

(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2008-288270

(P2008-288270A)

(43) 公開日 平成20年11月27日(2008.11.27)

|                                      |                |             |
|--------------------------------------|----------------|-------------|
| (51) Int.Cl.                         | F I            | テーマコード (参考) |
| <b>H01L 51/50</b> (2006.01)          | H05B 33/22 D   | 3K107       |
| <b>C09K 11/06</b> (2006.01)          | H05B 33/14 A   | 4C204       |
| C07C 215/82 (2006.01)                | C09K 11/06 690 | 4H006       |
| C07C 215/88 (2006.01)                | C07C 215/82    |             |
| C07D 209/86 (2006.01)                | C07C 215/88    |             |
| 審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 24 頁) 最終頁に続く |                |             |

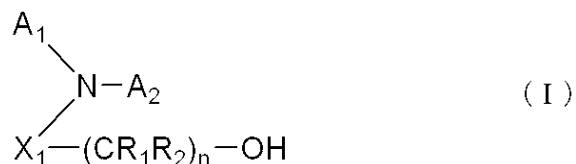
|           |                              |          |                                |
|-----------|------------------------------|----------|--------------------------------|
| (21) 出願番号 | 特願2007-129544 (P2007-129544) | (71) 出願人 | 000001007                      |
| (22) 出願日  | 平成19年5月15日 (2007.5.15)       |          | キヤノン株式会社                       |
|           |                              |          | 東京都大田区下丸子3丁目30番2号              |
|           |                              | (74) 代理人 | 100096828                      |
|           |                              |          | 弁理士 渡辺 敬介                      |
|           |                              | (74) 代理人 | 100110870                      |
|           |                              |          | 弁理士 山口 芳広                      |
|           |                              | (72) 発明者 | 関 真範                           |
|           |                              |          | 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ            |
|           |                              |          | ヤノン株式会社内                       |
|           |                              | (72) 発明者 | 上野 和則                          |
|           |                              |          | 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キ            |
|           |                              |          | ヤノン株式会社内                       |
|           |                              | Fターム(参考) | 3K107 AA01 CC02 CC04 CC45 DD71 |
|           |                              |          | DD78                           |
|           |                              |          | 最終頁に続く                         |

(54) 【発明の名称】 有機発光素子用材料及びそれを用いた有機発光素子

(57) 【要約】

【課題】 高効率かつ高輝度の光を出力し、製造が容易でかつ比較的安価に作製可能な有機発光素子を提供する。

【解決手段】 陽極と陰極と、該陽極と該陰極との間に挟持される有機化合物からなる層とから構成され、該陽極及び該陰極のいずれかが透明又は半透明であり、該有機化合物からなる層が、下記一般式 (I) で示される有機発光素子用材料を少なくとも1種類含有することを特徴とする、有機発光素子。



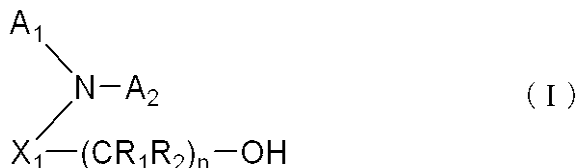
【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

下記一般式（I）で示される化合物であることを特徴とする、有機発光素子用材料。

## 【化 1】



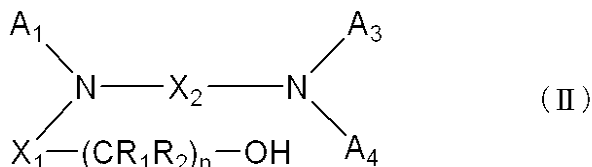
（式（I）において、 $X_1$ は、置換あるいは無置換のアリーレン基である。 $A_1$ 及び $A_2$ は、それぞれ置換あるいは無置換のアリール基又は置換あるいは無置換の複素環基である。また $A_1$ 及び $A_2$ はそれぞれ同じであっても異なってもよい。また、 $A_1$ と $A_2$ とが互いに結合して縮合環を形成してもよい。 $R_1$ 及び $R_2$ は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、置換あるいは無置換のアルキル基及び置換あるいは無置換のアリール基からなる群より選ばれた基であり、同じであっても異なってもよい。 $n$ は、1乃至5の整数である。）

10

## 【請求項 2】

下記一般式（II）で示される化合物であることを特徴とする、有機発光素子用材料。

## 【化 2】



20

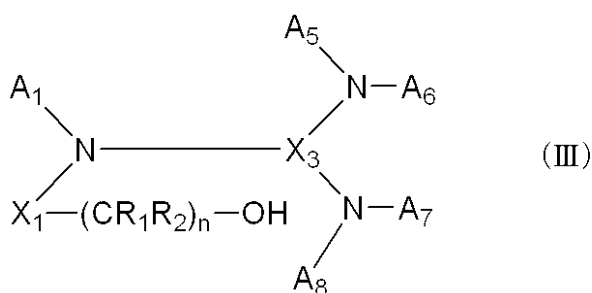
（式（II）において、 $X_2$ は、置換あるいは無置換のアリーレン基である。 $A_3$ 及び $A_4$ は、置換あるいは無置換のアリール基又は置換あるいは無置換の複素環基である。また、 $A_3$ 及び $A_4$ はそれぞれ同じであっても異なってもよく、 $A_3$ と $A_4$ とが互いに結合して縮合環を形成してもよい。）

## 【請求項 3】

下記一般式（III）で示される化合物であることを特徴とする、有機発光素子用材料。

30

## 【化 3】



（式（III）において、 $X_3$ は、置換あるいは無置換の芳香族環に由来する3価の置換基である。 $A_5$ 乃至 $A_8$ は、それぞれ置換あるいは無置換のアリール基又は置換あるいは無置換の複素環基である。また $A_5$ 乃至 $A_8$ はそれぞれ同じであっても異なってもよく、 $A_5$ と $A_6$ 及び $A_7$ と $A_8$ のいずれかが互いに結合して縮合環を形成してもよい。）

40

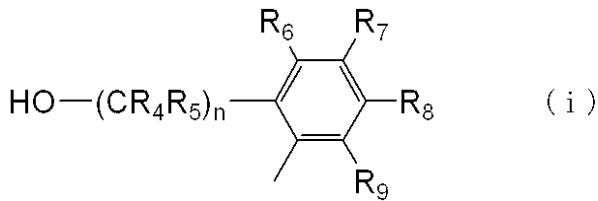
## 【請求項 4】

前記 $X_1$ が置換もしくは無置換の1, 2-フェニレン基であることを特徴する、請求項1乃至3のいずれか1項に記載の有機発光素子用材料。

## 【請求項 5】

前記 $A_3$ 又は前記 $A_4$ が下記一般式（i）で示される置換基であることを特徴とする、請求項2に記載の有機発光素子用材料。

## 【化 4】



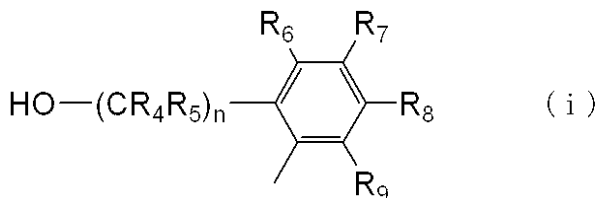
(式 (i) において、 $n$  は、1 乃至 5 の整数である。 $\text{R}_4$  及び  $\text{R}_5$  は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、置換あるいは未置換のアルキル基及び置換あるいは未置換のアリール基からなる群より選ばれた基であり、同じであっても異なってもよい。 $\text{R}_6$  乃至  $\text{R}_9$  は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、置換あるいは未置換のアルキル基、アリール基、アミノ基からなる群より選ばれた基であり、同じであっても異なってもよい。また  $\text{R}_6$  乃至  $\text{R}_9$  のうち隣り合う置換基は互いに結合し環を形成していてもよい。)

10

## 【請求項 6】

前記  $\text{A}_5$  乃至前記  $\text{A}_8$  のいずれかが下記一般式 (i) で示されることを特徴とする、請求項 3 に記載の有機発光素子用材料。

## 【化 5】



20

## 【請求項 7】

陽極と陰極と、

該陽極と該陰極との間に挟持される有機化合物からなる層とから構成され、

該陽極及び該陰極のいずれかが透明又は半透明であり、

該有機化合物からなる層が、請求項 1 乃至 6 のいずれか 1 項に記載の有機発光素子用材料を少なくとも 1 種類含有することを特徴とする、有機発光素子。

30

## 【請求項 8】

前記有機発光素子用材料がホール注入層に含有されることを特徴とする、請求項 7 に記載の有機発光素子。

## 【請求項 9】

前記有機発光素子用材料がホール輸送層に含有されることを特徴とする、請求項 7 に記載の有機発光素子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、有機発光素子用材料及びそれを用いた有機発光素子に関する。

## 【背景技術】

40

## 【0002】

有機発光素子は、陽極と陰極と間に蛍光性有機化合物を含む薄膜が挟持されている素子である。また陽極と陰極からそれぞれホール（ホール）及び電子を注入することにより、蛍光性化合物の励起子を生成させ、この励起子が基底状態に戻る際に、有機発光素子は光を放出する。

## 【0003】

有機発光素子における最近の進歩は著しく、その特徴は、低印加電圧で高輝度、発光波長の多様性、高速応答性、発光デバイスの薄型・軽量化が可能であることが挙げられる。このことから、有機発光素子は広汎な用途への可能性を示唆している。

## 【0004】

50

しかしながら、有機発光素子は長時間の使用による経時変化や酸素を含む雰囲気気体や湿気等による劣化等の耐久性の面で未だ多くの問題がある。またフルカラーディスプレイ等への応用を考えた場合、現状では更なる長寿命の、高変換効率、高色純度の青、緑、赤色発光が必要である。

#### 【0005】

そこで、これらの課題を解決するために、有機発光素子の構成材料としてトリアリールアミン誘導体が提案され、有機発光素子への応用がなされている。トリアリールアミン誘導体の具体例としては、N, N'-ビス(3-メチルフェニル)-N, N'-ジフェニル[1, 1'-ビフェニル]-4, 4'-ジアミン(TPD)が知られている(非特許文献1参照)。この他に、特許文献1に記載のトリアリールアミン誘導体や特許文献2に記載のカルボキシル基を有する化合物が開示されている。

10

#### 【0006】

特許文献2のトリアリールアミン誘導体は、特に陽極表面の改質剤として用いられ、陽極と有機化合物からなる層との親和性を高くする効果があるため、良好な有機薄膜が形成できる。しかし、素子自体の発光効率及び耐久寿命は実用上十分ではなかった。

#### 【0007】

【特許文献1】特開平5-234681号公報

【特許文献2】特開平5-21165号公報

【非特許文献1】Jpn. J. Appl. Phys., 27, L269(1988)

【発明の開示】

20

【発明が解決しようとする課題】

#### 【0008】

本発明は、このような従来技術の問題点を解決するためになされたものである。本発明の目的は、高効率かつ高輝度の光を出力し、製造が容易でかつ比較的安価に作製可能な有機発光素子を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

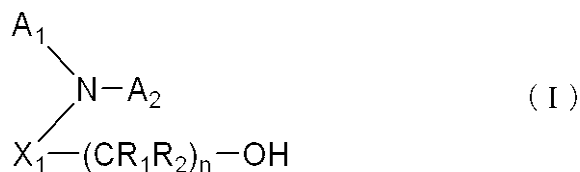
#### 【0009】

本発明者等は、上述の課題を解決するために鋭意検討した結果、本発明を完成するに至った。即ち、本発明の有機発光素子用材料は、下記一般式(I)で示されることを特徴とする。

30

#### 【0010】

【化1】



#### 【0011】

(式(I)において、 $X_1$ は、置換あるいは無置換のアリーレン基である。 $A_1$ 及び $A_2$ は、それぞれ置換あるいは無置換のアリール基又は置換あるいは無置換の複素環基である。また $A_1$ 及び $A_2$ はそれぞれ同じであっても異なってもよい。また、 $A_1$ と $A_2$ とが互いに結合して縮合環を形成してもよい。 $R_1$ 及び $R_2$ は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、置換あるいは無置換のアルキル基及び置換あるいは無置換のアリール基からなる群より選ばれた基であり、同じであっても異なってもよい。 $n$ は、1乃至5の整数である。)

40

【発明の効果】

#### 【0012】

本発明によれば、高効率かつ高輝度の光を出力し、製造が容易でかつ比較的安価に作製可能な有機発光素子を提供できる。

【発明を実施するための最良の形態】

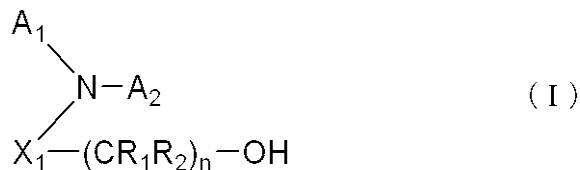
#### 【0013】

50

以下、本発明に関して詳細に説明する。本発明の有機発光素子用材料の第一の実施形態は、下記一般式（I）で表される化合物である。

【0014】

【化2】



【0015】

式（I）において、 $X_1$ は、置換あるいは無置換のアリーレン基である。

【0016】

$X_1$ で表されるアリーレン基として、1, 2-フェニレン基、1, 2-ビフェニレン基、2, 3-ビフェニレン基、テトラフルオロフェニレン基、ジメチルフェニレン基、1, 2-ナフチレン基、2, 3-ナフチレン基、フェナントリレン基、ピレニレン基、テトラセニレン基、ペンタセニレン基、ペリレニレン基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。好ましくは、1, 2-フェニレン基である。

【0017】

上記アリーレン基がさらに有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*n*-ブチル基、ペンチル基、*n*-ヘキシル基、*n*-ヘプチル基、*n*-オクチル基、*n*-デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、*tert*-オクチル基、ベンジル基、2-フェニルエチル基等のアルキル基、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3, 5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントリル基、フェナントリル基、ピレニル基等のアリール基、ピリジル基、ビピリジル基、メチルピリジル基、チエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、キノリル基、カルバゾリル基、*N*-エチルカルバゾリル基等の複素環基、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ベンジルオキシ基等のアルコキシ基、フェノキシ基等のアリールオキシ基、*N*-メチルアミノ基、*N*-エチルアミノ基、*N*, *N*-ジメチルアミノ基、*N*, *N*-ジエチルアミノ基、*N*-メチル-*N*-エチルアミノ基、*N*-ベンジルアミノ基、*N*-メチル-*N*-ベンジルアミノ基、*N*, *N*-ジベンジルアミノ基、アニリノ基、*N*, *N*-ジフェニルアミノ基、*N*-フェニル-*N*-トリルアミノ基、*N*, *N*-ジトリルアミノ基、*N*-メチル-*N*-フェニルアミノ基、*N*, *N*-ジアニソリルアミノ基、*N*-メシチル-*N*-フェニルアミノ基、*N*, *N*-ジメシチルアミノ基等のアミノ基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子、水酸基、シアノ基、ニトロ基が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0018】

式（I）において、 $A_1$ 及び $A_2$ は、それぞれ置換あるいは無置換のアリール基又は置換あるいは無置換の複素環基である。

【0019】

$A_1$ 及び $A_2$ で表されるアリール基として、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-メトキシフェニル基、4-エチルフェニル基、4-フルオロフェニル基、4-トリフルオロフェニル基、3, 5-ジメチルフェニル基、2, 6-ジエチルフェニル基、メシチル基、4-*tert*-ブチルフェニル基、ジトリルアミノフェニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、2-フェナントリル基、3-フェナントリル基、4-フェナントリル基、9-フェナントリル基、1-ピレニル基、2-ピレニル基、4-ピレニル基、テトラセニル基、クリセニル基、ペンタセニル基、ピセニル基、フルオレニル基、トリフェニレニル基、ペリレニル基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0020】

$A_1$  及び  $A_2$  で表される複素環基として、ピロリル基、ピリジル基、ビピリジル基、メチルピリジル基、ターピロリル基、チエニル基、1-ベンゾチエニル基、2-ベンゾチエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、ベンゾフリル基、イソベンゾフリル基、インドリル基、イソインドリル基、1, 10-フェナントロリル基、フェナジニル基、キノリル基、イソキノリル基、フェナントリジニル基、アクリジニル基、カルバゾリル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基、チアゾリル基、チアジアゾリル基、ピリミジニル基、キノキサリル基、キナゾリル基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

#### 【0021】

上記アリール基及び複素環基がさらに有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $n$ -ブチル基、ペンチル基、 $n$ -ヘキシル基、 $n$ -ヘプチル基、 $n$ -オクチル基、 $n$ -デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、*tert*-オクチル基、ベンジル基、2-フェニルエチル基等のアルキル基、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3, 5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントリル基、フェナントリル基、ピレニル基等のアリール基、ピリジル基、ビピリジル基、メチルピリジル基、チエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、キノリル基、カルバゾリル基、 $N$ -エチルカルバゾリル基等の複素環基、カルバゾリルフェニル基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子、水酸基、シアノ基、ニトロ基が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

#### 【0022】

$A_1$  及び  $A_2$  は、それぞれ同じであっても異なってもよい。また、 $A_1$  と  $A_2$  とが互いに結合してカルバゾール環等の縮合環を形成してもよい。

#### 【0023】

式 (I) において、 $R_1$  及び  $R_2$  は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、置換あるいは無置換のアルキル基及び置換あるいは無置換のアリール基からなる群より選ばれた基である。

#### 【0024】

$R_1$  及び  $R_2$  で表されるハロゲン原子として、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素が挙げられる。

#### 【0025】

$R_1$  及び  $R_2$  で表されるアルキル基として、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $n$ -ブチル基、 $n$ -ペンチル基、 $n$ -ヘキシル基、 $n$ -ヘプチル基、 $n$ -オクチル基、 $n$ -デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、*tert*-オクチル基、フルオロメチル基、ジフルオロメチル基、トリフルオロメチル基、2-フルオロエチル基、2, 2, 2-トリフルオロエチル基、パーフルオロエチル基、3-フルオロプロピル基、パーフルオロプロピル基、4-フルオロブチル基、パーフルオロブチル基、5-フルオロペンチル基、6-フルオロヘキシル基、クロロメチル基、トリクロロメチル基、2-クロロエチル基、2, 2, 2-トリクロロエチル基、4-クロロブチル基、5-クロロペンチル基、6-クロロヘキシル基、プロモメチル基、2-プロモエチル基、ヨードメチル基、2-ヨードエチル基、ヒドロキシメチル基、ヒドロキシエチル基、シクロプロピル基、シクロブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロペンチルメチル基、シクロヘキシルメチル基、シクロヘキシルエチル基、4-フルオロシクロヘキシル基、ノルボルニル基、アダマンチル基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

#### 【0026】

$R_1$  及び  $R_2$  で表されるアリール基として、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-メトキシフェニル基、4-エチルフェニル基、4-フルオロフェニル基、4-トリフルオロフェニル基、3, 5-ジメチルフェニル基、2, 6-ジエチルフェニル基、メシチル基、

4-tert-ブチルフェニル基、ジトリルアミノフェニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、2-フェナントリル基、3-フェナントリル基、4-フェナントリル基、9-フェナントリル基、1-ピレニル基、2-ピレニル基、4-ピレニル基、テトラセニル基、クリセニル基、ペンタセニル基、ピセニル基、フルオレニル基、トリフェニレニル基、ペリレニル基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

#### 【0027】

上記アルキル基及びアリール基がさらに有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、n-プロピル基、n-ブチル基、ペンチル基、n-ヘキシル基、n-ヘプチル基、n-オクチル基、n-デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-オクチル基、ベンジル基、2-フェニルエチル基等のアルキル基、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントリル基、フェナントリル基、ピレニル基等のアリール基、ピリジル基、ビピリジル基、メチルピリジル基、チエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、キノリル基、カルバゾリル基、N-エチルカルバゾリル基等の複素環基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子、水酸基、シアノ基、ニトロ基が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

10

#### 【0028】

$R_1$ 及び $R_2$ は、それぞれ同じであっても異なってもよい。

20

#### 【0029】

式(I)において、nは、1乃至5の整数である。

#### 【0030】

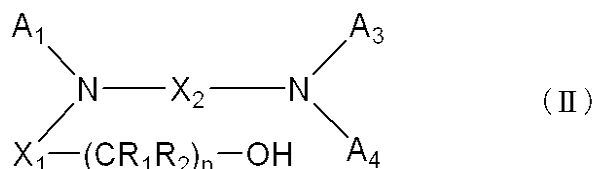
尚、式(I)の化合物に含まれる水素原子の全部又は一部が重水素原子で置換されてもよい。

#### 【0031】

本発明の有機発光素子用材料の第二の実施形態は、下記一般式(II)で示される化合物である。

#### 【0032】

#### 【化3】



30

#### 【0033】

式(II)において、 $X_1$ 、 $A_1$ 、 $R_1$ 、 $R_2$ 及びnは、式(I)の $X_1$ 、 $A_1$ 、 $R_1$ 、 $R_2$ 及びnと同様である。

#### 【0034】

式(II)において、 $X_2$ は、置換あるいは無置換のアリーレン基である。

40

#### 【0035】

$X_2$ で表されるアリーレン基として、フェニレン基、ビフェニレン基、テトラフルオロフェニレン基、ジメチルフェニレン基、フルオレニレン基、ナフチレン基、アンスリレン基、フェナントリレン基、ピレニレン基、テトラセニレン基、ペンタセニレン基、ペリレニレン基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

#### 【0036】

上記アリーレン基がさらに有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、n-プロピル基、n-ブチル基、ペンチル基、n-ヘキシル基、n-ヘプチル基、n-オクチル基、n-デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-オクチル基、ベンジル基、2-フェニ

50

ルエチル基等のアルキル基、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントリル基、フェナントリル基、ピレニル基等のアリール基、ピリジル基、ビピリジル基、メチルピリジル基、チエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、キノリル基、カルバゾリル基、N-エチルカルバゾリル基等の複素環基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子、水酸基、シアノ基、ニトロ基が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0037】

式(I I)において、 $A_3$ 及び $A_4$ は、それぞれ置換あるいは無置換のアリール基又は置換あるいは無置換の複素環基である。

【0038】

$A_3$ 及び $A_4$ で表されるアリール基及び複素環基の具体例は、式(I)の $A_1$ 及び $A_2$ の具体例と同様である。

【0039】

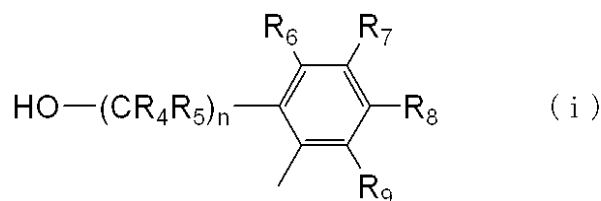
上記アリール基及び複素環基がさらに有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、n-プロピル基、n-ブチル基、ペンチル基、n-ヘキシル基、n-ヘプチル基、n-オクチル基、n-デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-オクチル基、ベンジル基、2-フェニルエチル基等のアルキル基、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントリル基、フェナントリル基、ピレニル基等のアリール基、ピリジル基、ビピリジル基、メチルピリジル基、チエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、キノリル基、カルバゾリル基、N-エチルカルバゾリル基等の複素環基、ヒドロキシメチル基、1-ヒドロキシエチル基、1-ヒドロキシプロピル基、1-ヒドロキシブチル基、1-ヒドロキシペンチル基等のヒドロキシアルキル基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子、水酸基、シアノ基、ニトロ基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0040】

好ましくは、 $A_3$ 及び $A_4$ のいずれかが下記一般式(i)で示される置換基である。

【0041】

【化4】



【0042】

式(i)において、nは、1乃至5の整数である。

【0043】

式(i)において、 $R_4$ 及び $R_5$ は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、置換あるいは未置換のアルキル基及び置換あるいは未置換のアリール基からなる群より選ばれた基である。 $R_4$ 及び $R_5$ で表されるハロゲン原子、アルキル基及びアリール基、並びにアルキル基及びアリール基が有してもよい置換基の具体例は、式(I)の $R_1$ 及び $R_2$ と同様である。

【0044】

$R_4$ 及び $R_5$ は、それぞれ同じであっても異なってもよい。

【0045】

式(i)において、 $R_6$ 乃至 $R_9$ は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、置換あるいは未置換のアルキル基、アリール基及びアミノ基からなる群より選ばれた基である。

【0046】



R<sub>6</sub>乃至R<sub>9</sub>で表されるハロゲン原子として、フッ素、塩素、臭素又はヨウ素が挙げられる。

#### 【0047】

R<sub>6</sub>乃至R<sub>9</sub>で表されるアルキル基として、メチル基、エチル基、n-プロピル基、n-ブチル基、n-ペンチル基、n-ヘキシル基、n-ヘプチル基、n-オクチル基、n-デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-オクチル基、フルオロメチル基、ジフルオロメチル基、トリフルオロメチル基、2-フルオロエチル基、2, 2, 2-トリフルオロエチル基、パーフルオロエチル基、3-フルオロプロピル基、パーフルオロプロピル基、4-フルオロブチル基、パーフルオロブチル基、5-フルオロペンチル基、6-フルオロヘキシル基、クロロメチル基、トリクロロメチル基、2-クロロエチル基、2, 2, 2-トリクロロエチル基、4-クロロブチル基、5-クロロペンチル基、6-クロロヘキシル基、ブromoメチル基、2-ブromoエチル基、ヨードメチル基、2-ヨードエチル基、ヒドロキシメチル基、ヒドロキシエチル基、シクロプロピル基、シクロブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロペンチルメチル基、シクロヘキシルメチル基、シクロヘキシルエチル基、4-フルオロシクロヘキシル基、ノルボルニル基、アダマンチル基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

10

#### 【0048】

R<sub>6</sub>乃至R<sub>9</sub>で表されるアリール基として、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-メトキシフェニル基、4-エチルフェニル基、4-フルオロフェニル基、4-トリフルオロフェニル基、3, 5-ジメチルフェニル基、2, 6-ジエチルフェニル基、メシチル基、4-tert-ブチルフェニル基、ジトリルアミノフェニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、1-アントリル基、2-アントリル基、9-アントリル基、2-フェナントリル基、3-フェナントリル基、4-フェナントリル基、9-フェナントリル基、1-ピレニル基、2-ピレニル基、4-ピレニル基、テトラセニル基、クリセニル基、ペンタセニル基、ピセニル基、フルオレニル基、トリフェニレニル基、ペリレニル基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

20

#### 【0049】

R<sub>6</sub>乃至R<sub>9</sub>で表されるアミノ基として、例えば、N-メチルアミノ基、N-エチルアミノ基、N, N-ジメチルアミノ基、N, N-ジエチルアミノ基、N-メチル-N-エチルアミノ基、N, N-ジフェニルアミノ基、N-メチル-N-フェニルアミノ基、N-フェニル-N-トリルアミノ基、N, N-ジトリルアミノ基、N, N-ジアニソリルアミノ基、N-メシチル-N-フェニルアミノ基、N, N-ジメシチルアミノ基、N-フェニル-N-(4-tert-ブチルフェニル)アミノ基、N-フェニル-N-(4-トリフルオロメチルフェニル)アミノ基、N-ナフチル-N-フェニルアミノ基、N-フェニル-N-フェナントリルアミノ基、N-フェニル-N-ピレニルアミノ基、N-フルオレニル-N-フェニルアミノ基、N-フェニル-N-ピリジルアミノ基、N, N-ジナフチルアミノ基、N, N-ジフルオレニルアミノ基等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

30

#### 【0050】

上記アルキル基がさらに有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、n-プロピル基、n-ブチル基、ペンチル基、n-ヘキシル基、n-ヘプチル基、n-オクチル基、n-デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-オクチル基、ベンジル基、2-フェニルエチル基等のアルキル基、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3, 5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントリル基、フェナントリル基、ピレニル基等のアリール基、ピリジル基、ビピリジル基、メチルピリジル基、チエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、キノリル基、カルバゾリル基、N-エチルカルバゾリル基等の複素環基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子、水酸基、シアノ基

40

50

、ニトロ基が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0051】

$R_6$ 乃至 $R_9$ は、それぞれ同じであっても異なってもよい。

【0052】

また $R_6$ 乃至 $R_9$ のうち隣り合う置換基は互いに結合し環を形成していてもよい。

【0053】

また、 $A_3$ と $A_4$ は同じであっても異なってもよく、 $X_2$ と $A_1$ 及び $A_3$ と $A_4$ のいずれかが互いに結合してカルバゾール環等の縮合環を形成してもよい。

【0054】

尚、式(II)の化合物に含まれる水素原子の全部又は一部が重水素原子で置換されてもよい。

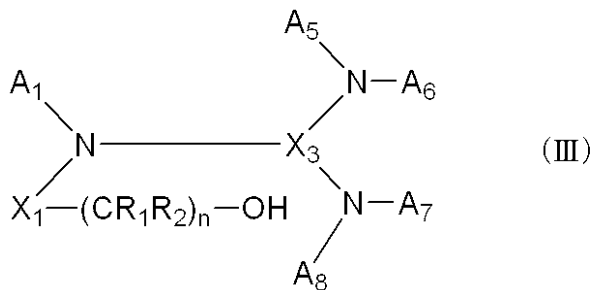
10

【0055】

本発明の有機発光素子用材料の第三の実施形態は、下記一般式(III)で示される化合物である。

【0056】

【化5】



20

【0057】

式(III)において、 $X_1$ 、 $A_1$ 、 $R_1$ 、 $R_2$ 及び $n$ は、式(I)の $X_1$ 、 $A_1$ 、 $R_1$ 、 $R_2$ 及び $n$ と同様である。

【0058】

式(III)において、 $X_3$ は、置換あるいは無置換の芳香族環に由来する3価の置換基を表す。

30

【0059】

$X_3$ で表される3価の置換基として、ベンゼン環、ビフェニル環、フルオレン環、ナフタレン環、フェナントレン環、ピレン環、テトラセン環、ペンタセン環、ペリレン環等に由来する3価の置換基が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0060】

上記3価のアリーレン基がさらに有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、 $n$ -プロピル基、 $n$ -ブチル基、ペンチル基、 $n$ -ヘキシル基、 $n$ -ヘプチル基、 $n$ -オクチル基、 $n$ -デシル基、イソプロピル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert-オクチル基、ベンジル基、2-フェニルエチル基等のアルキル基、フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-クロロフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、トリフェニルアミノ基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アントリル基、フェナントリル基、ピレニル基等のアリール基、ピリジル基、ビピリジル基、メチルピリジル基、チエニル基、ターチエニル基、プロピルチエニル基、フリル基、キノリル基、カルバゾリル基、N-エチルカルバゾリル基等の複素環基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子、水酸基、シアノ基、ニトロ基が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

40

【0061】

式(III)において、 $A_5$ 乃至 $A_8$ は、それぞれ置換あるいは無置換のアリール基又は置換あるいは無置換の複素環基である。

【0062】

50

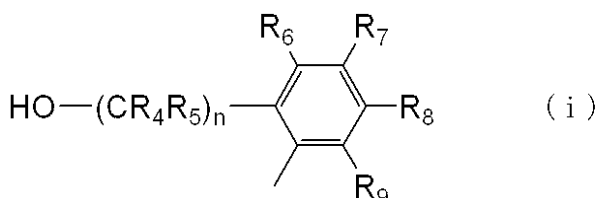
A<sub>5</sub>乃至A<sub>8</sub>で表されるアリール基及び複素環基並びにアリール基及び複素環基がさらに有してもよい置換基の具体例は、式（I I）のA<sub>2</sub>及びA<sub>3</sub>の具体例と同様である。

【0063】

A<sub>5</sub>乃至A<sub>8</sub>で表される置換基として、好ましくは、下記式（i）で表される置換基である。

【0064】

【化6】



10

【0065】

またA<sub>5</sub>乃至A<sub>8</sub>は同じであっても異なってもよく、A<sub>5</sub>とA<sub>6</sub>及びA<sub>7</sub>とA<sub>8</sub>のいずれかが互いに結合してカルバゾール環等の縮合環を形成してもよい。

【0066】

尚、式（I I I）の化合物に含まれる水素原子の全部又は一部が重水素原子で置換されてもよい。

【0067】

本発明の有機発光素子用材料は、有機発光素子の構成材料として使用できる。好ましくは、ホール注入・輸送材料として使用できる。特に、ホール注入層を構成する材料として使用すると、素子の発光効率や寿命が向上する効果が大きくなる。

20

【0068】

本発明の有機発光素子用材料は、第三級アミン部分とヒドロキシル基との間で分子内相互作用が発生する。この分子内相互作用により、本発明の有機発光素子用材料は、従来有機発光素子の構成材料として使用されているアミン化合物と比較して、ホールの注入性や輸送性に優れ、また非結晶性にも優れている。さらに本発明の有機発光素子用材料は、分子内にヒドロキシル基を有する。ヒドロキシル基は酸性度が低いため、カルボキシル基のような強い酸性度を持つ置換基と比べて、置換基が有するプロトンが遊離されにくく遊離したプロトンによる素子の劣化が起こらない。このため有機発光素子の寿命が向上される。

30

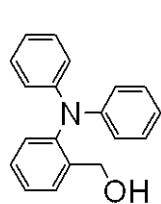
【0069】

次に本発明の有機発光素子用材料についてその代表例を挙げる。ただし、これらの化合物に限定されるものではない。

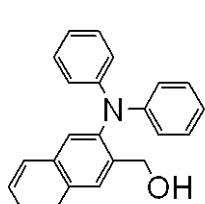
【0070】

## 【化 7】

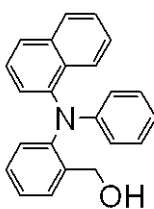
## 化合物 I



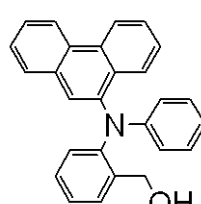
1



2

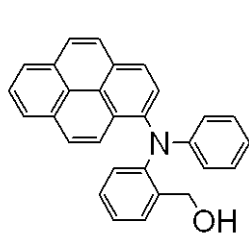


3

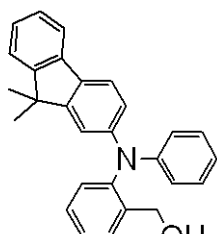


4

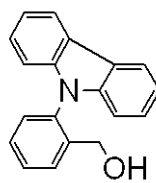
10



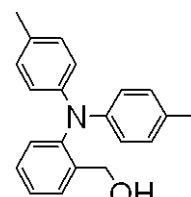
5



6

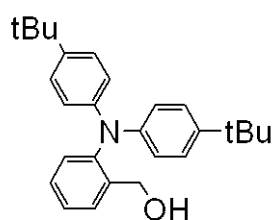


7

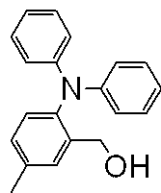


8

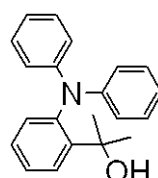
20



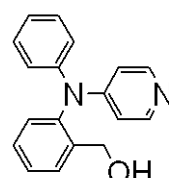
9



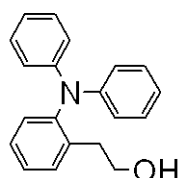
10



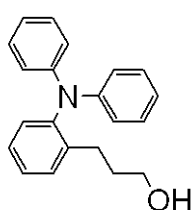
11



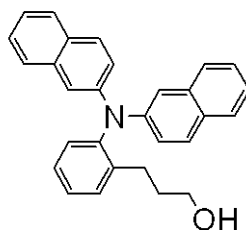
12



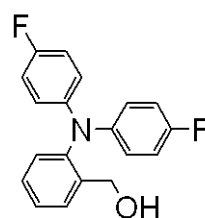
13



14

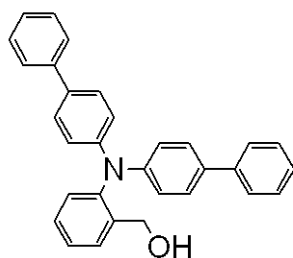


15

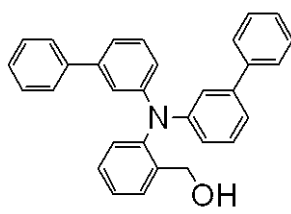


16

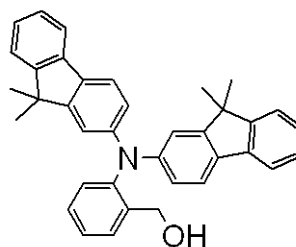
30



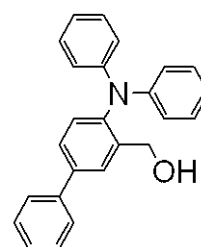
17



18



19

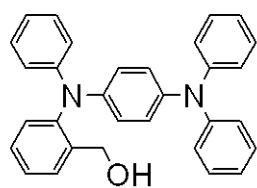


20

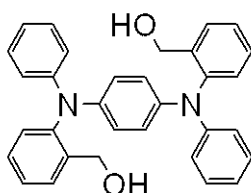
40

【 0 0 7 1 】

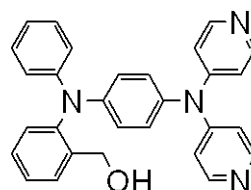
【化 8】  
化合物Ⅱ



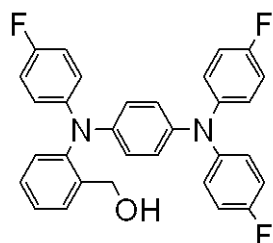
21



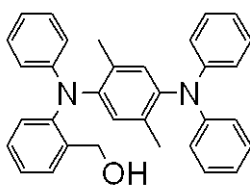
22



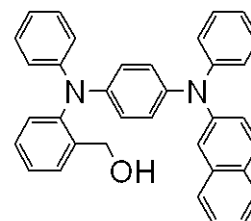
23



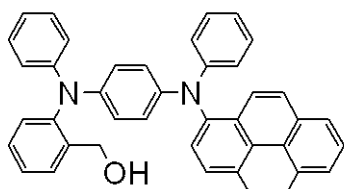
27



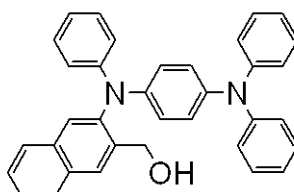
28



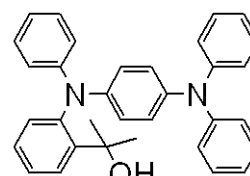
29



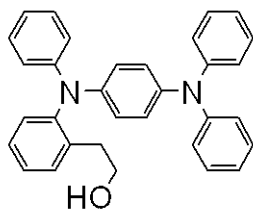
30



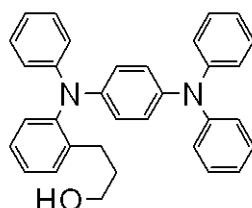
31



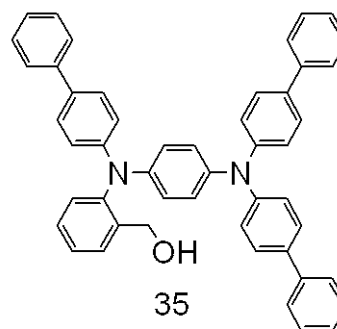
32



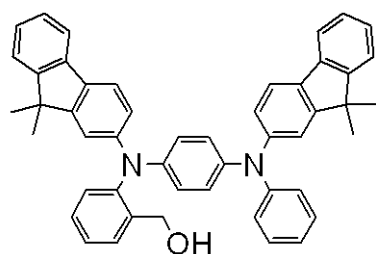
33



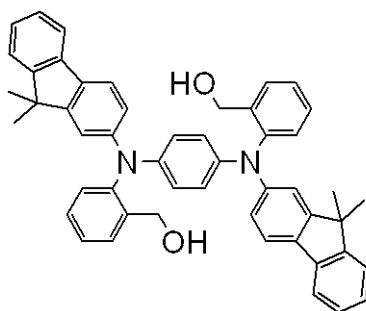
34



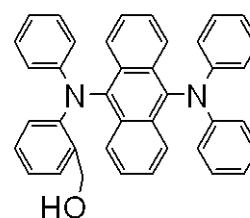
35



36



37



38

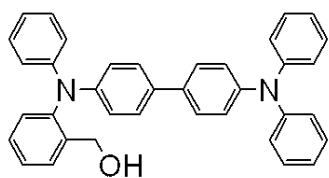
10

20

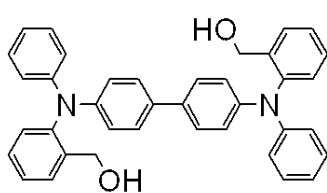
30

40

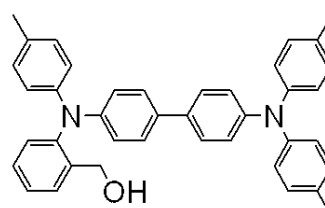
【化 9】



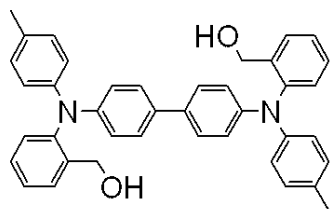
39



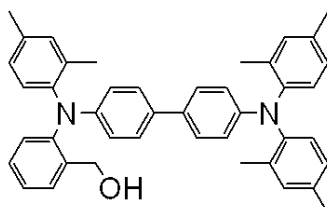
40



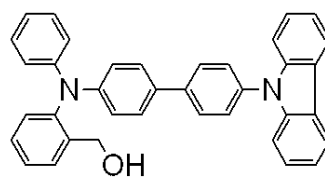
41



42

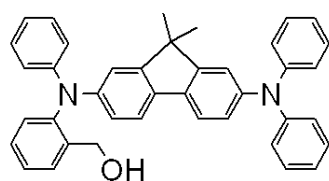


43

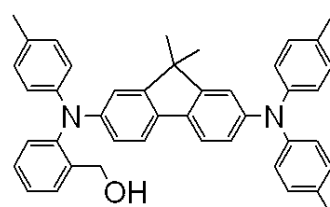


44

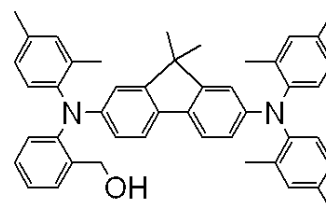
10



45

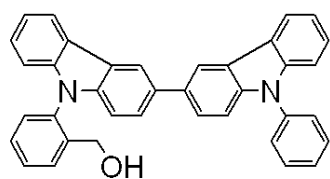


46

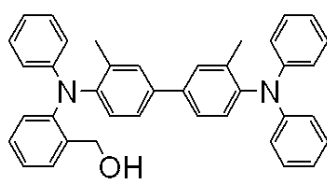


47

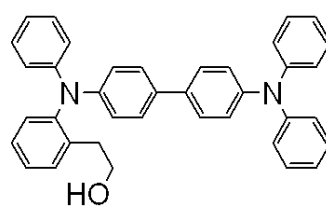
20



48

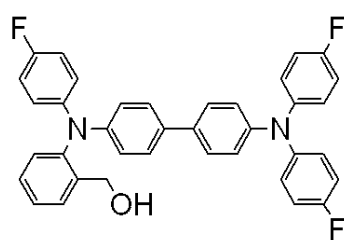


49

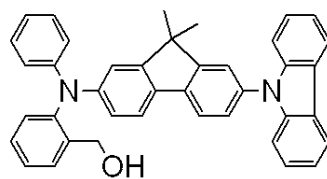


50

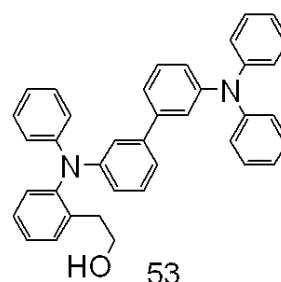
30



51

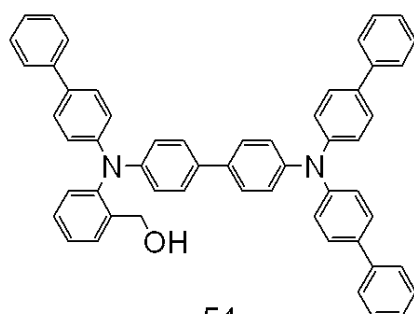


52

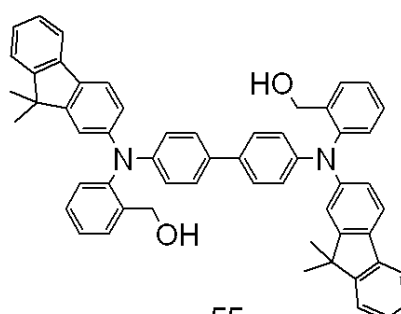


53

40



54



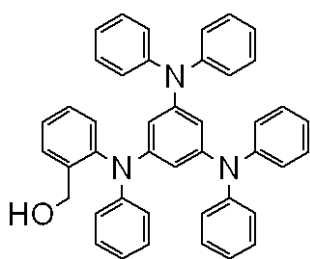
55

【 0 0 7 3 】

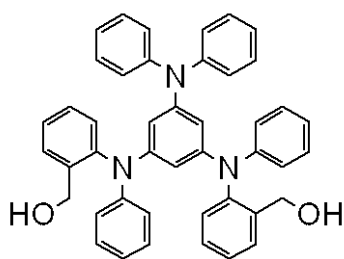
50

## 【化 10】

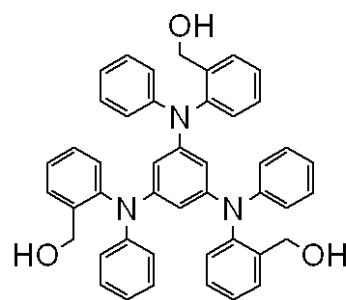
## 化合物Ⅲ



56

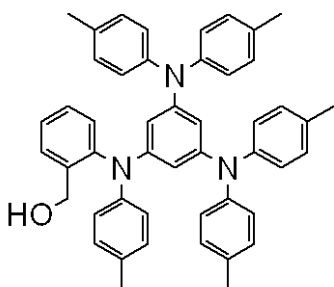


57

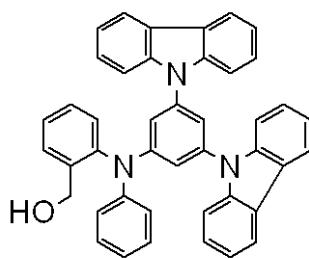


58

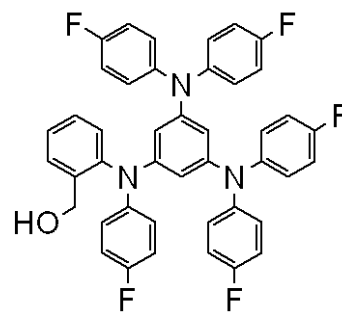
10



59

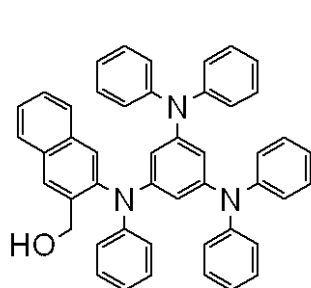


60

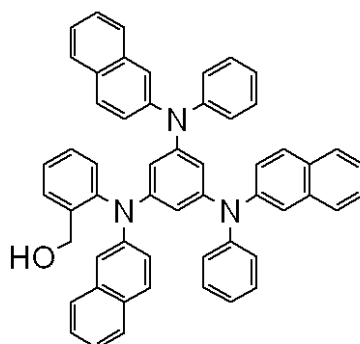


61

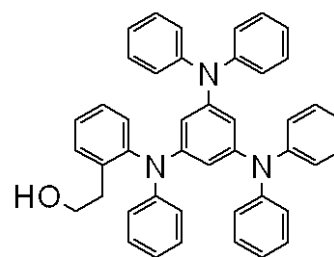
20



62



63



64

30

## 【0074】

次に、本発明の有機発光素子について詳細に説明する。

## 【0075】

本発明の有機発光素子は、陽極と陰極と、該陽極と該陰極との間に挟持される有機化合物からなる層とから構成される。また本発明の有機発光素子は、陽極及び陰極のいずれかが透明又は半透明である。

## 【0076】

以下、図面を参照しながら本発明の有機発光素子を詳細に説明する。

## 【0077】

図1は、本発明の有機発光素子における第一の実施形態を示す断面図である。図1の有機発光素子10は、基板1上に、陽極2、発光層3及び陰極4が順次設けられている。図1の有機発光素子10は、発光層3が、ホール輸送能、エレクトロン輸送能及び発光性の性能を全て有する有機化合物で構成されている場合に有用である。また、発光層3が、ホール輸送能、エレクトロン輸送能及び発光性の性能の特性いずれかを有する有機化合物を混合して構成される場合にも有用である。

## 【0078】

図2は、本発明の有機発光素子における第二の実施形態を示す断面図である。図2の有

40

50

機発光素子 20 は、基板 1 上に、陽極 2、ホール輸送層 5、電子輸送層 6 及び陰極 4 が順次設けられている。図 2 の有機発光素子 20 は、ホール輸送性及び電子輸送性のいずれかを備える発光性の有機化合物と電子輸送性のみ又はホール輸送性のみを備える有機化合物とを組み合わせる場合に有用である。また、有機発光素子 20 は、ホール輸送層 5 又は電子輸送層 6 が発光層を兼ねている。

#### 【0079】

図 3 は、本発明の有機発光素子における第三の実施形態を示す断面図である。図 3 の有機発光素子 30 は、図 2 の有機発光素子 20 において、ホール輸送層 5 と電子輸送層 6 との間に発光層 3 を挿入したものである。この有機発光素子 30 は、キャリア輸送と発光の機能を分離したものであり、ホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した有機化合物を適時組み合わせて用いることができる。このため、極めて材料選択の自由度が増すとともに、発光波長を異にする種々の化合物が使用できるため、発光色相の多様化が可能になる。さらに、中央の発光層 3 に各キャリアあるいは励起子を有効に閉じこめて、有機発光素子 30 の発光効率の向上を図ることも可能になる。

#### 【0080】

図 4 は、本発明の有機発光素子における第四の実施形態を示す断面図である。図 4 の有機発光素子 40 は、図 3 の有機発光素子 30 において、陽極 2 とホール輸送層 5 との間にホール注入層 7 を挿入したものである。この有機発光素子 40 は、ホール注入層 7 を挿入したことにより、陽極 2 とホール輸送層 5 との間の密着性又はホールの注入性が改善されるので低電圧化に効果的である。

#### 【0081】

図 5 は、本発明の有機発光素子における第五の実施形態を示す断面図である。図 5 の有機発光素子 50 は、図 3 の有機発光素子 30 において、ホール又は励起子（エキシトン）が陰極 4 側に抜けることを阻害する層（ホール／エキシトンブロッキング層 8）を、発光層 3 と電子輸送層 6 との間に挿入したものである。イオン化ポテンシャルの非常に高い化合物をホール／エキシトンブロッキング層 8 として用いることにより、有機発光素子 50 の発光効率が向上する。

#### 【0082】

ただし、図 1 乃至図 5 はあくまでごく基本的な素子構成であり、本発明の有機発光素子用材料を用いた有機発光素子の構成はこれらに限定されるものではない。例えば、電極と有機層との界面に絶縁性層、接着層又は干渉層を設けてもよい。ホール輸送層 5 がイオン化ポテンシャルの異なる 2 層から構成されていてもよい。

#### 【0083】

本発明の有機発光素子用材料は、図 1 乃至図 5 のいずれの形態でも使用することができる。図 1 乃至図 5 に示されている有機発光素子においては、発光層 3、ホール輸送層 5、電子輸送層 6、ホール注入層 7、ホール／エキシトンブロッキング層 8 のうち少なくとも 1 層に本発明の有機発光素子用材料が少なくとも 1 種類含有される。本発明の有機発光素子用材料は、複数の層に含まれてもよい。また、本発明の有機発光素子用材料は、1 つの層に 2 種類以上含有されていてもよい。

#### 【0084】

本発明の有機発光素子用材料は、好ましくは、ホール注入層 7 又はホール輸送層 5 に含有されるが、必要に応じてこれまで知られている低分子系あるいはポリマー系のホール輸送性化合物、発光性化合物又は電子輸送性化合物等を一緒に使用することもできる。

#### 【0085】

ホール注入輸送性材料としては、陽極からのホールの注入を容易にし、また注入されたホールを発光層に輸送する優れたモビリティを有することが好ましい。ホール注入輸送性能を有する低分子及び高分子系材料としては、本発明の有機発光素子用材料の他に、フェニレンジアミン誘導体、トリアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ピラゾリン誘導体、ピラズロン誘導体、オキサゾール誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、フタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体、

10

20

30

40

50



及びポリ（ビニルカルバゾール）、ポリ（シリレン）、ポリ（チオフェン）、その他導電性高分子が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

#### 【0086】

発光性材料としては、多環縮合芳香族化合物（例えばナフタレン誘導体、フェナントレン誘導体、フルオレン誘導体、ピレン誘導体、テトラセン誘導体、コロネン誘導体、クリセン誘導体、ペリレン誘導体、9, 10-ジフェニルアントラセン誘導体、ルブレンなど）、キナクリドン誘導体、アクリドン誘導体、クマリン誘導体、ピラン誘導体、ナイルレッド、ピラジン誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、スチルベン誘導体、有機金属錯体（例えば、トリス（8-キノリノラート）アルミニウム等の有機アルミニウム錯体、有機ベリリウム錯体）及びポリ（フェニレンビニレン）誘導体、ポリ（フルオレン）誘導体、ポリ（フェニレン）誘導体、ポリ（チエニレンビニレン）誘導体、ポリ（アセチレン）誘導体等の高分子誘導体が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

#### 【0087】

電子注入輸送性材料としては、陰極からの電子の注入を容易にし、注入された電子を発光層に輸送する機能を有するものから任意に選ぶことができ、ホール輸送材料のキャリア移動度とのバランス等を考慮し選択される。電子注入輸送性能材料としては、オキサジアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、チアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、ピラジン誘導体、トリアゾール誘導体、トリアジン誘導体、ペリレン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、フルオレノン誘導体、アントロン誘導体、フェナントロリン誘導体、有機金属錯体等が挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

#### 【0088】

陽極を構成する材料としては、仕事関数になるべく大きなものがよい。例えば、金、白金、銀、銅、ニッケル、パラジウム、コバルト、セレン、バナジウム、タングステン等の金属単体あるいはこれらの金属単体を組み合わせてなる合金、酸化錫、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化錫インジウム（ITO）、酸化亜鉛インジウム等の金属酸化物が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン、ポリフェニレンスルフィド等の導電性ポリマーも使用できる。これらの電極物質は単独で使用してもよいし、複数併用して使用してもよい。また、陽極は一層で構成されていてもよいし、複数の層で構成されていてもよい。

#### 【0089】

一方、陰極を構成する材料としては、仕事関数の小さなものがよい。例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、アルミニウム、インジウム、ルテニウム、チタニウム、マンガン、イットリウム、銀、鉛、錫、クロム等の金属単体又はこれらの金属単体を組み合わせてなる合金（例えば、リチウム-インジウム、ナトリウム-カリウム、マグネシウム-銀、アルミニウム-リチウム、アルミニウム-マグネシウム、マグネシウム-インジウム等）が使用できる。また酸化錫インジウム（ITO）等の金属酸化物も使用できる。これらの電極物質は単独で使用してもよいし、複数併用して使用してもよい。また、陰極は一層で構成されていてもよいし、複数の層で構成されていてもよい。

#### 【0090】

また陽極及び陰極のうちいずれかは透明又は半透明である。

#### 【0091】

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

#### 【0092】

尚、作製した素子に対して、酸素や水分等との接触を防止する目的で保護層あるいは封止層を設けることもできる。保護層としては、ダイヤモンド薄膜、金属酸化物、金属窒化

10

20

30

40

50

物等の無機材料膜、フッ素樹脂、ポリパラキシレン、ポリエチレン、シリコーン樹脂、ポリスチレン樹脂等の高分子膜、さらには、光硬化性樹脂等が挙げられる。また、ガラス、気体不透過性フィルム、金属などをカバーし、適当な封止樹脂により素子自体をパッケージングすることもできる。

#### 【0093】

本発明の有機発光素子は、基板上に薄膜トランジスタ（TFT）を作製し、それに接続して作製することも可能である。

#### 【0094】

また、素子から光を取り出す方法は、ボトムエミッション構成（基板側から光を取り出す構成）でもよいしトップエミッション構成（基板の反対側から光を取り出す構成）でもよい。

10

#### 【0095】

特に、本発明の有機発光素子用材料を用いた有機層は、発光層、電子輸送層あるいはホール注入層、ホール輸送層として有用であり、また真空蒸着法や溶液塗布法等によって形成した層は結晶化などが起こりにくく経時安定性に優れている。

#### 【0096】

本発明の有機発光素子において、本発明の有機発光素子用材料を含む層は、一般には真空蒸着法、イオン化蒸着法、スパッタリング、プラズマ蒸着法又は適当な溶媒に溶解させて調製した溶液を用いた公知の塗布法により薄膜を形成する。ここで、公知の塗布法としては、例えば、スピンコーティング、ディッピング、キャスト法、LB法、インクジェット法等が挙げられる。特に塗布法で成膜する場合は、適当な結着樹脂と組み合わせて膜を形成することもできる。

20

#### 【0097】

上記結着樹脂としては、広範囲な結着性樹脂より選択できる。例えば、ポリビニルカルバゾール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ポリアリレート樹脂、ポリスチレン樹脂、ABS樹脂、ポリブタジエン樹脂、ポリウレタン樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ブチラール樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリエーテルスルホン樹脂、ジアリルフタレート樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、ポリスルホン樹脂、尿素樹脂等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。またこれらの決着樹脂は、単独で使用してもよいし共重合体ポリマーとして1種類又は2種類以上を混合したものを使用してもよい。さらに必要に応じて、公知の可塑剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤等の添加剤を併用してもよい。

30

#### 【実施例】

#### 【0098】

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

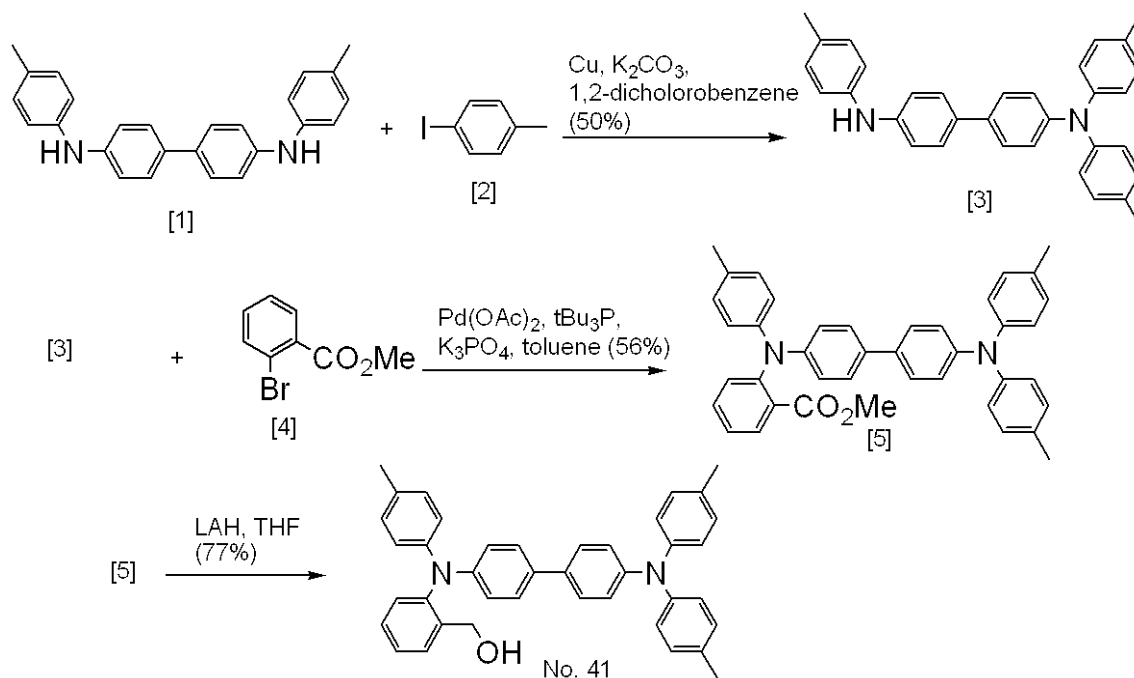
#### 【0099】

<実施例1> [例示化合物No. 41の製造方法]

#### 【0100】

40

## 【化 1 1】



10

## 【0101】

20

## (1) 中間体 [3] の合成

100 ml ナスフラスコに、以下の試薬、溶媒を仕込み冷却管を取り付けた。

## 【0102】

芳香族アミン化合物 [1] : 5.00 g

4-ヨードトルエン [2] : 3.34 g

炭酸カリウム : 5.0 g

銅粉 : 4.0 g

オルトジクロロベンゼン : 40 ml

次に、反応溶液を還流させながら、24時間攪拌を行った。反応終了後、反応溶液を冷却した後濾過して、ろ液を減圧濃縮してオルトジクロロベンゼンを留去した後、トルエンを加えて粗製結晶を析出させて濾取した。次に、得られた粗製結晶を、シリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：トルエン／ヘキサン混合溶媒）を用いて精製することにより、白色微細結晶である中間体 [3] を2.81 g 得た。

30

## 【0103】

## (2) 中間体 [5] の合成

窒素気流下、中間体 [3] 420 mg (1.02 mmol) と脱気したトルエン 10 ml を混合し、中間体 [3] をトルエン溶媒中に溶解させた。次に、この反応溶液中にリン酸カリウム 0.44 g と酢酸パラジウム 10 mg を順次加えた。次に、50℃に加熱したオイルバス上で反応溶液を攪拌しながら、この反応溶液中にトルエン 3 ml に溶解した2-ブロモ安息香酸メチル [4] 330 mg (1.60 mmol) を滴下した。次に、反応溶液を、窒素気流下 80℃に加熱したオイルバス上で約8時間加熱しながら攪拌した。反応終了後、反応溶液を室温に戻し、酢酸エチル及び水を加え有機層を分離し、硫酸ナトリウムで乾燥した後、溶媒を減圧留去した。次に、シリカゲルカラムクロマトグラフィー（トルエン：ヘプタン＝1：3）で精製することにより、中間体 [5] を320 mg 得た。

40

## 【0104】

## (3) 例示化合物 No. 41 の合成

氷冷下、リチウム水素化アルミニウム (LAH) 5 mg をテトラヒドロフラン (THF) 2 ml に加えた。次に、中間体 [5] 200 mg (0.37 mmol) を THF 2 ml に溶解させた溶液を滴下し、反応溶液を氷冷下で約1時間攪拌した。反応終了後、反応溶液にメタノールを加え、さらに希塩酸を加えた後、酢酸エチルで有機層を抽出した。抽出

50

した有機層は硫酸ナトリウムで乾燥させた。次に溶媒を減圧留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：トルエン／ヘプタン＝1／3）で精製することにより、例示化合物No. 41を100mg得た。

【0105】

実施例1（2）において、中間体〔3〕の代わりに、N，N－ジフェニルアミンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 1が得られる。

【0106】

実施例1（2）において、中間体〔3〕の代わりに、N－（1－ナフチル）－N－フェニルアミンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 3が得られる。

10

【0107】

実施例1（2）において、中間体〔3〕の代わりに、N－（9－フェナントリル）－N－フェニルアミンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 4が得られる。

【0108】

実施例1（2）において、中間体〔3〕の代わりに、N－（1－ピレニル）－N－フェニルアミンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 5が得られる。

【0109】

実施例1（2）において、中間体〔3〕の代わりに、2－フェニルアミノ－9，9－ジメチルフルオレンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 6が得られる。

20

【0110】

実施例1（2）において、中間体〔3〕の代わりに、カルバゾールを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 7が得られる。

【0111】

実施例1（2）において、中間体〔3〕の代わりに、N，N－ジトリルアミンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 8が得られる。

【0112】

実施例1（1）において、N'，N'－ジトリルジフェニル－4，4'－ジアミンの代わりに、N，N'－ジフェニルベンゼン－1，4－ジアミンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 22が得られる。

30

【0113】

実施例1（1）において、N'，N'－ジトリルジフェニル－4，4'－ジアミンの代わりに、N，N'－ジトリルベンゼン－1，4－ジアミンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 25が得られる。

【0114】

実施例1（1）において、N'，N'－ジトリルジフェニル－4，4'－ジアミンの代わりに、N，N'－ジキシリルベンゼン－1，4－ジアミンを用いる以外は実施例1と同様にして反応を行うことにより、例示化合物No. 26が得られる。

40

【0115】

<実施例2>〔有機発光素子の作製〕

図4に示す構造の有機発光素子を以下に示す方法で作製した。

【0116】

ガラス基板（基板1）上に、陽極2として酸化錫インジウム（ITO）をスパッタ法にて膜厚120nmで成膜した。次に、この基板をアセトン、イソプロピルアルコール（IPA）で順次超音波洗浄し、次いでIPAで煮沸洗浄後乾燥した。さらに、UV／オゾン洗浄した。このように処理した基板を透明導電性支持基板として使用した。

【0117】

次に、ホール注入材料として、N，N'－ビス（9，9－ジメチル－2－フルオレニル

50

）N，N'-ジフェニル-4，4'-ビフェニルジアミンと例示化合物41とが、重量比で95：5となるクロロホルム溶液を調製した。

【0118】

この溶液を上記のITO電極上に滴下し、最初に500RPMの回転で10秒、次に1000RPMの回転で1分間スピンコートを行うことで薄膜を形成した。この後、80℃の真空オーブンで10分間乾燥し、薄膜中の溶剤を完全に除去した。形成されたホール注入層7の膜厚は50nmであった。

【0119】

次に、ホール注入層7の上にホール輸送層5として、N，N'-ビス（9，9-ジメチル-2-フルオレニル）N，N'-ジフェニル-4，4'-ビフェニルジアミンを真空蒸着して膜厚10nmの薄膜を形成した。このとき蒸着時の真空度を $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度を0.2nm/sec乃至0.3nm/secとした。

10

【0120】

次に、発光層3として、1，1'-（9，9-ジメチル-2，7-フルオレニル）ジピレンをホール輸送層5上に真空蒸着して膜厚20nmの薄膜を形成した。このとき蒸着時の真空度を $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度を0.2nm/sec乃至0.3nm/secとした。

【0121】

次に、電子輸送層6として、2，9-ビス（9，9-ジメチル-2-フルオレニル）-1，10-フェナントロリンを発光層3上に真空蒸着して膜厚40nmの薄膜を形成した。このとき蒸着時の真空度を $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度を0.2nm/sec乃至0.3nm/secとした。

20

【0122】

次に、アルミニウム-リチウム合金（リチウムの濃度が1原子%）を電子輸送層6上に真空蒸着して膜厚10nmの金属層膜を形成した。さらにこの金属層膜上にアルミニウムを真空蒸着して膜厚150nmの薄膜を形成した。この2つの薄膜を形成するときに蒸着時の真空度を $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度を1.0nm/sec乃至1.2nm/secとした。上記のアルミニウム-リチウム合金膜及びアルミニウム膜は電子注入電極（陰極4）として機能する。

【0123】

次に、水分の吸着によって素子劣化が起こらないように、乾燥空気雰囲気中で保護用ガラス板をかぶせ、アクリル樹脂系接着材で封止した。以上のようにして、有機発光素子を得た。

30

【0124】

得られた素子について、ITO電極（陽極2）を正極、Al-Li電極（陰極4）を負極にして、電圧を印加すると1，1'-（9，9-ジメチル-2，7-フルオレニル）ジピレン由来の発光が確認できた。また、この素子に窒素雰囲気下、100時間電圧を印加したところ、良好な発光の継続が観測された。

【0125】

以上のように、本発明の有機発光素子用材料が含まれている有機発光素子は、低い印加電圧で高効率な発光を与えた。また、この有機発光素子は耐久性も優れる。

40

【図面の簡単な説明】

【0126】

【図1】本発明の有機発光素子における第一の実施形態を示す断面図である。

【図2】本発明の有機発光素子における第二の実施形態を示す断面図である。

【図3】本発明の有機発光素子における第三の実施形態を示す断面図である。

【図4】本発明の有機発光素子における第四の実施形態を示す断面図である。

【図5】本発明の有機発光素子における第五の実施形態を示す断面図である。

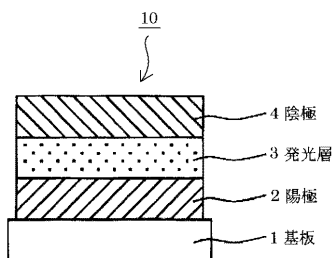
【符号の説明】

【0127】

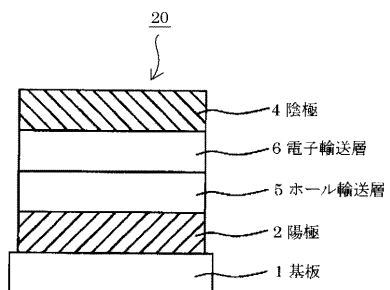
50

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 ホール輸送層
- 6 電子輸送層
- 7 ホール注入層
- 8 ホール／エキシトンブロッキング層
- 10, 20, 30, 40, 50 有機発光素子

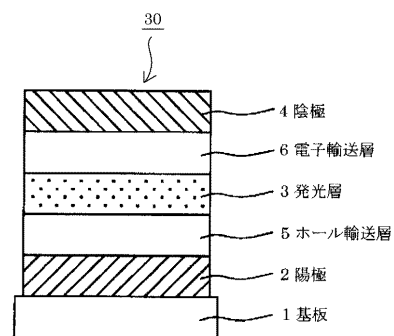
【図 1】



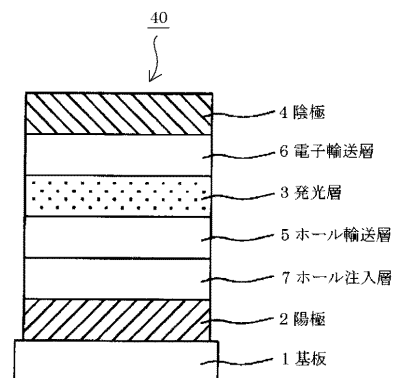
【図 2】



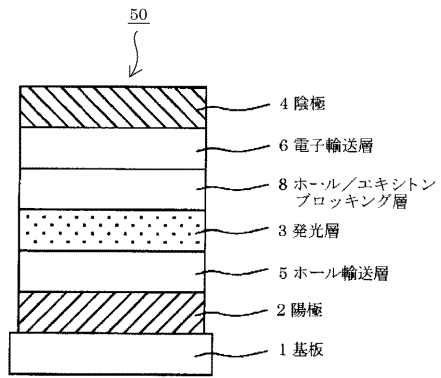
【図 3】



【図 4】



【図 5】



---

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 209/86

Fターム(参考) 4C204 BB09 CB25 DB01 EB01 FB17 GB01  
4H006 AA03 AB91 BJ50 BN30



|                |                                                                                                                                                                                 |         |            |
|----------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|------------|
| 专利名称(译)        | 用于有机发光器件的材料和使用其的有机发光器件                                                                                                                                                          |         |            |
| 公开(公告)号        | <a href="#">JP2008288270A</a>                                                                                                                                                   | 公开(公告)日 | 2008-11-27 |
| 申请号            | JP2007129544                                                                                                                                                                    | 申请日     | 2007-05-15 |
| [标]申请(专利权)人(译) | 佳能株式会社                                                                                                                                                                          |         |            |
| 申请(专利权)人(译)    | 佳能公司                                                                                                                                                                            |         |            |
| [标]发明人         | 関真範<br>上野和則                                                                                                                                                                     |         |            |
| 发明人            | 関 真範<br>上野 和則                                                                                                                                                                   |         |            |
| IPC分类号         | H01L51/50 C09K11/06 C07C215/82 C07C215/88 C07D209/86                                                                                                                            |         |            |
| FI分类号          | H05B33/22.D H05B33/14.A C09K11/06.690 C07C215/82 C07C215/88 C07D209/86                                                                                                          |         |            |
| F-TERM分类号      | 3K107/AA01 3K107/CC02 3K107/CC04 3K107/CC45 3K107/DD71 3K107/DD78 4C204/BB09 4C204/CB25 4C204/DB01 4C204/EB01 4C204/FB17 4C204/GB01 4H006/AA03 4H006/AB91 4H006/BJ50 4H006/BN30 |         |            |
| 代理人(译)         | 渡边圭佑<br>山口 芳広                                                                                                                                                                   |         |            |
| 外部链接           | <a href="#">Espacenet</a>                                                                                                                                                       |         |            |

#### 摘要(译)

为了提供输出高效率和高亮度的光的有机发光元件，可以容易地制造并且可以以相对低的成本制造。一种有机电致发光器件，包括阳极，阴极和夹在阳极和阴极之间的有机化合物形成的层，其中阳极和阴极中的一个透明或半透明的，并且有机化合物其中，该层含有至少一种由下列通式 (I) 表示的有机发光元件材料。【选择图】无

