

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4968333号

(P4968333)

(45) 発行日 平成24年7月4日(2012.7.4)

(24) 登録日 平成24年4月13日(2012.4.13)

(51) Int.Cl.

F I

C O 9 K 11/06 (2006.01)

H O 1 L 51/50 (2006.01)

C O 9 K 11/06 6 2 O

C O 9 K 11/06 6 9 O

H O 5 B 33/14 B

H O 5 B 33/22 D

H O 5 B 33/22 B

請求項の数 9 (全 47 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2009-513149 (P2009-513149)
(86) (22) 出願日 平成21年2月20日 (2009.2.20)
(86) 国際出願番号 PCT/JP2009/052961
(87) 国際公開番号 W02009/107549
(87) 国際公開日 平成21年9月3日 (2009.9.3)
審査請求日 平成23年11月15日 (2011.11.15)
(31) 優先権主張番号 特願2008-45622 (P2008-45622)
(32) 優先日 平成20年2月27日 (2008.2.27)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 000003159
東レ株式会社
東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
(72) 発明者 田中 大作
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社滋賀事業場内
(72) 発明者 富永 剛
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社滋賀事業場内

審査官 天野 宏樹

最終頁に続く

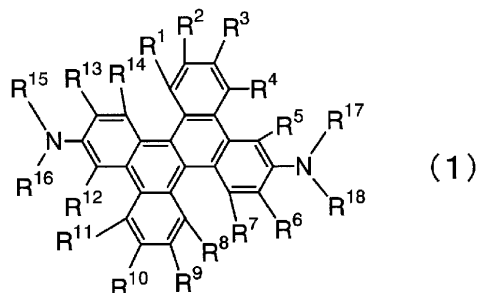
(54) 【発明の名称】 発光素子材料および発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

陽極と陰極の間に少なくともホストとドーパントを有する発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子に用いられる発光素子材料であって、該発光素子材料が、下記一般式(1)で表されるジベンゾクリセン骨格を有するドーパント用発光素子材料であることを特徴とする発光素子材料。

【化1】



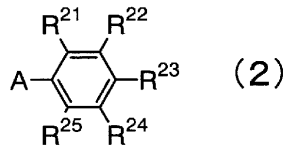
(R¹ ~ R¹⁴ は水素、アルキル基およびシクロアルキル基からなる群より選ばれる。R¹⁵ ~ R¹⁸ はそれぞれ同じでも異なってもよくアリール基である。これらのアルキル基、シクロアルキル基およびアリール基は置換基を有していても有していなくてもよく、置換されている場合の追加の置換基はアルキル基、アリール基またはヘテロアリール基

である。)

【請求項 2】

$R^{15} \sim R^{18}$ のうち少なくとも一つが下記一般式 (2) で表される請求項 1 記載の発光素子材料。

【化 2】



(A は窒素原子との結合に用いられる。 $R^{21} \sim R^{25}$ は水素、アリール基、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、シリル基および隣接置換基との間に形成される縮合環からなる群より選ばれる。アリール基、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、シリル基および隣接置換基との間に形成される縮合環は置換基を有していても有していなくてもよく、置換されている場合の追加の置換基はアルキル基、アリール基またはヘテロアリール基である。ただし $R^{21} \sim R^{25}$ のうち少なくとも一つはアリール基、アルキル基もしくはシクロアルキル基であるか、または $R^{21} \sim R^{25}$ のうち隣り合う組の少なくとも一つは隣接置換基との間に形成される縮合環である。)

【請求項 3】

$R^{21} \sim R^{25}$ のうち少なくとも一つがアルキル基またはシクロアルキル基 (これらのアルキル基およびシクロアルキルは置換基を有していても有していなくてもよく、置換されている場合の追加の置換基はアルキル基、アリール基またはヘテロアリール基である。) である請求項 2 記載の発光素子材料。

【請求項 4】

陽極と陰極の間に少なくとも発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、該発光層がホストとドーパントを有し、ドーパントとして請求項 1～3 のいずれか記載の発光素子材料を含有することを特徴とする発光素子。

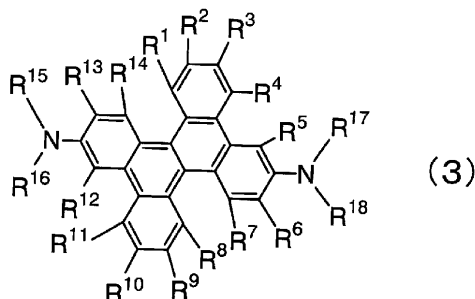
【請求項 5】

前記ホストがアントラセン化合物、もしくはピレン化合物から選ばれることを特徴とする請求項 4 記載の発光素子。

【請求項 6】

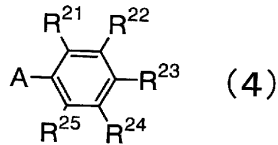
下記一般式 (3) で表されるジベンゾクリセン骨格を有する発光素子材料。

【化 3】



($R^1 \sim R^{14}$ は水素、アルキル基およびシクロアルキル基からなる群より選ばれる。 $R^{15} \sim R^{18}$ はそれぞれ同じでも異なってもよくアリール基である。これらのアルキル基、シクロアルキル基およびアリール基は置換基を有していても有していなくてもよく、置換されている場合の追加の置換基はアルキル基、アリール基またはヘテロアリール基である。さらに $R^{15} \sim R^{18}$ のうち少なくとも一つは下記一般式 (4) で表される。)

【化 4】



(Aは窒素原子との結合に用いられる。R²¹～R²⁵は水素、アリール基、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、シリル基および隣接置換基との間に形成される縮合環からなる群より選ばれる。アリール基、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、シリル基および隣接置換基との間に形成される縮合環は置換基を有していても有していなくてもよく、置換されている場合の追加の置換基はアルキル基、アリール基またはヘテロアリール基である。ただしR²¹～R²⁵のうち少なくとも一つはアリール基、アルキル基、もしくはシクロアルキル基であるか、またはR²¹～R²⁵のうち隣り合う組の少なくとも一つは隣接置換基との間に形成される縮合環である。)

10

【請求項 7】

陽極と陰極の間に少なくとも正孔注入層および発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子に用いられる請求項 6 記載の発光素子材料であって、該発光素子材料が正孔注入材料であることを特徴とする請求項 6 記載の発光素子材料。

20

【請求項 8】

陽極と陰極の間に少なくとも正孔注入層および発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、正孔注入層に請求項 6 記載の発光素子材料を含有することを特徴とする発光素子。

【請求項 9】

発光層と陰極の間に少なくとも電子輸送層が存在し、電子輸送層が、電子受容性窒素を含み、さらに炭素、水素、窒素、酸素、ケイ素、リンの中から選ばれる元素で構成されるヘテロアリール環構造を有する化合物を含有することを特徴とする請求項 4、5 または 8 記載の発光素子。

【発明の詳細な説明】

30

【技術分野】

【0001】

本発明は、電気エネルギーを光に変換できる素子であって、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機および光信号発生器などの分野に利用可能な発光素子に関する。

【背景技術】

【0002】

陰極から注入された電子と陽極から注入された正孔が両極に挟まれた有機発光体内で再結合する際に発光するという有機薄膜発光素子の研究が、近年活発に行われている。この発光素子は、薄型でかつ低駆動電圧下での高輝度発光と、発光材料を選ぶことによる多色発光が特徴であり、注目を集めている。

40

【0003】

この研究は、コダック社の C. W. Tang らによって有機薄膜発光素子が高輝度に発光することが示されて以来、多くの研究機関で検討されている。コダック社の研究グループが提示した有機薄膜発光素子の代表的な構成は、ITO ガラス基板上に正孔輸送性のジアミン化合物、発光層であるトリス(8-キノリノラート)アルミニウム(III)、そして陰極として Mg:Ag を順次設けたものであり、10V 程度の駆動電圧で 1,000 cd/m² の緑色発光が可能であった(非特許文献 1 参照)。

【0004】

有機薄膜発光素子における最大の課題の一つは、素子の耐久性である。特に青色に関し

50

ては、耐久性が優れ、信頼性の高い素子を提供する青色発光材料が少ない。例えば、青色ドーパント材料として、スチリルアミン誘導体を用いる技術や（特許文献1、2参照）、ピレン誘導体を用いる技術（特許文献3参照）が開示されているが、いずれも耐久寿命が十分でないばかりか、色純度も十分でない。また、クリセン誘導体を用いる技術（特許文献4、5参照）も開示されているが、色純度はよいものの耐久寿命が十分でない。

【0005】

また、有機薄膜発光素子の駆動電圧を低下させ、耐久寿命を向上させる技術として、陽極から円滑に有機薄膜へ正孔を注入させるための正孔注入材料の検討も行われている。正孔注入材料としては、銅フタロシアニン化合物（非特許文献2参照）やフェニレンジアミン誘導体（特許文献6参照）、スターバーストアリアルアミン化合物（非特許文献3、特許文献7参照）などが一般的に用いられているが、いずれも耐久寿命が十分とは言えない。

10

【0006】

一方、ジベンゾクリセン骨格を有する材料を有機薄膜発光素子の発光材料やホール輸送材料に用いる技術（特許文献8、非特許文献4参照）も開示されている。

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

【非特許文献2】“有機EL材料とディスプレイ”、シーエムシー出版、2001年、151頁

【非特許文献3】“有機EL材料とディスプレイ”、シーエムシー出版、2001年、120頁

20

【非特許文献4】日本化学会第83回春季年会予稿集I B4-40

【特許文献1】特開平5-17765号公報

【特許文献2】国際公開WO2002/020459号

【特許文献3】国際公開WO2004/083162号

【特許文献4】国際公開WO2004/044088号

【特許文献5】特開2007-230960号公報

【特許文献6】特開2000-309566号公報

【特許文献7】特開平8-291115号公報

【特許文献8】特開2004-182737号公報

30

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかし、特許文献8および非特許文献4の材料を正孔注入材料として用いた場合も、耐久寿命は必ずしも十分ではない。また、これらの材料は青色ドーパント材料としては用いられておらず、その性能は不明である。

【0008】

以上のように、耐久寿命を十分に向上させる青色ドーパント材料や正孔注入材料は非常に少ない。そのため、発光効率、色純度、耐久寿命のすべてに優れた発光素子を得ることは非常に困難であるという課題があった。

40

【0009】

そこで本発明は、かかる課題を解決し、発光効率が高く、色純度に優れ、かつ長寿命の発光素子を可能にする発光素子材料およびこれを用いた発光素子を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

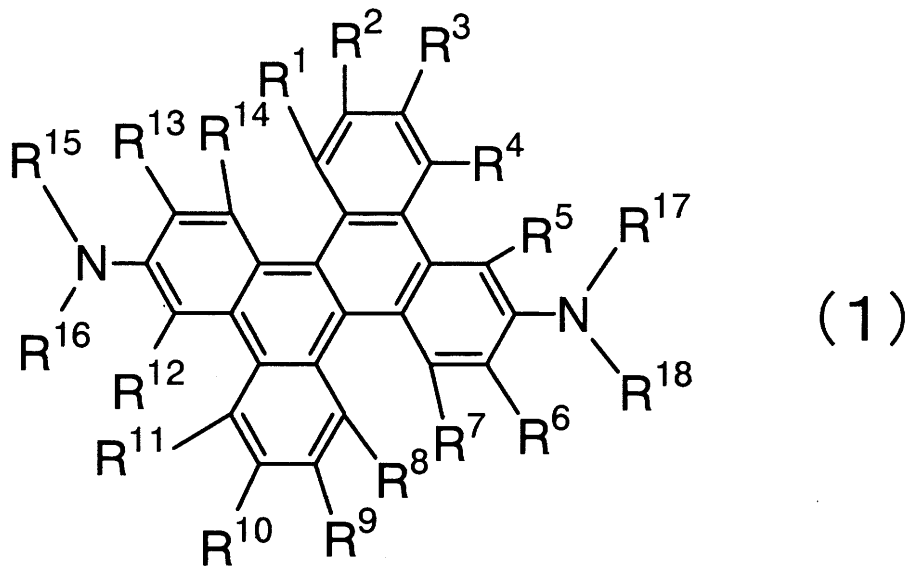
【0010】

本発明は、陽極と陰極の間に少なくともホストとドーパントを有する発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子に用いられる発光素子材料であって、該発光素子材料が、下記一般式（1）で表されるジベンゾクリセン骨格を有するドーパント用発光素子材料であることを特徴とする発光素子材料である。

50

【0011】

【化1】



10

【0012】

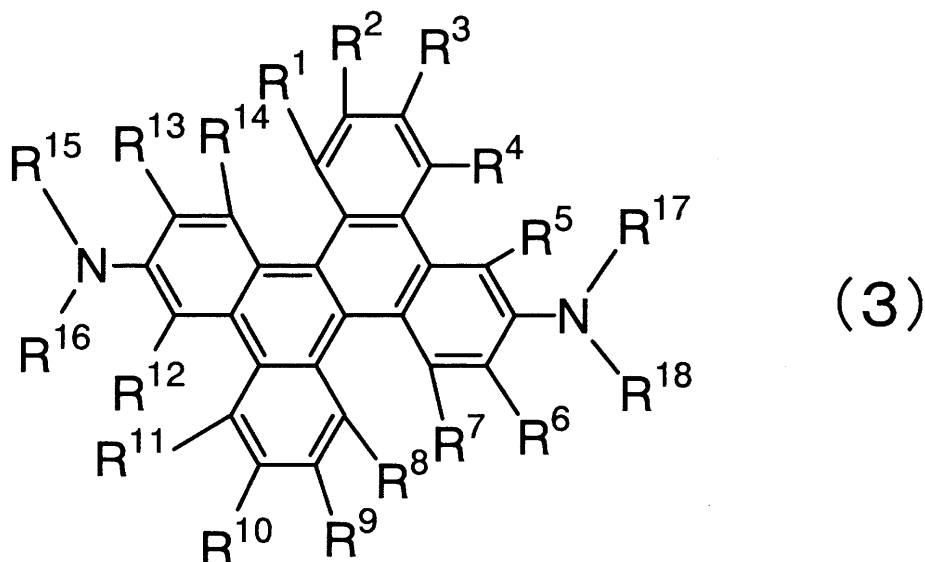
($R^1 \sim R^{14}$ は水素、アルキル基およびシクロアルキル基からなる群より選ばれる。
 $R^{15} \sim R^{18}$ はそれぞれ同じでも異なってもよくアリール基である。これらのアル
 キル基、シクロアルキル基およびアリール基は置換基を有していても有していなくてもよ
 く、置換されている場合の追加の置換基はアルキル基、アリール基またはヘテロアリール
 基である。)

20

また、本発明の別の好ましい態様は、陽極と陰極の間に少なくとも正孔注入層および発
 光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子に用いられる発光素子材料であっ
 て、該発光素子材料が下記一般式(3)で表されるジベンゾクリセン骨格を有する正孔注
 入材料であることを特徴とする発光素子材料である。

【0013】

【化2】



30

40

【0014】

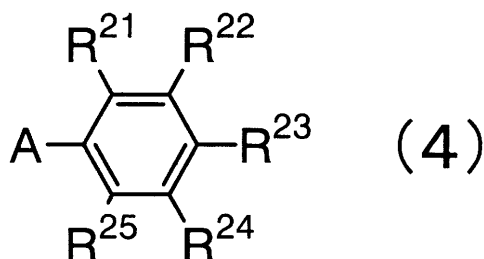
($R^1 \sim R^{14}$ は水素、アルキル基およびシクロアルキル基からなる群より選ばれる。
 $R^{15} \sim R^{18}$ はそれぞれ同じでも異なってもよくアリール基である。これらのアル
 キル基、シクロアルキル基およびアリール基は置換基を有していても有していなくてもよ
 く、置換されている場合の追加の置換基はアルキル基、アリール基またはヘテロアリール
 基である。この場合、 R^{15} と R^{16} または R^{17} と R^{18} はそれぞれ連結して飽和もし

50

くは不飽和の環を形成してもよい。さらに $R^{15} \sim R^{18}$ のうち少なくとも一つは下記一般式 (4) で表される。)

【0015】

【化3】



10

【0016】

(Aは窒素原子との結合に用いられる。 $R^{21} \sim R^{25}$ は水素、アリール基、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、シリル基および隣接置換基との間に形成される縮合環からなる群より選ばれる。アリール基、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、シリル基および隣接置換基との間に形成される縮合環は置換基を有していても有していなくてもよく、置換されている場合の追加の置換基はアルキル基、アリール基またはヘテロアリール基である。ただし $R^{21} \sim R^{25}$ のうち少なくとも一つはアリール基、アルキル基、もしくはシクロアルキル基であるか、または $R^{21} \sim R^{25}$ のうち隣り合う組の少なくとも一つは隣接置換基との間に形成される縮合環である。)

20

【発明の効果】

【0017】

本発明によれば、発光効率が高く、色純度に優れ、かつ長寿命な発光素子が得られる。

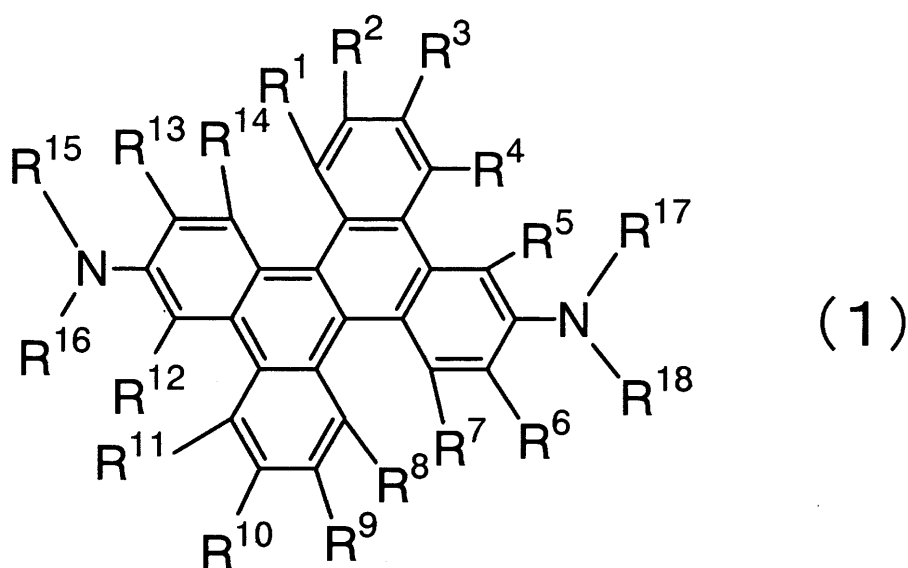
【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

一般式 (1) で表されるジベンゾクリセン化合物について詳細に説明する。

【0019】

【化4】



(1)

40

【0020】

$R^1 \sim R^{14}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、複素環基、ヘテロアリール基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエ

50

ーテル基、ハロゲン、シアノ基、 $-P(=O)R^{19}R^{20}$ およびシリル基からなる群より選ばれる。 $R^1 \sim R^{14}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 R^{19} および R^{20} はそれぞれアリール基またはヘテロアリール基である。 $R^{15} \sim R^{18}$ はそれぞれ同じでも異なっているいてもよくアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、複素環基およびヘテロアリール基からなる群より選ばれ、 $R^{15} \sim R^{18}$ がアリール基または複素環基の場合、 R^{15} と R^{16} または R^{17} と R^{18} はそれぞれ連結して飽和もしくは不飽和の環を形成してもよい。

【0021】

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

【0022】

シクロアルキル基とは、例えば、シクロプロピル基、シクロヘキシル基、ノルボルニル基、アダマンチル基などの飽和脂環式炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。シクロアルキル基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、3以上20以下の範囲である。

【0023】

アリール基とは、例えば、フェニル基、ナフチル基、ビフェニル基、フェナントリル基、ターフェニル基、フルオレニル基、アントラセニル基、ピレニル基などの芳香族炭化水素基を示す。アリール基は、置換基を有していても有していなくてもよい。アリール基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、6以上40以下の範囲である。

【0024】

複素環基とは、例えば、ピラン環、ピペリジン環、環状アミドなどの炭素以外の原子を環内に有する脂肪族環を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。複素環基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、2以上20以下の範囲である。

【0025】

ヘテロアリール基とは、フラニル基、チオフェニル基、ピロリル基、ベンゾフラニル基、ベンゾチオフェニル基、ジベンゾフラニル基、ジベンゾチオフェニル基、カルバゾリル基、インドリル基、ピリジル基、キノリニル基などの炭素以外の原子を一個または複数個環内に有する環状芳香族基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。ヘテロアリール基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、2以上30以下の範囲である。ヘテロアリール基の連結位置はどの部分でもよく、例えばピリジル基の場合、2-ピリジル基、3-ピリジル基または4-ピリジル基のいずれでもよい。

【0026】

アルケニル基とは、例えば、ビニル基、アリル基、ブタジエニル基などの二重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。アルケニル基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、2以上20以下の範囲である。

【0027】

シクロアルケニル基とは、例えば、シクロペンテニル基、シクロペンタジエニル基、シクロヘキセニル基などの二重結合を含む不飽和脂環式炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。シクロアルケニル基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、3以上20以下の範囲である。

【0028】

アルキニル基とは、例えば、エチニル基などの三重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。アルキニル基の炭素数は特

10

20

30

40

50

に限定されないが、通常好ましくは、2以上20以下の範囲である。

【0029】

アルコキシ基とは、例えば、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基などのエーテル結合を介して脂肪族炭化水素基が結合した官能基を示し、この脂肪族炭化水素基は置換基を有していても有していなくてもよい。アルコキシ基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、1以上20以下の範囲である。

【0030】

アルキルチオ基とは、アルコキシ基のエーテル結合の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。アルキルチオ基の炭化水素基は置換基を有していても有していなくてもよい。アルキルチオ基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、1以上20以下の範囲である。

10

【0031】

アリールエーテル基とは、例えば、フェノキシ基など、エーテル結合を介した芳香族炭化水素基が結合した官能基を示し、芳香族炭化水素基は置換基を有していても有していなくてもよい。アリールエーテル基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、6以上40以下の範囲である。

【0032】

アリールチオエーテル基とは、アリールエーテル基のエーテル結合の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。アリールチオエーテル基における芳香族炭化水素基は置換基を有していても有していなくてもよい。アリールチオエーテル基の炭素数は特に限定されないが、通常好ましくは、6以上40以下の範囲である。

20

【0033】

ハロゲンとは、フッ素、塩素、臭素、およびヨウ素を示す。
シアノ基、 $-P(=O)R^{19}R^{20}$ は、置換基を有していても有していなくてもよい。
 R^{19} および R^{20} は、アリール基またはヘテロアリール基である。

【0034】

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

30

【0035】

隣接置換基との間に形成される縮合環とは、一般式(2)で説明すると、例えば R^{21} と R^{22} の間で共役または非共役の縮合環を形成するものである。そしてこれら縮合環は環内構造に窒素、酸素、硫黄原子を含んでいてもよいし、さらに別の環と縮合してもよい。

【0036】

これらの置換基の中でも、 $R^1 \sim R^{14}$ としては水素、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、ヘテロアリール基、アルコキシ基、アリールエーテル基またはシリル基が好ましい。中でも発光効率の向上、色純度の向上という観点では、 $R^1 \sim R^{14}$ のうち少なくとも一つが立体的に嵩高い置換基であることが好ましく、例えば、イソプロピル基、tert-ブチル基、シクロヘキシル基、アダマンチル基、トリメチルシリル基またはトリフェニルシリル基といった置換基が好ましい。さらに合成が容易であることを考慮すると、イソプロピル基またはtert-ブチル基がより好ましい。

40

【0037】

本発明の一般式(1)で表されるジベンゾクリセン化合物は、ジベンゾクリセン骨格の特定の位置に2個のアミノ基が導入されていることにより、高い発光効率と優れた耐久性を可能とする発光素子材料である。すなわち、一般式(1)で表されるジベンゾクリセン化合物は、アミノ基の置換位置がジベンゾクリセンの2位と10位であることにより、高発光効率、高色純度、長寿命などの優れた性能を示す。

【0038】

50

ここで、発光素子材料とは、発光素子における発光に関与している化合物を指すものであり、自ら発光するもの、およびその発光を助けるもののいずれかに該当する。具体的には、正孔注入材料、正孔輸送材料、発光材料、電子注入材料および電子輸送材料などが発光素子材料に該当する。一般式（１）で表されるジベンゾクリセン化合物は、耐熱性に優れ、高い蛍光量子収率を有し、青色領域に強い発光を示すことから、特に青色ドーパント材料として好適に用いられる。一般式（１）で表されるジベンゾクリセン化合物をドーパント材料として用いることにより、発光効率が高く、かつ耐久性に優れた発光素子が可能となる。

【００３９】

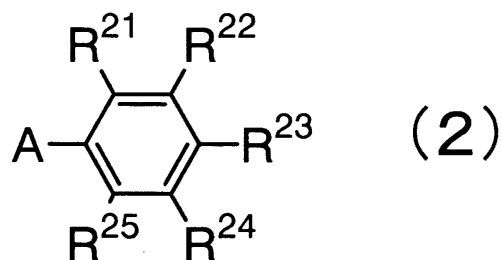
また一般式（１）で表されるジベンゾクリセン化合物は大きなパイ電子平面であるジベンゾクリセン骨格を中心骨格として有しているため、大きな正孔輸送能が期待できる。したがって、正孔輸送材料または正孔注入材料としても用いることができる。さらにこれらの化合物のアモルファス膜状態でのイオン化ポテンシャルは５．０～５．６ e V程度であるので、正孔注入材料としてより好適に用いることができる。

【００４０】

発光材料には、分子間の会合などによる濃度消光の無きことが要求される。また、正孔注入材料には、耐熱性の観点から高いガラス転移温度を有すること、かつ適切なイオン化ポテンシャルを有し高い正孔注入輸送性を有することが要求される。そのため、一般式（１）で表されるジベンゾクリセン化合物の $R^{15} \sim R^{18}$ はアリール基であることが好ましく、さらに $R^{15} \sim R^{18}$ のうち少なくとも一つは、一般式（２）で表される基であることが好ましい。

【００４１】

【化５】



【００４２】

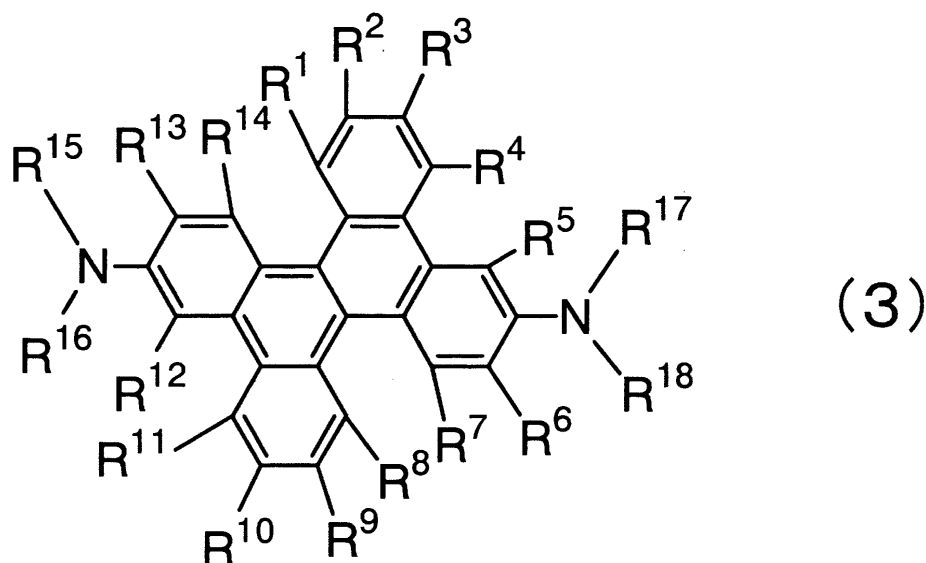
A は窒素原子との結合に用いられる。 $R^{21} \sim R^{25}$ は水素、アリール基、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、シリル基および隣接置換基との間に形成される縮合環からなる群より選ばれる。ただし $R^{21} \sim R^{25}$ のうち少なくとも一つはアリール基、アルキル基もしくはシクロアルキル基であるか、または $R^{21} \sim R^{25}$ のうち隣り合う組の少なくとも一つは隣接置換基との間に形成される縮合環である。

【００４３】

なお、一般式（１）で表される化合物において、 $R^{15} \sim R^{18}$ のうち少なくとも一つが一般式（２）で表される化合物とは、すなわち下記一般式（３）で表される化合物と同義である。

【００４４】

【化 6】



10

【0045】

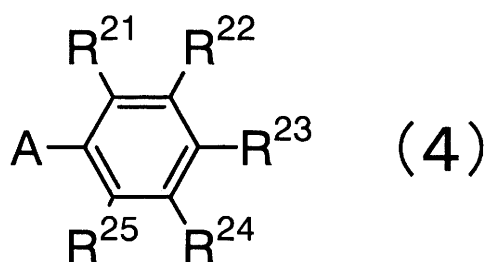
$R^1 \sim R^{14}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、複素環基、ヘテロアリール基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、ハロゲン、シアノ基、 $-P(=O)R^{19}R^{20}$ およびシリル基からなる群より選ばれる。 $R^1 \sim R^{14}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 R^{19} および R^{20} はそれぞれアリール基またはヘテロアリール基である。 $R^{15} \sim R^{18}$ はそれぞれ同じでも異なってもよくアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、複素環基およびヘテロアリール基からなる群より選ばれ、 $R^{15} \sim R^{18}$ がアリール基または複素環基の場合、 R^{15} と R^{16} または R^{17} と R^{18} はそれぞれ連結して飽和もしくは不飽和の環を形成してもよい。さらに $R^{15} \sim R^{18}$ のうち少なくとも一つは下記一般式 (4) で表される

20

【0046】

【化 7】

30



【0047】

A は窒素原子との結合に用いられる。 $R^{21} \sim R^{25}$ は水素、アリール基、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、シリル基および隣接置換基との間に形成される縮合環からなる群より選ばれる。ただし $R^{21} \sim R^{25}$ のうち少なくとも一つはアリール基、アルキル基もしくはシクロアルキル基であるか、または $R^{21} \sim R^{25}$ のうち隣り合う組の少なくとも一つは隣接置換基との間に形成される縮合環である。

40

【0048】

$R^{21} \sim R^{25}$ のうち少なくとも一つがアリール基、アルキル基もしくはシクロアルキル基であるか、または $R^{21} \sim R^{25}$ のうち隣り合う組の少なくとも一つは隣接置換基との間に形成される縮合環であるとき、一般式 (1) または一般式 (3) で表されるジベンゾクリセン化合物のガラス転移温度が向上し、より優れた耐熱性を得ることができる。ま

50

た、これらは立体障害性の置換基として機能する。したがって、一般式(1)または一般式(3)で表される化合物をドーパントとして用いたときにこのような置換基を有する場合には、一般式(1)または一般式(3)で表されるジベンゾクリセン化合物の分子間の会合、もしくはジベンゾクリセン化合物とホスト化合物との会合が阻害され、濃度消光や色純度の悪化を抑制でき、より発光効率の高い素子を得ることができる。

【0049】

また、アリール基、アルキル基およびシクロアルキル基は電子供与性基であり、さらに、 $R^{21} \sim R^{25}$ のうち隣り合う組の少なくとも一つが隣接置換基との間に形成される縮合環であるときも、そのような基は電子供与性基である。したがって、一般式(1)または一般式(3)で表される化合物を正孔注入材料として用いたときにこのような置換基を有する場合には、一般式(1)または一般式(3)で表されるジベンゾクリセン化合物のイオン化ポテンシャルが小さくなるため、陽極からより円滑に正孔が注入される。結果的に、発光素子の低電圧駆動化、ひいては長寿命化といった効果が得られる。

【0050】

一般式(1)または一般式(3)で表される化合物をドーパントとして用いる場合、一般式(2)および一般式(4)において、 $R^{21} \sim R^{25}$ のアルキル基またはシクロアルキル基の好ましい具体例としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、*sec*-ブチル基および*tert*-ブチル基などのアルキル基、シクロプロピル基、シクロヘキシル基、ノルボルニル基およびアダマンチル基などのシクロアルキル基があげられる。これらの置換基のうち、発光効率の向上、色純度向上といった観点では、立体的に嵩高い置換基が好ましく、イソプロピル基、*tert*-ブチル基、シクロヘキシル基またはアダマンチル基が好ましい。さらに原料の入手のしやすさ、合成が比較的容易であることから、イソプロピル基または*tert*-ブチル基がより好ましい。

【0051】

また、 $R^{21} \sim R^{25}$ のアリール基の具体的な例としては、一般式(1)の説明と同様である。ただし、縮環数が3以上のアリール基を導入すると発光波長が長波長化し、色純度が悪化してしまう恐れがあるため、好ましくは、核炭素数6~18のアリール基または縮環数が2以下の芳香族炭化水素基である。中でもフェニル基、ビフェニル基、フルオレニル基、ターフェニル基またはナフチル基がより好ましい。

【0052】

また、 $R^{21} \sim R^{25}$ のうち隣り合う組の少なくとも一つが隣接置換基との間に形成される縮合環である例としては、その結果として一般式(2)で表される基がナフチル基、フルオレニル基、アントラセニル基およびピレニル基等となる場合があげられる。ただし、縮環数が3以上になると発光波長が長波長化し色純度が悪化してしまう恐れがあるため、好ましくはナフチル基またはフルオレニル基である。

【0053】

上記の中でも、発光効率と色純度の両方を特に好ましく向上させるには、 $R^{21} \sim R^{25}$ の少なくとも一つがアルキル基またはシクロアルキル基であることがより好ましい。

【0054】

以上のように説明してきた置換基は、一種類のものが複数置換されていてもよいし、複数の種類のものが混合して置換されていてもよい。また、一般式(2)および一般式(4)において、 $R^{21} \sim R^{25}$ がその他の基である場合の具体例は一般式(1)における説明と同様である。

【0055】

一方、一般式(1)または一般式(3)で表される化合物を正孔注入材料として用いる場合、一般式(2)および一般式(4)において、 $R^{21} \sim R^{25}$ のアルキル基またはシクロアルキル基の好ましい具体例としては、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、*sec*-ブチル基および*tert*-ブチル基などのアルキル基、シクロプロピル基、シクロヘキシル基、ノルボルニル基およびアダマンチル基などのシクロアルキル基があげられる。これらの中でも、ガラス転移温度の向上、陽極からの正

孔注入障壁の低減という観点より、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、イソプロピル基、*n*-ブチル基、*tert*-ブチル基、シクロヘキシル基またはアダマンチル基が好ましい。さらに原料の入手のしやすさ、合成が容易という観点では、メチル基、エチル基、イソプロピル基または *tert*-ブチル基がより好ましい。

【0056】

また、 $R^{21} \sim R^{25}$ のアリール基の具体的な例としては、一般式 (1) の説明と同様である。ただし、縮環数が 3 以上のアリール基を導入すると吸収波長が長波長化してしまい、発光層からの発光を吸収し、発光効率の低下を招く恐れがあるため、好ましくは核炭素数 6 ~ 18 のアリール基または縮環数が 2 以下の芳香族炭化水素基である。中でもフェニル基、ビフェニル基、フルオレニル基、ターフェニル基またはナフチル基がより好ましい。

10

【0057】

また、 $R^{21} \sim R^{25}$ のうち隣り合う組の少なくとも一つが隣接置換基との間に形成される縮合環である例としては、その結果として一般式 (2) で表される基がナフチル基、フルオレニル基、アントラセニル基およびピレニル基等となる場合があげられる。ただし、縮環数が 3 以上になると吸収波長が長波長化し発光層からの発光を吸収し、発光効率の低下を招く恐れがあるため、好ましくはナフチル基またはフルオレニル基である。

【0058】

以上のように説明してきた置換基は、一種類のものが複数置換されていてもよいし、複数の種類のものが混合して置換されていてもよい。また、一般式 (2) および一般式 (4) において、 $R^{21} \sim R^{25}$ がその他の基である場合の具体例は一般式 (1) における説明と同様である。

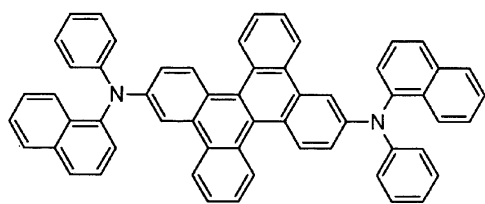
20

【0059】

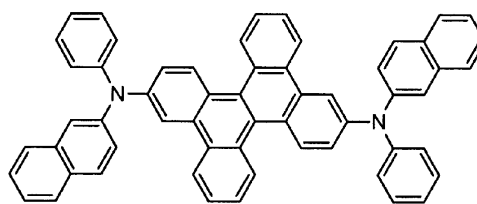
上記のような一般式 (1) または一般式 (3) で表されるジベンゾクリセン化合物として、特に限定されないが、具体的には以下のような例が挙げられる。

【0060】

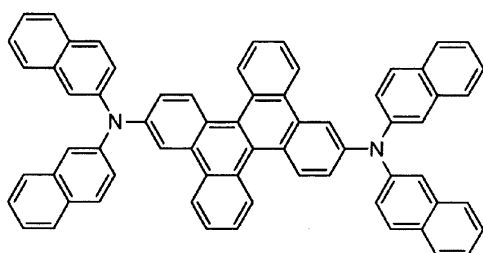
【化 8】



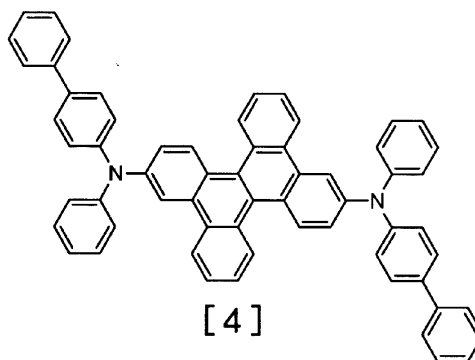
[1]



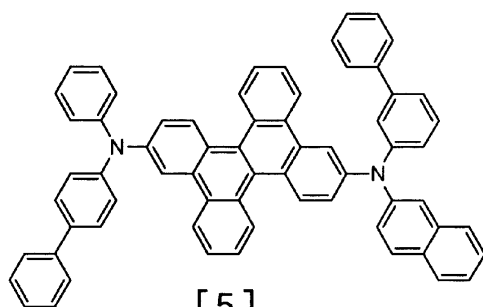
[2]



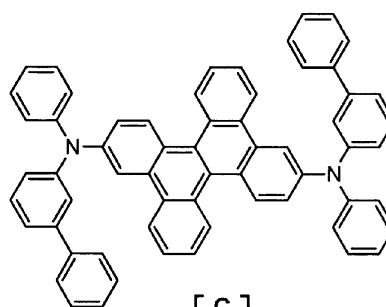
[3]



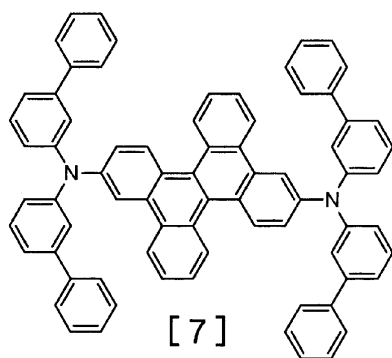
[4]



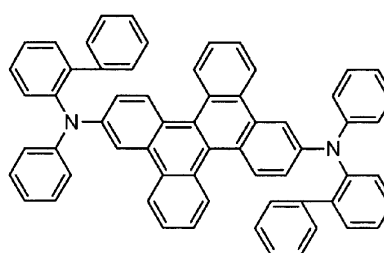
[5]



[6]



[7]



[8]

【0061】

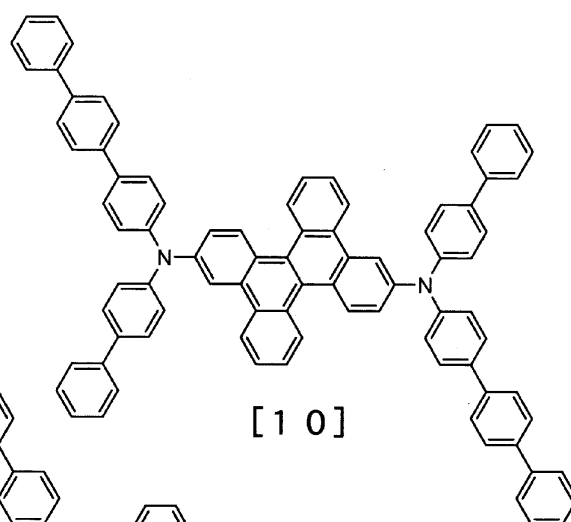
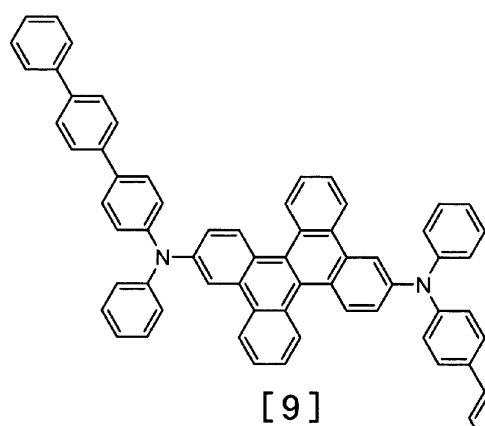
10

20

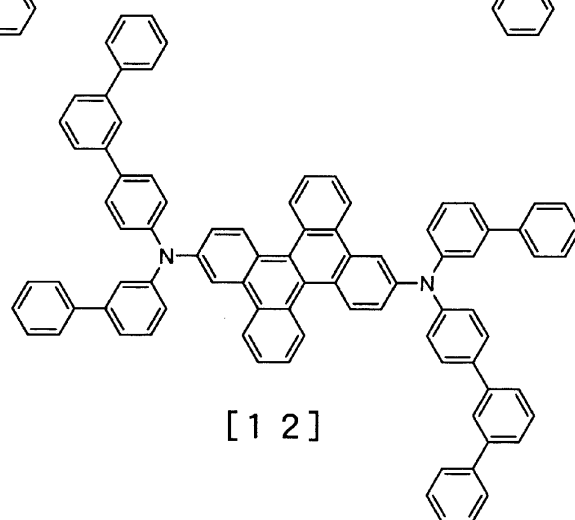
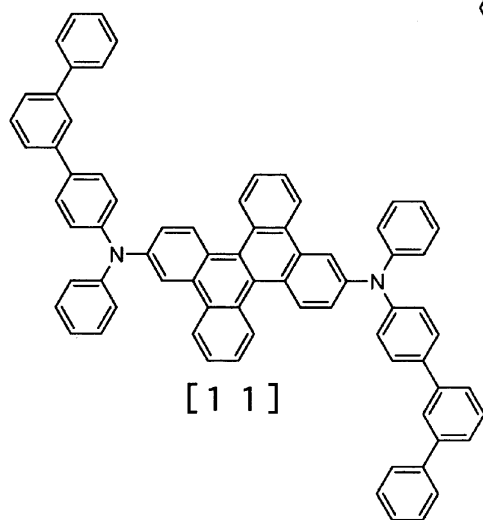
30

40

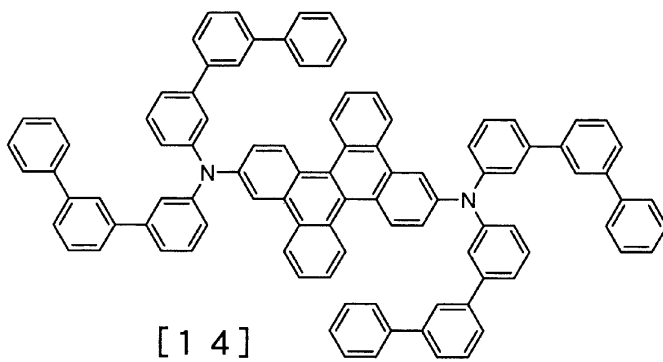
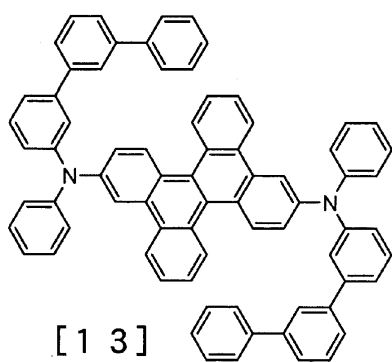
【化 9】



10



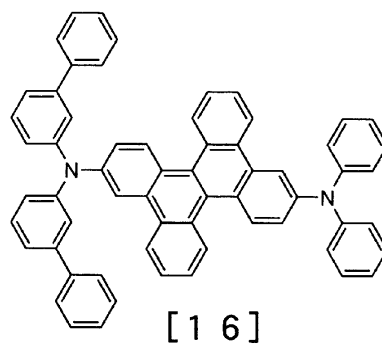
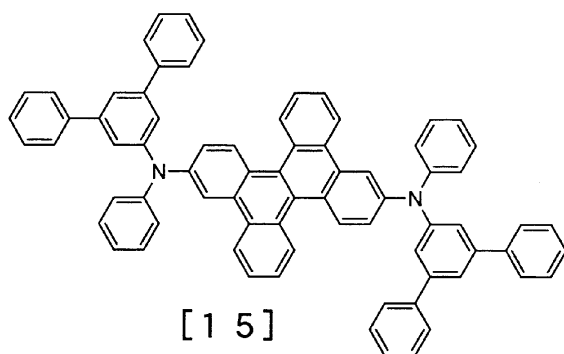
20



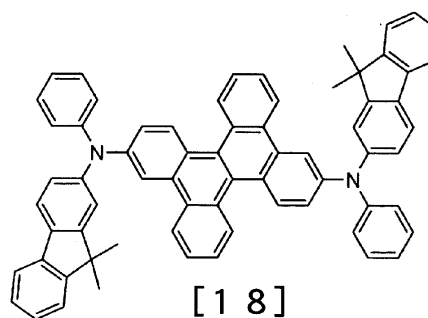
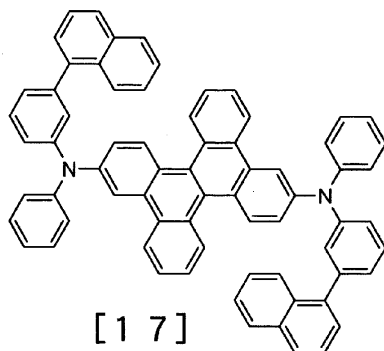
30

【0062】

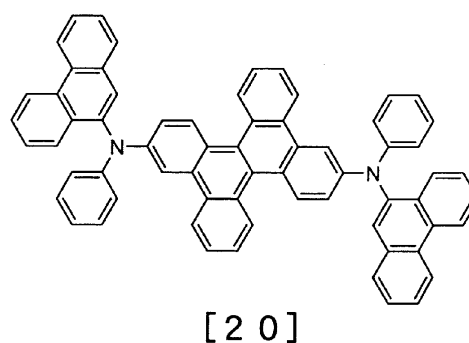
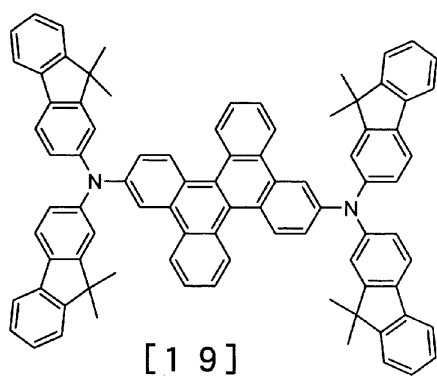
【化 1 0】



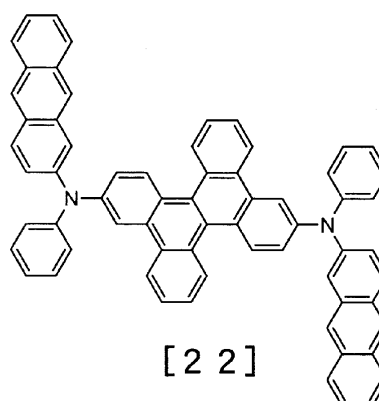
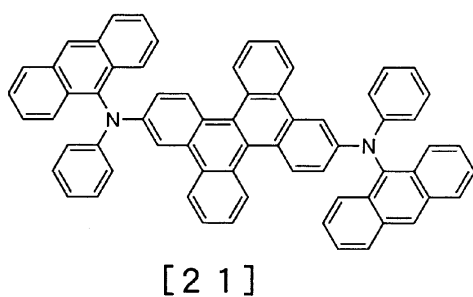
10



20



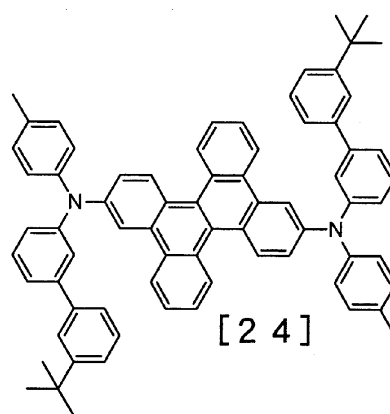
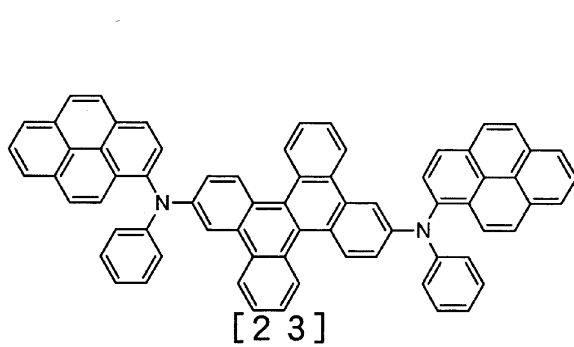
30



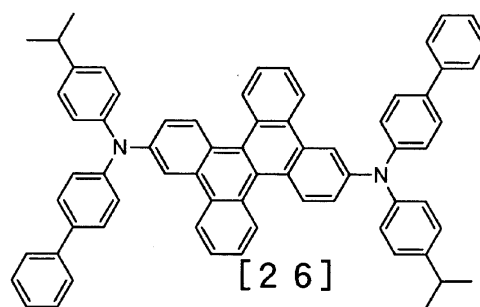
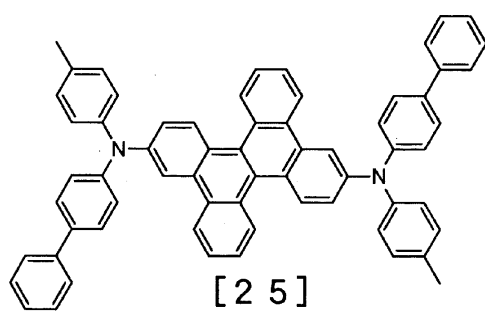
40

【0063】

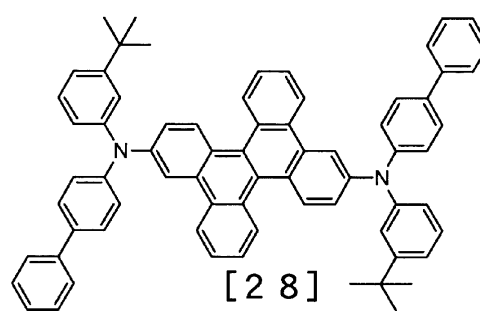
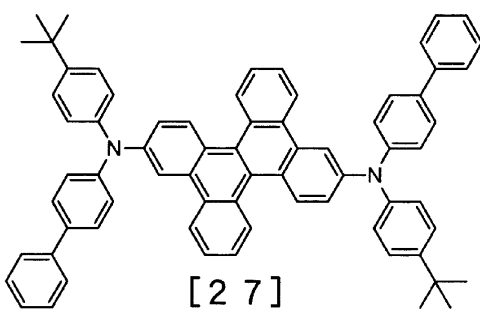
【化 1 1】



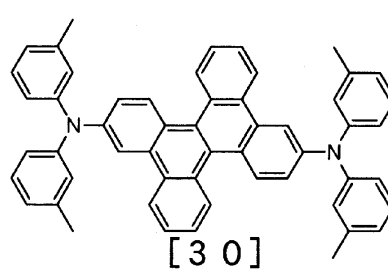
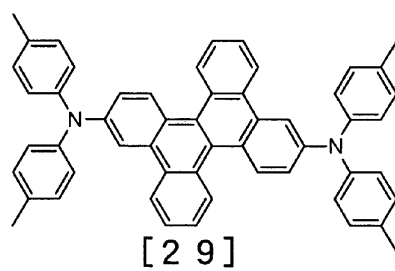
10



20



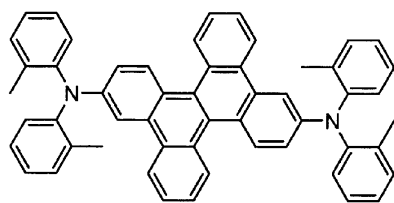
30



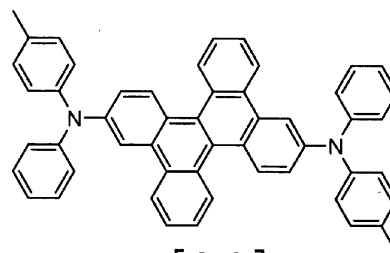
40

【0 0 6 4】

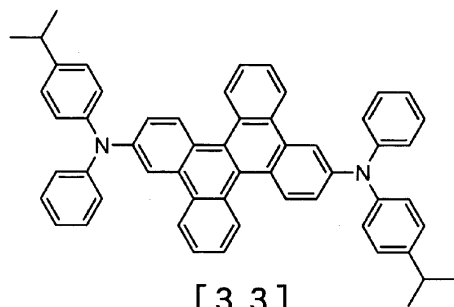
【化 1 2】



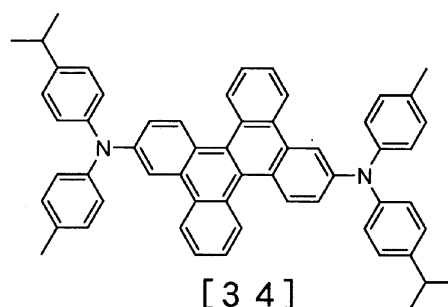
[3 1]



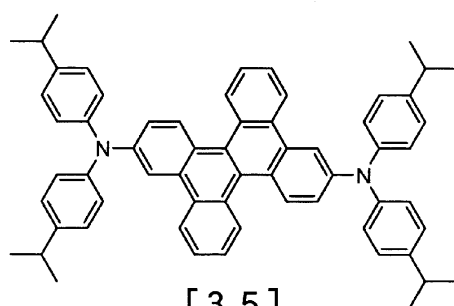
[3 2]



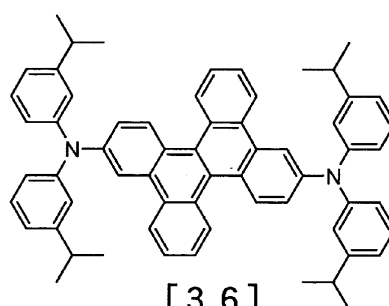
[3 3]



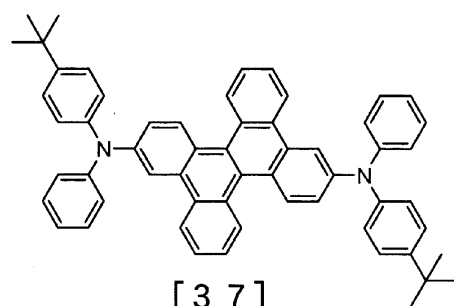
[3 4]



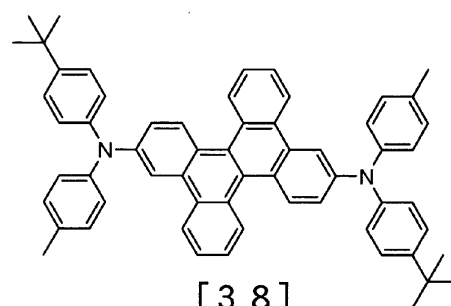
[3 5]



[3 6]



[3 7]



[3 8]

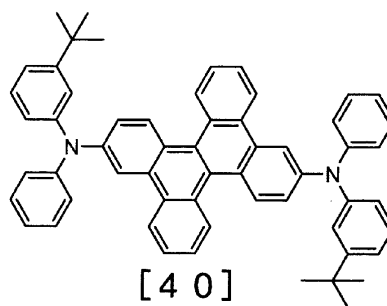
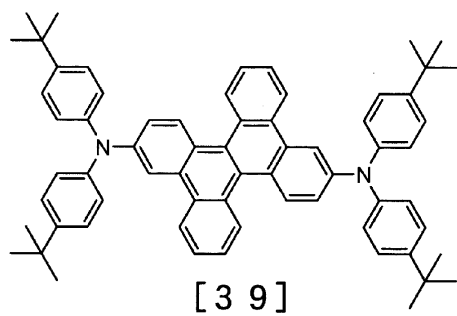
【 0 0 6 5 】

10

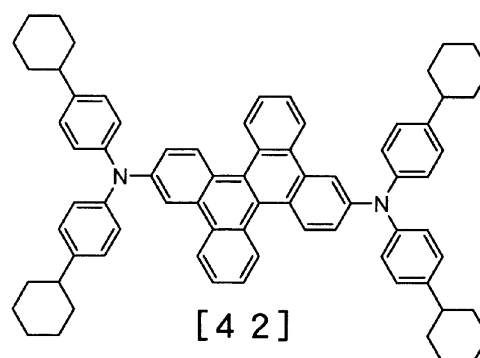
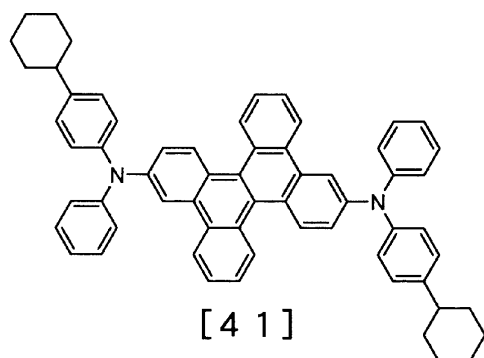
20

30

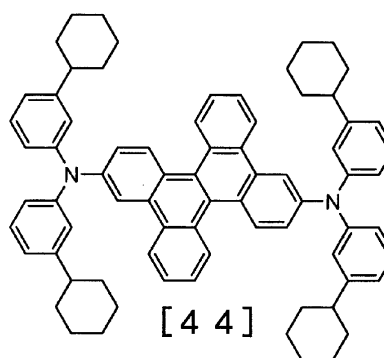
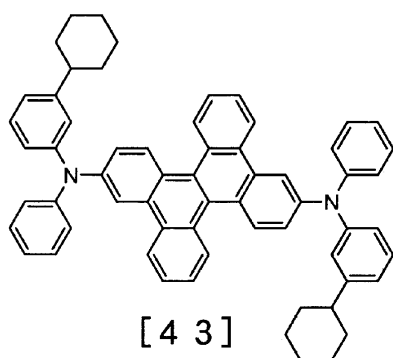
【化 1 3】



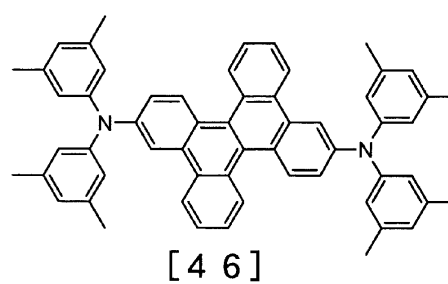
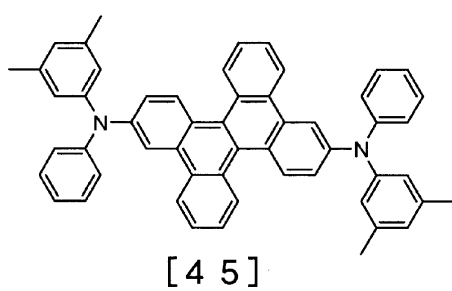
10



20



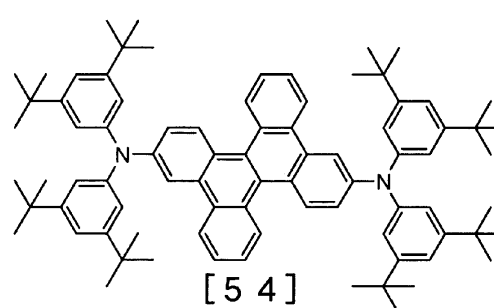
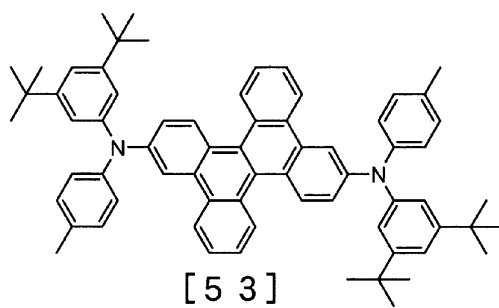
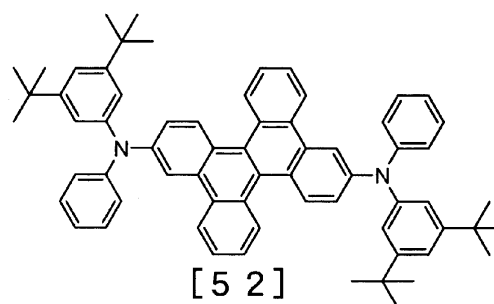
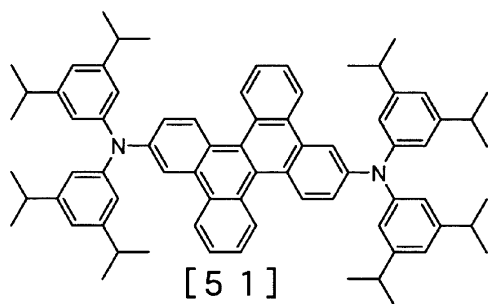
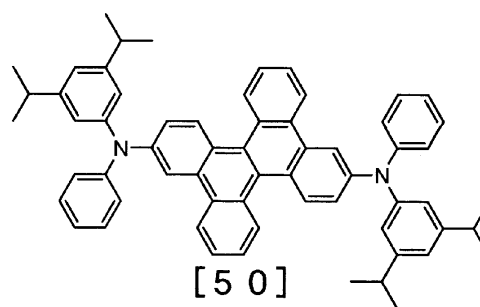
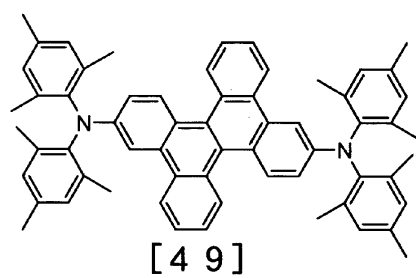
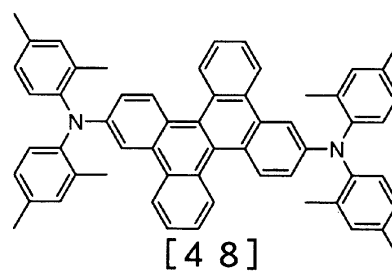
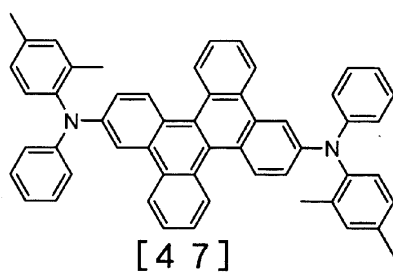
30



【0066】

40

【化 1 4】



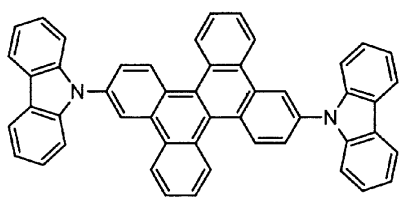
【 0 0 6 7 】

10

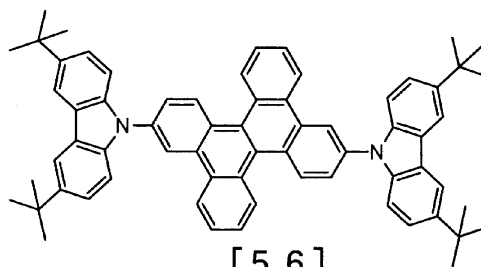
20

30

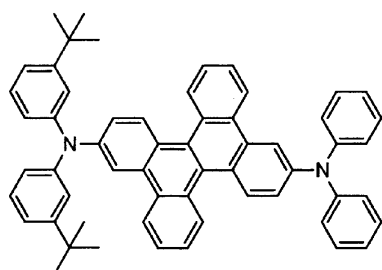
【化 1 5】



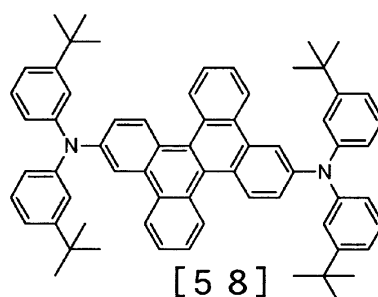
[5 5]



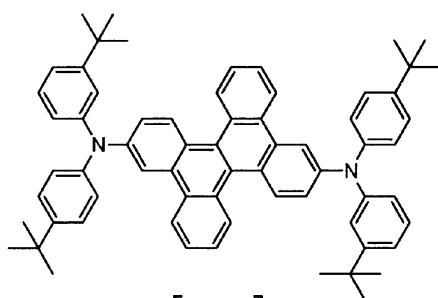
[5 6]



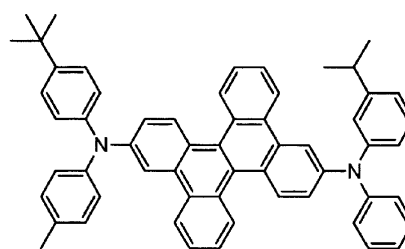
[5 7]



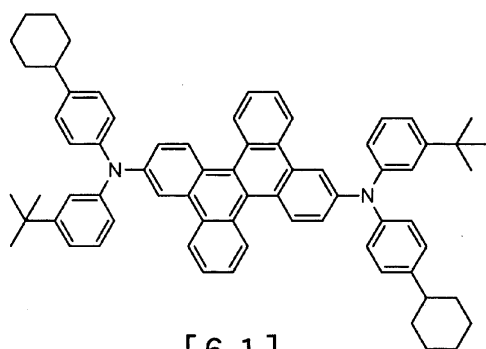
[5 8]



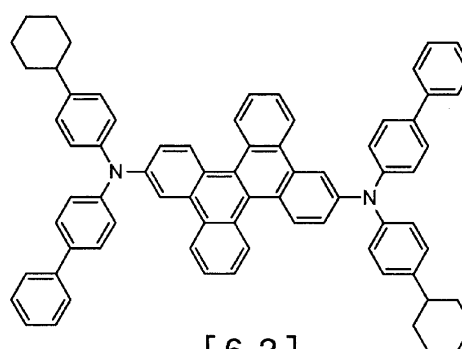
[5 9]



[6 0]



[6 1]



[6 2]

【 0 0 6 8 】

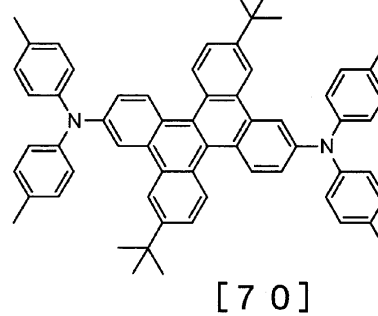
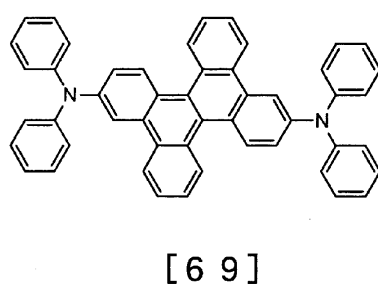
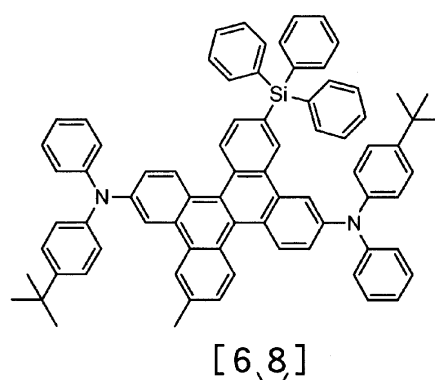
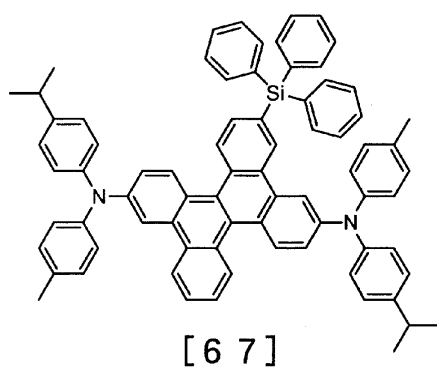
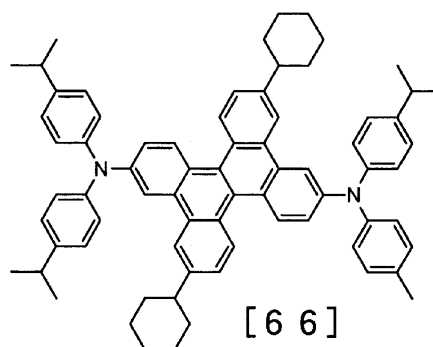
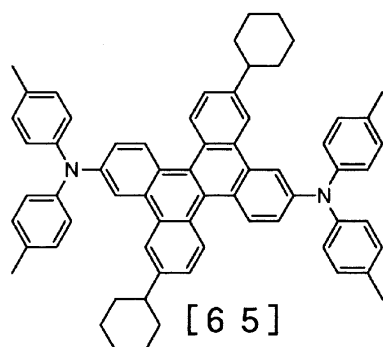
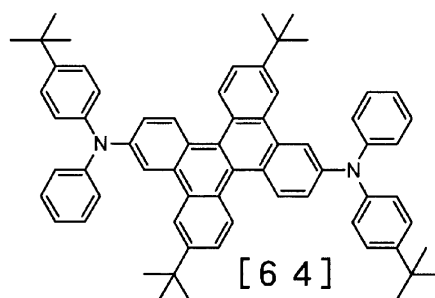
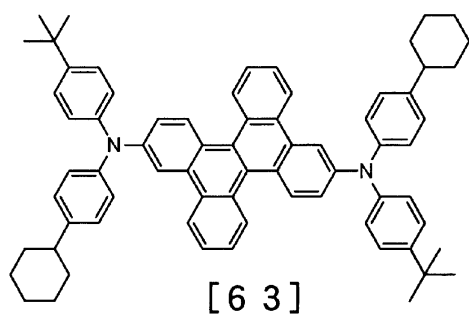
10

20

30

40

【化 1 6】



【 0 0 6 9 】

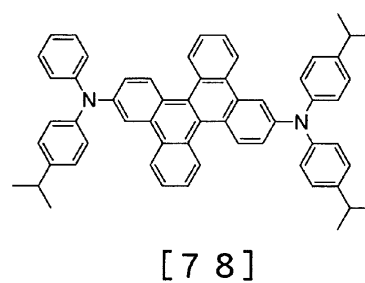
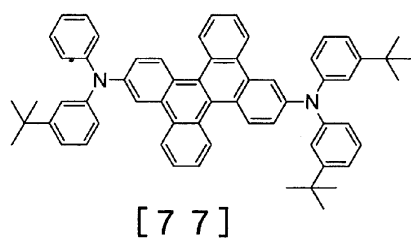
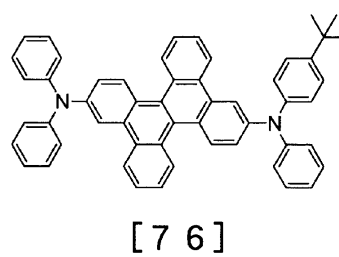
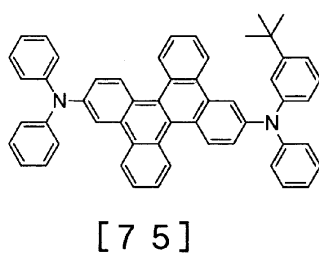
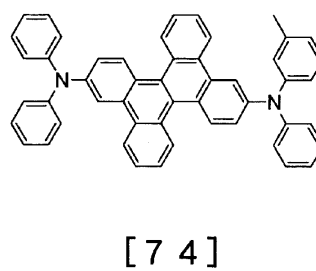
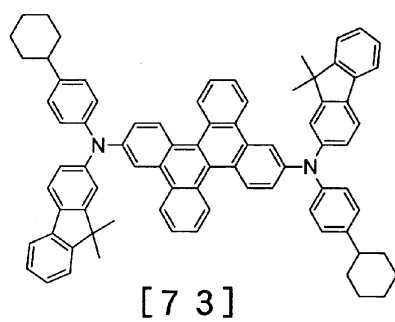
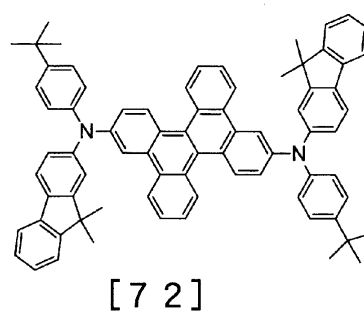
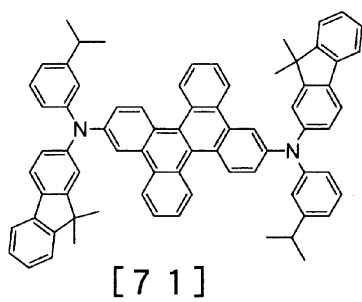
10

20

30

40

【化 1 7】



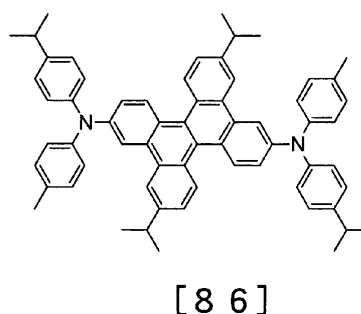
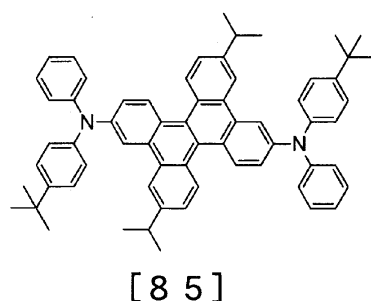
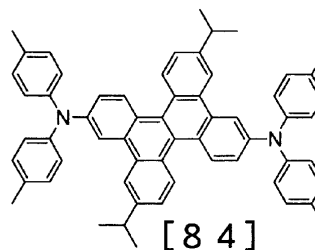
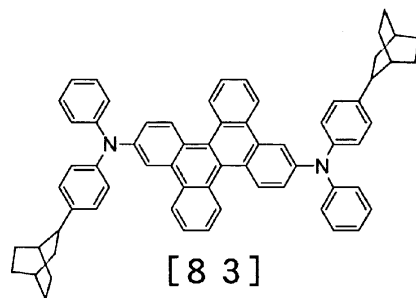
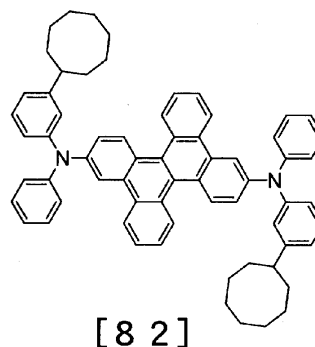
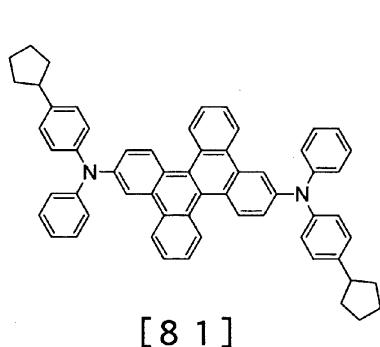
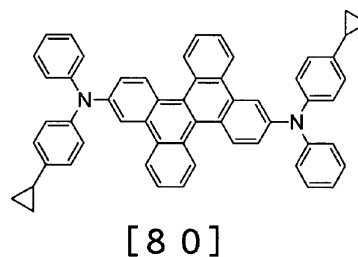
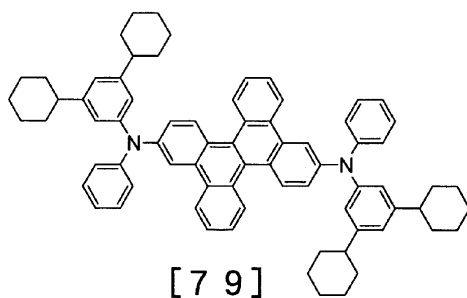
【 0 0 7 0 】

10

20

30

【化 18】



【0071】

一般式(1)または一般式(3)で表される化合物の合成には、公知の方法を使用することができる。例えば、中心骨格であるジベンゾクリセンのジメトキシ体は、ジャーナル オブ アメリカン ケミカル ソサイエティー (Journal of American Chemical society) (米国) 2001年 第123巻 1208 7-12088項に記載の方法で合成できる。さらにメトキシ基を水酸基、トリフラート 40 体に変換したのち、パラジウム触媒を用いたジアリールアミンとのカップリング反応により目的化合物を得ることができるが、これらに限定されるものではない。

【0072】

次に、本発明における発光素子の実施形態について説明する。本発明の発光素子は、陽極、陰極、およびこれらの間に存在する有機層を有し、該有機層は少なくとも発光層を含み、または正孔注入層と発光層を含み、該発光層が電気エネルギーにより発光する。本発明の発光素子には、一般式(1)または一般式(3)で表されるジベンゾクリセン化合物が有機層に含まれる。

【0073】

10

20

30

40

50

有機層は、発光層のみからなる構成の他に、正孔輸送層／発光層、正孔輸送層／発光層／電子輸送層、正孔注入層／正孔輸送層／発光層、正孔注入層／正孔輸送層／発光層／電子輸送層の積層構成が挙げられる。また、上記各層は、それぞれ単一層、複数層のいずれでもよい。また、電子輸送層が複数層からなる場合、電極に接する側の層を電子注入層と呼ぶことがあるが、以下の説明では、電子注入層は電子輸送層に含まれる。

【0074】

陽極は、正孔を有機層に効率よく注入できる材料であれば特に限定されないが、比較的工作関数の大きい材料を用いるのが好ましい。陽極の材料としては、例えば、酸化錫、酸化インジウム、酸化亜鉛インジウム、酸化錫インジウム（ITO）などの導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロムなどの金属、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリチオフェン、ポリピロールおよびポリアニリンなどの導電性ポリマーなどが挙げられる。これらの電極材料は、単独で用いてもよいが、複数の材料を積層または混合して用いてもよい。

10

【0075】

陽極の抵抗は、発光素子の発光に十分な電流が供給できればよいが、発光素子の消費電力の点からは低抵抗であることが望ましい。例えば、抵抗が $300\Omega/\square$ 以下であれば電極として機能するが、 $100\Omega/\square$ 以下の低抵抗品を使用することが特に望ましい。陽極の厚みは抵抗値に合わせて任意に選ぶことができるが、通常 $100\sim 300\text{nm}$ の間で用いられることが多い。

【0076】

20

また、発光素子の機械的強度を保つために、陽極を基板上に形成することが好ましい。基板は、ソーダガラスや無アルカリガラスなどのガラス基板が好適に用いられる。ガラス基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、 0.5mm 以上あれば十分である。ガラスの材質については、ガラスからの溶出イオンが少ない方がよいので無アルカリガラスの方が好ましいが、 SiO_2 などのバリアコートを施したソーダライムガラスも市販されているのでこれを使用することもできる。さらに、陽極が安定に機能するのであれば、基板はガラスである必要はなく、例えば、プラスチック基板上に陽極を形成しても良い。陽極の形成方法は、特に制限されず、例えば、電子線ビーム法、スパッタリング法および化学反応法などを用いることができる。

【0077】

30

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

40

【0078】

正孔注入層は正孔注入材料の一種または二種以上を積層または混合する方法、もしくは、正孔注入材料と高分子結着剤の混合物を用いる方法により形成される。また、正孔注入材料に塩化鉄（III）のような無機塩を添加して正孔注入層を形成してもよい。また酸化モリブデンや酸化バナジウムといった金属酸化物を添加して正孔注入層を形成してもよい

50

。さらにシアノ基置換芳香族アザ化合物のような強いアクセプター性を有する化合物を添加するか、もしくは積層させて正孔注入層を形成することもできる。また正孔注入輸送機能を有するポリマーを溶剤に溶解させ、スピンコート法やインクジェット法により薄膜を形成して用いても良い。この場合、その溶液に塩化鉄(III)や塩化アンチモン(V)のようなルイス酸を添加して用いても良い。正孔注入材料は、薄膜を形成でき、陽極から円滑に正孔が注入できて、さらに正孔を輸送できる化合物であれば特に限定されない。例えば、4,4'-ビス(N-(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ)ビフェニル、4,4'-ビス(N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ)ビフェニル等のジフェニルベンジジン誘導体、4,4',4''-トリス(3-メチルフェニル(フェニル)アミノ)トリフェニルアミンなどのトリフェニルアミン誘導体、ビス(N-アリールカルバゾール)またはビス(N-アルキルカルバゾール)などのビスカルバゾール誘導体、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物、ベンゾフラン誘導体、チオフェン誘導体、オキサジアゾール誘導体、フタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体などの複素環化合物、ポリマー系では前記単量体を側鎖に有するポリカーボネートやスチレン誘導体、ポリチオフェン、ポリアニリン、ポリフルオレン、ポリビニルカルバゾールおよびポリシランなどが好ましい。

10

【0079】

本発明の一般式(1)または一般式(3)で表されるジベンゾクリセン化合物を正孔注入材料として用いる場合には、一種のみを用いても、複数のジベンゾクリセン化合物を混合して用いてもよい。また、上記の正孔注入層の説明に記載した同様の手法、すなわち金属酸化物を混合する手法、シアノ基置換芳香族アザ化合物のような強いアクセプター性を有する化合物を添加するか、もしくは積層する手法、ルイス酸を添加する手法なども用いることができる。

20

【0080】

正孔輸送層は、正孔輸送材料の一種または二種以上を積層または混合する方法、もしくは、正孔輸送材料と高分子結着剤の混合物を用いる方法により形成される。また、正孔輸送正孔輸送材料は、薄膜を形成でき、陽極または正孔注入層から正孔が注入できて、さらに正孔を輸送できる化合物であれば特に限定されない。例えば、4,4'-ビス(N-(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ)ビフェニル、4,4'-ビス(N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ)ビフェニルなどのジフェニルベンジジン誘導体、4,4',4''-トリス(3-メチルフェニル(フェニル)アミノ)トリフェニルアミンなどのトリフェニルアミン誘導体、ビス(N-アリールカルバゾール)またはビス(N-アルキルカルバゾール)などのビスカルバゾール誘導体、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物、ベンゾフラン誘導体、チオフェン誘導体、ポルフィリン誘導体などの複素環化合物、ポリマー系では前記単量体を側鎖に有するポリカーボネートやスチレン誘導体、ポリチオフェン、ポリアニリン、ポリフルオレン、ポリビニルカルバゾールおよびポリシランなどが好ましい。

30

【0081】

発光層は、単一層、複数層のどちらでもよく、いずれの層も、ホスト材料とドーパント材料との混合物であっても、ホスト材料単独であっても、いずれでもよい。ホスト材料とドーパント材料は、それぞれ一種類であっても、複数の組み合わせであってもよい。ドーパント材料はホスト材料の全体に含まれていても、部分的に含まれていても、いずれでもよい。ドーパント材料はホスト材料と積層されていても、ホスト材料中に分散されていても、いずれでもよい。ドーパント材料の量は、多すぎると濃度消光現象が起きるため、ホスト材料とドーパント材料の合計に対して20重量%以下が好ましい。ドーピング方法は、ドーパント材料をホスト材料との共蒸着法によって形成してもよいし、ホスト材料とドーパント材料を予め混合してから蒸着しても良い。

40

【0082】

本発明のジベンゾクリセン化合物はホスト材料として用いてもよいが、蛍光量子収率が高いことから、ドーパント材料として好適に用いられる。本発明の一般式(1)または一

50

般式(3)で表されるジベンゾクリセン化合物のイオン化ポテンシャルは、特に限定されるものではないが、好ましくは5 eV以上7 eV以下であり、より好ましくは5.0 eV以上5.9 eV以下である。さらに好ましくは5.0 V以上5.6 eV以下である。

【0083】

なお、イオン化ポテンシャルの絶対値は測定方法により異なることが報告されているが、本発明におけるイオン化ポテンシャルは、大気雰囲気型紫外線光電子分析装置(AC-1、理研機器(株)製)を用いて、ITOガラス基板上に30 nm~100 nmの厚さに蒸着した薄膜を測定した値である。

【0084】

ドーパント材料は、一般式(1)または一般式(3)で表されるジベンゾクリセン化合物一種のみを用いても、複数のジベンゾクリセン化合物を混合して用いてもよい。また、その他のドーパント材料の一種以上を一般式(1)または一般式(3)で表されるジベンゾクリセン化合物と混合して用いてもよい。混合しうるドーパント材料としては、ナフタレン、アントラセン、フェナンスレン、ピレン、トリフェニレン、ペリレン、フルオレン、インデンなどのアリール環を有する化合物やその誘導体(例えば2-(ベンゾチアゾール-2-イル)-9,10-ジフェニルアントラセンや5,6,11,12-テトラフェニルナフタセンなど)、フラン、ピロール、チオフェン、シロール、9-シラフルオレン、9,9'-ススピロピシラフルオレン、ベンゾチオフェン、ベンゾフラン、インドール、ジベンゾチオフェン、ジベンゾフラン、イミダゾピリジン、フェナントロリン、ピラジン、ナフチリジン、キノキサリン、ピロロピリジン、チオキサテンなどのヘテロアリール環を有する化合物やその誘導体、ジスチルベンゼン誘導体、4,4'-ビス(2-(4-ジフェニルアミノフェニル)エテニル)ビフェニル、4,4'-ビス(N-(スチルベン-4-イル)-N-フェニルアミノ)スチルベンなどのアミノスチル誘導体、芳香族アセチレン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、スチルベン誘導体、アルダジン誘導体、ピロメテン誘導体、ジケトピロロ[3,4-c]ピロール誘導体、2,3,5,6-1H,4H-テトラヒドロ-9-(2'-ベンゾチアゾリル)キノリジノ[9,9a,1-g]クマリンなどのクマリン誘導体、イミダゾール、チアゾール、チアジアゾール、カルバゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾールなどのアゾール誘導体およびその金属錯体およびN,N'-ジフェニル-N,N'-ジ(3-メチルフェニル)-4,4'-ジフェニル-1,1'-ジアミンに代表される芳香族アミン誘導体などが挙げられる。

【0085】

一般式(1)または一般式(3)で表されるジベンゾクリセン化合物をドーパント材料として用いた場合、そのドーパ濃度は、上記したように濃度消光現象を抑えるため20重量%以下であることが好ましいが、1重量%以下の薄い濃度では、素子の耐久寿命に悪影響を及ぼす可能性があるため、1~20重量%の範囲で用いるのがより好ましい。

【0086】

発光材料に含有されるホスト材料は、特に限定されないが、アントラセンやピレンなどの縮合アリール環を有する化合物やその誘導体、N,N'-ジナフチル-N,N'-ジフェニル-4,4'-ジフェニル-1,1'-ジアミンなどの芳香族アミン誘導体、トリス(8-キノリナート)アルミニウム(III)をはじめとする金属キレート化オキシノイド化合物、ジスチルアアリーレン誘導体などのビススチル誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、インデン誘導体、クマリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ピロロピリジン誘導体、ペリノン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、オキサジアゾール誘導体、カルバゾール誘導体、ピロロピロール誘導体、ポリマー系では、ポリフェニレンビニレン誘導体、ポリパラフェニレン誘導体、ポリフルオレン誘導体、ポリビニルカルバゾール誘導体、ポリチオフェン誘導体などが好適に用いられる。中でも、電子供与性または中性置換基を有する芳香族炭化水素誘導体をホストとして用いると、本発明のジベンゾクリセン化合物が有する高発光効率の効果がより顕著になるため、好ましい。具体的には、アントラセン化合物、ピレン化合物およびジスチルアアリーレン誘導体から選ばれた化合物をホスト

材料として用いると、本発明のジベンゾクリセン化合物と組み合わせた際により高効率となり、好ましい。さらに高い耐熱性とキャリア輸送能力を有しているという点で、アントラセン化合物や、ピレン化合物を本発明のジベンゾクリセン化合物と組み合わせた際に、高効率、長寿命の発光素子が得られるため、より好ましい。

【0087】

電子輸送層は、陰極から電子が注入され、さらに電子を輸送する層である。電子輸送層に用いられる材料は、電子注入効率が高く、かつ、注入された電子を効率良く輸送する化合物であれば特に限定されない。具体的な例としてはナフタレン、アントラセンなどの縮合アリール環を有する化合物やその誘導体、4, 4'-ビス(ジフェニルエチニル)ビフェニルに代表されるスチリル系芳香環誘導体、ペリレン誘導体、ペリノン誘導体、クマリン誘導体、ナフタルイミド誘導体、アントラキノンやジフェノキノンなどのキノン誘導体、リンオキサイド誘導体、カルバゾール誘導体およびインドール誘導体、トリス(8-キノリノラート)アルミニウム(III)などのキノリノール錯体やヒドロキシフェニルオキサゾール錯体などのヒドロキシアゾール錯体、アゾメチン錯体、トロポロン金属錯体およびフラボノール金属錯体が挙げられる。駆動電圧を低減できることから、電子輸送材料は、炭素、水素、窒素、酸素、ケイ素およびリンの中から選ばれる元素で構成され、電子受容性窒素を含むヘテロアリール環構造を有する化合物を用いることが好ましい。

【0088】

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

【0089】

これらのヘテロアリール環構造を有する化合物としては、例えば、ベンズイミダゾール誘導体、ベンズオキサゾール誘導体、ベンズチアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、ピラジン誘導体、フェナントロリン誘導体、キノキサリン誘導体、キノリン誘導体、ベンゾキノリン誘導体、ビピリジンやターピリジンなどのオリゴピリジン誘導体、キノキサリン誘導体およびナフチリジン誘導体などが好ましい化合物として挙げられる。中でも、トリス(N-フェニルベンズイミダゾール-2-イル)ベンゼンなどのイミダゾール誘導体、1, 3-ビス[(4-tert-ブチルフェニル)1, 3, 4-オキサジアゾリル]フェニレンなどのオキサジアゾール誘導体、N-ナフチル-2, 5-ジフェニル-1, 3, 4-トリアゾールなどのトリアゾール誘導体、バソクプロインや1, 3-ビス(1, 10-フェナントロリン-9-イル)ベンゼンなどのフェナントロリン誘導体、2, 2'-ビス(ベンゾ[h]キノリン-2-イル)-9, 9'-スピロビフルオレンなどのベンゾキノリン誘導体、2, 5-ビス(6'-(2', 2''-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールなどのビピリジン誘導体、1, 3-ビス(4'-(2, 2': 6' 2''-ターピリジニル))ベンゼンなどのターピリジン誘導体、ビス(1-ナフチル)-4-(1, 8-ナフチリジン-2-イル)フェニルホスフィンオキサイドなどのナフチリジン誘導体が、電子輸送能の点から好ましく用いられる。さらに、1, 3-ビス(1, 10-フェナントロリン-9-イル)ベンゼン、2, 7-ビス(1, 10-フェナントロリン-9-イル)ナフタレン、1, 3-ビス(2-フェニル-1, 10-フェナントロリン-9-イル)ベンゼンなどのフェナントロリン二量体、および2, 5-ビス(6'-(2', 2''-ビピリジル))-1, 1-ジメチル-3, 4-ジフェニルシロールなどのビピリジン二量体は、一般式(1)で表されるジベンゾクリセン化合物を含む発光層と組み合わせた際の発光効率向上効果が

著しく高く、特に好ましい例として挙げられる。

【0090】

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

【0091】

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

10

【0092】

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

【0093】

本発明の発光素子は、電気エネルギーを光に変換できる機能を有する。ここで電気エネルギーとしては主に直流電流が使用されるが、パルス電流や交流電流を用いることも可能である。電流値および電圧値は特に制限はないが、素子の消費電力や寿命を考慮すると、できるだけ低いエネルギーで最大の輝度が得られるよう選ばれることが好ましい。

20

【0094】

本発明の発光素子は、例えば、マトリクスおよび／またはセグメント方式で表示するディスプレイとして好適に用いられる。マトリクス方式では、表示のための画素が格子状やモザイク状など二次元的に配置され、画素の集合で文字や画像を表示する。画素の形状やサイズは用途によって決まる。例えば、パソコン、モニター、テレビの画像および文字表示には、通常一辺が300 μm以下の四角形の画素が用いられ、また、表示パネルのような大型ディスプレイの場合は、一辺がmmオーダーの画素を用いることになる。モノクロ表示の場合は、同じ色の画素を配列すればよいが、カラー表示の場合には、赤、緑および青の画素を並べて表示させる。カラー表示の場合、その配列方式は、典型的にはデルタタイプとストライプタイプがある。そして、このマトリクスの駆動方法は、線順次駆動およびアクティブマトリクスのどちらでもよい。線順次駆動は、発光素子の構造が簡単であるが、動作特性を考慮した場合、アクティブマトリクスの方が優れる場合がある。駆動方法は、用途によって使い分ける。

30

【0095】

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

40

【0096】

本発明の発光素子は、各種機器等のバックライトとしても好ましく用いられる。バックライトは、主に自発光しない表示装置の視認性を向上させる目的に使用され、液晶表示装置、時計、オーディオ装置、自動車パネル、表示板および標識などに使用される。特に、液晶表示装置、中でも薄型化が検討されているパソコン用途のバックライトに、本発明の発光素子は好ましく用いられる。本発明の発光素子により、従来のもより薄型で軽量なバックライトを提供できる。

【実施例】

【0097】

50

以下、実施例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されない。なお、下記の各実施例にある化合物の番号は上の化学式に記載した化合物の番号を指す。また¹H-NMRは超伝導FT-NMR EX-270（日本電子（株）製）を用い、重クロロホルム溶液にて測定を行った。

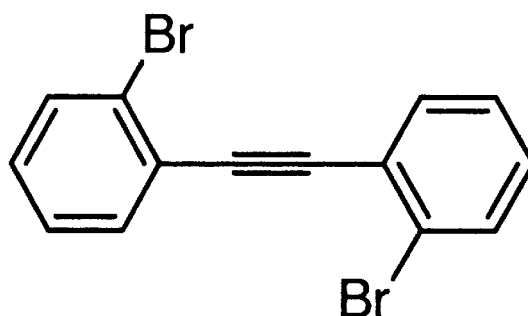
【0098】

合成例1（化合物[29]の合成）

（1-1）中間体Aの合成

【0099】

【化19】



中間体 A

【0100】

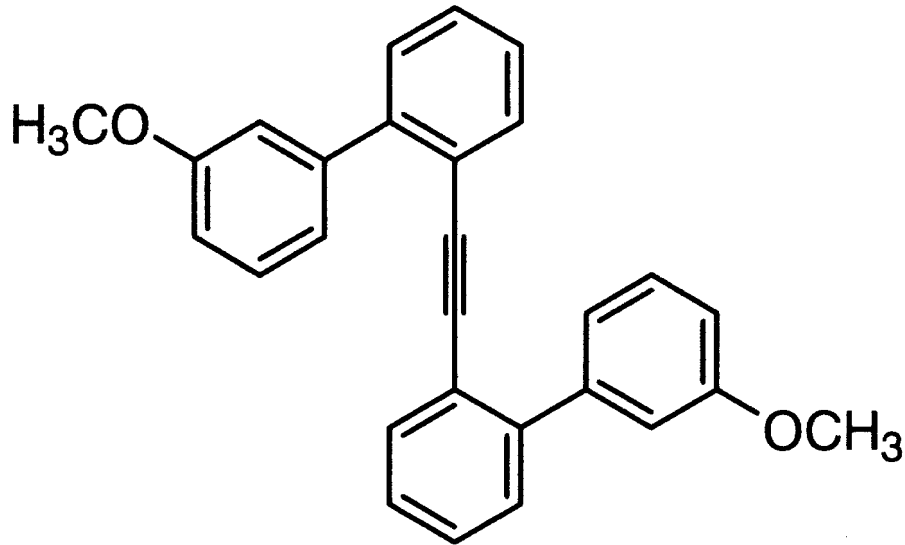
窒素置換した1 L四つ口フラスコに2-ブロモヨードベンゼン35 g、トリメチルシリルアセチレン5.8 g、ビス（トリフェニルホスフィノ）パラジウム（II）ジクロリド3.5 g、ヨウ化銅3.4 g、1,8-ジアザビシクロ[5,4,0]-7-ウンデセン100 g、蒸留水6 ml、トルエン400 mlを投入し、60℃で18時間反応させた。反応終了後、反応液を蒸留水400 mlで5回分液洗浄し、有機層を硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた濃縮物をシリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、ヘキサンで再結晶後、真空乾燥して目的物13.3 g（白色結晶 収率67.2%）を得た。

【0101】

（1-2）中間体Bの合成

【0102】

【化 20】



10

中間体 B

【0103】

20

窒素置換した500ml四つ口フラスコに、中間体A 13.3g、3-メトキシフェニルボロン酸15g、[1,1'-ビス(ジフェニルホスフィノ)フェロセン]パラジウム(II)ジクロリド1.93g、リン酸カリウム42g、DMF 200mlを投入し、90℃で8時間反応させた。反応終了後、酢酸エチル300mlを加え、蒸留水300mlで3回分液洗浄し、有機層を硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた濃縮物をシリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、メタノールで分散洗浄した後、真空乾燥して目的物 12.4g (淡黄色結晶 収率80.5%)を得た。

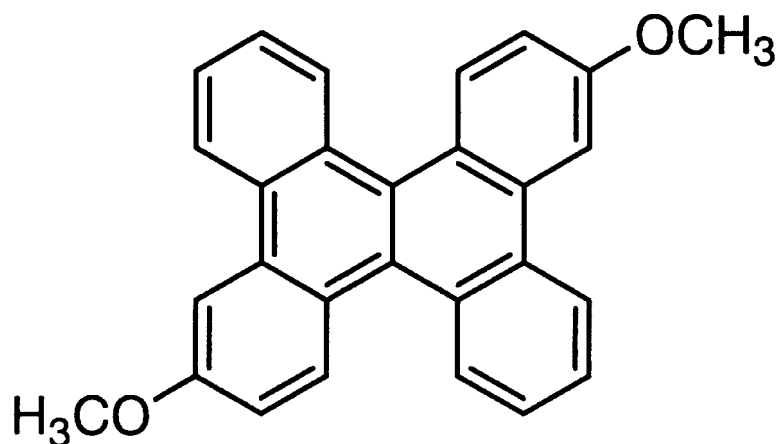
【0104】

(1-3) 中間体Cの合成

30

【0105】

【化 21】



40

中間体 C

【0106】

窒素置換した500ml四つ口フラスコに中間体B 12.4g、脱水ジクロロメタン1

50

50 ml を投入し、攪拌しながら、塩化アンチモンのジクロロメタン 1 M 溶液 48 ml を 20 分かけて滴下した。そのまま 2 時間反応させ、メタノール 75 ml を加え反応を終了させた。さらに希塩酸 300 ml を加え分液洗浄し、その後、飽和塩化アンモニウム水溶液 300 ml、蒸留水 300 ml × 2 回の順に分液洗浄した。有機層を硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去し、得られた粘体をシリカゲルクロマトグラフィーで精製した。得られた粘体を酢酸エチルで再結晶し、真空乾燥後、目的物 5.1 g (黄色結晶 収率 41.5%) を得た。

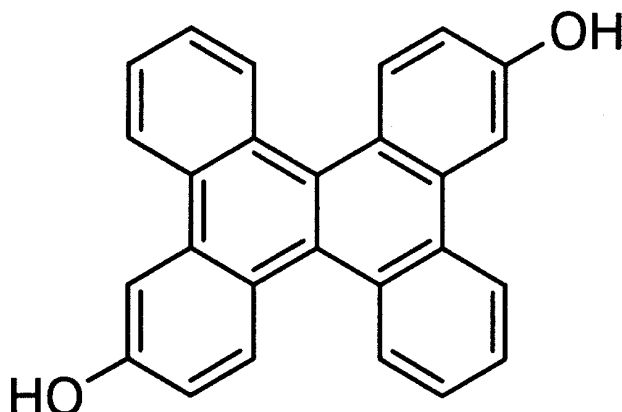
【0107】

(1-4) 中間体 D の合成

【0108】

10

【化22】



20

中間体 D

【0109】

窒素置換した 500 ml 四つ口フラスコに、中間体 C 5 g、脱水ジクロロメタン 150 ml を投入し、-60℃ に冷却した。この溶液に三臭化ホウ素のジクロロメタン 1 M 溶液を 40 ml を 20 分かけて滴下し、室温に戻して 8 時間反応させた。反応終了後、濃アンモニア水 75 ml を滴下し、30 分攪拌した後、蒸留水 200 ml で 3 回分液洗浄した。有機層を硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去し、得られた固体をアセトン/メタノール混合液 (1/1) で分散洗浄し、真空乾燥して目的物 4.1 g (黄色結晶 収率 88.2%) を得た。

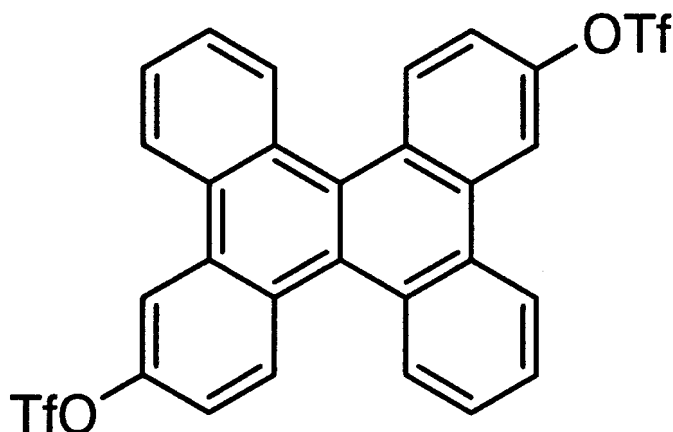
30

【0110】

(1-5) 中間体 E の合成

【0111】

【化 2 3】



中間体 E

【0112】

窒素置換した500ml四つ口フラスコに中間体D 4 g、トルエン150ml、リン酸カリウム7.1 g、蒸留水80mlを投入し50℃に加熱した。この液に激しく攪拌しながらトリフルオロメタンスルホン酸無水物7.5 gを5分かけて滴下し、1時間反応させた。反応の進行が不十分であったので、この操作をさらに3回繰り返し（トリフルオロメタンスルホン酸無水物の総量 30 g）、反応を十分進行させた。反応終了後、反応液を室温まで冷却し、ジクロロメタン200mlで抽出したのち、蒸留水300mlで4回分液洗浄した。有機層を硫酸マグネシウムで乾燥後、ロータリーエバポレーターで溶媒を留去し、得られた固体をシリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥して目的物6.3 g（白色結晶 収率90.3%）を得た。

【0113】

（1-6）化合物[29]の合成

窒素置換した100ml三つ口フラスコに、中間体E 1 g、p, p'-ジトリルアミン1 g、ビス（ジベンジリデンアセトン）パラジウム（0）55.2 mg、2-ジシクロヘキシルホスフィノー-2',4',6'-トリイソプロピルビフェニル183 mg、炭酸セシウム

3.1 g、キシレン25mlを投入し、130℃で6時間反応させた。反応終了後、反応液を室温まで冷却し、濾過してロータリーエバポレーターで溶媒を留去した。得られた固体をシリカゲルクロマトグラフィーで精製し、真空乾燥して目的物950 mg（黄色結晶

収率82.6%）。なお、この化合物[29]は、油拡散ポンプを用いて 1×10^{-3} Paの圧力下、約300℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 (d=ppm)) 2.35(s, 12H), 7.05-7.33(m, 18H), 7.45-7.60(m, 4H), 8.20-8.65(m, 8H)。

【0114】

合成例2（化合物[37]の合成）

中間体E 1 gを用い、p, p'-ジトリルアミンの代わりに（4-tert-ブチルフェニル）フェニルアミンに変更した以外は、合成例1（1-6）化合物[29]の合成と同一の仕込み比、反応条件、精製条件で合成し、目的物970 mg（黄色結晶 収率78.2%）を得た。なおこの化合物[37]は、油拡散ポンプを用いて 1×10^{-3} Paの圧力下、約280℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 (d=ppm)) 1.33(s, 18H), 7.07-7.38(m, 20H), 7.42-7.62(m, 4H) 8.23-8.65(m, 8H)。

【0115】

合成例3（化合物[39]の合成）

中間体 E 1 g を用い、p, p'-ジトリルアミンの代わりにビス(4-tert-ブチルフェニル)アミンに変更した以外は、合成例 1 (1-6) 化合物[29]の合成と同一の仕込み比、反応条件、精製条件で合成し、目的物 1.15 g (黄色結晶 収率 81.0%) を得た。なおこの化合物[39]は、油拡散ポンプを用いて 1×10^{-3} Pa の圧力下、約 300 °C で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 (d=ppm)) 1.33(s, 36H), 7.10-7.40(m, 18H), 7.45-7.64(m, 4H), 8.23-8.67(m, 8H)。

【0116】

合成例 4 (化合物[40]の合成)

中間体 E 1 g を用い、p, p'-ジトリルアミンの代わりに(3-tert-ブチルフェニル)フェニルアミンに変更した以外は、合成例 1 (1-6) 化合物[29]の合成と同一の仕込み比、反応条件、精製条件で合成し、目的物 980 mg (黄色結晶 収率 79.0%) を得た。なおこの化合物[40]は、油拡散ポンプを用いて 1×10^{-3} Pa の圧力下、約 300 °C で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。

$^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 (d=ppm)) 1.25(s, 18H), 6.96-7.45(m, 20H), 7.48-7.67(m, 4H), 8.27-8.74(m, 8H)。

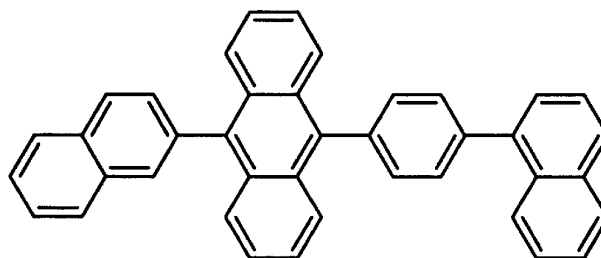
【0117】

実施例 1

化合物[29]を用いた発光素子を次のように作製した。30×40 mm のガラス基板(旭硝子(株)製、15 Ω/□、電子ビーム蒸着品)上にITO 導電膜をガラス基板中央部分に150 nm の厚さで30×13 mm の大きさに形成し、陽極とした。陽極が形成された基板を“セミコクリン(登録商標)56”(フルウチ化学(株)製)で15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。続いて、この基板をイソプロピルアルコールで15分間超音波洗浄してから、熱メタノールに15分間浸漬させた後、乾燥させた。素子を作製する直前にこの基板を1時間UV-オゾン処理し、さらに真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が 5×10^{-5} Pa 以下になるまで排気した。前記基板のITO膜上に、抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、銅フタロシアニンを10 nm、正孔輸送材料として、4,4'-ビス(N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ)ビフェニルを50 nm 蒸着した。次に、発光層のホスト材料として、下記式に示すH-1を、またドーパント材料として化合物[29]を、ドーパ濃度が5重量%になるように35 nm の厚さに蒸着した。次に、電子輸送材料として、トリス(8-キノリノラト)アルミニウム(Alq_3)を20 nm の厚さに積層した。以上のように形成した有機層上に、フッ化リチウムを0.5 nm の厚さに蒸着した後、アルミニウムを1000 nm 蒸着して陰極とし、5×5 mm 角の素子を作製した。ここで言う膜厚は、水晶発振式膜厚モニターの表示値である。この発光素子を10 mA/cm²で直流駆動したところ、発光効率3.2 lm/W の高効率発光と、C. I. E. 色度座標で(0.14, 0.16)と純青色発光が得られた。この素子を初期輝度1000 cd/m²に設定し直流電流で連続駆動したところ、輝度半減時間は2500時間と長寿命であった。

【0118】

【化 2 4】



10

H-1

【0119】

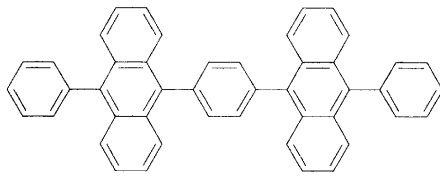
実施例 2 ～ 36

ドーパント材料、発光層のホスト材料、電子輸送材料としてそれぞれ表 1 に記載の化合物を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。これらの発光素子の 10 mA/cm^2 で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度 1000 cd/m^2 に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表 1 に示す。なお、表 1 中、H-2、H-3、H-4、H-5、H-6、H-7、H-8、および H-9

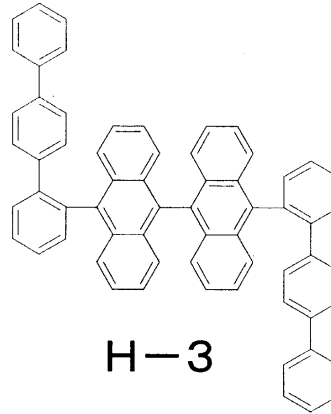
20

【0120】

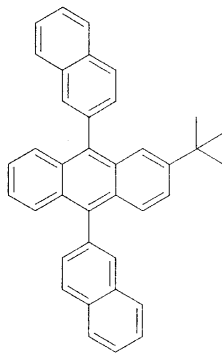
【化 2 5】



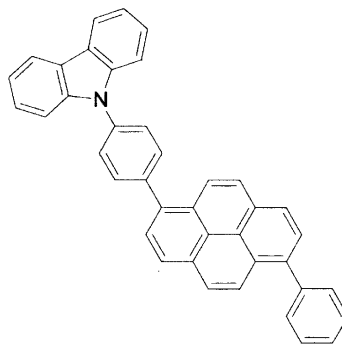
H-2



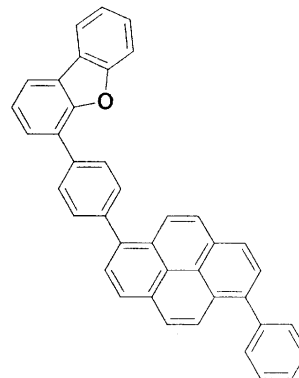
H-3



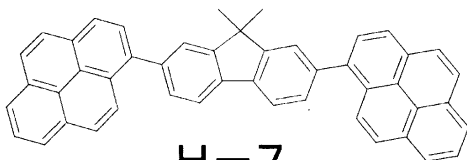
H-4



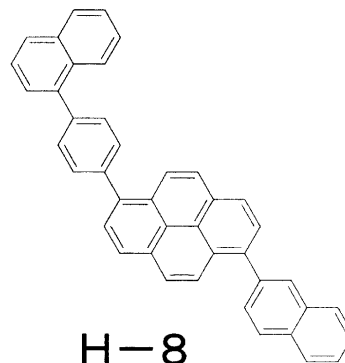
H-5



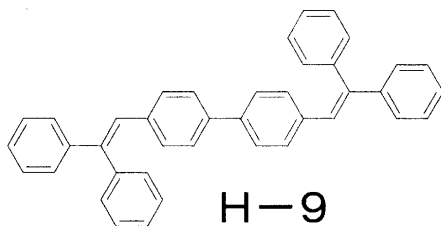
H-6



H-7



H-8



H-9

【0 1 2 1】

比較例 1 ~ 2 0

ドープ材料、ホスト材料および電子輸送材料としてそれぞれ表 2 に記載の化合物を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。これらの発光素子の $10 \text{ mA} / \text{cm}^2$ で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度 $1000 \text{ cd} / \text{m}^2$ に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表 2 に示す。ただし比較例 10 に示す素子は色純度が悪く、輝度半減寿命の測定は行わなかった。なお表 2 中、D-1、D-2、D-3 および D-4 は下記式に示す化合物である。

【0 1 2 2】

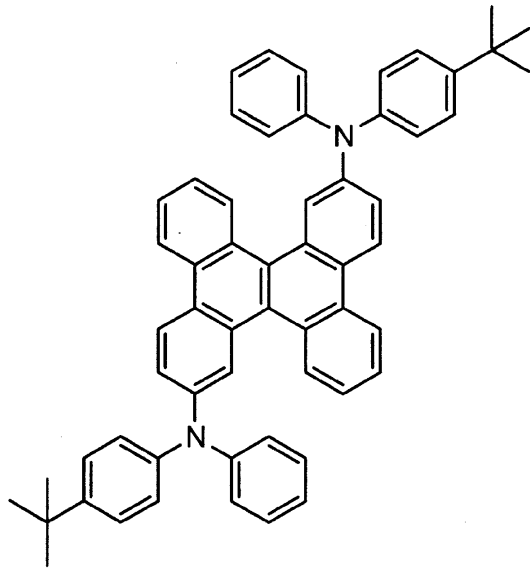
10

20

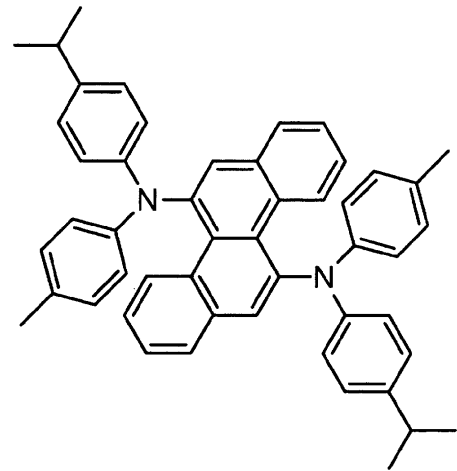
30

40

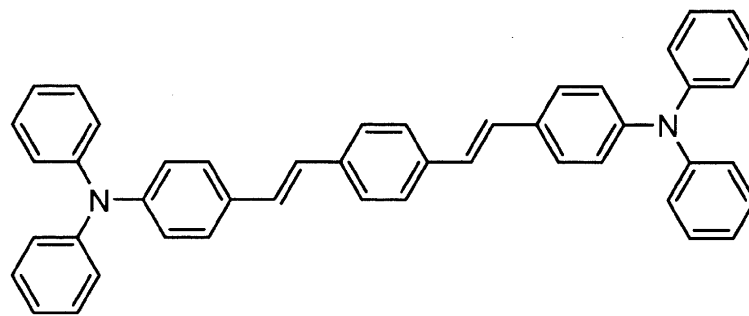
【化 2 6】



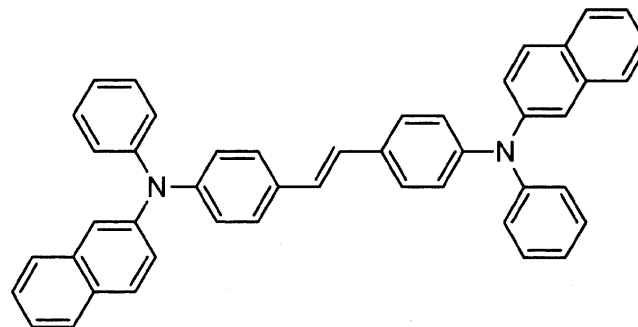
D-1



D-4



D-2



D-3

【0123】

実施例 1～36 との対比により、一般式 (1) で表される化合物がドーパント材料として発光効率、色純度、寿命のすべてにおいて優れた性能を示すことが分かる。すなわち、本発明の請求項 1～5 に係る発明の効果が示されている。

【0124】

実施例 37～54

ドーパント材料、ホスト材料および電子輸送材料としてそれぞれ表 3 に記載の化合物を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。これらの発光素子の 10 mA / cm² で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度 1000 c

10

20

30

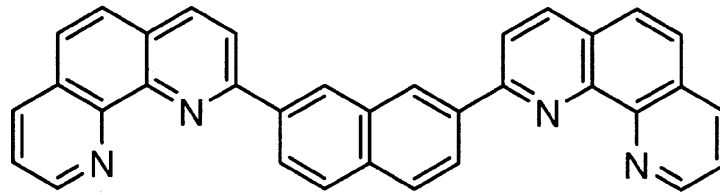
40

50

d/m^2 に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表 3 に示す。なお表 3 中、E-1、E-2、E-3、E-4 および E-5 は下記式に示す化合物である。

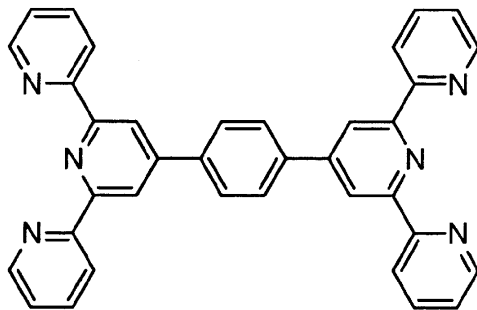
【0125】

【化27】

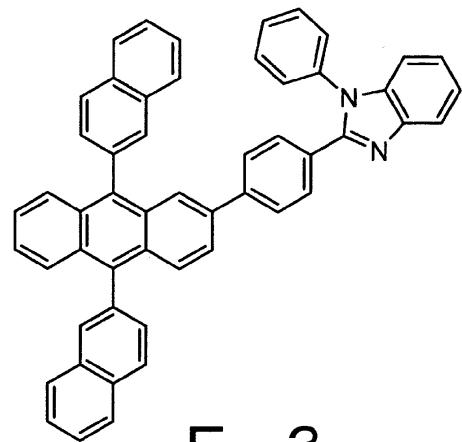


E-1

10

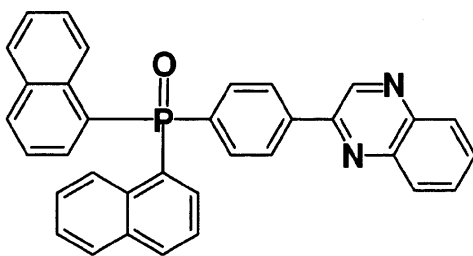


E-2

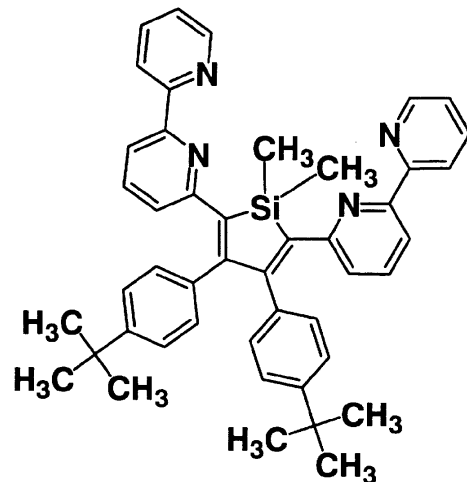


E-3

20



E-4



E-5

30

40

【0126】

比較例 21 ~ 38

ドーパント材料、ホスト材料および電子輸送材料としてそれぞれ表 3 に記載の化合物を用いた以外は、実施例 1 と同様にして発光素子を作製した。これらの発光素子の $10\text{ mA}/\text{cm}^2$ で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度 $1000\text{ cd}/\text{m}^2$ に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表 3 に示す。

【0127】

50

実施例 5 5

化合物〔29〕を正孔注入材料として用いた発光素子を次のように作製した。30×40mmのガラス基板（旭硝子（株）製、15Ω/□、電子ビーム蒸着品）上にITO導電膜をガラス基板中央部分に150nmの厚さで30×13mmの大きさに形成し、陽極とした。陽極が形成された基板を“セミコクリン（登録商標）56”（フルウチ化学（株）製）で15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。続いて、この基板をイソプロピルアルコールで15分間超音波洗浄してから、熱メタノールに15分間浸漬させた後、乾燥させた。素子を作製する直前にこの基板を1時間UV-オゾン処理し、さらに真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が 5×10^{-5} Pa以下になるまで排気した。前記基板のITO膜上に、抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、化合物〔29〕を40nm、正孔輸送材料として、4,4'-ビス（N-（1-ナフチル）-N-フェニルアミノ）ビフェニルを10nm蒸着した。次に、発光層のホスト材料として、H-1を、またドーパント材料としてD-4を、ドーパ濃度が5重量%になるように35nmの厚さに蒸着した。次に、電子輸送材料として、トリス（8-キノリノラト）アルミニウム（Alq₃）を20nmの厚さに積層した。以上のように形成した有機層上に、フッ化リチウムを0.5nmの厚さに蒸着した後、アルミニウムを1000nm蒸着して陰極とし、5×5mm角の素子を作製した。ここで言う膜厚は、水晶発振式膜厚モニターの表示値である。この発光素子を10mA/cm²で直流駆動したところ、発光効率3.5lm/Wの高効率発光と、C. I. E. 色度座標で（0.14, 0.14）と純青色発光が得られた。この素子を初期輝度1000cd/m²に設定し直流電流で連続駆動したところ、輝度半減時間は2500時間と長寿命であった。

10

20

【0128】

実施例 5 6～6 9

正孔注入材料、ホスト材料およびドーパント材料として表4に記載の化合物を用いた以外は、実施例55と同様にして発光素子を作製した。この発光素子の10mA/cm²で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度1000cd/m²に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表4に示す。

【0129】

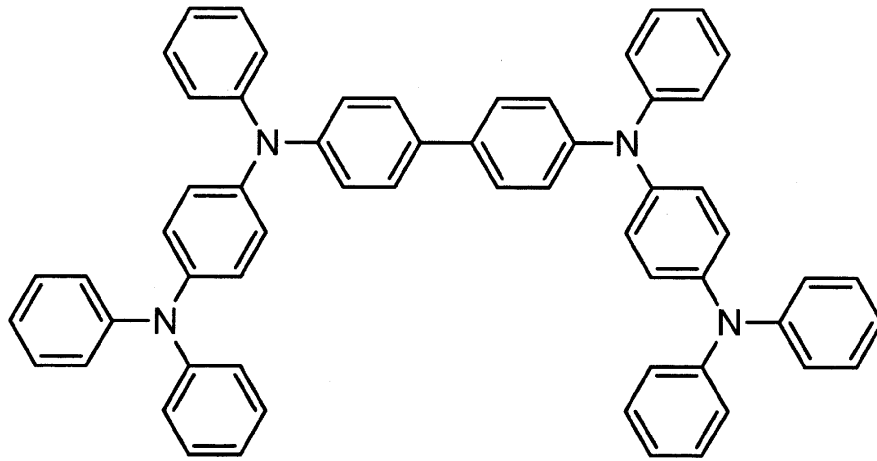
比較例 3 9～4 2

正孔注入材料、ホスト材料およびドーパント材料として表4に記載の化合物を用いた以外は、実施例55と同様にして発光素子を作製した。この発光素子の10mA/cm²で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度1000cd/m²に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表4に示す。なお表4中、HI-1およびHI-2は下記式に示す化合物である。

30

【0130】

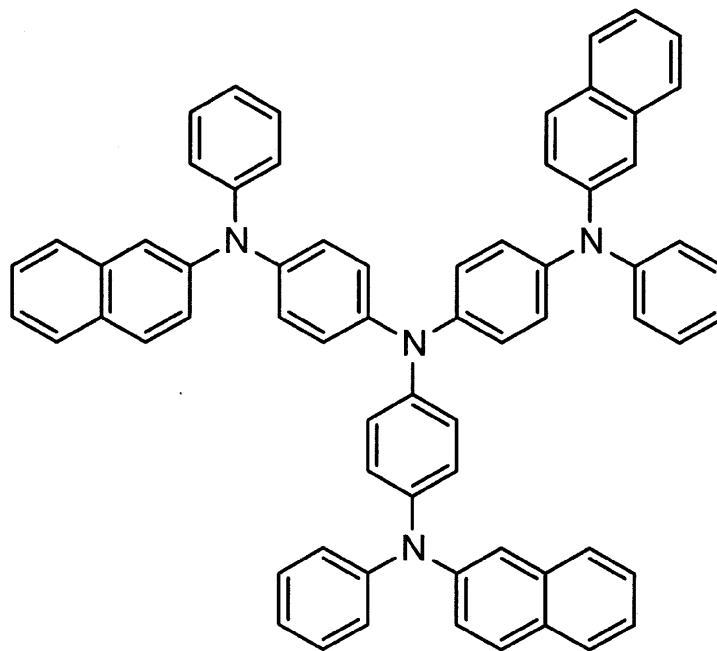
【化 2 8】



10

HI-1

20



30

HI-2

40

【0131】

実施例55～69との対比により、一般式(3)で表される化合物が正孔注入材料として寿命の向上という優れた性能を示すことが分かる。すなわち、本発明の請求項6～8に係る発明の効果が示されている。また、実施例5との対比により、化合物[69]のように、一般式(1)で表される化合物であって一般式(3)には該当しないものは、ドーパント材料として優れた性能を示すことが分かる。すなわち、本発明の請求項1～5に係る発明の効果が示されている。

【0132】

実施例70～87

正孔注入材料、ホスト材料およびドーパント材料として表5に記載の化合物を用いた以

50

外は、実施例 55 と同様にして発光素子を作製した。この発光素子の 10 mA/cm^2 で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度 1000 cd/m^2 に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表 5 に示す。

【0133】

実施例 88 ～ 114

正孔注入材料、ホスト材料およびドーパント材料として表 6 に記載の化合物を用いた以外は、実施例 55 と同様にして発光素子を作製した。この発光素子の 10 mA/cm^2 で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度 1000 cd/m^2 に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表 6 に示す。

【0134】

10

実施例 115 ～ 126

正孔注入材料、ホスト材料、ドーパント材料および電子輸送材料として表 7 に記載の化合物を用いた以外は、実施例 55 と同様にして発光素子を作製した。この発光素子の 10 mA/cm^2 で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度 1000 cd/m^2 に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表 7 に示す。

【0135】

実施例 127 ～ 144

正孔注入材料、ホスト材料、ドーパント材料および電子輸送材料として表 7 に記載の化合物を用いた以外は、実施例 55 と同様にして発光素子を作製した。この発光素子の 10 mA/cm^2 で直流駆動時の発光効率、C. I. E. 色度座標、ならびに初期輝度 1000 cd/m^2 に設定し、直流電流駆動させたときの輝度半減寿命の結果を表 7 に示す。

20

【0136】

【表 1】

	ドーパント	ホスト	電子輸送層	効率 (lm/W)	色純度 CIE(x,y)	半減寿命 (hr)
実施例 1	化合物[29]	H-1	Alq ₃	3.2	(0.14,0.16)	2500
実施例 2	化合物[37]	H-1	Alq ₃	3.5	(0.14,0.14)	4500
実施例 3	化合物[39]	H-1	Alq ₃	3.7	(0.15,0.15)	4000
実施例 4	化合物[40]	H-1	Alq ₃	3.5	(0.14,0.14)	5500
実施例 5	化合物[69]	H-1	Alq ₃	3.5	(0.14,0.20)	2000
実施例 6	化合物[41]	H-1	Alq ₃	3.6	(0.14,0.15)	3700
実施例 7	化合物[6]	H-1	Alq ₃	3.7	(0.14,0.17)	2000
実施例 8	化合物[34]	H-1	Alq ₃	3.5	(0.14,0.15)	4500
実施例 9	化合物[63]	H-1	Alq ₃	3.7	(0.14,0.15)	4400
実施例 10	化合物[1]	H-1	Alq ₃	3.8	(0.14,0.17)	3000
実施例 11	化合物[2]	H-1	Alq ₃	3.9	(0.14,0.19)	3100
実施例 12	化合物[18]	H-1	Alq ₃	3.7	(0.14,0.17)	3500
実施例 13	化合物[37]	H-2	Alq ₃	3.6	(0.14,0.14)	4600
実施例 14	化合物[39]	H-2	Alq ₃	3.7	(0.15,0.15)	4700
実施例 15	化合物[40]	H-2	Alq ₃	3.5	(0.14,0.14)	5200
実施例 16	化合物[37]	H-3	Alq ₃	3.6	(0.14,0.14)	3900
実施例 17	化合物[39]	H-3	Alq ₃	3.4	(0.15,0.15)	4200
実施例 18	化合物[40]	H-3	Alq ₃	3.5	(0.14,0.14)	4400
実施例 19	化合物[37]	H-4	Alq ₃	3.3	(0.14,0.14)	3600
実施例 20	化合物[39]	H-4	Alq ₃	3.5	(0.15,0.15)	3800
実施例 21	化合物[40]	H-4	Alq ₃	3.5	(0.14,0.14)	4200
実施例 22	化合物[37]	H-5	Alq ₃	3.5	(0.14,0.15)	2800
実施例 23	化合物[39]	H-5	Alq ₃	3.7	(0.14,0.15)	2800
実施例 24	化合物[40]	H-5	Alq ₃	3.4	(0.14,0.14)	3000
実施例 25	化合物[37]	H-6	Alq ₃	3.7	(0.14,0.15)	3200
実施例 26	化合物[39]	H-6	Alq ₃	3.8	(0.14,0.15)	3500
実施例 27	化合物[40]	H-6	Alq ₃	3.7	(0.14,0.14)	3700
実施例 28	化合物[37]	H-7	Alq ₃	3.6	(0.14,0.15)	3300
実施例 29	化合物[39]	H-7	Alq ₃	3.8	(0.14,0.15)	3500
実施例 30	化合物[40]	H-7	Alq ₃	3.6	(0.14,0.14)	3800
実施例 31	化合物[37]	H-8	Alq ₃	3.8	(0.14,0.15)	3200
実施例 32	化合物[39]	H-8	Alq ₃	3.7	(0.14,0.15)	3300
実施例 33	化合物[40]	H-8	Alq ₃	3.7	(0.14,0.14)	3100
実施例 34	化合物[37]	H-9	Alq ₃	3.5	(0.14,0.14)	1800
実施例 35	化合物[39]	H-9	Alq ₃	3.5	(0.14,0.15)	2000
実施例 36	化合物[40]	H-9	Alq ₃	3.6	(0.14,0.14)	2100

【0137】

【表 2】

	ドーパント	ホスト	電子輸送層	効率 (lm/W)	色純度 CIE(x,y)	半減寿命 (hr)
比較例 1	D-1	H-1	Alq ₃	2.9	(0.15,0.18)	900
比較例 2	D-1	H-2	Alq ₃	2.8	(0.15,0.18)	900
比較例 3	D-1	H-3	Alq ₃	2.6	(0.15,0.19)	700
比較例 4	D-1	H-4	Alq ₃	2.6	(0.14,0.18)	600
比較例 5	D-1	H-5	Alq ₃	2.8	(0.15,0.19)	800
比較例 6	D-1	H-6	Alq ₃	2.7	(0.14,0.18)	700
比較例 7	D-1	H-7	Alq ₃	2.6	(0.14,0.18)	800
比較例 8	D-1	H-8	Alq ₃	2.8	(0.14,0.18)	800
比較例 9	D-1	H-9	Alq ₃	2.7	(0.14,0.19)	500
比較例 10	D-2	H-1	Alq ₃	4.4	(0.16,0.27)	-
比較例 11	D-3	H-1	Alq ₃	2.7	(0.15,0.15)	800
比較例 12	D-4	H-1	Alq ₃	2.5	(0.14,0.14)	1000
比較例 13	D-4	H-2	Alq ₃	2.4	(0.14,0.14)	800
比較例 14	D-4	H-3	Alq ₃	2.5	(0.14,0.14)	600
比較例 15	D-4	H-4	Alq ₃	2.6	(0.14,0.14)	700
比較例 16	D-4	H-5	Alq ₃	2.5	(0.14,0.15)	600
比較例 17	D-4	H-6	Alq ₃	2.7	(0.14,0.15)	800
比較例 18	D-4	H-7	Alq ₃	2.7	(0.14,0.15)	700
比較例 19	D-4	H-8	Alq ₃	2.6	(0.14,0.15)	600
比較例 20	D-4	H-9	Alq ₃	2.7	(0.14,0.14)	400

【0138】

【表 3】

	ドーパント	ホスト	電子輸送層	効率 (lm/W)	色純度 CIE(x,y)	半減寿命 (hr)
実施例 3 7	化合物[37]	H-1	E-1	5.2	(0.14,0.15)	2500
実施例 3 8	化合物[37]	H-5	E-1	5.9	(0.14,0.15)	3000
実施例 3 9	化合物[37]	H-5	E-2	5.7	(0.14,0.14)	4300
実施例 4 0	化合物[37]	H-5	E-3	5.3	(0.14,0.14)	3000
実施例 4 1	化合物[37]	H-5	E-4	5.8	(0.14,0.14)	3300
実施例 4 2	化合物[37]	H-5	E-5	5.4	(0.14,0.14)	2200
実施例 4 3	化合物[39]	H-1	E-1	5.4	(0.14,0.15)	2300
実施例 4 4	化合物[39]	H-5	E-1	6	(0.14,0.15)	2800
実施例 4 5	化合物[39]	H-5	E-2	5.8	(0.14,0.15)	3900
実施例 4 6	化合物[39]	H-5	E-3	5.3	(0.15,0.15)	3000
実施例 4 7	化合物[39]	H-5	E-4	5.6	(0.15,0.15)	3200
実施例 4 8	化合物[39]	H-5	E-5	5.4	(0.15,0.15)	2400
実施例 4 9	化合物[40]	H-1	E-1	5.3	(0.14,0.14)	2900
実施例 5 0	化合物[40]	H-5	E-1	6	(0.14,0.14)	3600
実施例 5 1	化合物[40]	H-5	E-2	5.6	(0.14,0.14)	4500
実施例 5 2	化合物[40]	H-5	E-3	5.2	(0.14,0.14)	3000
実施例 5 3	化合物[40]	H-5	E-4	5.7	(0.14,0.14)	3500
実施例 5 4	化合物[40]	H-5	E-5	5.3	(0.14,0.14)	2200
比較例 2 1	D-1	H-1	E-1	4	(0.14,0.18)	400
比較例 2 2	D-1	H-5	E-1	4.4	(0.14,0.19)	800
比較例 2 3	D-1	H-5	E-2	4	(0.15,0.18)	1100
比較例 2 4	D-1	H-5	E-3	3.7	(0.14,0.18)	800
比較例 2 5	D-1	H-5	E-4	3.9	(0.15,0.19)	800
比較例 2 6	D-1	H-5	E-5	3.5	(0.15,0.19)	600
比較例 2 7	D-3	H-1	E-1	3.9	(0.15,0.15)	200
比較例 2 8	D-3	H-5	E-1	4.4	(0.15,0.15)	600
比較例 2 9	D-3	H-5	E-2	4	(0.15,0.15)	900
比較例 3 0	D-3	H-5	E-3	3.7	(0.15,0.15)	500
比較例 3 1	D-3	H-5	E-4	3.9	(0.15,0.15)	800
比較例 3 2	D-3	H-5	E-5	3.6	(0.15,0.15)	300
比較例 3 3	D-4	H-1	E-1	3.8	(0.14,0.14)	500
比較例 3 4	D-4	H-5	E-1	4.2	(0.14,0.14)	1000
比較例 3 5	D-4	H-5	E-2	3.7	(0.14,0.14)	1300
比較例 3 6	D-4	H-5	E-3	3.5	(0.14,0.14)	800
比較例 3 7	D-4	H-5	E-4	4	(0.14,0.14)	1000
比較例 3 8	D-4	H-5	E-5	3.5	(0.14,0.14)	600

【0139】

【表 4】

	正孔注入層	ホスト	ドーパント	効率 (lm/W)	色純度 CIE(x,y)	半減寿命 (hr)
実施例 5 5	化合物[29]	H-1	D-4	3.5	(0.14,0.14)	2500
実施例 5 6	化合物[37]	H-1	D-4	3.6	(0.14,0.14)	2400
実施例 5 7	化合物[32]	H-1	D-4	3.6	(0.14,0.14)	2200
実施例 5 8	化合物[39]	H-1	D-4	3.7	(0.14,0.14)	2000
実施例 5 9	化合物[40]	H-1	D-4	3.4	(0.14,0.14)	2300
実施例 6 0	化合物[4]	H-1	D-4	3.4	(0.14,0.15)	2500
実施例 6 1	化合物[6]	H-1	D-4	3.4	(0.14,0.15)	2600
実施例 6 2	化合物[25]	H-1	D-4	3.6	(0.14,0.14)	2100
実施例 6 3	化合物[30]	H-1	D-4	3.6	(0.14,0.14)	2500
実施例 6 4	化合物[27]	H-1	D-4	3.7	(0.14,0.14)	2400
実施例 6 5	化合物[33]	H-1	D-4	3.5	(0.14,0.14)	2500
実施例 6 6	化合物[1]	H-1	D-4	3.5	(0.14,0.14)	2300
実施例 6 7	化合物[2]	H-1	D-4	3.4	(0.14,0.14)	2300
実施例 6 8	化合物[18]	H-1	D-4	3.6	(0.14,0.14)	2500
実施例 6 9	化合物[41]	H-1	D-4	3.6	(0.14,0.14)	2100
比較例 3 9	H1-1	H-1	D-4	3.3	(0.15,0.14)	1000
比較例 4 0	H1-2	H-1	D-4	2.7	(0.14,0.14)	800
比較例 4 1	化合物[69]	H-1	D-4	2.8	(0.14,0.14)	800
比較例 4 2	D-1	H-1	D-4	2.7	(0.14,0.14)	700

【0140】

【表 5】

	正孔注入層	ホスト	ドーパント	効率 (lm/W)	色純度 CIE(x,y)	半減寿命 (hr)
実施例 7 0	化合物[29]	H-1	化合物[40]	4	(0.14,0.14)	9300
実施例 7 1	化合物[29]	H-2	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	9000
実施例 7 2	化合物[29]	H-3	化合物[40]	4.1	(0.14,0.14)	8200
実施例 7 3	化合物[29]	H-4	化合物[40]	4.1	(0.14,0.14)	8700
実施例 7 4	化合物[29]	H-5	化合物[40]	3.8	(0.14,0.15)	8800
実施例 7 5	化合物[29]	H-6	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	8500
実施例 7 6	化合物[29]	H-7	化合物[40]	4.1	(0.14,0.14)	8500
実施例 7 7	化合物[29]	H-8	化合物[40]	4	(0.14,0.14)	8400
実施例 7 8	化合物[29]	H-9	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	6500
実施例 7 9	化合物[37]	H-1	化合物[40]	4.1	(0.14,0.14)	9500
実施例 8 0	化合物[37]	H-2	化合物[40]	4.2	(0.14,0.14)	9000
実施例 8 1	化合物[37]	H-3	化合物[40]	4.2	(0.14,0.14)	8200
実施例 8 2	化合物[37]	H-4	化合物[40]	4	(0.14,0.14)	8900
実施例 8 3	化合物[37]	H-5	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	8500
実施例 8 4	化合物[37]	H-6	化合物[40]	3.9	(0.14,0.15)	8700
実施例 8 5	化合物[37]	H-7	化合物[40]	4.2	(0.14,0.14)	8700
実施例 8 6	化合物[37]	H-8	化合物[40]	4	(0.14,0.14)	8400
実施例 8 7	化合物[37]	H-9	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	6200

10

20

30

40

50

【 0 1 4 1 】

【表 6】

【表6】

	正孔注入層	ホスト	ドーパント	効率 (lm/W)	色純度 CIE(x,y)	半減寿命 (hr)
実施例 88	H1-1	H-1	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	6200
実施例 89	H1-1	H-2	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	6000
実施例 90	H1-1	H-3	化合物[40]	4	(0.14,0.14)	5500
実施例 91	H1-1	H-4	化合物[40]	4.1	(0.14,0.14)	6000
実施例 92	H1-1	H-5	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	5300
実施例 93	H1-1	H-6	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	5100
実施例 94	H1-1	H-7	化合物[40]	4.1	(0.14,0.14)	5000
実施例 95	H1-1	H-8	化合物[40]	4.1	(0.14,0.14)	5500
実施例 96	H1-1	H-9	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	4000
実施例 97	化合物[69]	H-1	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	5400
実施例 98	化合物[69]	H-2	化合物[40]	3.7	(0.14,0.14)	5300
実施例 99	化合物[69]	H-3	化合物[40]	3.6	(0.14,0.14)	4800
実施例 100	化合物[69]	H-4	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	5200
実施例 101	化合物[69]	H-5	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	5500
実施例 102	化合物[69]	H-6	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	5400
実施例 103	化合物[69]	H-7	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	5100
実施例 104	化合物[69]	H-8	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	5100
実施例 105	化合物[69]	H-9	化合物[40]	3.7	(0.14,0.14)	4300
実施例 106	D-1	H-1	化合物[40]	3.9	(0.14,0.14)	5700
実施例 107	D-1	H-2	化合物[40]	3.7	(0.14,0.14)	5500
実施例 108	D-1	H-3	化合物[40]	3.6	(0.14,0.14)	4600
実施例 109	D-1	H-4	化合物[40]	3.7	(0.14,0.14)	5300
実施例 110	D-1	H-5	化合物[40]	3.7	(0.14,0.14)	5300
実施例 111	D-1	H-6	化合物[40]	4	(0.14,0.14)	5500
実施例 112	D-1	H-7	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	4900
実施例 113	D-1	H-8	化合物[40]	3.8	(0.14,0.14)	5000
実施例 114	D-1	H-9	化合物[40]	3.7	(0.14,0.14)	3800

【 0 1 4 2 】

【表 7】

【表7】

	正孔注入層	ホスト	ドーパント	電子輸送層	効率 (lm/W)	色純度 CIE(x,y)	半減寿命 (hr)
実施例 115	化合物[29]	H-1	化合物[40]	E-1	5.7	(0.14,0.14)	3400
実施例 116	化合物[29]	H-5	化合物[40]	E-1	6.2	(0.14,0.14)	5200
実施例 117	化合物[29]	H-5	化合物[40]	E-2	5.7	(0.14,0.14)	5500
実施例 118	化合物[29]	H-5	化合物[40]	E-3	5.8	(0.14,0.14)	4700
実施例 119	化合物[29]	H-5	化合物[40]	E-4	6	(0.14,0.14)	5000
実施例 120	化合物[29]	H-5	化合物[40]	E-5	5.5	(0.14,0.14)	4100
実施例 121	化合物[37]	H-1	化合物[40]	E-1	5.6	(0.14,0.14)	3300
実施例 122	化合物[37]	H-5	化合物[40]	E-1	6	(0.14,0.14)	5100
実施例 123	化合物[37]	H-5	化合物[40]	E-2	5.6	(0.14,0.14)	5800
実施例 124	化合物[37]	H-5	化合物[40]	E-3	5.5	(0.14,0.14)	4500
実施例 125	化合物[37]	H-5	化合物[40]	E-4	5.8	(0.14,0.14)	4800
実施例 126	化合物[37]	H-5	化合物[40]	E-5	5.3	(0.14,0.14)	3900
実施例 127	H1-1	H-1	化合物[40]	E-1	5.6	(0.14,0.14)	1000
実施例 128	H1-1	H-5	化合物[40]	E-1	6	(0.14,0.14)	1300
実施例 129	H1-1	H-5	化合物[40]	E-2	5.6	(0.14,0.14)	1600
実施例 130	H1-1	H-5	化合物[40]	E-3	5.6	(0.14,0.14)	1400
実施例 131	H1-1	H-5	化合物[40]	E-4	5.8	(0.14,0.14)	1300
実施例 132	H1-1	H-5	化合物[40]	E-5	5.3	(0.14,0.14)	1000
実施例 133	化合物[69]	H-1	化合物[40]	E-1	5.6	(0.14,0.14)	1200
実施例 134	化合物[69]	H-5	化合物[40]	E-1	5.9	(0.14,0.14)	1500
実施例 135	化合物[69]	H-5	化合物[40]	E-2	5.5	(0.14,0.14)	1300
実施例 136	化合物[69]	H-5	化合物[40]	E-3	5.7	(0.14,0.14)	1200
実施例 137	化合物[69]	H-5	化合物[40]	E-4	5.8	(0.14,0.14)	1100
実施例 138	化合物[69]	H-5	化合物[40]	E-5	5.2	(0.14,0.14)	900
実施例 139	D-1	H-1	化合物[40]	E-1	5.8	(0.14,0.14)	1200
実施例 140	D-1	H-5	化合物[40]	E-1	6.1	(0.14,0.14)	1600
実施例 141	D-1	H-5	化合物[40]	E-2	5.7	(0.14,0.14)	1500
実施例 142	D-1	H-5	化合物[40]	E-3	5.5	(0.14,0.14)	1300
実施例 143	D-1	H-5	化合物[40]	E-4	5.8	(0.14,0.14)	1300
実施例 144	D-1	H-5	化合物[40]	E-5	5.4	(0.14,0.14)	1100

【産業上の利用可能性】

【0143】

本発明の発光素子材料は、発光素子等に利用可能で、薄膜安定性に優れた発光素子材料を提供できる。本発明の発光素子は、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機および光信号発生器などの分野に利用可能である。

10

20

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 9 K 11/06 6 6 0

(56)参考文献 国際公開第2000/027946 (WO, A1)
特開2001-326079 (JP, A)
特開2002-237384 (JP, A)
特開2004-182737 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C09K11/06
H01L51
H05B33
CA/REGISTRY(STN)

专利名称(译)	发光元件材料和发光元件		
公开(公告)号	JP4968333B2	公开(公告)日	2012-07-04
申请号	JP2009513149	申请日	2009-02-20
[标]申请(专利权)人(译)	东丽株式会社		
申请(专利权)人(译)	东丽株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	东丽株式会社		
[标]发明人	田中大作 富永刚		
发明人	田中 大作 富永 刚		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50		
CPC分类号	C07C211/61 C07C2603/54 C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 H01L51/0056 H01L51/006 H01L51/0067 H01L51/0072 H01L51/0094 H01L51/5012 H01L51/5088 H01L2251/30		
FI分类号	C09K11/06.620 C09K11/06.690 H05B33/14.B H05B33/22.D H05B33/22.B C09K11/06.660		
优先权	2008045622 2008-02-27 JP		
其他公开文献	JPWO2009107549A1 JPWO2009107549A5		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

通过使用具有特定二苯并骨架骨架的化合物作为掺杂剂材料或用于有机电致发光元件的空穴注入材料，可以制造具有高发光效率，高色纯度和长使用寿命的发光元件。

