ar^{48} は各々独立して、置換基を有していてもよい芳香族炭化水素基、又は置換基を有していてもよい芳香族複素環基を表す。 Ar^{44} および Ar^{46} は各々独立して、置換基を有していてもよい2価の芳香族炭化水素基、又は置換基を有していてもよい2価の芳香族複素環基を表す。また、 Ar

50

$Ar^{4\ 5} \sim Ar^{4\ 8}$ のうち、同一の N 原子に結合する 2 つの基は互いに結合して環を形成してもよい。 $R^{1\ 1\ 1} \sim R^{1\ 1\ 3}$ は各々独立して、水素原子又は任意の置換基を表す。)

【0138】

$Ar^{4\ 5}$, $Ar^{4\ 7}$, $Ar^{4\ 8}$ および $Ar^{4\ 4}$, $Ar^{4\ 6}$ の具体例、好ましい例、有していてもよい置換基の例および好ましい置換基の例は、それぞれ、 $Ar^{2\ 1}$, $Ar^{2\ 2}$ および $Ar^{2\ 3} \sim Ar^{2\ 5}$ と同様である。 $R^{1\ 1\ 1} \sim R^{1\ 1\ 3}$ はとして好ましくは水素原子又は〔置換基群 D〕に記載されている置換基であり、さらに好ましくは、水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アミノ基、芳香族炭化水素基、芳香族炭化水素基である。

【0139】

一般式 (VIII) および／又は (IX) で表される繰り返し単位を含む芳香族三級アミン高分子化合物の具体例としては、WO 2005/089024 号公報に記載のものが挙げられ、その好適例も同様であるが、何らそれらに限定されるものではない。

【0140】

また、湿式製膜法により正孔注入層を形成する場合には、種々の溶媒に溶解し易い正孔輸送性化合物が好ましい。芳香族三級アミン化合物としては、例えば、ビナフチル系化合物 (特開 2004-014187) および非対称 1, 4-フェニレンジアミン化合物 (特開 2004-026732) が好ましい。

【0141】

また、従来、有機電界発光素子における正孔注入・輸送性の薄膜精製材料として利用されてきた芳香族アミン化合物の中から、種々の溶媒に溶解し易い化合物を適宜選択してもよい。正孔注入層の正孔輸送性化合物に適用可能な芳香族アミン化合物としては、例えば、有機電界発光素子における正孔注入・輸送性の層形成材料として利用されてきた、従来公知の化合物が挙げられる。例えば、1, 1-ビス (4-ジ-*p*-トリルアミノフェニル) シクロヘキサン等の 3 級芳香族アミンユニットを連結した芳香族ジアミン化合物 (特開昭 59-194393 号公報) ; 4, 4'-ビス [N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ] ビフェニルで代表される 2 個以上の 3 級アミンを含み 2 個以上の縮合芳香族環が窒素原子に置換した芳香族アミン化合物 (特開平 5-234681 号公報) ; トリフェニルベンゼンの誘導体でスターバースト構造を有する芳香族トリアミン化合物 (米国特許第 4, 923, 774 号) ; N, N'-ジフェニル-N, N'-ビス (3-メチルフェニル) ビフェニル-4, 4'-ジアミン等の芳香族ジアミン化合物 (米国特許第 4, 764, 625 号) ; α , α , α' , α' -テトラメチル- α , α' -ビス (4-ジ (p-トリル) アミノフェニル) -*p*-キシレン (特開平 3-269084 号公報) ; 分子全体として立体的に非対称なトリフェニルアミン誘導体 (特開平 4-129271 号公報) ; ピレニル基に芳香族ジアミノ基が複数個置換した化合物 (特開平 4-175395 号公報) ; エチレン基で 3 級芳香族アミンユニットを連結した芳香族ジアミン化合物 (特開平 4-264189 号公報) ; スチリル構造を有する芳香族ジアミン (特開平 4-290851 号公報) ; チオフェン基で芳香族 3 級アミンユニットを連結した化合物 (特開平 4-304466 号公報) ; スターバースト型芳香族トリアミン化合物 (特開平 4-308688 号公報) ; ベンジルフェニル化合物 (特開平 4-364153 号公報) ; フルオレン基で 3 級アミンを連結した化合物 (特開平 5-25473 号公報) ; トリアミン化合物 (特開平 5-239455 号公報) ; ビスジピリジルアミノビフェニル (特開平 5-320634 号公報) ; N, N, N-トリフェニルアミン誘導体 (特開平 6-1972 号公報) ; フェノキサジン構造を有する芳香族ジアミン (特開平 7-138562 号公報) ; ジアミノフェニルフェナントリジン誘導体 (特開平 7-252474 号公報) ; ヒドラゾン化合物 (特開平 2-311591 号公報) ; シラザン化合物 (米国特許第 4, 950, 950 号公報) ; シラナミン誘導体 (特開平 6-49079 号公報) ; ホスファミン誘導体 (特開平 6-25659 号公報) ; キナクリドン化合物等が挙げられる。これらの芳香族アミン化合物は、必要に応じて 2 種以上を混合して用いてもよい。

【0142】

また、正孔注入層の正孔輸送性化合物に適用可能なフタロシアニン誘導体又はポルフィ

10

20

30

40

50

リン誘導体の好ましい具体例としては、ポルフィリン、5，10，15，20-テトラフェニル-21H，23H-ポルフィリン、5，10，15，20-テトラフェニル-21H，23H-ポルフィリンコバルト（II）、5，10，15，20-テトラフェニル-21H，23H-ポルフィリン銅（II）、5，10，15，20-テトラフェニル-21H，23H-ポルフィリン亜鉛（II）、5，10，15，20-テトラフェニル-21H，23H-ポルフィリンバナジウム（IV）オキシド、5，10，15，20-テトラ（4-ピリジル）-21H，23H-ポルフィリン、29H，31H-フタロシアニン銅（II）、フタロシアニン亜鉛（II）、フタロシアニンチタン、フタロシアニンオキシドマグネシウム、フタロシアニン鉛、フタロシアニン銅（II）、4，4'，4''，4'''-テトラアザ-29H，31H-フタロシアニン等が挙げられる。

10

【0143】

また、正孔注入層の正孔輸送性化合物として適用可能なオリゴチオフェン誘導体の好ましい具体例としては、 α -ターチオフェンとその誘導体、 α -セキシチオフェンとその誘導体、ナフタレン環を含有するオリゴチオフェン誘導体（特開6-256341）等が挙げられる。

【0144】

また、本発明における正孔輸送性化合物として適用可能なポリチオフェン誘導体の好ましい具体例としては、ポリ（3，4-エチレンジオキシチオフェン）（PEDOT）、ポリ（3-ヘキシルチオフェン）等が挙げられる。

【0145】

なお、これらの正孔輸送性化合物の分子量は、高分子化合物（繰り返し単位が連なる重合性化合物）の場合を除いて、通常9000以下、好ましくは5000以下、また、通常200以上、好ましくは400以上の範囲である。正孔輸送性化合物の分子量が高過ぎると合成および精製が困難であり好ましくない一方で、分子量が低過ぎると耐熱性が低くなるおそれがありやはり好ましくない。

20

【0146】

正孔注入層の材料として用いられる正孔輸送性化合物は、このような化合物のうち何れか1種を単独で含有していてもよく、2種以上を含有していてもよい。2種以上の正孔輸送性化合物を含有する場合、その組み合わせは任意であるが、芳香族三級アミン高分子化合物1種又は2種以上と、その他の正孔輸送性化合物1種又は2種以上とを併用するのが好ましい。

30

【0147】

（電子受容性化合物）

電子受容性化合物とは、酸化力を有し、上述の正孔輸送性化合物から一電子受容する能力を有する化合物が好ましく、具体的には、電子親和力が4 eV以上である化合物が好ましく、5 eV以上の化合物である化合物がさらに好ましい。

【0148】

例としては、4-イソプロピル-4'-メチルジフェニルヨードニウムテトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボラート等の有機基の置換したオニウム塩、塩化鉄（III）（特開平11-251067）、ペルオキシ二硫酸アンモニウム等の高原子価の無機化合物、テトラシアノエチレン等のシアノ化合物、トリス（ペンタフルオロフェニル）ボラン（特開2003-31365）等の芳香族ホウ素化合物、フラーレン誘導体、ヨウ素等が挙げられる。

40

【0149】

上記の化合物のうち、強い酸化力を有する点で有機基の置換したオニウム塩、高原子価の無機化合物が好ましく、種々の溶媒に可溶で湿式塗布に適用可能である点で有機基の置換したオニウム塩、シアノ化合物、芳香族ホウ素化合物が好ましい。

【0150】

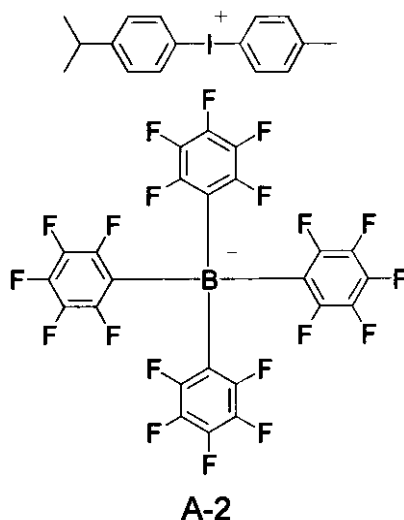
電子受容性化合物として好適な有機基の置換したオニウム塩、シアノ化合物、芳香族ホウ素化合物の具体例としては、WO2005/089024号公報に記載のものが挙げら

50

れ、その好適例も同様であり、例えば下記構造式で表される化合物（A-2）が挙げられるが、何らそれらに限定されるものではない。

【0151】

【化21】



10

【0152】

（カチオンラジカル化合物）

20

カチオンラジカル化合物とは、正孔輸送性化合物から一電子取り除いた化学種であるカチオンラジカルと、対アニオンからなるイオン化合物である。但し、カチオンラジカルが正孔輸送性の高分子化合物由来である場合、カチオンラジカルは高分子化合物の繰り返し単位から一電子取り除いた構造となる。

【0153】

カチオンラジカルは、正孔輸送性化合物に前述した化合物から一電子取り除いた化学種であることが好ましく、正孔輸送性化合物としてさらに好ましい化合物から一電子取り除いた化学種であることが非晶質性、可視光の透過率、耐熱性、溶解性などの点からさらに好ましい。

【0154】

30

カチオンラジカル化合物は、前述の正孔輸送性化合物と電子受容性化合物を混合することにより生成させることができる。即ち、前述の正孔輸送性化合物と電子受容性化合物を混合することにより、正孔輸送性化合物から電子受容性化合物へと電子移動が起こり、正孔輸送性化合物のカチオンラジカルと対アニオンからなるカチオンイオン化合物が生成する。

【0155】

PEDOT/PSS (Adv. Mater., 2000年, 12巻, 481頁) やエメルジン塩酸塩 (J. Phys. Chem., 1990年, 94巻, 7716頁) 等の高分子化合物由来のカチオンラジカル化合物は、酸化重合（脱水素重合）、即ち、モノマーを酸性溶液中で、ペルオキソ二硫酸塩等を用いて化学的に、又は、電気化学的に酸化することによっても生成する。この酸化重合（脱水素重合）の場合、モノマーが酸化されることにより、高分子化されるとともに、酸性溶液由来のアニオンを対アニオンとする、高分子の繰り返し単位から一電子取り除かれたカチオンラジカルが生成する。

40

【0156】

正孔注入層3は、湿式製膜法又は真空蒸着法により陽極2上に形成される。

【0157】

陽極2として一般的に用いられるITO（インジウム・スズ酸化物）は、その表面粗さが10nm程度の粗さ（Ra）を有するのに加えて、局所的に突起を有することが多く、短絡欠陥を生じ易いという問題があった。陽極2の上に形成される正孔注入層3は湿式製膜法により形成することは、真空蒸着法より形成する場合と比較して、これら陽極表面の

50

凹凸に起因する、素子の欠陥の発生を低減する利点を有する。

【0158】

湿式製膜法による層形成の場合は、前述した各材料（正孔輸送性化合物、電子受容性化合物、カチオンラジカル化合物）の1種又は2種以上の所定量を、必要により電荷のトラップにならないバインダー樹脂や塗布性改良剤を添加して、溶媒に溶解させて、塗布溶液を調製し、スピンコート、スプレーコート、ディップコート、ダイコート、フレキソ印刷、スクリーン印刷、インクジェット法等の湿式製膜法により陽極上に塗布し、乾燥して、正孔注入層3を形成させる。

【0159】

湿式製膜法による層形成のために用いられる溶媒としては、前述の各材料（正孔輸送性化合物、電子受容性化合物、カチオンラジカル化合物）を溶解することが可能な溶媒であれば、その種類は特に限定されないが、正孔注入層に用いられる各材料（正孔輸送性化合物、電子受容性化合物、カチオンラジカル化合物）を失活させる恐れのある、失活物質又は失活物質を発生させるものを含まないものが好ましい。

【0160】

これらの条件を満たす好ましい溶媒としては、例えば、エーテル系溶媒およびエステル系溶媒が挙げられる。具体的には、エーテル系溶媒としては、例えば、エチレングリコールジメチルエーテル、エチレングリコールジエチルエーテル、プロピレングリコールー1ーモノメチルエーテルアセタート（PGMEA）等の脂肪族エーテル；1，2ージメトキシベンゼン、1，3ージメトキシベンゼン、アニソール、フェネトール、2ーメトキシトルエン、3ーメトキシトルエン、4ーメトキシトルエン、2，3ージメチルアニソール、2，4ージメチルアニソール等の芳香族エーテル等が挙げられる。エステル系溶媒としては、例えば、酢酸エチル、酢酸nーブチル、乳酸エチル、乳酸nーブチル等の脂肪族エステル；酢酸フェニル、プロピオン酸フェニル、安息香酸メチル、安息香酸エチル、安息香酸プロピル、安息香酸nーブチル等の芳香族エステル等が挙げられる。これらは何れか1種を単独で用いてもよく、2種以上を任意の組み合わせおよび比率で用いてもよい。

【0161】

上述のエーテル系溶媒およびエステル系溶媒以外に使用可能な溶媒としては、例えば、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系溶媒、N，Nージメチルホルムアミド、N，Nージメチルアセトアミド等のアミド系溶媒、ジメチルスルホキシド等が挙げられる。これらは何れか1種を単独で用いてもよく、2種以上を任意の組み合わせおよび比率で用いてもよい。また、これらの溶媒のうち1種又は2種以上を、上述のエーテル系溶媒およびエステル系溶媒のうち1種又は2種以上と組み合わせて用いてもよい。特に、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系溶媒は、電子受容性化合物およびカチオンラジカル化合物を溶解する能力が低いため、エーテル系溶媒およびエステル系溶媒と混合して用いることが好ましい。

【0162】

塗布溶液中における溶媒の濃度は、通常10重量%以上、好ましくは30重量%以上、より好ましくは50%重量以上、また、通常99.999重量%以下、好ましくは99.99重量%以下、さらに好ましくは99.9重量%以下の範囲である。なお、2種以上の溶媒を混合して用いる場合には、これらの溶媒の合計がこの範囲を満たすようにする。

【0163】

真空蒸着法による層形成の場合には、前述した各材料（正孔輸送性化合物、電子受容性化合物、カチオンラジカル化合物）の1種又は2種以上を真空容器内に設置されたるつぼに入れ（2種以上材料を用いる場合は各々のるつぼに入れ）、真空容器内を適当な真空ポンプで 10^{-4} Pa程度まで排気した後、るつぼを加熱して（2種以上材料を用いる場合は各々のるつぼを加熱して）、蒸発量を制御して蒸発させ（2種以上材料を用いる場合はそれぞれ独立に蒸発量を制御して蒸発させ）、るつぼと向き合って置かれた基板の陽極上に正孔注入層を形成させる。なお、2種以上の材料を用いる場合は、それらの混合物をるつぼに入れ、加熱し蒸発させて正孔注入層形成に用いることもできる。

10

20

30

40

50

【0164】

このようにして形成されるよい正孔注入層3の膜厚は、通常5 nm以上、好ましくは10 nm以上、また、通常1000 nm以下、好ましくは500 nm以下の範囲である。

なお、正孔注入層3は、図6に示す如く、これを省略していてもよい。

【0165】

[4] 発光層

正孔注入層3の上には通常発光層4が設けられる。発光層4は発光材料を含む層であり、電界を与えられた電極間において、陽極2から正孔注入層3を通じて注入された正孔と、陰極6から電子輸送層5を通じて注入された電子との再結合により励起されて、主たる発光源となる層である。発光層4は発光材料（ドーパント）と1種又は2種以上のホスト材料を含むことが好ましく、発光層4は本発明の電荷輸送材料をホスト材料として含むことがさらに好ましく、真空蒸着法で形成していてもよいが、本発明の有機電界発光素子用組成物を用い、湿式製膜法によって作製された層であることが特に好ましい。

10

【0166】

ここで、湿式製膜法とは、上記溶媒を含む本発明の有機電界発光素子用組成物を、スピンコート、スプレーコート、ディップコート、ダイコート、フレキソ印刷、スクリーン印刷、インクジェット法により塗布して製膜するものである。

【0167】

なお、発光層4は、本発明の性能を損なわない範囲で、他の材料、成分を含んでいてもよい。

20

【0168】

一般に有機電界発光素子において、同じ材料を用いた場合、電極間の膜厚が薄い方が、実効電界が大きくなる為、注入される電流が多くなるので、駆動電圧は低下する。その為、電極間の総膜厚は薄い方が、有機電界発光素子の駆動電圧は低下するが、あまりに薄いと、ITO等の電極に起因する突起により短絡が発生する為、ある程度の膜厚が必要となる。

【0169】

本発明においては、発光層4以外に、正孔注入層3および後述の電子輸送層5等の有機層を有する場合、発光層4と正孔注入層3や電子輸送層5等の他の有機層とを合わせた総膜厚は通常30 nm以上、好ましくは50 nm以上であり、さらに好ましくは100 nm以上で、通常1000 nm以下、好ましくは500 nm以下であり、さらに好ましくは300 nm以下である。また、発光層4以外の正孔注入層3や後述の電子注入層5の導電性が高い場合、発光層4に注入される電荷量が増加する為、例えば正孔注入層3の膜厚を厚くして発光層4の膜厚を薄くし、総膜厚をある程度の膜厚を維持したまま駆動電圧を下げることも可能である。

30

【0170】

よって、発光層4の膜厚は、通常10 nm以上、好ましくは20 nm以上で、通常300 nm以下、好ましくは200 nm以下である。なお、本発明の素子が、陽極および陰極の両極間に、発光層4のみを有する場合の発光層4の膜厚は、通常30 nm以上、好ましくは50 nm以上、通常500 nm以下、好ましくは300 nm以下である。

40

【0171】

[5] 電子注入層

電子注入層5は陰極6から注入された電子を効率よく発光層4へ注入する役割を果たす。電子注入を効率よく行うには、電子注入層5を形成する材料は、仕事関数の低い金属が好ましく、ナトリウムやセシウム等のアルカリ金属、バリウムやカルシウムなどのアルカリ土類金属が用いられる。

電子注入層5の膜厚は0.1～5 nmが好ましい。

【0172】

また、陰極6と発光層4又は後述の電子輸送層8との界面にLiF、MgF₂、Li₂O、CsCO₃等の極薄絶縁膜（0.1～5 nm）を挿入することも、素子の効率を向上

50

させる有効な方法である (Appl.Phys.Lett., 70巻, 152頁, 1997年; 特開平10-74586号公報; IEEETrans.Electron.Devices, 44巻, 1245頁, 1997年; SID 04 Digest, 154頁)。

【0173】

さらに、後述するバソフェナントロリン等の含窒素複素環化合物や8-ヒドロキシキノリンのアルミニウム錯体などの金属錯体に代表される有機電子輸送材料に、ナトリウム、カリウム、セシウム、リチウム、ルビジウム等のアルカリ金属をドーピングする (特開平10-270171号公報、特開2002-100478号公報、特開2002-100482号公報などに記載) ことにより、電子注入・輸送性が向上し優れた膜質を両立させることが可能となるため好ましい。この場合の膜厚は通常、5nm以上、好ましくは10nm以上で、通常200nm以下、好ましくは100nm以下である。 10

【0174】

電子注入層5は、発光層4と同様にして湿式製膜法、或いは真空蒸着法により発光層4上に積層することにより形成される。真空蒸着法の場合には、真空容器内に設置されたるつぼ又は金属ボートに蒸着源を入れ、真空容器内を適当な真空ポンプで 10^{-4} Pa程度にまで排気した後、るつぼ又は金属ボートを加熱して蒸発させ、るつぼ又は金属ボートと向き合って置かれた基板上に電子注入層を形成する。

【0175】

アルカリ金属の蒸着は、クロム酸アルカリ金属と還元剤をニクロムに充填したアルカリ金属ディスペンサーを用いて行う。このディスペンサーを真空容器内で加熱することにより、クロム酸アルカリ金属が還元されてアルカリ金属が蒸発される。有機電子輸送材料とアルカリ金属とを共蒸着する場合は、有機電子輸送材料を真空容器内に設置されたるつぼに入れ、真空容器内を適当な真空ポンプで 10^{-4} Pa程度にまで排気した後、各々のるつぼおよびディスペンサーを同時に加熱して蒸発させ、るつぼおよびディスペンサーと向き合って置かれた基板上に電子注入層を形成する。 20

【0176】

このとき、電子注入層5の膜厚方向において均一に共蒸着されるが、膜厚方向において濃度分布があっても構わない。

なお、電子注入層5は、図5, 6, 7, 8に示す如く、これを省略していてもよい。

【0177】

[6] 陰極

陰極6は、発光層側の層 (電子注入層5又は発光層4など) に電子を注入する役割を果たす。陰極6として用いられる材料は、前記陽極2に使用される材料を用いることが可能であるが、効率よく電子注入を行うには、仕事関数の低い金属が好ましく、スズ、マグネシウム、インジウム、カルシウム、アルミニウム、銀等の適当な金属又はそれらの合金が用いられる。具体例としては、マグネシウム-銀合金、マグネシウム-インジウム合金、アルミニウム-リチウム合金等の低仕事関数合金電極が挙げられる。

【0178】

陰極6の膜厚は通常、陽極2と同様である。低仕事関数金属から成る陰極を保護する目的で、この上にさらに、仕事関数が高く大気に対して安定な金属層を積層することは素子の安定性を増す。この目的のために、アルミニウム、銀、銅、ニッケル、クロム、金、白金等の金属が使われる。 40

【0179】

[7] その他の構成層

以上、図1に示す層構成の素子を中心に説明してきたが、本発明の有機電界発光素子における陽極2および陰極6と発光層4との間には、その性能を損なわない限り、上記説明にある層の他にも、任意の層を有していてもよく、また発光層4以外の任意の層を省略してもよい。

【0180】

有してもよい層としては例えば、電子輸送層7が挙げられる。電子輸送層7は素子の発 50

光効率をさらに向上させることを目的として、図2に示す如く、発光層4と電子注入層5との間に設けられる。

【0181】

電子輸送層7は、電界を与えられた電極間において陰極6から注入された電子を効率よく発光層4の方向に輸送することができる化合物より形成される。電子輸送層7に用いられる電子輸送性化合物としては、陰極6又は電子注入層5からの電子注入効率が高く、かつ、高い電子移動度を有し注入された電子を効率よく輸送することができる化合物であることが必要である。

このような条件を満たす材料としては、8-ヒドロキシキノリンのアルミニウム錯体などの金属錯体（特開昭59-194393号公報）、10-ヒドロキシベンゾ[h]キノリンの金属錯体、オキサジアゾール誘導体、ジスチリルピフェニル誘導体、シロール誘導体、3-又は5-ヒドロキシフラボン金属錯体、ベンズオキサゾール金属錯体、ベンゾチアゾール金属錯体、トリスベンズイミダゾリルベンゼン（米国特許第5,645,948号）、キノキサリン化合物（特開平6-207169号公報）、フェナントロリン誘導体（特開平5-331459号公報）、2-t-ブチル-9,10-N,N'-ジシアノアントラキノンジイミン、n型水素化非晶質炭化シリコン、n型硫化亜鉛、n型セレン化亜鉛などが挙げられる。

10

【0182】

電子輸送層7の膜厚は、通常下限は1nm、好ましくは5nm程度であり、上限は通常300nm、好ましくは100nm程度である。

20

【0183】

電子輸送層7は、正孔注入層3と同様にして湿式製膜法、或いは真空蒸着法により発光層4上に積層することにより形成される。通常は、真空蒸着法が用いられる。

【0184】

また、正孔輸送層10を有することが本発明において好ましく、正孔輸送層10には、本発明の電荷輸送材料を含有することが好ましい。また、前記正孔注入層の正孔輸送性化合物として例示した化合物を用いることもできる。また、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルトリフェニルアミン、テトラフェニルベンジジンを含むポリアリーレンエーテルサルホン等の高分子材料を使用してもよい。正孔輸送層10は、これらの材料を湿式製膜法又は真空蒸着法により正孔注入層上に積層することにより形成される。このようにして形成される正孔輸送層10の膜厚は、通常10nm以上、好ましくは30nmである。但し、通常、300nm以下、好ましくは100nm以下である。

30

【0185】

また、特に、発光物質として燐光材料を用いたり、青色発光材料を用いたりする場合、図3に示す如く、正孔阻止層8を設けることも効果的である。正孔阻止層8は正孔と電子を発光層4内に閉じこめて、発光効率を向上させる機能を有する。即ち、正孔阻止層8は、発光層4から移動してくる正孔が電子輸送層7に到達するのを阻止することで、発光層4内で電子との再結合確率を増やし、生成した励起子を発光層4内に閉じこめる役割と、電子輸送層8から注入された電子を効率よく発光層4の方向に輸送する役割がある。

【0186】

正孔阻止層8は、陽極2から移動してくる正孔を陰極6に到達するのを阻止する役割と、陰極6から注入された電子を率よく発光層4の方向に輸送することができる化合物により、発光層4の上に、発光層4の陰極6側の界面に接するように積層形成される。

40

【0187】

正孔阻止層8を構成する材料に求められる物性としては、電子移動度が高く正孔移動度が低いこと、エネルギーギャップ（HOMO、LUMOの差）が大きいこと、励起三重項準位（T1）が高いことが挙げられる。

【0188】

このような条件を満たす正孔阻止層材料としては、ビス（2-メチル-8-キノリノラト）（フェノラト）アルミニウム、ビス（2-メチル-8-キノリノラト）（トリフェニ

50

ルシラノラト) アルミニウム等の混合配位子錯体、ビス(2-メチル-8-キノラト) アルミニウム- μ -オキソ-ビス-(2-メチル-8-キノリラト) アルミニウム二核金属錯体等の金属錯体、ジスチリルビフェニル誘導体等のスチリル化合物(特開平11-242996)、3-(4-ビフェニル)-4-フェニル-5-(4-tert-ブチルフェニル)-1, 2, 4-トリアゾール等のトリアゾール誘導体(特開平7-41759号公報)、バソクプロイン等のフェナントロリン誘導体(特開平10-79297号公報)が挙げられる。

【0189】

さらに、WO2005/022962号公報に記載の2, 4, 6位が置換されたピリジン環を少なくとも1個有する化合物も正孔阻止材料として好ましい。

10

【0190】

正孔阻止層8の膜厚は、通常0.3nm以上、好ましくは0.5nm以上で、通常100nm以下、好ましくは50nm以下である。

【0191】

正孔阻止層8も正孔注入層3と同様の方法で形成することができるが、通常は真空蒸着法が用いられる。

【0192】

電子輸送層7および正孔阻止層8は必要に応じて、適宜設ければよく、1) 電子輸送層のみ、2) 正孔阻止層のみ、3) 正孔阻止層/電子輸送層の積層、4) 用いない、等、用法がある。また、図7, 9に示す如く、電子注入層5を省略して正孔阻止層8と電子輸送層7を積層しても良く、また、図8に示す如く、電子輸送層7のみでも良い。

20

【0193】

正孔阻止層8と同様の目的で、図4に示す如く、正孔注入層3と発光層4の間に電子阻止層9を設けることも効果的である。電子阻止層9は、発光層4から移動してくる電子が正孔注入層3に到達するのを阻止することで、発光層4内で正孔との再結合確率を増やし、生成した励起子を発光層4内に閉じこめる役割と、正孔注入層3から注入された正孔を効率よく発光層4の方向に輸送する役割がある。

【0194】

電子阻止層9に求められる特性としては、正孔輸送性が高く、エネルギーギャップ(HOMO、LUMOの差)が大きいこと、励起三重項準位(T1)が高いことが挙げられる。また、発光層4を湿式製膜法で形成する場合、電子阻止層9も湿式製膜法で形成することが、素子製造が容易となるため、好ましい。

30

【0195】

このため、電子阻止層9も湿式製膜適合性を有することが好ましく、このような電子阻止層9に用いられる材料としては、F8-TFBに代表されるジオクチルフルオレンとトリフェニルアミンの共重合体(WO2004/084260号公報記載)等が挙げられる。

【0196】

なお、図1とは逆の構造、即ち、基板1上に陰極6、電子注入層5、発光層4、正孔注入層3、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電界発光素子を設けることも可能である。同様に、図2~図9に示した前記各層構成とは逆の構造に積層することも可能である。

40

【0197】

さらには、図1に示す層構成を複数段重ねた構造(発光ユニットを複数積層させた構造)とすることも可能である。その際には段間(発光ユニット間)の界面層(陽極がITO、陰極がAlの場合はその2層)の代わりに、例えばV₂O₅等を電荷発生層(CGL)として用いると段間の障壁が少なくなり、発光効率・駆動電圧の観点からより好ましい。

【0198】

本発明は、有機電界発光素子が、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

50

ができる。

【実施例】

【0199】

次に、本発明を実施例によってさらに具体的に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の実施例の記載に限定されるものではない。

【0200】

なお、以下において、化合物の燐光スペクトルおよび電気化学測定は次の方法により実施した。

【0201】

〈電気化学測定（サイクリックボルタンメトリー）〉

支持電解質として過塩素酸テトラブチルアンモニウムを0.1 mol/L含有させたアセトニトリルに、測定対象化合物を2 mM溶解させた溶液を、作用電極としてグラッシーカーボン電極、対電極として白金電極を用いて、掃引速度100 mV/secで測定し、フェロセンの酸化還元電位と比較することにより、該化合物の酸化電位および還元電位を求めた。

【0202】

〈燐光スペクトル測定方法〉

最低三重項励起エネルギー状態の測定は、測定対象化合物を分光用に精製されたエーテル：イソペンタン：エタノール＝5：2：2（体積比）の溶媒に溶かし、筒状石英セルに入れ、石英デュアーに液体窒素を入れ、77 Kに冷却しフォトルミネッセンスを測定した。その最大エネルギーの燐光発光（0，0遷移ピーク形状）から求めた。燐光発光と蛍光発光の分別は励起光入射後フォトルミネッセンス観測開始時間を遅らせることによって行った。フォトルミネッセンスの測定は、材料の吸収をあわせ、N₂ レーザー光源（Laser Science, Inc、波長337 nm）を用い励起光として試料に当てることによって行った。燐光発光と蛍光発光の分別は励起光入射後観測開始時間を遅らせることによって燐光発光の観測を行った。分光観測機器は、浜松ホトニクス社製分光器C5049にストリークカメラC4334接続して行った。

【0203】

〈ガラス転移温度測定〉

示差走査熱量分析（DSC）によって測定した。

装置：エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社 DSC 6220

試料量：約4 mg

試料容器：Al製液体用試料容器

雰囲気：N₂，50 ml/min

温度範囲：室温～250℃

昇温速度：10℃/min

【0204】

〈トルエンに対する溶解度測定〉

内容量2～10 mlのガラス製サンプル瓶に、溶質X g（通常3～10 mgの範囲）、溶剤としてトルエンY gを投入し、該サンプル瓶の蓋を閉じた後、50℃以下の温度で、攪拌し、極力溶解を促進する。その後、室温（通常、10～30℃）下、1時間以上静置したとき、目視あるいは顕微鏡観察により、析出物、懸濁あるいは層分離が確認されなかった場合、溶解度は $\{X / (X + Y)\} \times 100\%$ 以上であり、析出物が確認された場合、溶解度は $\{X / (X + Y)\} \times 100\%$ 未満であると判定した。

【0205】

[実施例1]

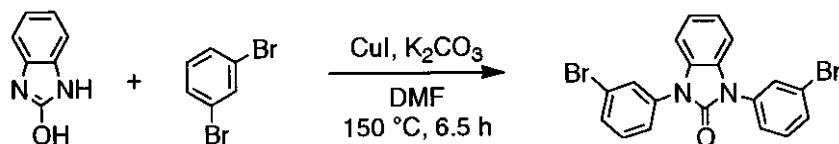
10

20

30

40

【化 2 2】



目的物 1

【0 2 0 6】

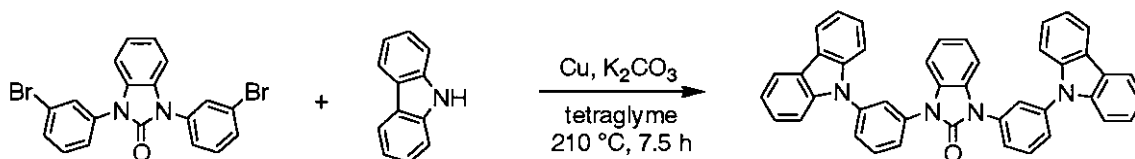
10

窒素気流中、2-ヒドロキシベンズイミダゾール（5.41 g）、m-ジブロモベンゼン（28.6 g）、ヨウ化銅（I）（15.3 g）、炭酸カリウム（22.3 g）、およびN,N-ジメチルホルムアミド（130 ml）を、150 °Cに加熱下、6.5時間攪拌し、室温まで放冷した。反応混合物に水を加え、酢酸エチルで抽出し、有機層を硫酸マグネシウムで乾燥した後、濃縮した。濃縮残渣にトルエン、および活性白土を加えて攪拌し、不溶物を濾別した。濾液に含まれるクロロホルムを減圧留去した後、メタノールを加えて攪拌し、得られた析出物をメタノールで再結晶することにより、目的物 1（4.36 g）を得た。

【0 2 0 7】

【化 2 3】

20



目的物 1

目的物 2（H-1）

【0 2 0 8】

30

窒素気流中、目的物 1（4.36 g）、カルバゾール（5.76 g）、銅粉（1.88 g）、炭酸カリウム（8.15 g）、およびテトラグライム（20 ml）を、210 °Cで7.5時間攪拌した。放冷後、反応混合物にクロロホルムを加えて攪拌し、不溶物を濾別し、メタノール（200 ml）に加えて攪拌した後、沈殿を濾取した。得られた固形分をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（トルエン）で精製し、ジクロロメタン/メタノール混合液で洗浄することにより、目的物 2（化合物（H-1））（2.29 g）を得た。

質量分析により、目的物 2（H-1）であることを確認した。

DEI-MSm/z = 616 (M⁺)

【0 2 0 9】

化合物（H-1）のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度の測定結果、および第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差を表 1 に示す。また、化合物（H-1）の燐光スペクトルから求めた、化合物（H-1）の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差を表 1 に示す。さらに、下記（C）と（A）との差を示す。

40

（C）第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差

（A）励起三重項状態と基底状態のエネルギー差

【0 2 1 0】

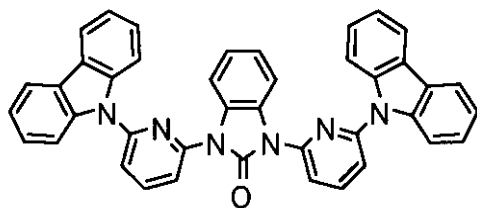
〔実施例 2〕

以下の化合物（H-2）のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度を測定した。この結果を、表 1 に示す。また、第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差、化合物（H-2）の燐光スペクトルから求めた化合物（H-2）の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差、および上記（C）と（A）の差を表 1 に示す。

50

【0211】

【化24】



(H-2)

10

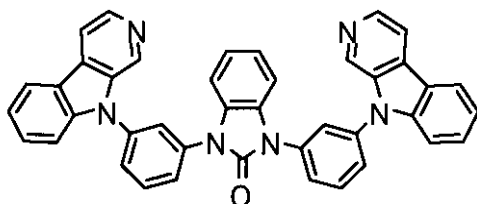
【0212】

[実施例3]

以下の化合物（H-3）のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度を測定した。この結果を、表1に示す。また、第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差、化合物（H-3）の燐光スペクトルから求めた化合物（H-3）の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差、および上記（C）と（A）の差を表1に示す。

【0213】

【化25】



(H-3)

20

【0214】

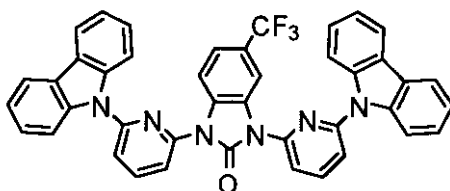
[実施例4]

以下の化合物（H-4）のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度を測定した。この結果を、表1に示す。また、第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差、化合物（H-4）の燐光スペクトルから求めた化合物（H-4）の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差、および上記（C）と（A）の差を表1に示す。

30

【0215】

【化26】



(H-4)

40

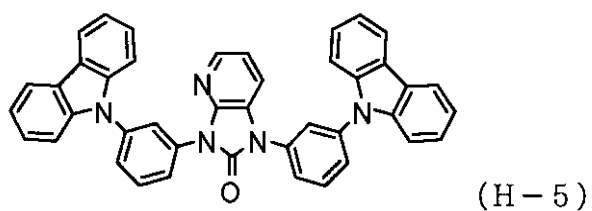
【0216】

[実施例5]

以下の化合物（H-5）のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度を測定した。この結果を、表1に示す。また、第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差、化合物（H-5）の燐光スペクトルから求めた化合物（H-5）の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差、および上記（C）と（A）の差を表1に示す。

【0217】

【化 2 7】



【0 2 1 8】

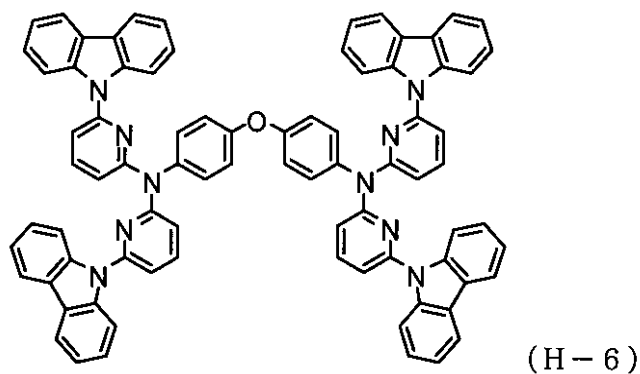
10

[実施例 6]

以下の化合物 (H-6) のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度を測定した。この結果を、表 1 に示す。また、第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差、化合物 (H-6) の燐光スペクトルから求めた化合物 (H-6) の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差、および上記 (C) と (A) の差を表 1 に示す。

【0 2 1 9】

【化 2 8】



20

30

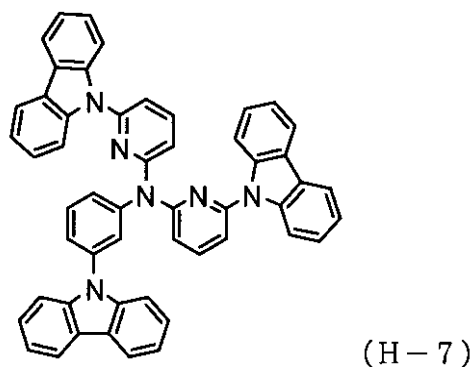
【0 2 2 0】

[実施例 7]

以下の化合物 (H-7) のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度を測定した。この結果を、表 1 に示す。また、第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差、化合物 (H-7) の燐光スペクトルから求めた化合物 (H-7) の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差、および上記 (C) と (A) の差を表 1 に示す。

【0 2 2 1】

【化 2 9】



40

50

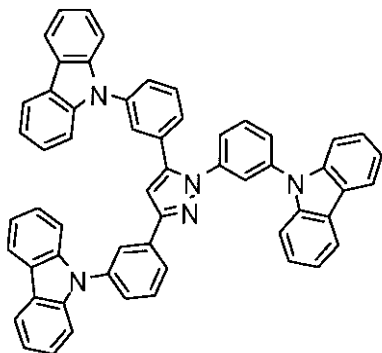
【0222】

[実施例8]

以下の化合物（H-8）のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度を測定した。この結果を、表1に示す。また、第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差、化合物（H-8）の燐光スペクトルから求めた化合物（H-8）の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差、および上記（C）と（A）の差を表1に示す。

【0223】

【化30】



(H-8)

10

20

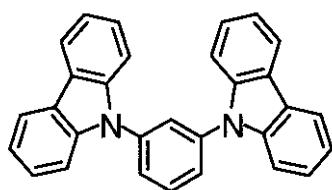
【0224】

[比較例1]

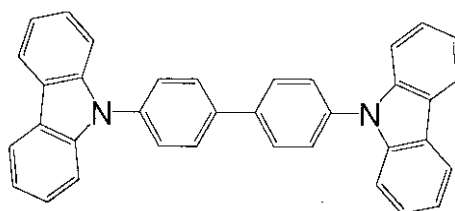
以下の化合物（C-1）及び（C-2）のガラス転移温度、第一酸化電位、第一還元電位、トルエンへの溶解度を測定した。この結果を、表1に示す。また、第一酸化電位と第一還元電位のエネルギー差、化合物（C-1）及び（C-2）の燐光スペクトルから求めた化合物（C-1）及び（C-2）の励起三重項状態と基底状態のエネルギー差、および上記（C）と（A）の差を表1に示す。

【0225】

【化31】



(C-1)



(C-2)

30

【0226】

40

【表 1】

	電荷輸送材料	ガラス 転移温度 [°C]	第一酸化電位 [V vs. SCE]	第一還元電位 [V vs. SCE]	第一酸化電位と 第一還元電位との エネルギー差 (C) [eV]	励起三重項と 基底状態の エネルギー差 (A) [eV]	(C)と(A)との 差 [eV]	トルエンへの 溶解度 (重量%)
実施例1	(H-1)	125	1.32	-2.71	4.03	2.99	1.04	5
実施例2	(H-2)	123	1.38	-2.43	3.81	3	0.81	0.3
実施例3	(H-3)	135	1.43	-2.25	3.68	2.96	0.72	3
実施例4	(H-4)	126	1.44	-2.28	3.72	2.97	0.75	0.3
実施例5	(H-5)	125	1.31	-2.52	3.83	2.99	0.84	3
実施例6	(H-6)	151	1.2	-2.6	3.8	2.97	0.83	1.4
実施例7	(H-7)	123	1.29	-2.39	3.68	2.98	0.7	2
実施例8	(H-8)	144	1.31	-2.42	3.73	2.92	0.81	3
比較例1	(C-1)	65	1.32	-2.57	3.89	2.98	0.91	
比較例1	(C-2)	N/A	1.20	-2.40	3.60	2.61	0.99	

表中、(C-1)のガラス転移温度はThin Solid Films 2003, 436, 264-268に記載の値。

【0227】

[実施例9]

図9に示す構造を有する有機電界発光素子を、以下の方法により作製した。

10

20

30

40

50

【0228】

ガラス基板1の上にインジウム・スズ酸化物（ITO）透明導電膜を150nm堆積したもの（スパッター成膜品；シート抵抗15Ω）を通常の写真リソグラフィ技術と塩酸エッチングを用いて2mm幅のストライプにパターンニングして陽極2を形成した。パターン形成したITO基板を、アセトンによる超音波洗浄、純水による水洗、イソプロピルアルコールによる超音波洗浄の順で洗浄後、窒素ブローで乾燥させ、最後に紫外線オゾン洗浄を行った。

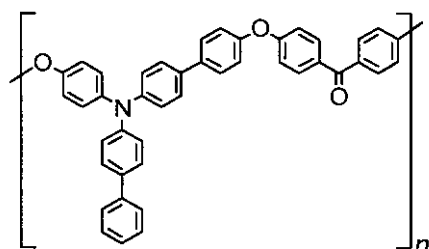
【0229】

次に、正孔注入層3を以下のように湿式塗布法によって形成した。正孔注入層3の材料として、下記に示す構造式の芳香族アミノ基を有する高分子化合物（P-1（重量平均分子量：48900，数平均分子量：11000））と下記に示す構造式の電子受容性化合物（A-1）とを用い、下記の条件でスピncコートした。

10

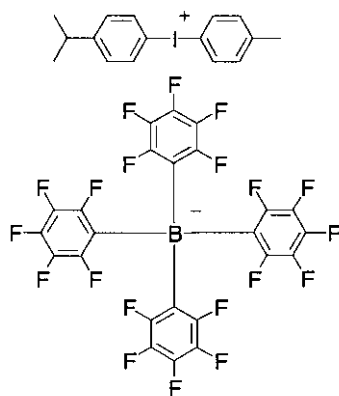
【0230】

【化32】



P-1

20



A-1

30

40

【0231】

スピncコート条件

溶媒＝アニソール

塗布液濃度＝2 [wt %]

P-1：A-1＝10：2（重量比）

スピnc回転数＝2000 [rpm]

スピnc回転時間＝30 [秒]

乾燥条件＝230 [°C]，18 [時間]

【0232】

上記のスピncコートにより膜厚30nmの均一な薄膜が形成された。

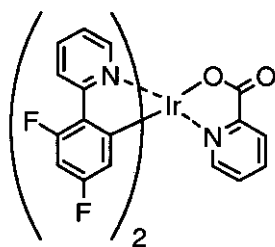
50

【0233】

続いて、発光層4を以下のように湿式製膜法によって形成した。発光層4の材料として、本発明の電荷輸送材料である、実施例1で合成した化合物(H-1)と、下記に示す構造式の有機イリジウム錯体(D-1)とを用い、これらを溶媒としてトルエンに溶解させて有機電界発光素子用組成物を調製し、この有機電界発光素子用組成物を用いて下記の条件でスピコートした。

【0234】

【化33】



D-1

10

【0235】

スピコート条件

溶媒＝トルエン

塗布液濃度＝2 [wt %]

化合物(H-1)：(D-1)＝10：1 (重量比)

スピナ回転数＝1500 [rpm]

スピナ回転時間＝60 [秒]

乾燥条件＝100 [°C]，60 [分] (減圧下)

20

【0236】

上記のスピコートにより膜厚65nmの均一な薄膜が形成された。

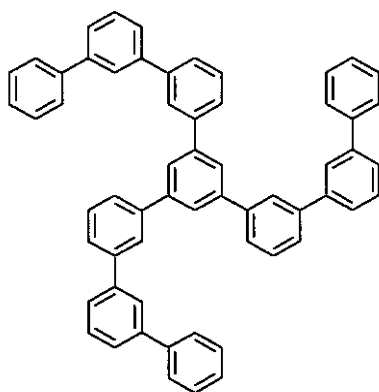
【0237】

次に、正孔阻止層8として、下記に示す構造式のトリアリールベンゼン誘導体(HB-1)を蒸着温度を343～350℃として、蒸着速度0.09nm/秒で10nmの膜厚で積層した。蒸着時の真空度は 7.1×10^{-5} Pa (約 5.5×10^{-7} Torr)であった。

30

【0238】

【化34】



HB-1

40

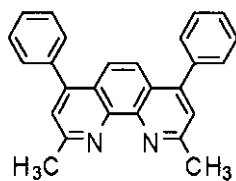
【0239】

50

次に、正孔阻止層 8 の上に、電子輸送層 7 として下記に示すバソクプロイン (BCP) を同様にして蒸着した。この時のバソクプロインの蒸着温度は $160 \sim 172^{\circ}\text{C}$ の範囲で制御し、蒸着時の真空度は $6.6 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ (約 $5.1 \times 10^{-7} \text{ Torr}$)、蒸着速度は 0.1 nm/秒 で膜厚は 30 nm とした。

【0240】

【化35】



BCP

10

【0241】

上記の正孔阻止層 8 および電子輸送層 7 を真空蒸着する時の基板温度は室温に保持した。

【0242】

ここで、電子輸送層 7 までの蒸着を行った素子を、一旦前記真空蒸着装置内より大気中に取り出して、陰極蒸着用のマスクとして 2 mm 幅のストライプ状シャドーマスクを、陽極 2 の ITO ストライプとは直交するように素子に密着させて、別の真空蒸着装置内に設置して有機層と同様にして装置内の真空度が $2.0 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ (約 $2.6 \times 10^{-4} \text{ Pa}$) 以下になるまで排気した。陰極 6 として、先ず、フッ化リチウム (LiF) を、モリブデンボートを用いて、蒸着速度 0.07 nm/秒 、真空度 $2.2 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ (約 $3.0 \times 10^{-4} \text{ Pa}$) で、 0.5 nm の膜厚で電子輸送層 7 の上に成膜した。次に、アルミニウムを同様にモリブデンボートにより加熱して、蒸着速度 0.3 nm/秒 、真空度 $4.3 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ (約 $5.6 \times 10^{-4} \text{ Pa}$) で膜厚 80 nm のアルミニウム層を形成して陰極 6 を完成させた。以上の 2 層型陰極 6 の蒸着時の基板温度は室温に保持した。

20

【0243】

以上の様にして、 $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ のサイズの発光面積部分を有する有機電界発光素子が得られた。この素子の発光特性は以下の通りである。

30

輝度/電流: $29.3 [\text{cd/A}] @ 100 \text{ cd/m}^2$

電圧: $8.4 [\text{V}] @ 100 \text{ cd/m}^2$

発光効率: $11.0 [\text{lm/W}] @ 100 \text{ cd/m}^2$

素子の発光スペクトルのピーク波長は 471 nm であり、半値幅は 67 nm の青緑発光で、イリジウム錯体 (D-1) からのものと同定された。色度は $\text{CIE}(x, y) = (0.18, 0.36)$ であった。

【0244】

[実施例 10]

図 7 に示す構造を有する有機電界発光素子を以下の方法で作製した。

ガラス基板 1 の上にインジウム・スズ酸化物 (ITO) 透明導電膜 2 を 150 nm 堆積したもの (スパッター成膜品; シート抵抗 15Ω) を通常の写真リソグラフィ技術と塩酸エッチングを用いて 2 mm 幅のストライプにパターニングして陽極 2 を形成した。パターン形成した ITO 基板を、アセトンによる超音波洗浄、純水による水洗、イソプロピルアルコールによる超音波洗浄の順で洗浄後、窒素ブローで乾燥させ、最後に紫外線オゾン洗浄を行った。

40

【0245】

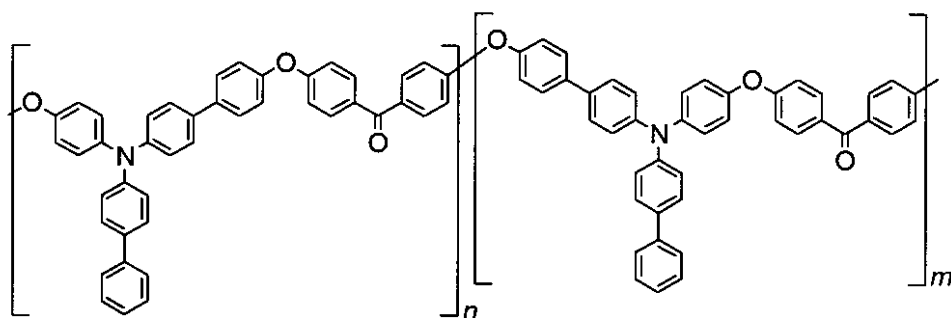
正孔注入層 3 の材料として、下記に示す構造式の芳香族アミノ基を有する非共役系高分子化合物 (PB-2) を、実施例 9 で用いた前掲の構造式の電子受容性化合物 (A-1)

50

と共に以下の条件でスピncコートした。

【0246】

【化36】



(PB-2)

重量平均分子量：48900

数平均分子量：11000

10

【0247】

スピncコート条件

溶媒

アニソール

PB-2の濃度

2 [wt %]

PB-2 : A-1

10 : 2 (重量比)

スピナ回転数

2000 [rpm]

スピナ回転時間

30 [秒]

乾燥条件

230 [°C] 15 [分]

20

【0248】

上記のスピncコートにより膜厚30nmの均一な薄膜が形成された。

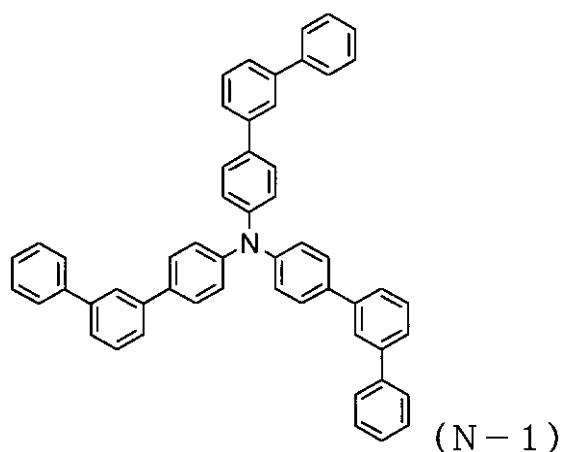
【0249】

次に正孔注入層3を成膜した基板を真空蒸着装置内に設置した。上記装置の粗排気を油
回転ポンプにより行った後、装置内の真空度が 9.8×10^{-5} Pa (約 7.5×10^{-7} Torr) 以下になるまでクライオポンプを用いて排気した。上記装置内に配置された
セラミックるつぼに入れた、下記に示す構造式のアリールアミン化合物(N-1)をるつ
ぼの周囲のタantal線ヒーターで加熱して蒸着を行った。この時のるつぼの温度は、30
0~314°Cの範囲で制御した。蒸着時の真空度 9.0×10^{-5} Pa (約 6.9×10^{-7} Torr)、蒸着速度は0.1nm/秒で膜厚40nmの正孔輸送層10を形成した

30

【0250】

【化 3 7】



10

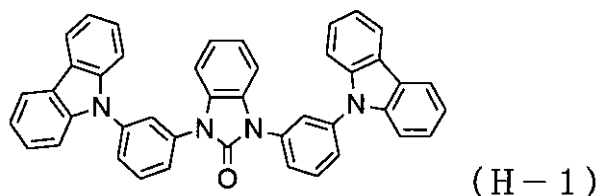
【0 2 5 1】

引続き、発光層 4 の主成分（ホスト材料）として、本発明の電荷輸送材料である実施例 1 の化合物（H-1）を、副成分（ドーパント）として実施例 9 で用いた有機イリジウム錯体（D-1）を別々のセラミックるつぼに設置し、2 元同時蒸着法により成膜を行った。

20

【0 2 5 2】

【化 3 8】



30

【0 2 5 3】

化合物（H-1）のるつぼ温度は 270～284℃、蒸着速度は 0.1 nm/秒に、有機イリジウム錯体（D-1）のるつぼ温度は 230～237℃にそれぞれ制御し、膜厚 30 nm で有機イリジウム錯体（D-1）が約 12.5 重量% 含有された発光層 4 を正孔輸送層 10 の上に積層した。蒸着時の真空度は 7.4×10^{-5} Pa（約 5.7×10^{-7} Torr）であった。

【0 2 5 4】

さらに、正孔阻止層 8 として、実施例 9 で用いた前掲の構造式のトリアリールベンゼン誘導体（HB-1）をるつぼ温度を 343～350℃として、蒸着速度 0.09 nm/秒で 10 nm の膜厚で積層した。蒸着時の真空度は 7.1×10^{-5} Pa（約 5.5×10^{-7} Torr）であった。

40

【0 2 5 5】

次いで、正孔阻止層 8 の上に、電子輸送層 7 として、実施例 9 で用いた前掲の構造式のバソクプロイン（BCP）を同様にして蒸着した。この時のバソクプロイン（BCP）のるつぼ温度は 160～172℃の範囲で制御し、蒸着時の真空度は 6.6×10^{-5} Pa（約 5.1×10^{-7} Torr）、蒸着速度は 0.1 nm/秒で膜厚は 30 nm とした。

【0 2 5 6】

上記の正孔輸送層 10、発光層 4、正孔阻止層 8 および電子輸送層 7 を真空蒸着する時の基板温度は室温に保持した。

【0 2 5 7】

50

ここで、電子輸送層 7 までの蒸着を行った素子を一度前記真空蒸着装置内より大気中に取り出して、陰極蒸着用のマスクとして 2 mm 幅のストライプ状シャドーマスクを、陽極 2 の ITO ストライプとは直交するように素子に密着させて、別の真空蒸着装置内に設置して有機層と同様にして装置内の真空度が 2.8×10^{-6} Torr (約 3.6×10^{-4} Pa) 以下になるまで排気した。陰極 6 として、先ず、フッ化リチウム (LiF) をモリブデンボートを用いて、蒸着速度 0.03 nm/秒、真空度 2.8×10^{-6} Torr (約 3.7×10^{-4} Pa) で、 0.5 nm の膜厚で電子輸送層 7 の上に成膜した。次に、アルミニウムを同様にモリブデンボートにより加熱して、蒸着速度 0.2 nm/秒、真空度 9.8×10^{-6} Torr (約 1.3×10^{-3} Pa) で膜厚 80 nm のアルミニウム層を形成して陰極 6 を完成させた。以上の 2 層型陰極 6 の蒸着時の基板温度は室温に保持した。

10

【0258】

以上の様にして、 $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ のサイズの発光面積部分を有する有機電界発光素子が得られた。この素子の発光特性を表 2, 3 に示す。

この素子の電界発光は、極大波長 473 nm 、半値幅は 67 nm の青緑色発光であり、有機イリジウム錯体 (D-1) からのものと同定された。色度は CIE (x, y) = (0.18, 0.38) であった。

【0259】

【表 2】

	電圧 (@100cd/m ²) [V]	輝度/電流 (@100cd/m ²) [cd/A]	発光効率 (@100cd/m ²) [lm/W]	電圧 (@1000cd/m ²) [V]	輝度/電流 (@1000cd/m ²) [cd/A]
実施例10	4.9	30.8	20	6.1	28.7
比較例2	5.4	11.5	6.7	7	14.2

20

【0260】

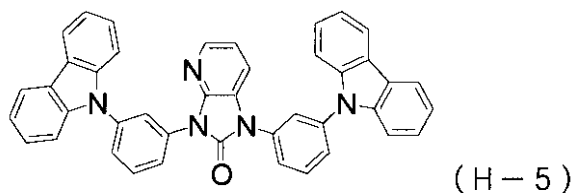
【実施例 11】

発光層 4 を以下に記す方法で成膜した以外は実施例 10 に示す方法と同様にして、図 7 に示す構造を有する有機電界発光素子を以下の方法で作製した。

発光層 4 の主成分 (ホスト材料) として、本発明の電荷輸送材料である実施例 5 の化合物 (H-5) を、副成分 (ドーパント) として実施例 10 で用いた有機イリジウム錯体 (D-1) を別々のセラミックるつぼに設置し、2 元同時蒸着法により成膜を行った。

【0261】

【化 39】



40

【0262】

化合物 (H-5) のるつぼ温度は $400 \sim 407^\circ\text{C}$ 、蒸着速度は 0.1 nm/秒 に、有機イリジウム錯体 (D-1) のるつぼ温度は $201 \sim 207^\circ\text{C}$ にそれぞれ制御し、膜厚 30 nm で有機イリジウム錯体 (D-1) が約 10.4 重量% 含有された発光層 4 を正孔輸

50

送層 10 の上に積層した。蒸着時の真空度は 4.6×10^{-5} Pa (約 3.5×10^{-7} Torr) であった。

この素子の発光特性を表 3 に示す。

この素子の電界発光は、極大波長 471 nm、半値幅は 53 nm の青緑色発光であり、有機イリジウム錯体 (D-1) からのものと同定された。色度は CIE (x, y) = (0.14, 0.31) であった。

【0263】

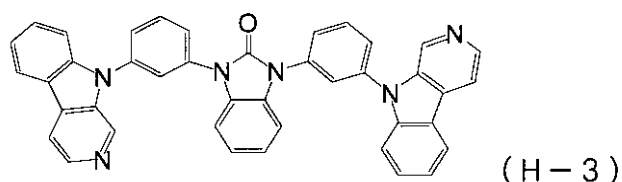
[実施例 12]

発光層 4 を以下に記す方法で成膜した以外は実施例 10 に示す方法と同様にして、図 7 に示す構造を有する有機電界発光素子を以下の方法で作製した。

発光層 4 の主成分 (ホスト材料) として、本発明の電荷輸送材料である実施例 3 の化合物 (H-3) を、副成分 (ドーパント) として実施例 10 で用いた有機イリジウム錯体 (D-1) を別々のセラミックるつぼに設置し、2 元同時蒸着法により成膜を行った。

【0264】

【化 40】



【0265】

化合物 (H-3) のるつぼ温度は 217 ~ 242 °C、蒸着速度は 0.09 nm/秒に、有機イリジウム錯体 (D-1) のるつぼ温度は 213 ~ 216 °C にそれぞれ制御し、膜厚 30 nm で有機イリジウム錯体 (D-1) が約 13.1 重量% 含有された発光層 4 を正孔輸送層 10 の上に積層した。蒸着時の真空度は 5.0×10^{-5} Pa (約 4.0×10^{-7} Torr) であった。

この素子の発光特性を表 3 に示す。

この素子の電界発光は、極大波長 472 nm、半値幅は 53 nm の青緑色発光であり、有機イリジウム錯体 (D-1) からのものと同定された。色度は CIE (x, y) = (0.15, 0.32) であった。

【0266】

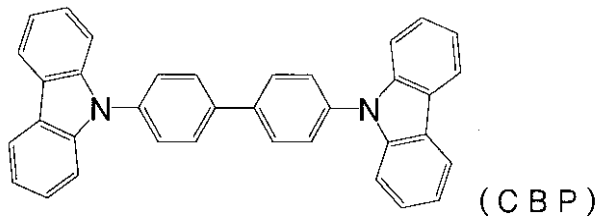
[比較例 2]

発光層 4 を以下に記す方法で成膜した以外は実施例 10 に示す方法と同様にして、図 7 に示す構造を有する有機電界発光素子を以下の方法で作製した。

発光層 4 の主成分 (ホスト材料) として下記構造式に示すカルバゾール誘導体 (CBP) を、副成分 (ドーパント) として実施例 10 で用いた有機イリジウム錯体 (D-1) を別々のセラミックるつぼに設置し、2 元同時蒸着法により成膜を行った。

【0267】

【化 4 1】



10

【0 2 6 8】

カルバゾール誘導体 (CBP) のるつぼ温度は 411 ~ 406 °C、蒸着速度は 0.08 nm/秒に、有機イリジウム錯体 (D-1) のるつぼ温度は 204 ~ 209 °C にそれぞれ制御し、膜厚 30 nm で有機イリジウム錯体 (D-1) が約 13.1 重量% 含有された発光層 4 を正孔輸送層 10 の上に積層した。蒸着時の真空度は 3.8×10^{-5} Pa (約 2.9×10^{-7} Torr) であった。

この素子の発光特性を表 2 と表 3 に示す。

この素子の電界発光は、極大波長 490 nm、半値幅は 59 nm の青緑色発光であり、有機イリジウム錯体 (D-1) からの発光以外に、他の材料由来の発光も観測された。色度は CIE (x, y) = (0.19, 0.54) であった。

20

【0 2 6 9】

【表 3】

	輝度／電流 (@100cd/m ²) [cd/A]	発光効率 (@100cd/m ²) [lm/W]	輝度／電流 (@2500cd/m ²) [cd/A]
実施例10	30.8	20	26.1
実施例11	18.3	9.6	16.8
実施例12	22.8	11.7	20.8
比較例2	11.5	6.7	13.8

30

【0 2 7 0】

[実施例 13]

図 8 に示す構造を有する有機電界発光素子を以下の方法で作製した。

ガラス基板 1 の上にインジウム・スズ酸化物 (ITO) 透明導電膜を 150 nm 堆積したもの (スパッター成膜品; シート抵抗 15 Ω) を通常の写真リソグラフィ技術と塩酸エッチングを用いて 2 mm 幅のストライプにパターニングして陽極 2 を形成した。パターン形成した ITO 基板を、アセトンによる超音波洗浄、純水による水洗、イソプロピルアルコールによる超音波洗浄の順で洗浄後、窒素ブローで乾燥させ、最後に紫外線オゾン洗浄を行った。

40

【0 2 7 1】

次いで、正孔注入層 3 を以下のように湿式製膜法によって形成した。正孔注入層 3 の材料として、実施例 10 で用いた前掲の構造式の芳香族アミノ基を有する非共役系高分子化合物 (PB-2 (重量平均分子量: 26500, 数平均分子量: 12000)) と実施例 9 で用いた前掲の構造式の電子受容性化合物 (A-1) とを用い、下記の条件でスピコートした。

【0 2 7 2】

50

スピコート条件

溶媒	アニソール
P B - 2 の濃度	2 [w t %]
P B - 2 : A - 1	1 0 : 2 (重量比)
スピナ回転数	2 0 0 0 [r p m]
スピナ回転時間	3 0 [秒]
乾燥条件	2 3 0 [°C] 5 [時間]

上記のスピコートにより膜厚 3 0 n m の均一な薄膜が形成された。

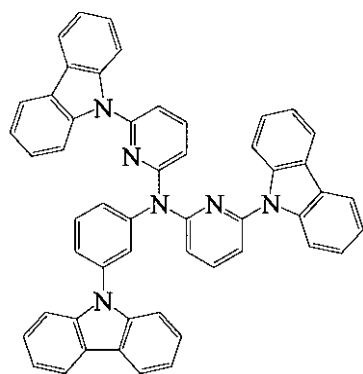
【0273】

続いて、正孔注入層 3 の上に発光層 4 を蒸着した。発光層 4 の材料として、本発明の電荷輸送材料である実施例 7 の化合物 (H-7) を、実施例 10 で用いた有機イリジウム錯体 (D-1) と共に用い、化合物 (H-7) をるつぼの温度 2 7 6 ~ 2 8 5 °C, 蒸着速度 0. 0 8 ~ 0. 1 n m / 秒とし、イリジウム錯体 (D-1) をるつぼの温度 2 5 6 °C, 蒸着速度 0. 0 0 5 ~ 0. 0 0 6 n m / 秒として 3 1. 9 n m の厚さに積層した。蒸着時の真空度は $1. 4 \times 10^{-4}$ P a であった。

10

【0274】

【化 4 2】



(H-7)

20

30

【0275】

次に、正孔阻止層 8 として、実施例 9 で用いた前掲の構造式のトリアリールベンゼン誘導体 (H B - 1) をるつぼ温度 3 4 9 ~ 3 5 0 °C として、蒸着速度 0. 0 8 ~ 0. 1 n m / 秒で 5 n m の膜厚で積層した。蒸着時の真空度は $1. 3 \sim 1. 4 \times 10^{-4}$ P a であった。

【0276】

次に、正孔阻止層 8 の上に、電子輸送層 7 として実施例 9 で用いた前掲の構造式のバソクプロイン (B C P) を同様に蒸着した。蒸着時の真空度は $1. 0 \sim 1. 1 \times 10^{-4}$ P a、蒸着速度は 0. 0 8 ~ 0. 1 n m / 秒で膜厚は 3 0 n m とした。

40

【0277】

上記の発光層 4、正孔阻止層 8 および電子輸送層 7 を真空蒸着する時の基板温度は室温に保持した。

【0278】

ここで、電子輸送層 7 までの蒸着を行った素子を一度前記真空蒸着装置内より大気中に取り出して、陰極蒸着用のマスクとして 2 m m 幅のストライプ状シャドーマスクを、陽極 2 の I T O ストライプとは直交するように素子に密着させて、別の真空蒸着装置内に設置して有機層と同様に装置内の真空度が $4. 7 \times 10^{-4}$ P a 以下になるまで排気した。電子注入層 5 として、先ず、フッ化リチウム (L i F) を、モリブデンボートを用いて、蒸着速度 0. 0 1 ~ 0. 0 1 5 n m / 秒、真空度 $5. 3 \times 10^{-4}$ P a で、0. 5 n m

50

の膜厚で電子輸送層 7 の上に成膜した。次に、アルミニウムを同様にモリブデンボートにより加熱して、蒸着速度 $0.12 \sim 0.4 \text{ nm/秒}$ 、真空度 $9.3 \sim 17.3 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ で膜厚 80 nm のアルミニウム層を形成して陰極 6 を形成した。以上の電子注入層 5 および陰極 6 の蒸着時の基板温度は室温に保持した。

【0279】

以上の様にして、 $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ のサイズの発光面積部分を有する有機電界発光素子が得られた。この素子の発光特性は以下の通りである。

【0280】

輝度／電流： $21.5 [\text{cd/A}] @ 100 \text{ cd/m}^2$

電圧： $6.3 [\text{V}] @ 100 \text{ cd/m}^2$

発光効率： $10.8 [\text{lm/w}] @ 100 \text{ cd/m}^2$

素子の発光スペクトルの極大波長は 470 nm であり、イリジウム錯体 (D-1) からのもと同定された。色度は $\text{CIE}(x, y) = (0.157, 0.309)$ であった。

【図面の簡単な説明】

【0281】

【図 1】本発明の有機電界発光素子の一例を示した模式的断面図である。

【図 2】本発明の有機電界発光素子の別の例を示した模式的断面図である。

【図 3】本発明の有機電界発光素子の別の例を示した模式的断面図である。

【図 4】本発明の有機電界発光素子の別の例を示した模式的断面図である。

【図 5】本発明の有機電界発光素子の別の例を示した模式的断面図である。

【図 6】本発明の有機電界発光素子の別の例を示した模式的断面図である。

【図 7】本発明の有機電界発光素子の別の例を示した模式的断面図である。

【図 8】本発明の有機電界発光素子の別の例を示した模式的断面図である。

【図 9】本発明の有機電界発光素子の別の例を示した模式的断面図である。

【符号の説明】

【0282】

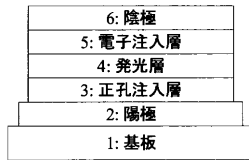
- 1 基板
- 2 陽極
- 3 正孔注入層
- 4 発光層
- 5 電子注入層
- 6 陰極
- 7 電子輸送層
- 8 正孔阻止層
- 9 電子阻止層
- 10 正孔輸送層

10

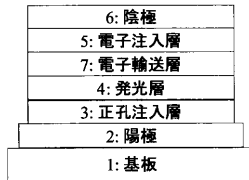
20

30

【図 1】



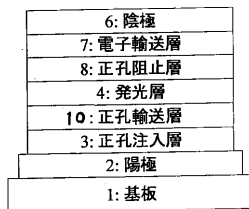
【図 2】



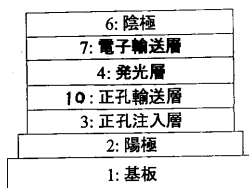
【図 3】



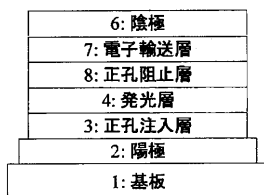
【図 7】



【図 8】



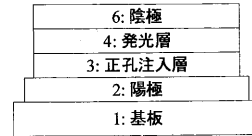
【図 9】



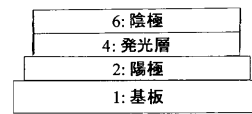
【図 4】



【図 5】



【図 6】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード (参考)

C O 7 D 403/14

(72)発明者 矢部 昌義

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町 1 0 0 0 番地 株式会社三菱化学科学技術研究センター内

(72)発明者 杉山 淑

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町 1 0 0 0 番地 株式会社三菱化学科学技術研究センター内

F ターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB03 BB06 BB08 CC04 CC06 CC24 CC45 DD59

DD67 DD68 DD69 DD71 DD74 DD78 FF05 FF14 FF19 FF20

GG06

4C063 AA03 BB09 CC26 DD08 EE10

专利名称(译)	电荷传输材料，有机电致发光元件用组合物，有机电致发光元件用薄膜和有机电致发光元件		
公开(公告)号	JP2007335852A	公开(公告)日	2007-12-27
申请号	JP2007128159	申请日	2007-05-14
[标]申请(专利权)人(译)	三菱化学株式会社		
申请(专利权)人(译)	三菱化学株式会社		
[标]发明人	飯田宏一郎 石川広典 矢部昌義 杉山淑		
发明人	飯田 宏一郎 石川 広典 矢部 昌義 杉山 淑		
IPC分类号	H01L51/50 C09K11/06 C07D235/26 C07D403/14		
FI分类号	H05B33/14.B H05B33/22.B H05B33/22.D C09K11/06.690 C07D235/26.C C07D403/14		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB03 3K107/BB06 3K107/BB08 3K107/CC04 3K107/CC06 3K107/CC24 3K107/CC45 3K107/DD59 3K107/DD67 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/DD71 3K107/DD74 3K107/DD78 3K107/FF05 3K107/FF14 3K107/FF19 3K107/FF20 3K107/GG06 4C063/AA03 4C063/BB09 4C063/CC26 4C063/DD08 4C063/EE10		
代理人(译)	重野刚		
优先权	2006137939 2006-05-17 JP		
其他公开文献	JP5555972B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供一种有机电致发光器件，其具有通过湿膜形成工艺形成的层，其中该层不太可能结晶并具有高发光效率。溶剂：由a组成的电荷传输材料提供一种化合物，其中激发三重态和基态之间的能量差为2.9eV或更高，玻璃化转变温度为120°C或更高。该化合物可溶于甲苯，优选多至2重量%或更多，其中第一氧化电位相对于SCE为1.4V或更低，并且第一还原电位相对于SCE为-2.6V或更高。通过将用于通过湿式成膜工艺形成有机发光层的组合物中的电荷传输材料的激发三重态和基态之间的能量差设定为预定值或更高值，以及玻璃化转变温度。通过电荷传输材料，能够获得具有均匀膜质量且不太可能结晶的有机薄膜，并且除了获得具有高发光效率和高实用性的有机电致发光器件之外，还能够获得有机薄膜。

