

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3792096号

(P3792096)

(45) 発行日 平成18年6月28日(2006.6.28)

(24) 登録日 平成18年4月14日(2006.4.14)

(51) Int.Cl.

F I

H O 1 L 51/50 (2006.01)

H O 5 B 33/14 B

C O 9 K 11/06 (2006.01)

C O 9 K 11/06 6 1 O

C O 7 C 13/62 (2006.01)

C O 7 C 13/62

C O 7 C 25/22 (2006.01)

C O 7 C 25/22

C O 7 C 43/20 (2006.01)

C O 7 C 43/20 D

請求項の数 8 (全 61 頁)

(21) 出願番号 特願2000-58068 (P2000-58068)
 (22) 出願日 平成12年3月3日(2000.3.3)
 (65) 公開番号 特開2001-250688 (P2001-250688A)
 (43) 公開日 平成13年9月14日(2001.9.14)
 審査請求日 平成16年5月28日(2004.5.28)

(73) 特許権者 000005887
 三井化学株式会社
 東京都港区東新橋一丁目5番2号
 (72) 発明者 石田 努
 千葉県袖ヶ浦市長浦580番地32 三井
 化学株式会社内
 (72) 発明者 島村 武彦
 千葉県袖ヶ浦市長浦580番地32 三井
 化学株式会社内
 (72) 発明者 中塚 正勝
 千葉県袖ヶ浦市長浦580番地32 三井
 化学株式会社内

審査官 井上 千弥子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】炭化水素化合物および有機電界発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

一対の電極間に、1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体を少なくとも一種含有する層を、少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子。

【請求項2】

1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体を含有する層が、発光層である請求項1記載の有機電界発光素子。

【請求項3】

1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体を含有する層が、さらに、発光性有機金属錯体を含有することを特徴とする請求項1または2記載の有機電界発光素子。

【請求項4】

1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体を含有する層が、さらに、トリアリールアミン誘導体を含有することを特徴とする請求項1または2記載の有機電界発光素子。

【請求項5】

一対の電極間に、さらに、正孔注入輸送層を有する請求項1～4のいずれかに記載の有機電界発光素子。

【請求項6】

一対の電極間に、さらに、電子注入輸送層を有する請求項1～5のいずれかに記載の有機

10

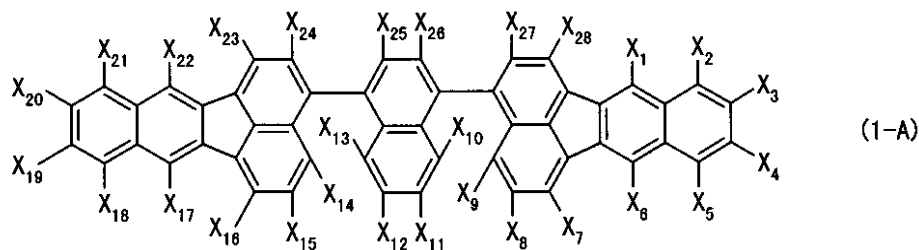
20

電界発光素子。

【請求項 7】

1, 4 - ビス (ベンゾ [k] フルオランテン - 3' - イル) ナフタレン誘導体が、一般式 (1 - A) (化 1) で表される化合物である請求項 1 ~ 6 のいずれかに記載の有機電界発光素子。

【化 1】



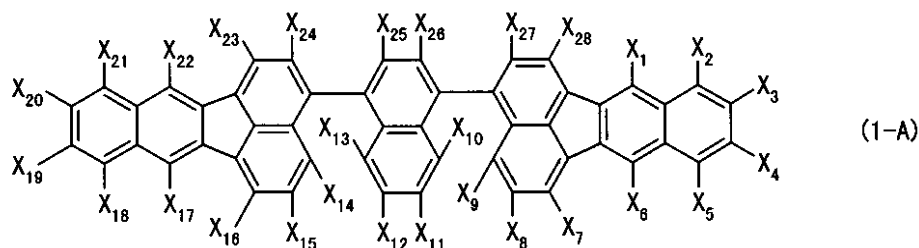
10

(式中、 $X_1 \sim X_{28}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは置換または未置換のアリール基を表す。)

【請求項 8】

一般式 (1 - A) (化 2) で表される化合物。

【化 2】



20

(式中、 $X_1 \sim X_{28}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは置換または未置換のアリール基を表す。)

30

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、有機電界発光素子および該発光素子に好適に使用できる新規な炭化水素化合物に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、無機電界発光素子は、例えば、バックライトなどのパネル型光源として使用されてきたが、該発光素子を駆動させるには、交流の高電圧が必要である。最近になり、発光材料に有機材料を用いた有機電界発光素子 (有機エレクトロルミネッセンス素子: 有機 EL 素子) が開発された [Appl. Phys. Lett., 51, 913 (1987)]。有機電界発光素子は、蛍光性有機化合物を含む薄膜を、陽極と陰極間に挟持された構造を有し、該薄膜に電子および正孔 (ホール) を注入して、再結合させることにより励起子 (エキシトン) を生成させ、この励起子が失活する際に放出される光を利用して発光する素子である。有機電界発光素子は、数 V ~ 数十 V 程度の直流の低電圧で、発光が可能であり、また蛍光性有機化合物の種類を選択することにより種々の色 (例えば、赤色、青色、緑色) の発光が可能である。このような特徴を有する有機電界発光素子は、種々の発光素子、表示素子等への応用が期待されている。しかしながら、一般に、発光輝度が低く、実用上十分ではない。

40

【0003】

50

発光輝度を向上させる方法として、発光層として、例えば、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムをホスト化合物、クマリン誘導体、ピラン誘導体をゲスト化合物(ドーパント)として用いた有機電界発光素子が提案されている[J.Appl.Phys., 65, 3610(1989)]。また、発光層として、例えば、ベンゾ[rst]ピス2-メチル-8-キノリノラート(4-フェニルフェノラート)アルミニウムをホスト化合物、アクリドン誘導体(例えば、N-メチル-2-メトキシアクリドン)をゲスト化合物として用いた有機電界発光素子が提案されている(特開平8-67873号公報)。しかしながら、これらの発光素子も十分な発光輝度を有しているとは言い難い。

現在では、一層高輝度に発光する有機電界発光素子が望まれている。

【0004】

10

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、発光効率に優れ、高輝度に発光する有機電界発光素子を提供することである。さらには、該発光素子に好適に使用できる新規な炭化水素化合物を提供することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、有機電界発光素子に関して鋭意検討した結果、本発明を完成するに至った。すなわち本発明は、

▲1▼一対の電極間に、1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体を少なくとも一種含有する層を、少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子、

20

▲2▼1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体を含有する層が、発光層である前記▲1▼記載の有機電界発光素子、

▲3▼1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体を含有する層が、さらに、発光性有機金属錯体を含有することを特徴とする前記▲1▼または▲2▼記載の有機電界発光素子、

▲4▼1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体を含有する層が、さらに、トリアリールアミン誘導体を含有することを特徴とする前記▲1▼または▲2▼記載の有機電界発光素子、

▲5▼一対の電極間に、さらに、正孔注入輸送層を有する前記▲1▼~▲4▼のいずれかに記載の有機電界発光素子、

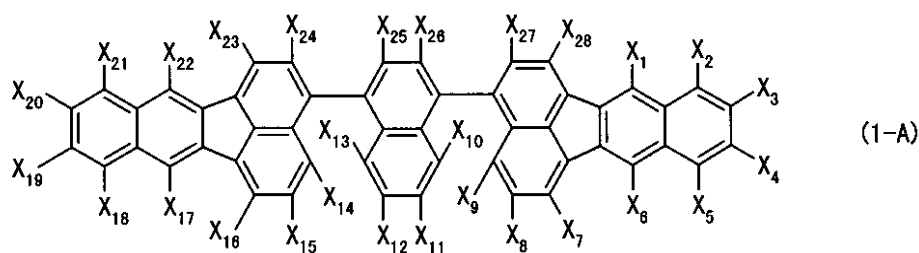
30

▲6▼一対の電極間に、さらに、電子注入輸送層を有する前記▲1▼~▲5▼のいずれかに記載の有機電界発光素子、

▲7▼1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン誘導体が、一般式(1-A)(化3)で表される化合物である前記▲1▼~▲6▼のいずれかに記載の有機電界発光素子、に関するものである。

【0006】

【化3】



40

(式中、 $X_1 \sim X_{28}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは、置換または未置換のアリール基を表す。)

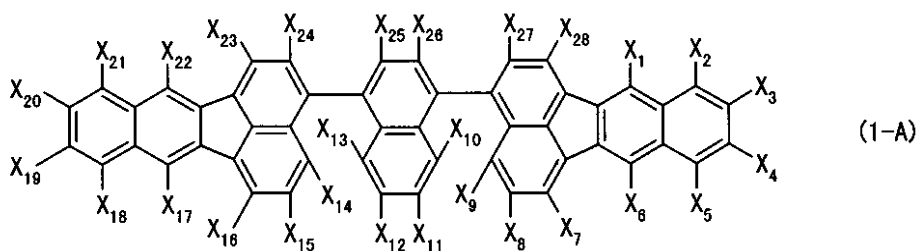
さらに、本発明は、▲8▼一般式(1-A)(化4)で表される化合物、に関するもので

50

ある。

【 0 0 0 7 】

【 化 4 】



10

(式中、 $X_1 \sim X_{28}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは、置換または未置換のアリール基を表す。)

【 0 0 0 8 】

【 発 明 の 実 施 の 形 態 】

以下、本発明に関して、詳細に説明する。

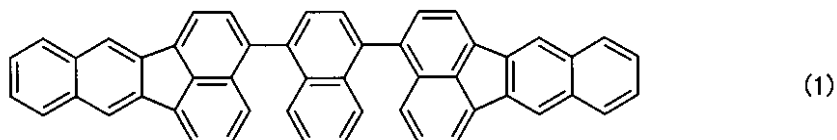
本発明の有機電界発光素子は、一対の電極間に、1, 4 - ビス(ベンゾ[k]フルオランテン - 3' - イル)ナフタレン誘導体を少なくとも一種含有する層を少なくとも一層挟持してなるものである。

20

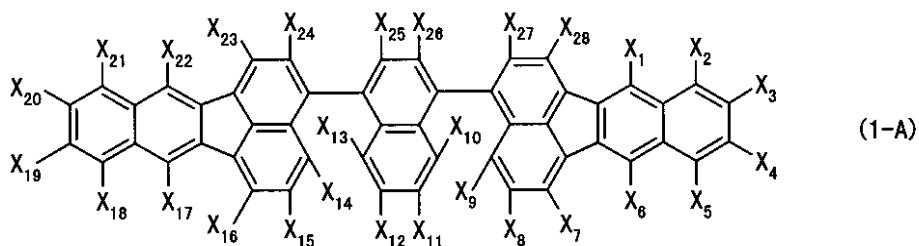
本発明に係る1, 4 - ビス(ベンゾ[k]フルオランテン - 3' - イル)ナフタレン誘導体(以下、本発明に係る化合物Aと略記する)とは、一般式(1)(化5)で表される骨格を有する化合物を表すものである。一般式(1)で表される骨格は、種々の置換基で置換されていてもよく、本発明に係る化合物Aは、好ましくは、一般式(1-A)(化5)で表される化合物である。

【 0 0 0 9 】

【 化 5 】



30



40

(式中、 $X_1 \sim X_{28}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは置換または未置換のアリール基を表す。)

【 0 0 1 0 】

一般式(1-A)で表される化合物において、 $X_1 \sim X_{28}$ はそれぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは、置換または未置換のアリール基を表す。

尚、本発明において、アリール基とは、例えば、フェニル基、ナフチル基などの炭素環式芳香族基、例えば、フリル基、チエニル基、ピリジル基などの複素環式芳香族基を表す。

一般式(1-A)で表される化合物において、好ましくは、 $X_1 \sim X_{28}$ は水素原子、ハロ

50

ゲン原子、炭素数 1 ~ 20 の直鎖、分岐または環状のアルキル基、炭素数 1 ~ 20 の直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、あるいは炭素数 4 ~ 20 の置換または未置換のアリール基を表す。

【0011】

一般式 (1-A) における、 $X_1 \sim X_{28}$ の具体例としては、例えば、水素原子、例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子などのハロゲン原子；

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、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、*n*-ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、*tert*-ペンチル基、*n*-ヘキシル基、1-メチルペンチル基、4-メチル-2-ペンチル基、3,3-ジメチルブチル基、2-エチルブチル基、*n*-ヘプチル基、1-メチルヘキシル基、シクロヘキシルメチル基、*n*-オクチル基、*tert*-オクチル基、1-メチルヘプチル基、2-エチルヘキシル基、2-プロピルペンチル基、*n*-ノニル基、2,2-ジメチルヘプチル基、2,6-ジメチル-4-ヘプチル基、3,5,5-トリメチルヘキシル基、*n*-デシル基、*n*-ウンデシル基、1-メチルデシル基、*n*-ドデシル基、*n*-トリデシル基、1-ヘキシルヘプチル基、*n*-テトラデシル基、*n*-ペンタデシル基、*n*-ヘキサデシル基、*n*-ヘプタデシル基、*n*-オクタデシル基、*n*-エイコシル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、4-メチルシクロヘキシル基、4-*tert*-ブチルシクロヘキシル基、シクロヘプチル基、シクロオクチル基などの直鎖、分岐または環状のアルキル基；

【0012】

例えば、メトキシ基、エトキシ基、*n*-プロポキシ基、イソプロポキシ基、*n*-ブトキシ基、イソブトキシ基、*sec*-ブトキシ基、*tert*-ブトキシ基、*n*-ペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、シクロペンチルオキシ基、*n*-ヘキシルオキシ基、3,3-ジメチルブチルオキシ基、2-エチルブチルオキシ基、シクロヘキシルオキシ基、*n*-ヘプチルオキシ基、*n*-オクチルオキシ基、2-エチルヘキシルオキシ基、*n*-ノニルオキシ基、*n*-デシルオキシ基、*n*-ウンデシルオキシ基、*n*-ドデシルオキシ基、*n*-トリデシルオキシ基、*n*-テトラデシルオキシ基、*n*-ペンタデシルオキシ基、*n*-ヘキサデシルオキシ基、*n*-ヘプタデシルオキシ基、*n*-オクタデシルオキシ基、*n*-エイコシルオキシ基などの直鎖、分岐または環状のアルコキシ基；

【0013】

例えば、フェニル基、2-メチルフェニル基、3-メチルフェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、4-*n*-プロピルフェニル基、4-イソプロピルフェニル基、4-*n*-ブチルフェニル基、4-イソブチルフェニル基、4-*tert*-ブチルフェニル基、4-イソペンチルフェニル基、4-*tert*-ペンチルフェニル基、4-*n*-ヘキシルフェニル基、4-シクロヘキシルフェニル基、4-*n*-ヘプチルフェニル基、4-*n*-オクチルフェニル基、4-*n*-ノニルフェニル基、4-*n*-デシルフェニル基、4-*n*-ウンデシルフェニル基、4-*n*-ドデシルフェニル基、4-*n*-テトラデシルフェニル基、2,3-ジメチルフェニル基、2,4-ジメチルフェニル基、2,5-ジメチルフェニル基、2,6-ジメチルフェニル基、3,4-ジメチルフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、3,4,5-トリメチルフェニル基、2,3,5,6-テトラメチルフェニル基、5-インダニル基、1,2,3,4-テトラヒドロ-5-ナフチル基、1,2,3,4-テトラヒドロ-6-ナフチル基、

2-メトキシフェニル基、3-メトキシフェニル基、4-メトキシフェニル基、3-エトキシフェニル基、4-エトキシフェニル基、4-*n*-プロポキシフェニル基、4-イソプロポキシフェニル基、4-*n*-ブトキシフェニル基、4-イソブトキシフェニル基、4-*n*-ペンチルオキシフェニル基、4-*n*-ヘキシルオキシフェニル基、4-シクロヘキシルオキシフェニル基、4-*n*-ヘプチルオキシフェニル基、4-*n*-オクチルオキシフェニル基、4-*n*-ノニルオキシフェニル基、4-*n*-デシルオキシフェニル基、4-*n*-ウンデシルオキシフェニル基、4-*n*-ドデシルオキシフェニル基、4-*n*-テトラデシルオキシフェニル基、

10

20

30

40

50

【 0 0 1 4 】

2, 3 - ジメトキシフェニル基、2, 4 - ジメトキシフェニル基、2, 5 - ジメトキシフェニル基、3, 4 - ジメトキシフェニル基、3, 5 - ジメトキシフェニル基、3, 5 - ジエトキシフェニル基、2 - メトキシ - 4 - メチルフェニル基、2 - メトキシ - 5 - メチルフェニル基、2 - メチル - 4 - メトキシフェニル基、3 - メチル - 4 - メトキシフェニル基、3 - メチル - 5 - メトキシフェニル基、2 - フルオロフェニル基、3 - フルオロフェニル基、4 - フルオロフェニル基、2 - クロロフェニル基、3 - クロロフェニル基、4 - クロロフェニル基、4 - プロモフェニル基、4 - トリフルオロメチルフェニル基、2, 4 - ジフルオロフェニル基、2, 4 - ジクロロフェニル基、3, 4 - ジクロロフェニル基、3, 5 - ジクロロフェニル基、2 - メチル - 4 - クロロフェニル基、2 - クロロ - 4 - メチルフェニル基、3 - クロロ - 4 - メチルフェニル基、2 - クロロ - 4 - メトキシフェニル基、3 - メトキシ - 4 - フルオロフェニル基、3 - メトキシ - 4 - クロロフェニル基、3 - フルオロ - 4 - メトキシフェニル基、4 - フェニルフェニル基、3 - フェニルフェニル基、4 - (4' - メチルフェニル) フェニル基、4 - (4' - メトキシフェニル) フェニル基、1 - ナフチル基、2 - ナフチル基、4 - メチル - 1 - ナフチル基、4 - エトキシ - 1 - ナフチル基、6 - n - ブチル - 2 - ナフチル基、6 - メトキシ - 2 - ナフチル基、7 - エトキシ - 2 - ナフチル基、2 - フリル基、2 - チエニル基、3 - チエニル基、2 - ピリジル基、3 - ピリジル基、4 - ピリジル基などの置換または未置換のアリール基を挙げることができる。

10

【 0 0 1 5 】

より好ましくは、水素原子、フッ素原子、塩素原子、炭素数 1 ~ 10 のアルキル基、炭素数 1 ~ 10 のアルコキシ基、あるいは、炭素数 6 ~ 12 のアリール基であり、さらに好ましくは、水素原子、フッ素原子、塩素原子、炭素数 1 ~ 6 のアルキル基、炭素数 1 ~ 6 のアルコキシ基、あるいは、炭素数 6 ~ 10 のアリール基である。

20

【 0 0 1 6 】

本発明の有機電界発光素子においては、1, 4 - ビス (ベンゾ [k] フルオランテン - 3' - イル) ナфтаレン誘導体を少なくとも一種使用することが特徴であり、例えば、1, 4 - ビス (ベンゾ [k] フルオランテン - 3' - イル) ナфтаレン誘導体を発光成分として発光層に用いると、従来にはない、高輝度で耐久性に優れた青緑色 ~ 黄緑色に発光する有機電界発光素子を提供することが可能となる。

30

また、他の発光成分と組み合わせて発光層を形成すると、高輝度で耐久性に優れた白色に発光する有機電界発光素子も提供することが可能となる。

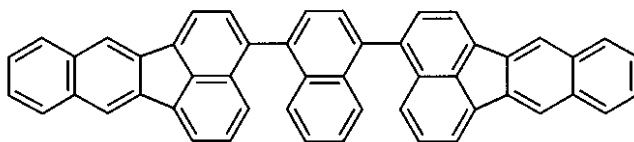
【 0 0 1 7 】

本発明に係る化合物 A の具体例としては、例えば、以下の化合物 (化 6 ~ 化 3 4) を挙げることができるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

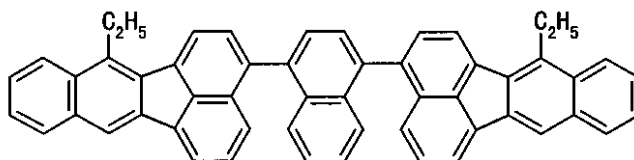
【 0 0 1 8 】

【 化 6 】

A-1

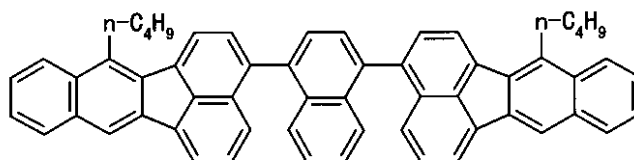


A-2



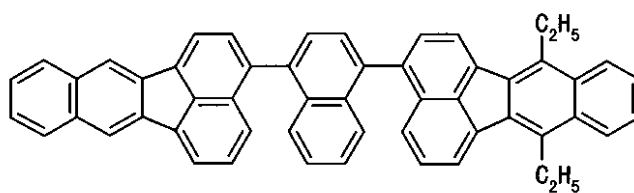
10

A-3



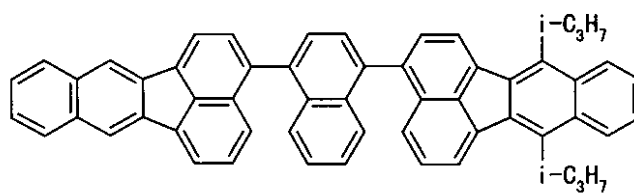
20

A-4

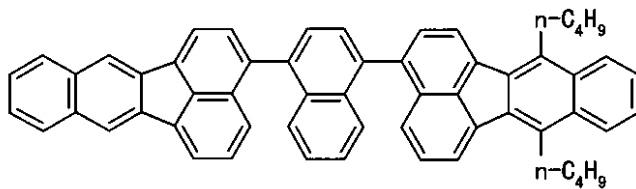


30

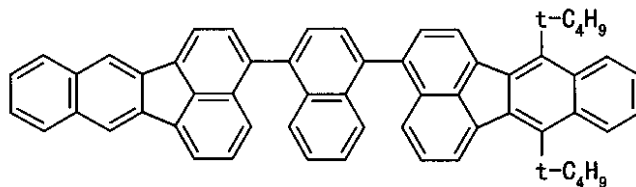
A-5



A-6

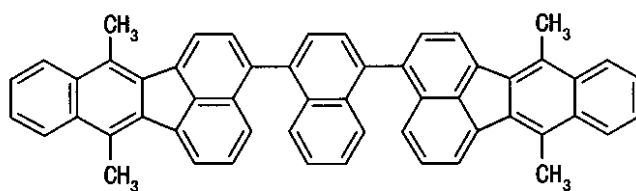


A-7



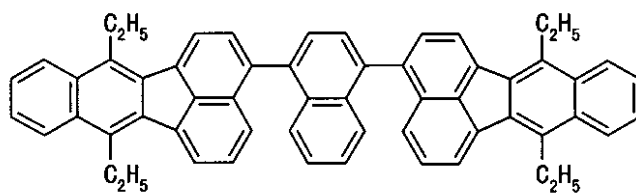
10

A-8



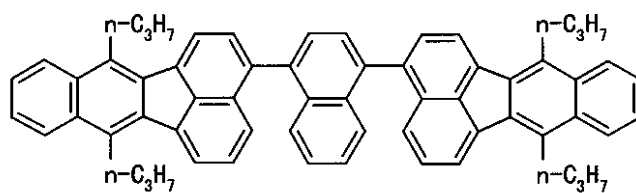
20

A-9



30

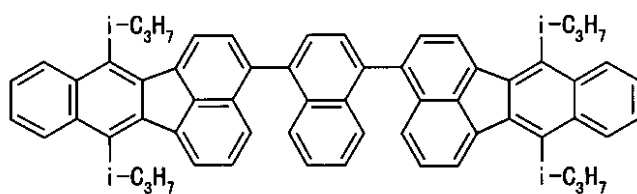
A-10



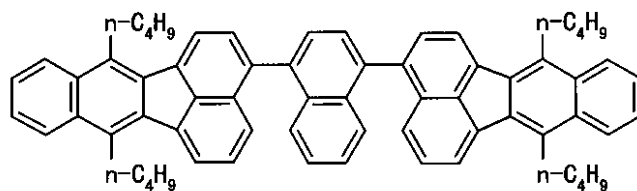
【 0 0 2 0 】
【 化 8 】

40

A-11

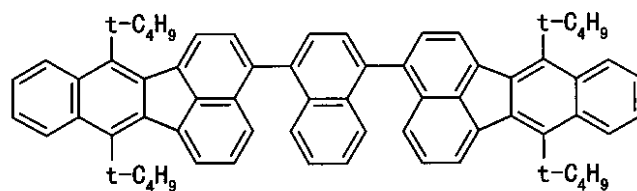


A-12



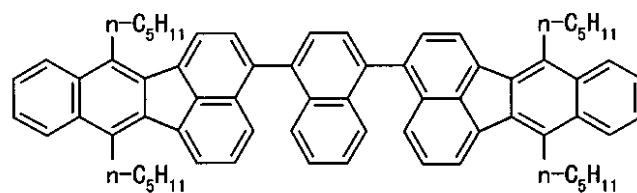
10

A-13



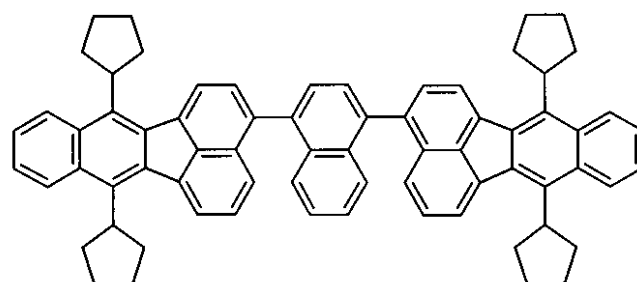
20

A-14



30

A-15

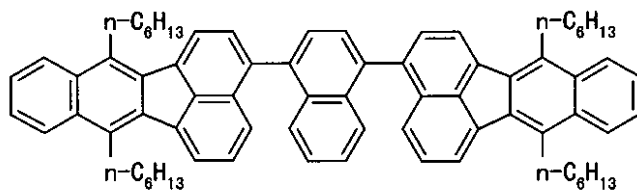


40

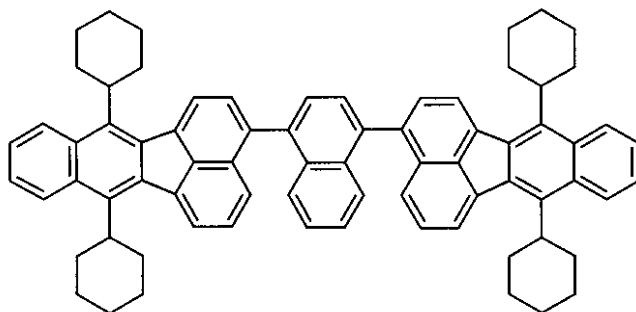
【 0 0 2 1 】

【 化 9 】

A-16

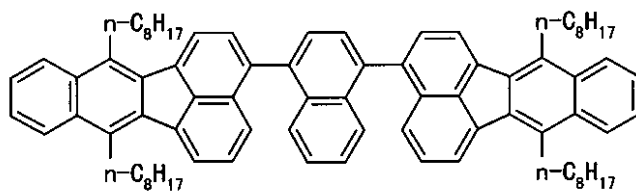


A-17



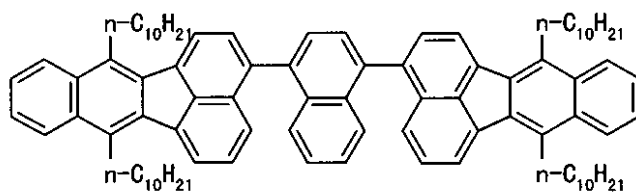
10

A-18



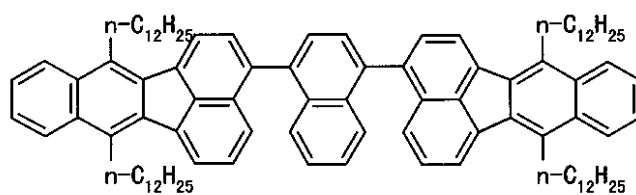
20

A-19



30

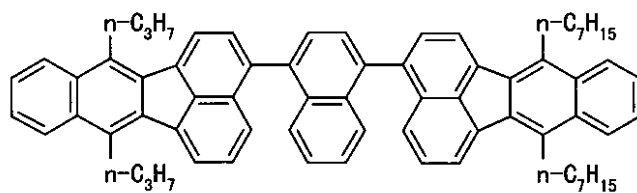
A-20



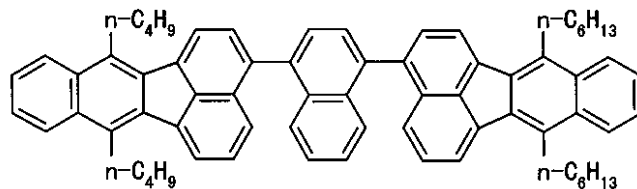
【 0 0 2 2 】
【 化 1 0 】

40

A-21

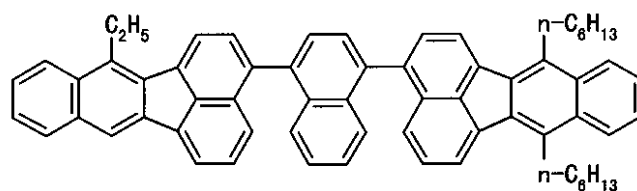


A-22



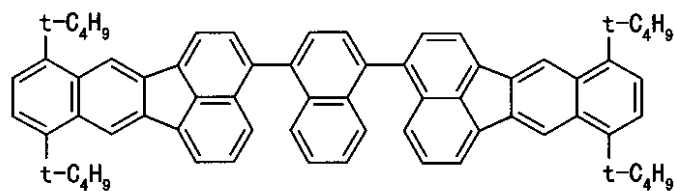
10

A-23



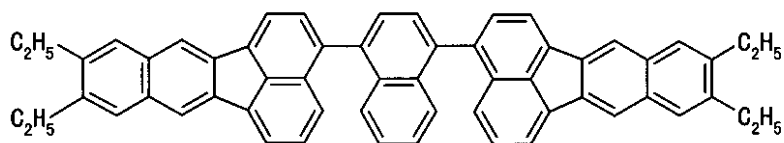
20

A-24



30

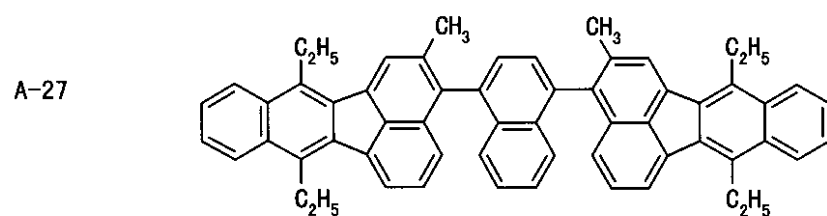
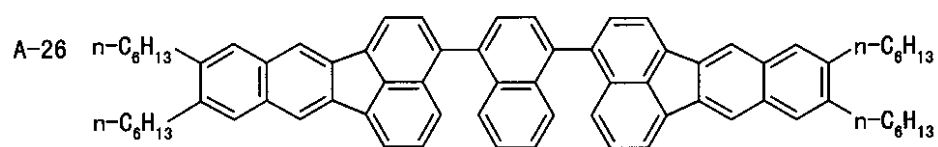
A-25



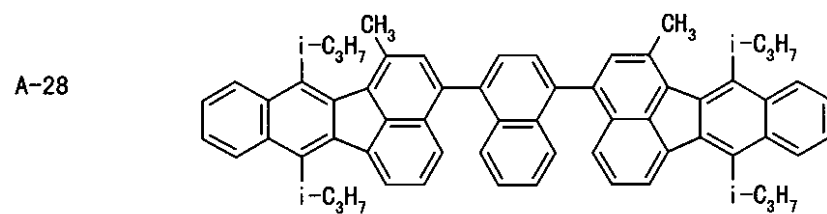
【 0 0 2 3 】

【 化 1 1 】

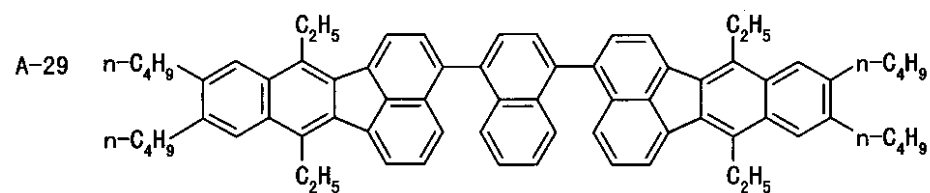
40



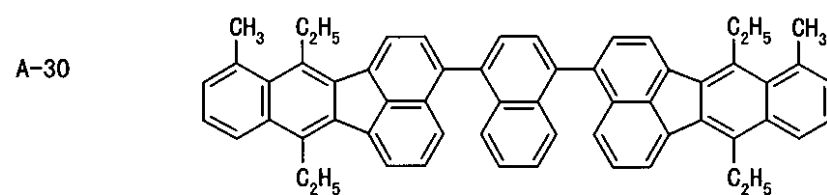
10



20



30

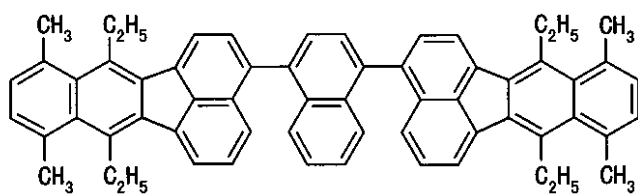


【 0 0 2 4 】

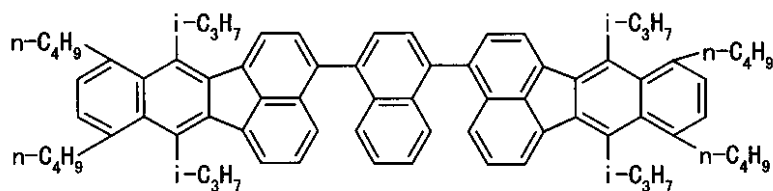
【 化 1 2 】

40

A-31

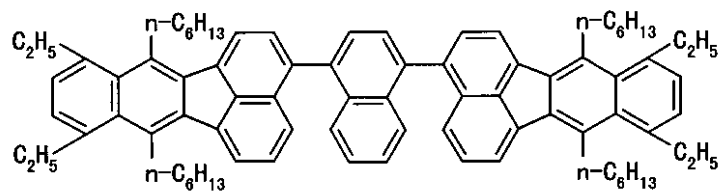


A-32



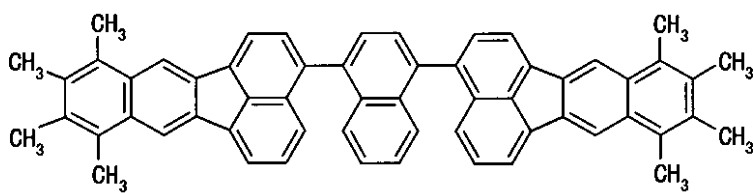
10

A-33



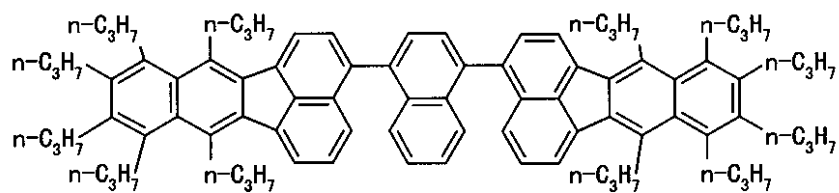
20

A-34



30

A-35

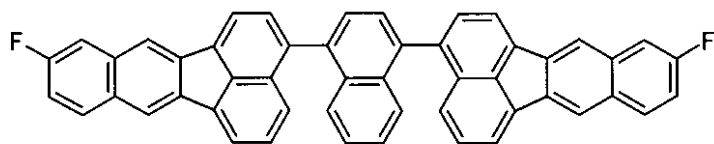


【 0 0 2 5 】

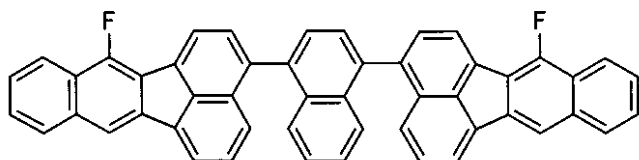
【 化 1 3 】

40

B-1

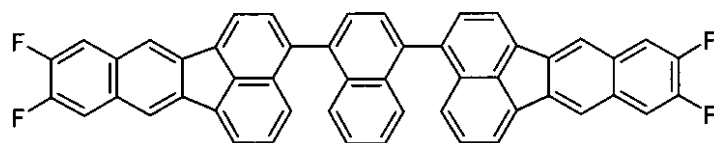


B-2



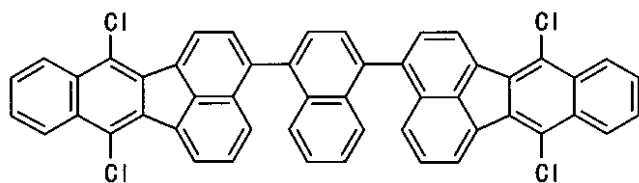
10

B-3



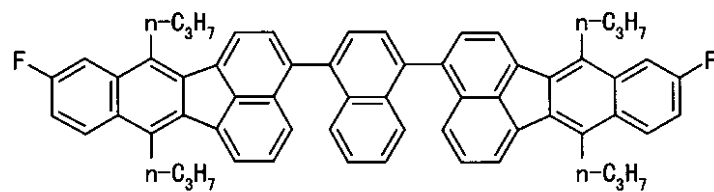
20

B-4



30

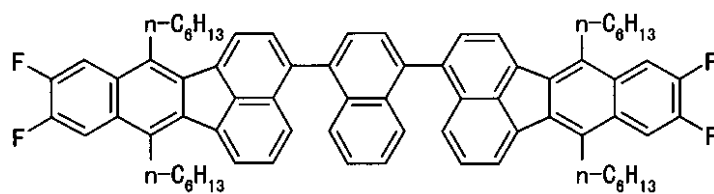
B-5



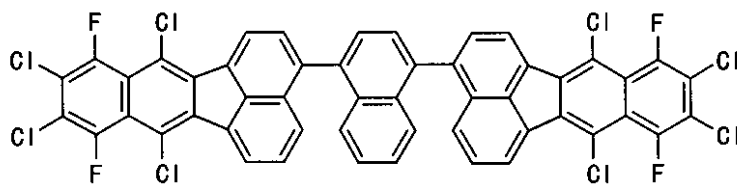
【 0 0 2 6 】
【 化 1 4 】

40

B-6

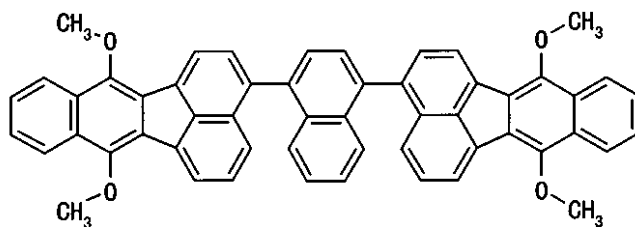


B-7



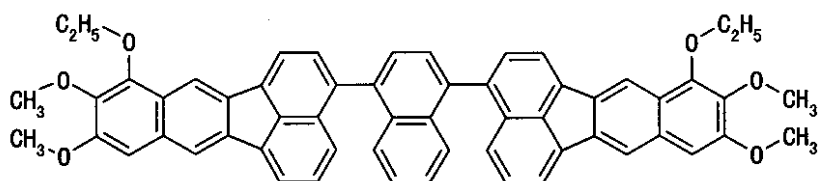
10

B-8



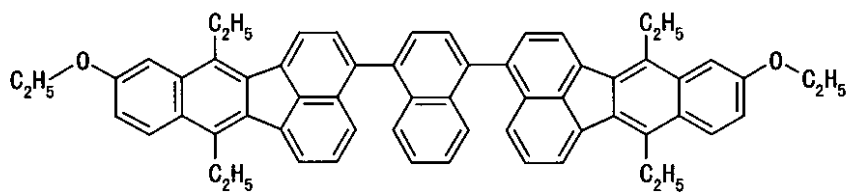
20

B-9



30

B-10

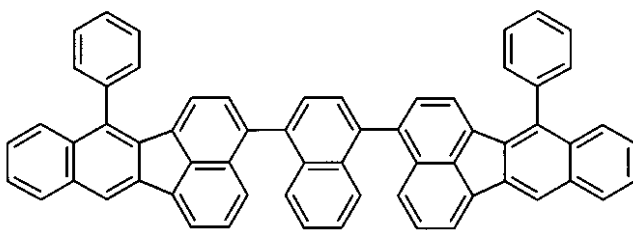


【 0 0 2 7 】

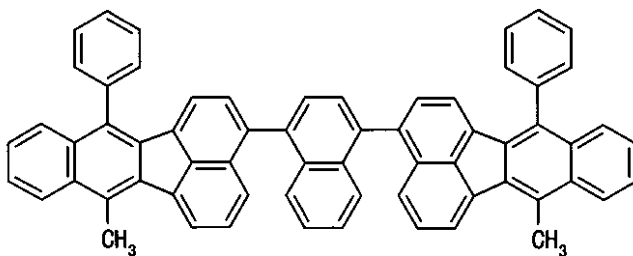
【 化 1 5 】

40

C-1

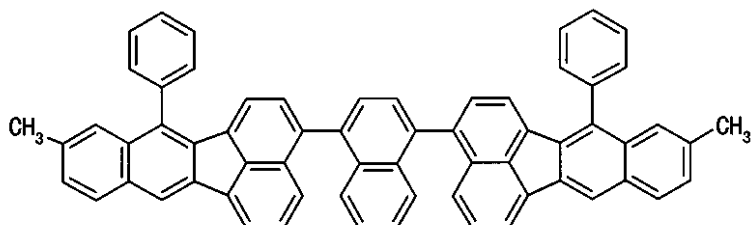


C-2



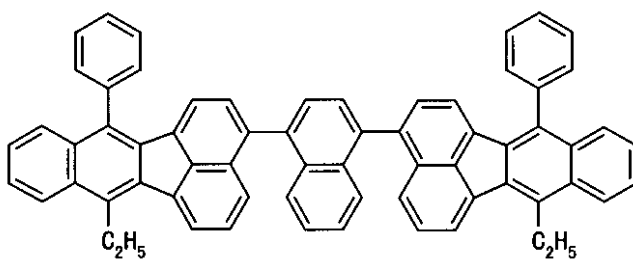
10

C-3



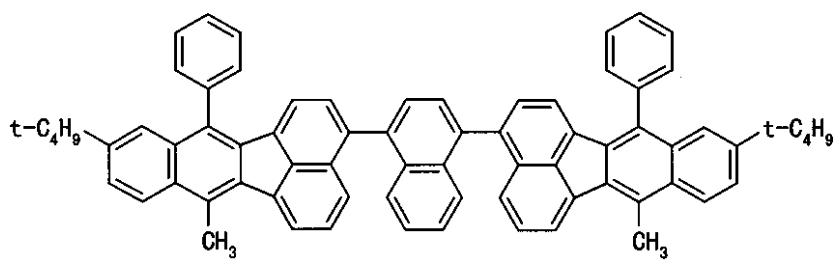
20

C-4



30

C-5

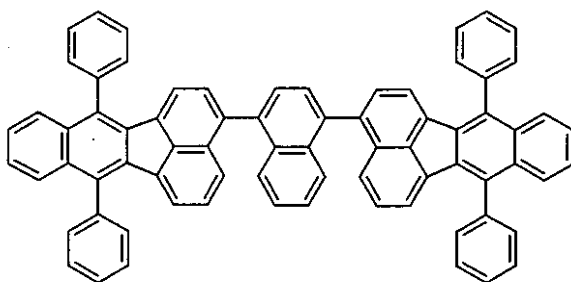


40

【 0 0 2 8 】

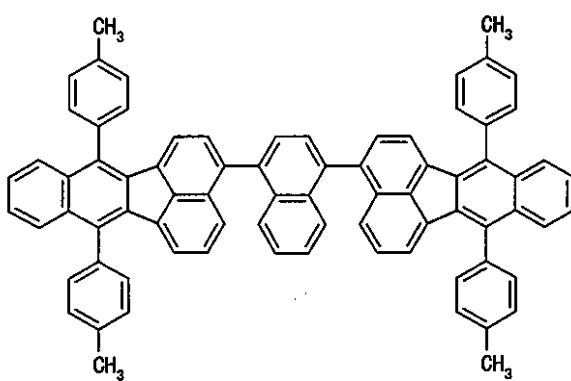
【 化 1 6 】

C-6



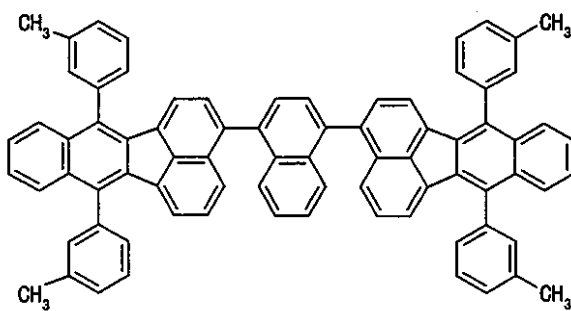
10

C-7



20

C-8

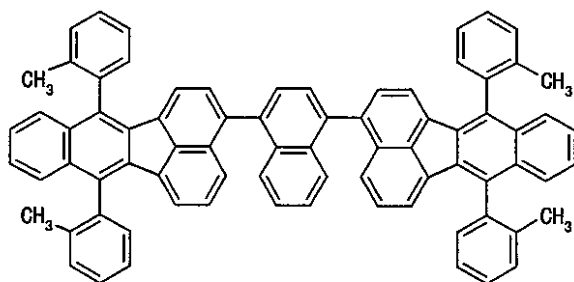


30

【 0 0 2 9 】
【 化 1 7 】

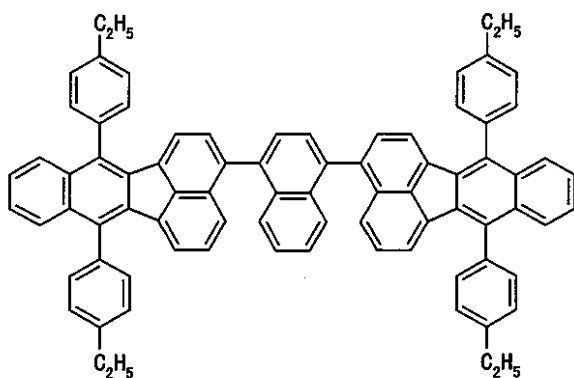
40

C-9



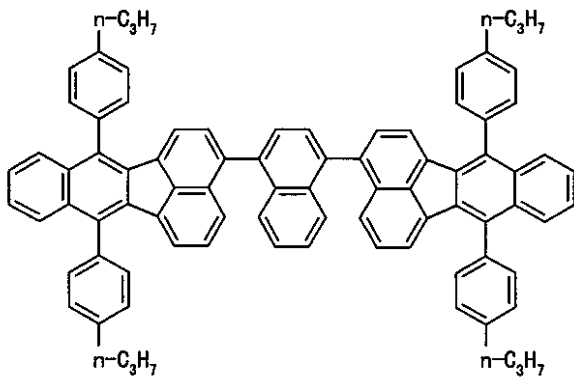
10

C-10



20

C-11



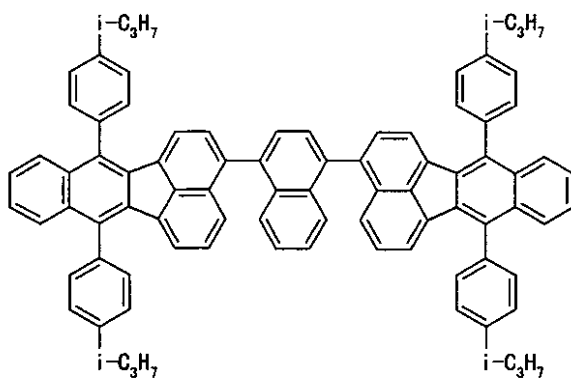
30

【 0 0 3 0 】

【 化 1 8 】

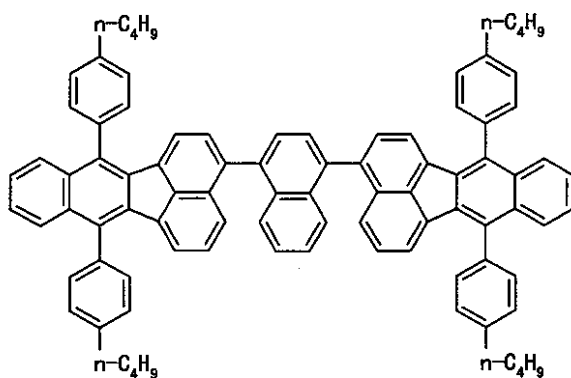
40

C-12



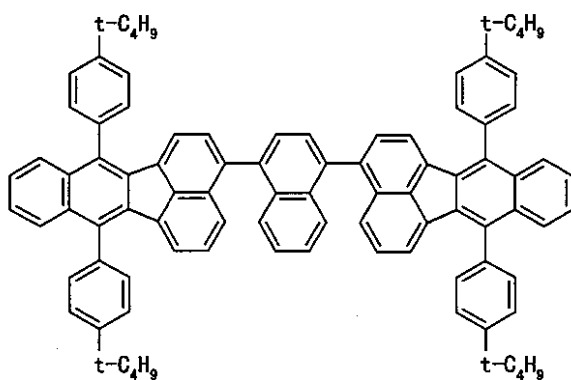
10

C-13



20

C-14



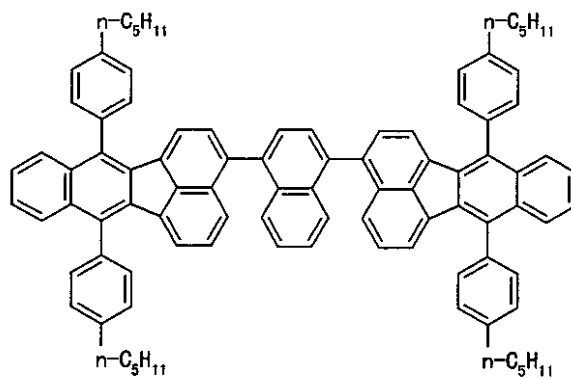
30

40

【 0 0 3 1 】

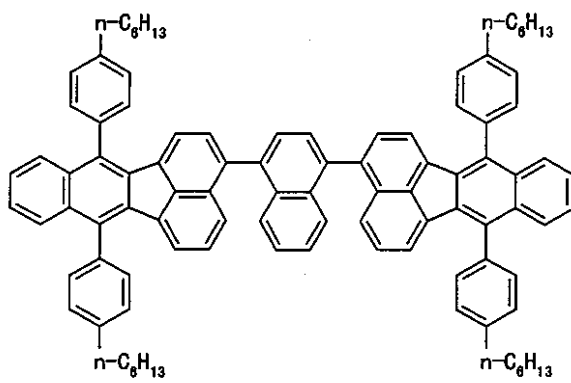
【 化 1 9 】

C-15



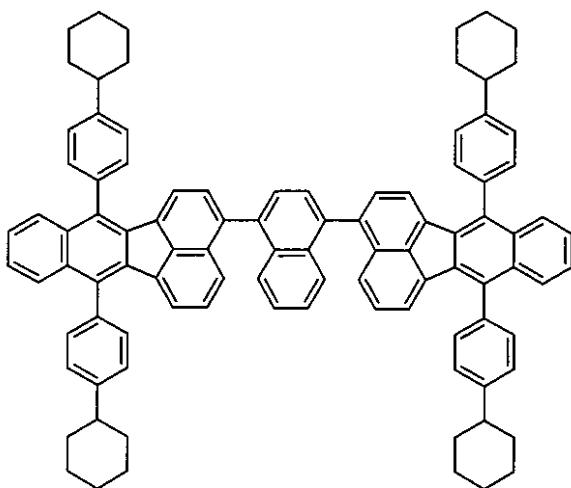
10

C-16



20

C-17



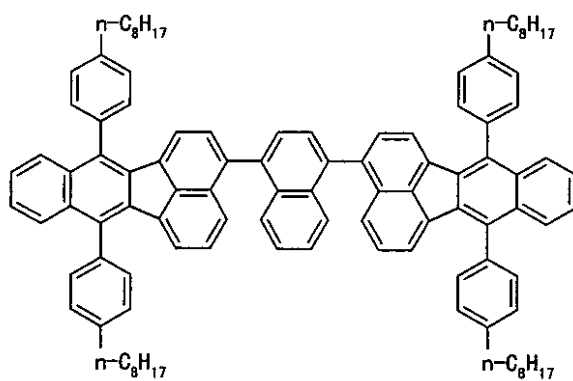
30

40

【 0 0 3 2 】

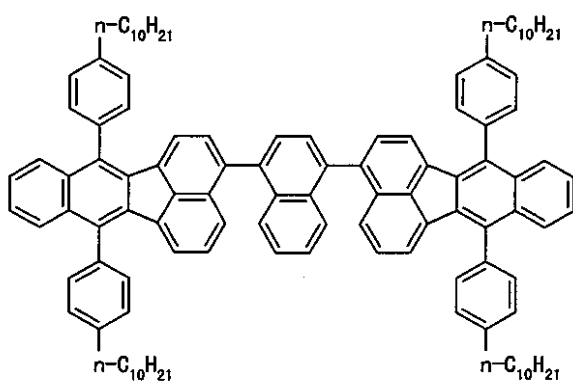
【 化 2 0 】

C-18



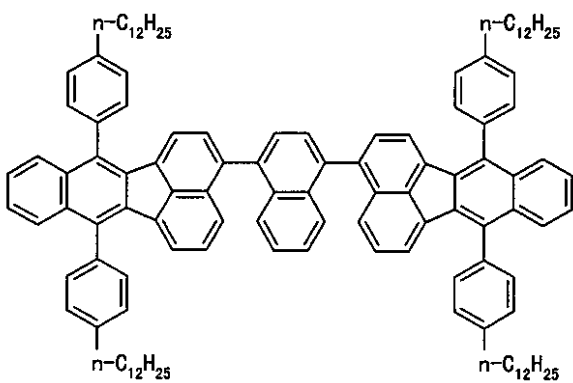
10

C-19



20

C-20



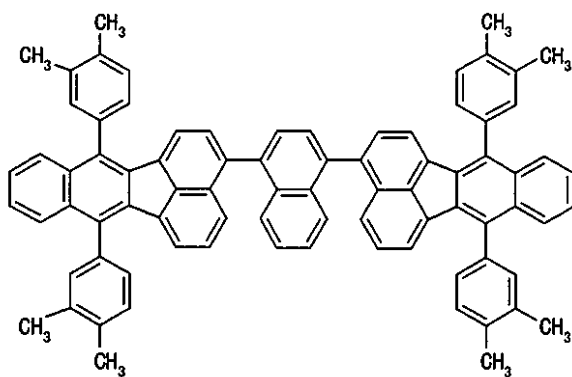
30

【 0 0 3 3 】

【 化 2 1 】

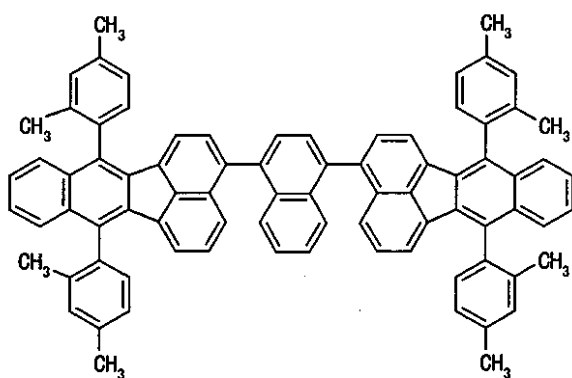
40

C-21



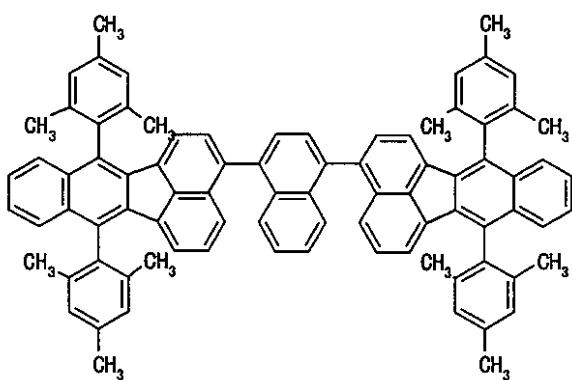
10

C-22



20

C-23



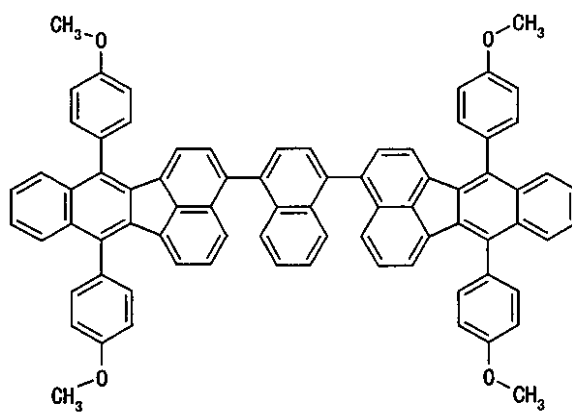
30

【 0 0 3 4 】

【 化 2 2 】

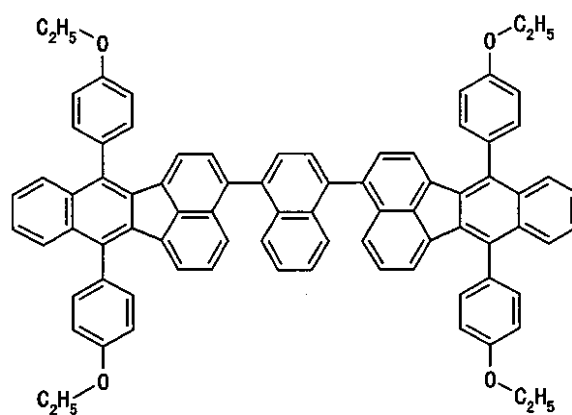
40

C-24



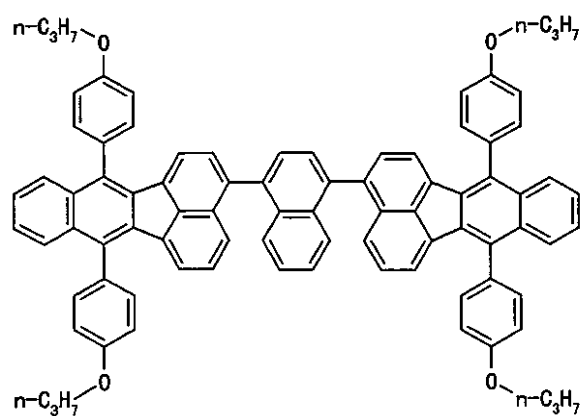
10

C-25



20

C-26



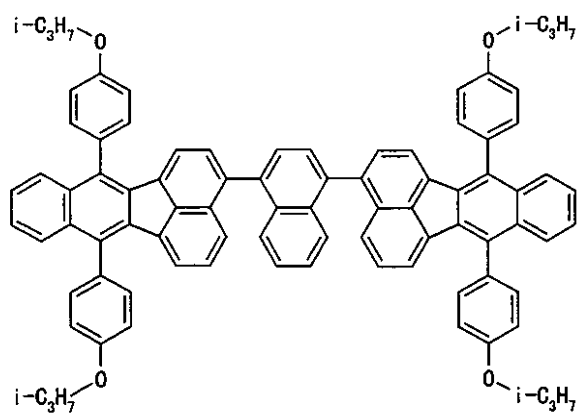
30

40

【 0 0 3 5 】

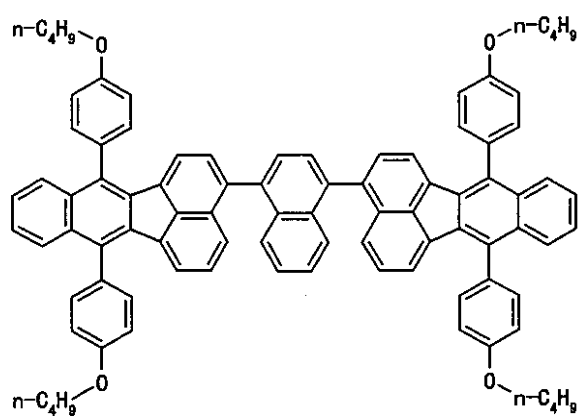
【 化 2 3 】

C-27



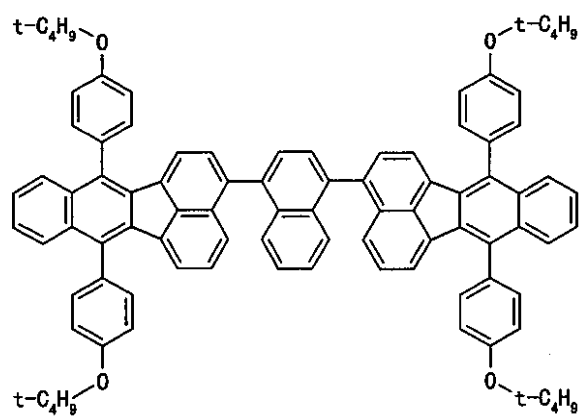
10

C-28



20

C-29



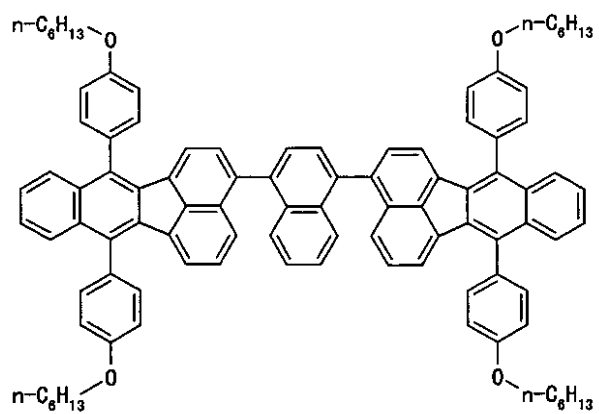
30

40

【 0 0 3 6 】

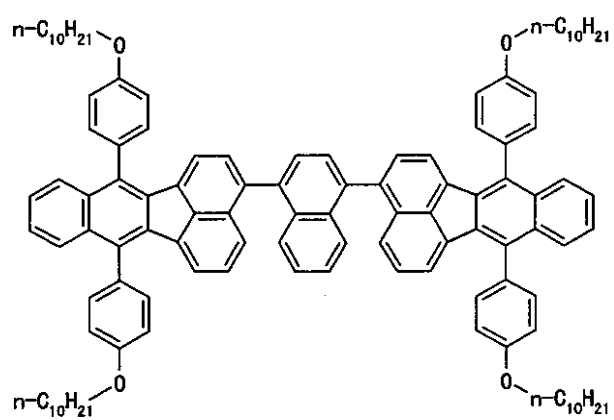
【 化 2 4 】

C-30



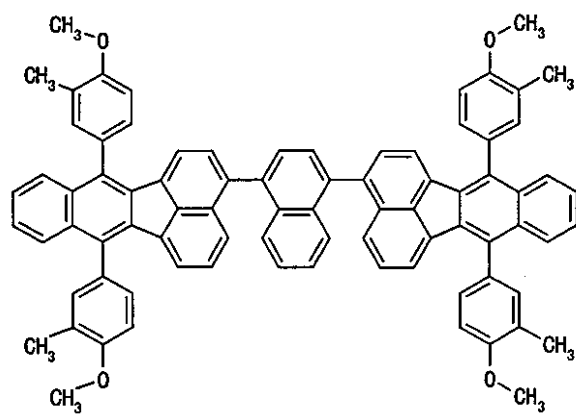
10

C-31



20

C-32



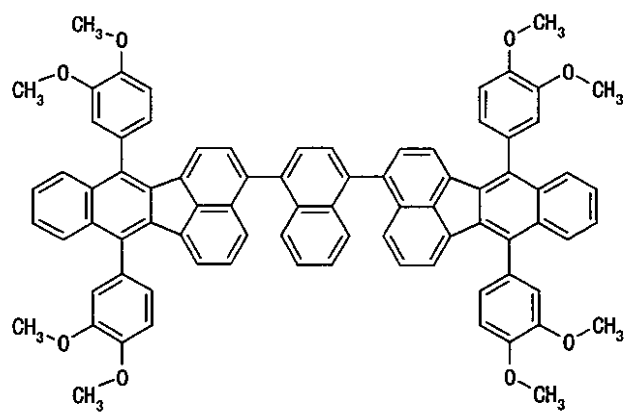
30

40

【 0 0 3 7 】

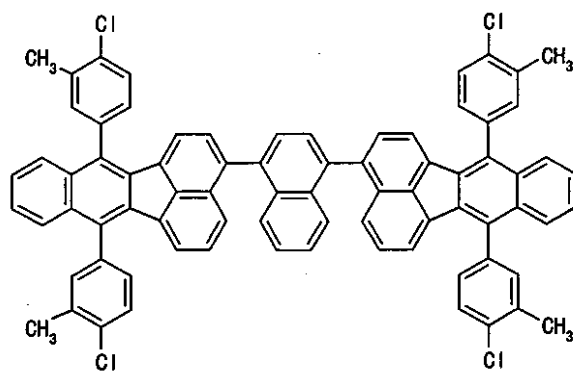
【 化 2 5 】

C-33



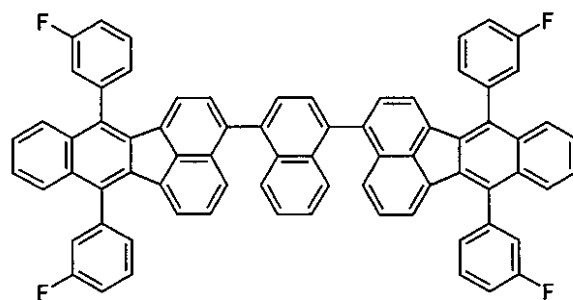
10

C-34



20

C-35



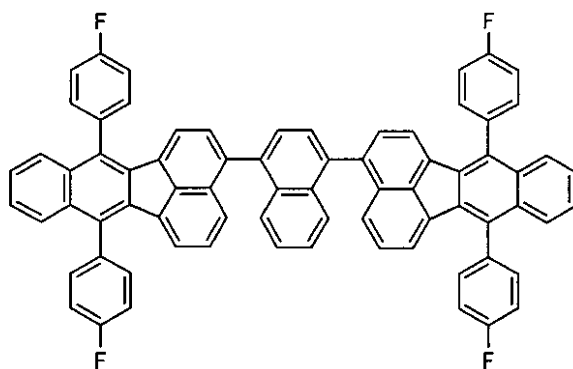
30

【 0 0 3 8 】

【 化 2 6 】

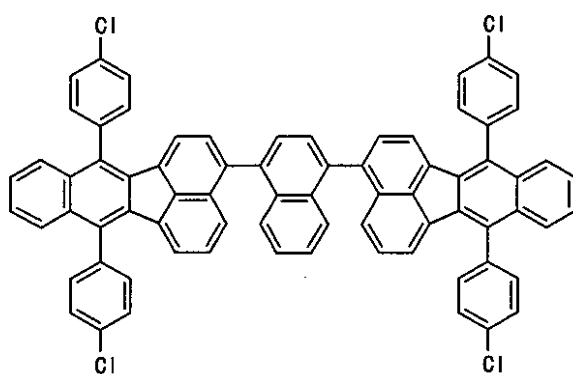
40

C-36



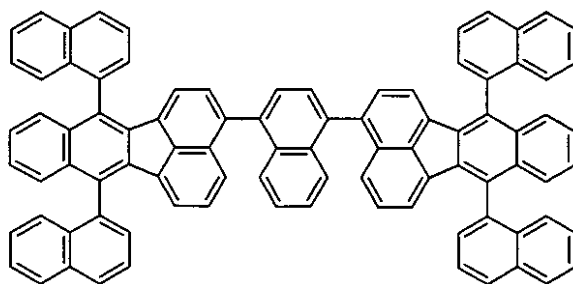
10

C-37



20

C-38

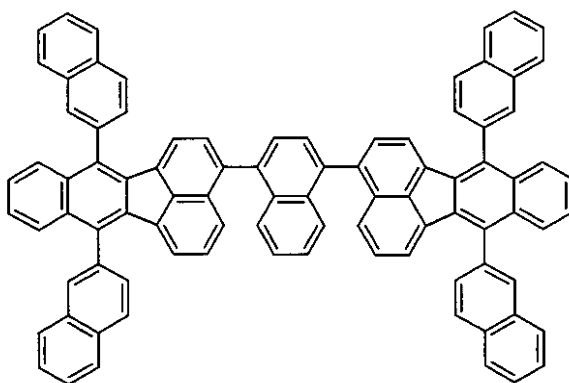


30

【 0 0 3 9 】
【 化 2 7 】

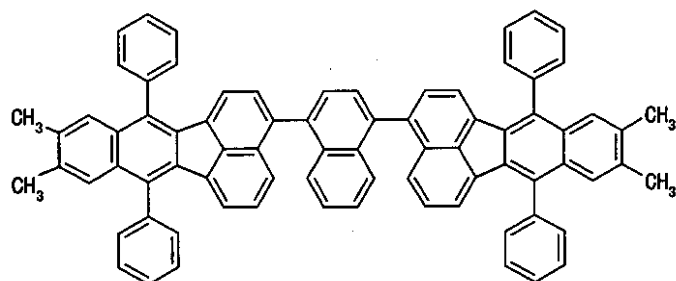
40

C-39



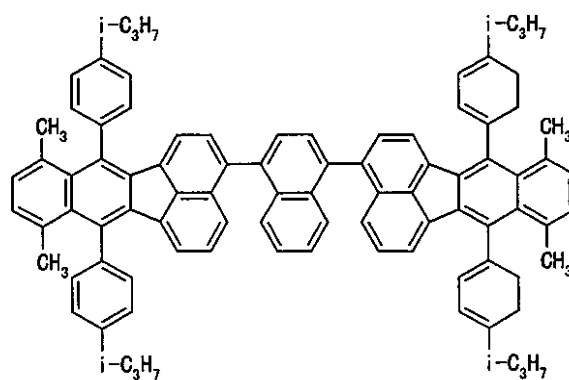
10

C-40



20

C-41



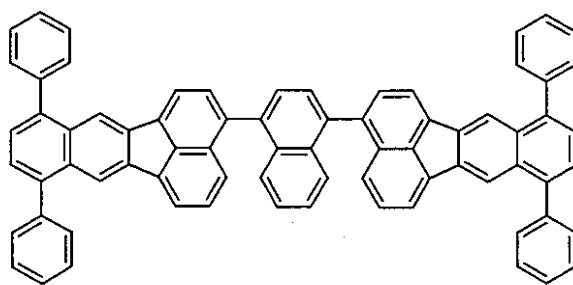
30

【 0 0 4 0 】

【 化 2 8 】

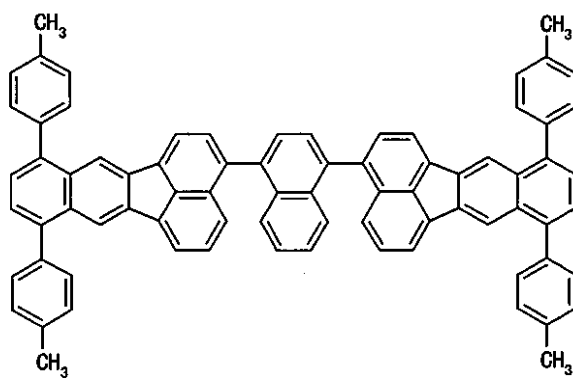
40

C-42



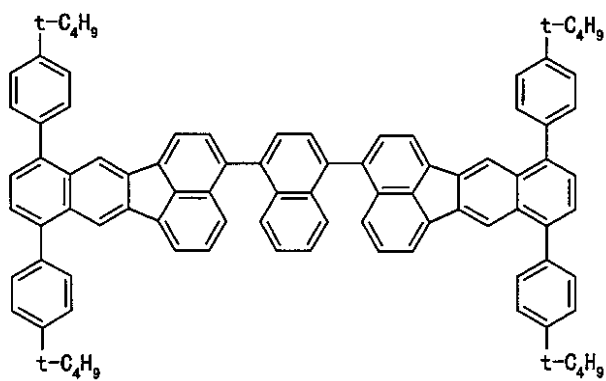
10

C-43



20

C-44



30

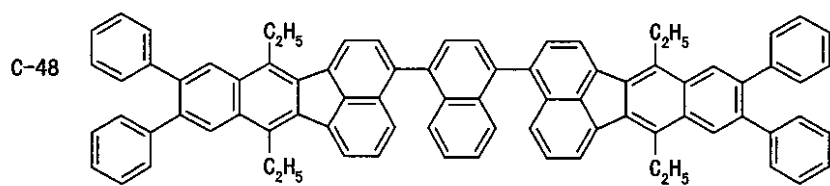
【 0 0 4 1 】

【 化 2 9 】

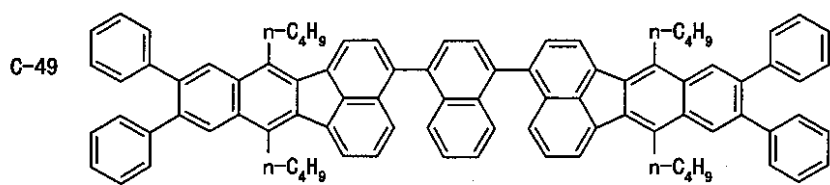
40



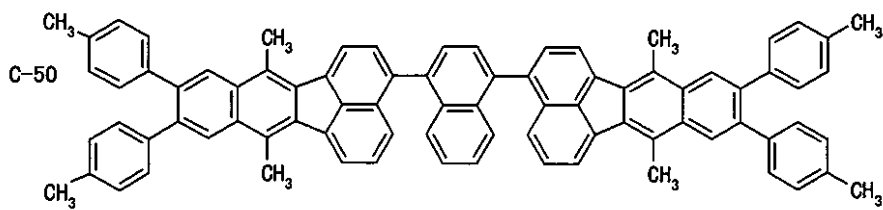
【化 3 0】



10



20

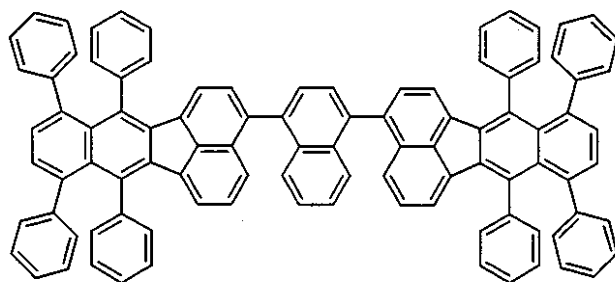


30

【 0 0 4 3 】

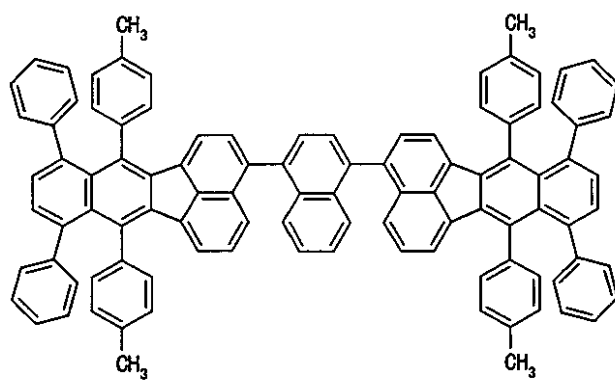
【化 3 1】

C-51



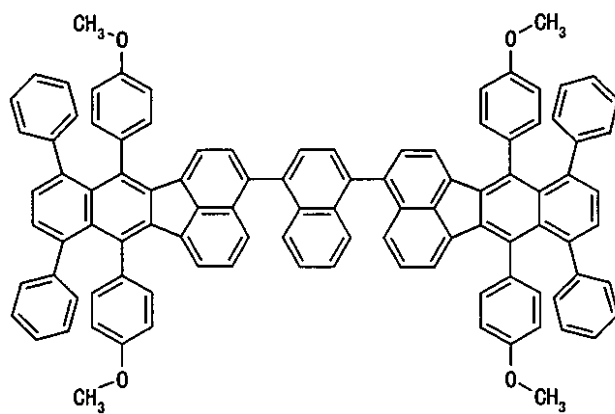
10

C-52



20

C-53



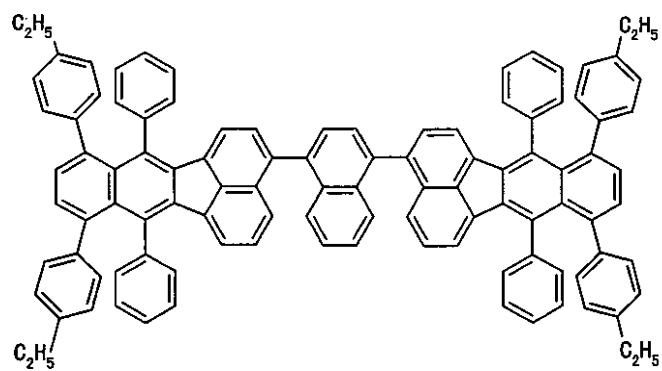
30

【 0 0 4 4 】

【 化 3 2 】

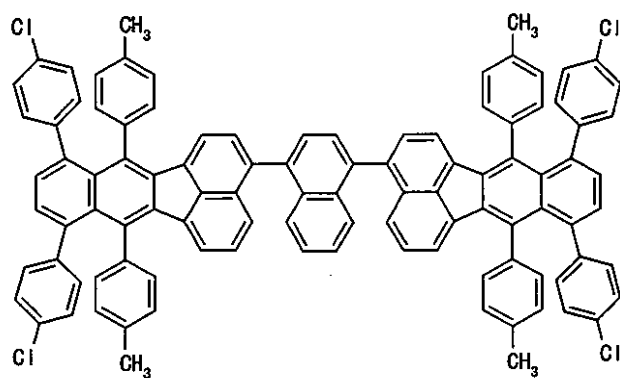
40

C-54



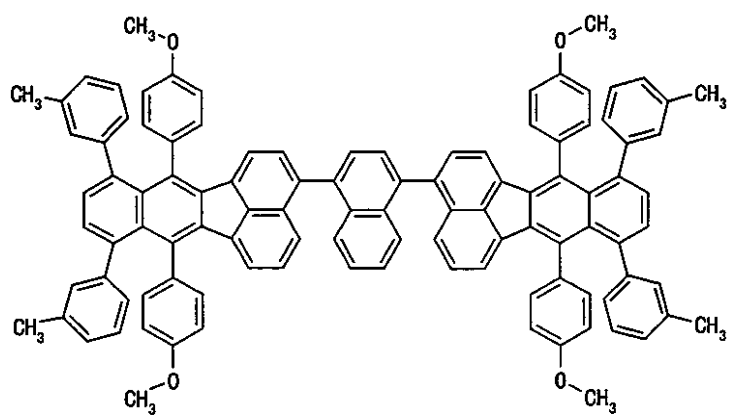
10

C-55



20

C-56



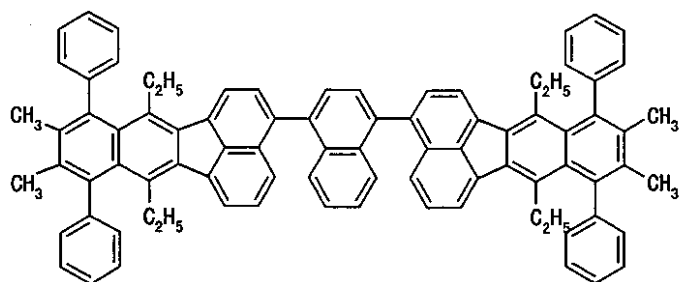
30

40

【 0 0 4 5 】

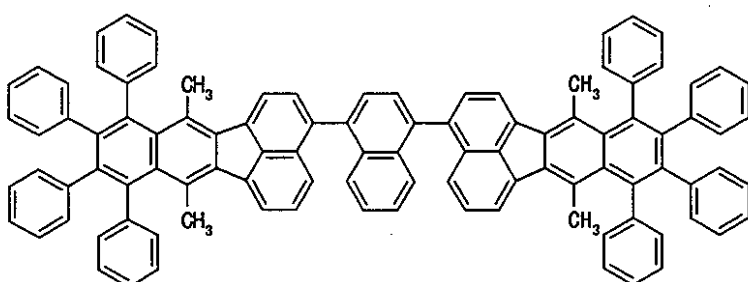
【 化 3 3 】

C-57



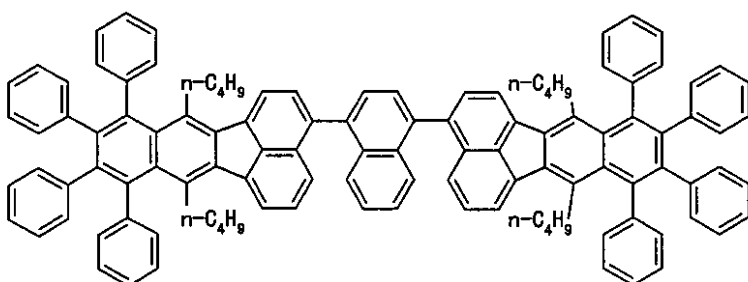
10

C-58



20

C-59

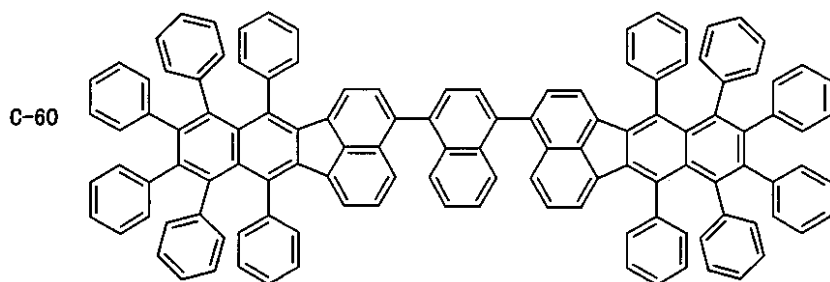


30

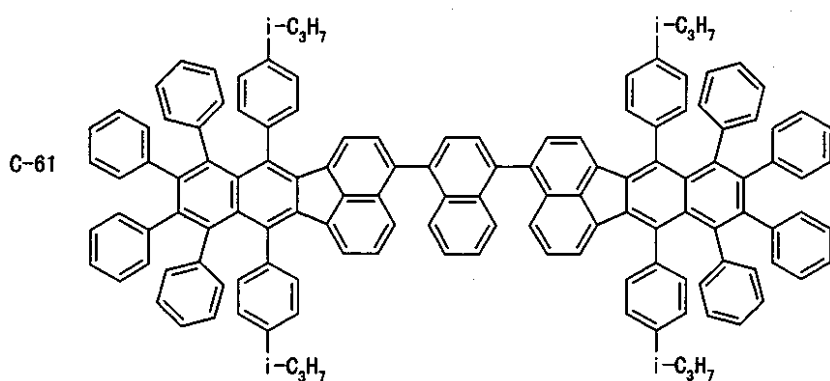
【 0 0 4 6 】

【 化 3 4 】

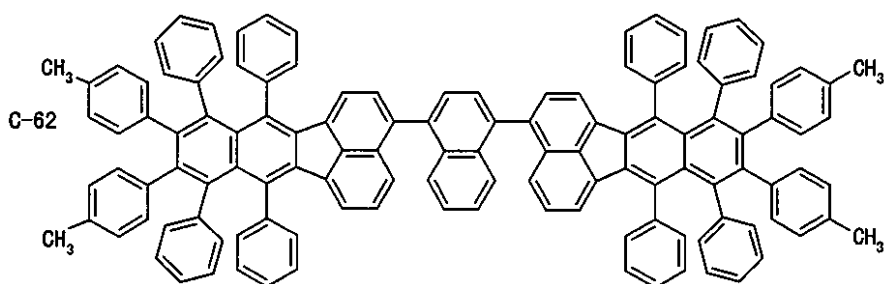
40



10



20



30

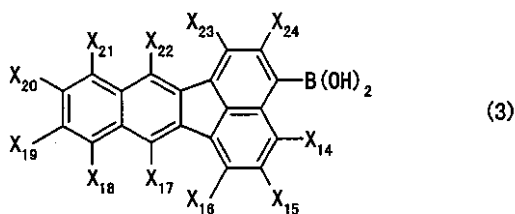
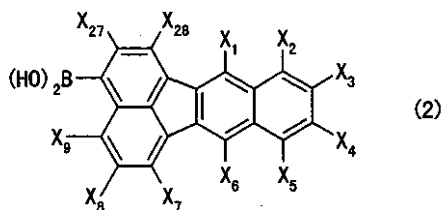
【 0 0 4 7 】

本発明に係る化合物 A、例えば、一般式 (1 - A) で表される化合物は、例えば、以下の方法により製造することができる。すなわち、例えば、一般式 (2) (化 3 5) および一般式 (3) (化 3 5) で表されるベンゾ [k] フルオランテン - 3 - イルホウ酸誘導体を、一般式 (4) (化 3 5) で表されるジハロゲノナフタレン誘導体と、例えば、パラジウム化合物〔例えば、テトラキス (トリフェニルフォスフィン) パラジウム、ビス (トリフェニルフォスフィン) パラジウムクロライド〕および塩基 (例えば、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、トリエチルアミン) の存在下で反応させる〔例えば、Chem.Rev., 95, 2457 (1995) に記載の方法を参考にすることができる〕ことにより製造することができる。

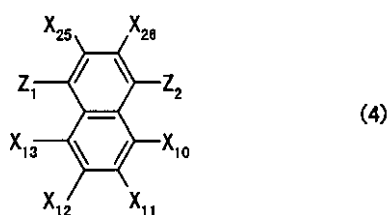
40

【 0 0 4 8 】

【 化 3 5 】



10



20

〔上式中、 $X_1 \sim X_{28}$ は、一般式(1-A)の場合と同じ意味を表し、 Z_1 および Z_2 はハロゲン原子を表す。〕

【0049】

一般式(4)において、 Z_1 および Z_2 はハロゲン原子を表し、好ましくは、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子を表す。

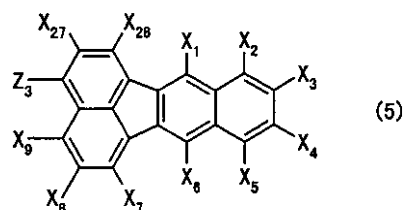
【0050】

尚、一般式(2)および一般式(3)で表される化合物は、例えば、一般式(5)(化36)および一般式(6)(化36)で表される化合物より、例えば、 n -ブチルリチウム、金属マグネシウムを作用させて調整できるリチオ化合物またはグリニヤール試薬と、例えば、トリメトキシホウ素、トリイソプロポキシホウ素などにより調整することができる〔例えば、Chem.Rev., 95, 2457(1995)に記載の方法を参考にすることができる〕。

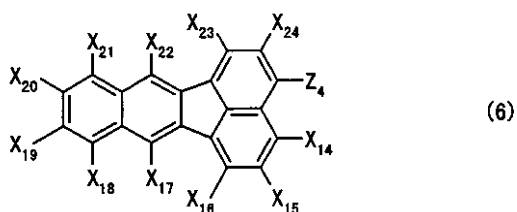
30

【0051】

【化36】



40



〔上式中、 $X_1 \sim X_9$ 、 $X_{14} \sim X_{24}$ 、 X_{27} および X_{28} は、一般式(1-A)の場合と同じ意味を表し、 Z_3 および Z_4 はハロゲン原子を表す。〕

50

【0052】

一般式(5)および一般式(6)において、 Z_3 および Z_4 はハロゲン原子を表し、好ましくは、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子を表す。

【0053】

尚、一般式(5)および一般式(6)で表される化合物は、例えば、J.Org.Chem., 62, 530 (1997)に記載の方法に従って製造することができる。

すなわち、例えば、5 - ハロゲノアセナフチレン誘導体とイソベンゾフラン誘導体を反応後、脱水することにより製造することができる。

また、一般式(5)および一般式(6)で表される化合物は、3 - ハロゲノシクロペンタ[a]アセナフチレン - 8 - オン誘導体とベンザイン誘導体を反応させることにより製造することができる〔例えば、Ind.J.Chem.Sect.B, 15B, 32(1977)に記載の方法を参考にするこ
10

【0054】

本発明に係る化合物Aは、場合により使用した溶媒(例えば、トルエンなどの芳香族炭化水素系溶媒)との溶媒和を形成した形で製造されることがあるが、本発明においては、本発明に係る化合物Aはこのような溶媒和物を包含するものである。勿論、溶媒を含有しない無溶媒和物をも包含するものである。

本発明の有機電界発光素子には、本発明に係る化合物Aの無溶媒和物は勿論、このような溶媒和物をも使用することができる。

尚、本発明に係る化合物Aを有機電界発光素子に使用する場合、再結晶法、カラムクロマトグラフィー法、昇華精製法などの精製方法、あるいはこれらの方法を併用して、純度を高めた化合物を使用することは好ましいことである。
20

【0055】

有機電界発光素子は、通常、一对の電極間に、少なくとも一種の発光成分を含有する発光層を、少なくとも一層挟持してなるものである。発光層に使用する化合物の正孔注入および正孔輸送、電子注入および電子輸送の各機能レベルを考慮し、所望に応じて、正孔注入輸送成分を含有する正孔注入輸送層および/または電子注入輸送成分を含有する電子注入輸送層を設けることもできる。

例えば、発光層に使用する化合物の正孔注入機能、正孔輸送機能および/または電子注入機能、電子輸送機能が良好な場合には、発光層が正孔注入輸送層および/または電子注入輸送層を兼ねた型の素子の構成とすることができる。勿論、場合によっては、正孔注入輸送層および電子注入輸送層の両方の層を設けない型の素子(一層型の素子)の構成とすることもできる。
30

また、正孔注入輸送層、電子注入輸送層および発光層のそれぞれの層は、一層構造であっても、また、多層構造であってもよく、正孔注入輸送層および電子注入輸送層は、それぞれの層において、注入機能を有する層と輸送機能を有する層を別々に設けて構成することもできる。

【0056】

本発明の有機電界発光素子において、本発明に係る化合物Aは、正孔注入輸送成分、発光成分または電子注入輸送成分に用いることが好ましく、正孔注入輸送成分または発光成分に用いることがより好ましく、発光成分に用いることが特に好ましい。
40

本発明の有機電界発光素子においては、本発明に係る化合物Aは、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

【0057】

本発明の有機電界発光素子の構成としては、特に限定するものではなく、例えば、(A)陽極/正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子(図1)、(B)陽極/正孔注入輸送層/発光層/陰極型素子(図2)、(C)陽極/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子(図3)、(D)陽極/発光層/陰極型素子(図4)などを挙げることができる。さらには、発光層を電子注入輸送層で挟み込んだ型の素子である(E)陽極/正孔注入輸送層/電子注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子(図5)とすることもで
50

きる。(D)型の素子構成としては、発光成分を一層形態で一对の電極間に挟持させた型の素子を包含するものであるが、さらには、例えば、(F)正孔注入輸送成分、発光成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一对の電極間に挟持させた型の素子(図6)、(G)正孔注入輸送成分および発光成分を混合させた一層形態で一对の電極間に挟持させた型の素子(図7)、(H)発光成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一对の電極間に挟持させた型の素子(図8)がある。

【0058】

本発明の有機電界発光素子においては、これらの素子構成に限るものではなく、それぞれの型の素子において、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層を複数層設けたりすることができる。また、それぞれの型の素子において、正孔注入輸送層と発光層との間に、正孔注入輸送成分と発光成分の混合層および/または発光層と電子注入輸送層との間に、発光成分と電子注入輸送成分の混合層を設けることもできる。

10

より好ましい有機電界発光素子の構成は、(A)型素子、(B)型素子、(C)型素子、(E)型素子、(F)型素子、(G)型素子または(H)型素子であり、さらに好ましくは、(A)型素子、(B)型素子、(C)型素子、(F)型素子、または(H)型素子である。

本発明の有機電界発光素子としては、例えば、(図1)に示す(A)陽極/正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子について説明する。

(図1)において、1は基板、2は陽極、3は正孔注入輸送層、4は発光層、5は電子注入輸送層、6は陰極、7は電源を示す。

20

【0059】

本発明の電界発光素子は、基板1に支持されていることが好ましく、基板としては、特に限定するものではないが、透明ないし半透明であることが好ましく、例えば、ガラス板、透明プラスチックシート(例えば、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリスルホン、ポリメチルメタクリレート、ポリプロピレン、ポリエチレンなどのシート)、半透明プラスチックシート、石英、透明セラミックスあるいはこれらを組み合わせた複合シートからなるものを挙げることができる。さらに、基板に、例えば、カラーフィルター膜、色変換膜、誘電体反射膜を組み合わせて、発光色をコントロールすることもできる。

【0060】

陽極2としては、比較的仕事関数の大きい金属、合金または電気伝導性化合物を電極物質として使用することが好ましい。

30

陽極に使用する電極物質としては、例えば、金、白金、銀、銅、コバルト、ニッケル、パラジウム、バナジウム、タンゲステン、酸化錫、酸化亜鉛、ITO(インジウム・ティン・オキサイド)、ポリチオフェン、ポリピロールなどを挙げることができる。これらの電極物質は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

陽極は、これらの電極物質を用いて、例えば、蒸着法、スパッタリング法などの方法により、基板の上に形成することができる。

また、陽極は一層構造であってもよく、あるいは多層構造であってもよい。

陽極のシート電気抵抗は、好ましくは、数百 $\Omega/\square$ 以下、より好ましくは、5~50 $\Omega/\square$ 程度に設定する。

40

陽極の厚みは、使用する電極物質の材料にもよるが、一般に、5~1000nm程度、より好ましくは、10~500nm程度に設定する。

【0061】

正孔注入輸送層3は、陽極からの正孔(ホール)の注入を容易にする機能、および注入された正孔を輸送する機能を有する化合物を含有する層である。

正孔注入輸送層は、本発明に係る化合物Aおよび/または他の正孔注入輸送機能を有する化合物(例えば、フタロシアニン誘導体、トリアリールメタン誘導体、トリアリールアミン誘導体、オキサゾール誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、ピラゾリン誘導体、ポリシラン誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリ-N-ビニルカルバゾール誘導体など)を少なくとも一種用いて形成

50

することができる。

尚、正孔注入輸送機能を有する化合物は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

【0062】

本発明において用いる他の正孔注入輸送機能を有する化合物としては、トリアリールアミン誘導体（例えば、4, 4' - ビス〔N - フェニル - N - (4'' - メチルフェニル) アミノ〕ビフェニル、4, 4' - ビス〔N - フェニル - N - (3'' - メチルフェニル) アミノ〕ビフェニル、4, 4' - ビス〔N - フェニル - N - (3'' - メトキシフェニル) アミノ〕ビフェニル、4, 4' - ビス〔N - フェニル - N - (1'' - ナフチル) アミノ〕ビフェニル、3, 3' - ジメチル - 4, 4' - ビス〔N - フェニル - N - (3'' - メチルフェニル) アミノ〕ビフェニル、1, 1 - ビス〔4' - [N, N - ジ(4'' - メチルフェニル) アミノ] フェニル〕シクロヘキサン、9, 10 - ビス〔N - (4' - メチルフェニル) - N - (4'' - n - プチルフェニル) アミノ〕フェナントレン、3, 8 - ビス(N, N - ジフェニルアミノ) - 6 - フェニルフェナントリジン、4 - メチル - N, N - ビス〔4'', 4''' - ビス〔N', N' - ジ(4 - メチルフェニル) アミノ〕ビフェニル - 4 - イル〕アニリン、N, N' - ビス〔4 - (ジフェニルアミノ) フェニル〕 - N, N' - ジフェニル - 1, 3 - ジアミノベンゼン、N, N' - ビス〔4 - (ジフェニルアミノ) フェニル〕 - N, N' - ジフェニル - 1, 4 - ジアミノベンゼン、5, 5'' - ビス〔4 - (ビス〔4 - メチルフェニル〕アミノ) フェニル〕 - 2, 2' : 5', 2'' - ターチオフェン、1, 3, 5 - トリス(ジフェニルアミノ) ベンゼン、4, 4', 4'' - トリス(N - カルバゾリル) トリフェニルアミン、4, 4', 4'' - トリス〔N - (3''' - メチルフェニル) - N - フェニルアミノ〕トリフェニルアミン、4, 4', 4'' - トリス〔N, N - ビス(4''' - tert - プチルビフェニル - 4''' - イル) アミノ〕トリフェニルアミン、1, 3, 5 - トリス〔N - (4' - ジフェニルアミノフェニル) - N - フェニルアミノ〕ベンゼンなど）、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリ - N - ビニルカルバゾール誘導体が好ましい。

本発明に係る化合物 A と他の正孔注入輸送機能を有する化合物を併用する場合、正孔注入輸送層中に占める本発明に係る化合物 A の割合は、好ましくは、0.1 ~ 40 重量% 程度に調製する。

【0063】

発光層 4 は、正孔および電子の注入機能、それらの輸送機能、正孔と電子の再結合により励起子を生成させる機能を有する化合物を含有する層である。

発光層は、本発明に係る化合物 A および / または他の発光機能を有する化合物（例えば、アクリドン誘導体、キナクリドン誘導体、ジケトピロロピロール誘導体、多環芳香族化合物〔例えば、ルブレン、アントラセン、テトラセン、ピレン、ペリレン、クリセン、デカシクレン、コロネン、テトラフェニルシクロペンタジエン、ペンタフェニルシクロヘキサジエン、9, 10 - ジフェニルアントラセン、9, 10 - ビス(フェニルエチニル) アントラセン、1, 4 - ビス(9' - エチニルアントラセニル) ベンゼン、4, 4' - ビス(9'' - エチニルアントラセニル) ビフェニル〕、トリアリールアミン誘導体〔例えば、正孔注入輸送機能を有する化合物として前述した化合物を挙げることができる〕、有機金属錯体〔例えば、トリス(8 - キノリラート) アルミニウム、ビス(10 - ベンゾ[h]キノリノラート) ベリリウム、2 - (2' - ヒドロキシフェニル) ベンゾオキサゾールの亜鉛塩、2 - (2' - ヒドロキシフェニル) ベンゾチアゾールの亜鉛塩、4 - ヒドロキシアクリジンの亜鉛塩、3 - ヒドロキシフラボンの亜鉛塩、5 - ヒドロキシフラボンのベリリウム塩、5 - ヒドロキシフラボンのアルミニウム塩〕、スチルベン誘導体〔例えば、1, 1, 4, 4 - テトラフェニル - 1, 3 - ブタジエン、4, 4' - ビス(2, 2 - ジフェニルビニル) ビフェニル、4, 4' - ビス〔(1, 1, 2 - トリフェニル) エテニル〕ビフェニル、クマリン誘導体〔例えば、クマリン 1、クマリン 6、クマリン 7、クマリン 30、クマリン 106、クマリン 138、クマリン 151、クマリン 152、クマリン 153、クマリン 307、クマリン 311、クマリン 314、クマリン 334、クマリン 338、

10

20

30

40

50

クマリン 3 4 3、クマリン 5 0 0〕、ピラン誘導体〔例えば、DCM 1、DCM 2〕、オキサゾン誘導体〔例えば、ナイルレッド〕、ベンゾチアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ピラジン誘導体、ケイ皮酸エステル誘導体、ポリ-N-ビニルカルバゾールおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリフェニレンおよびその誘導体、ポリフルオレンおよびその誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリピフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリターフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリナフチレンビニレンおよびその誘導体、ポリチエニレンビニレンおよびその誘導体など)を少なくとも一種用いて形成することができる。

本発明の有機電界発光素子においては、発光層に本発明に係る化合物 A を含有していることが好ましい。

10

本発明に係る化合物 A と他の発光機能を有する化合物を併用する場合、発光層中に占める本発明に係る化合物 A の割合は、好ましくは、0.001 ~ 99.999 重量%程度、より好ましくは、0.01 ~ 99.99 重量%程度、さらに好ましくは、0.1 ~ 99.9 重量%程度に調製する。

【0064】

本発明において用いる他の発光機能を有する化合物としては、発光性有機金属錯体が好ましい。例えば、J. Appl. Phys., 65, 3610 (1989)、特開平 5 - 2 1 4 3 3 2 号公報に記載のように、発光層をホスト化合物とゲスト化合物(ドーパント)とより構成することもできる。

本発明に係る化合物 A を、ホスト化合物として用いて発光層を形成することができ、さらには、ゲスト化合物として用いて発光層を形成することもできる。

20

本発明に係る化合物 A を、ゲスト化合物として用いて発光層を形成する場合、ホスト化合物としては、例えば、前記の他の発光機能を有する化合物を挙げることができ、例えば、発光性有機金属錯体またはトリアリールアミンはより好ましい。

この場合、発光性有機金属錯体またはトリアリールアミン誘導体に対して、本発明に係る化合物 A を、好ましくは、0.001 ~ 40 重量%程度、より好ましくは、0.01 ~ 30 重量%程度、特に好ましくは、0.1 ~ 20 重量%程度使用する。

【0065】

本発明に係る化合物 A と併用する発光性有機金属錯体としては、特に限定するものではないが、発光性有機アルミニウム錯体が好ましく、置換または未置換の 8 - キノリノラート配位子を有する発光性有機アルミニウム錯体がより好ましい。好ましい発光性有機金属錯体としては、例えば、一般式 (a) ~ 一般式 (c) で表される発光性有機アルミニウム錯体を挙げることができる。

30



(式中、Q は置換または未置換の 8 - キノリノラート配位子を表す)



(式中、Q は置換 8 - キノリノラート配位子を表し、O - L はフェノラート配位子であり、L はフェニル部分を含む炭素数 6 ~ 24 の炭化水素基を表す)



(式中、Q は置換 8 - キノリノラート配位子を表す)

40

【0066】

発光性有機金属錯体の具体例としては、例えば、トリス(8 - キノリノラート)アルミニウム、トリス(4 - メチル - 8 - キノリノラート)アルミニウム、トリス(5 - メチル - 8 - キノリノラート)アルミニウム、トリス(3, 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート)アルミニウム、トリス(4, 5 - ジメチル - 8 - キノリノラート)アルミニウム、トリス(4, 6 - ジメチル - 8 - キノリノラート)アルミニウム、

ビス(2 - メチル - 8 - キノリノラート)(フェノラート)アルミニウム、ビス(2 - メチル - 8 - キノリノラート)(2 - メチルフェノラート)アルミニウム、ビス(2 - メチル - 8 - キノリノラート)(3 - メチルフェノラート)アルミニウム、ビス(2 - メチル - 8 - キノリノラート)(4 - メチルフェノラート)アルミニウム、ビス(2 - メチル -

50

8 - キノリノラート) (2 - フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (3 - フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (4 - フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (2, 3 - ジメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (2, 6 - ジメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (3, 4 - ジメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (3, 5 - ジメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (3, 5 - ジ - tert - ブチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (2, 6 - ジフェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (2, 4, 6 - トリフェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (2, 4, 6 - トリメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (2, 4, 5, 6 - テトラメチルフェノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (1 - ナフトラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) (2 - ナフトラート) アルミニウム、ビス (2, 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート) (2 - フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2, 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート) (3 - フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2, 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート) (4 - フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2, 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート) (3, 5 - ジメチルフェニルフェノラート) アルミニウム、ビス (2, 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート) (3, 5 - ジ - tert - ブチルフェニルフェノラート) アルミニウム、
 ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) アルミニウム - μ - オキソ - ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラート) アルミニウム、ビス (2, 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート) アルミニウム - μ - オキソ - ビス (2, 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 4 - エチル - 8 - キノリノラート) アルミニウム - μ - オキソ - ビス (2 - メチル - 4 - エチル - 8 - キノリノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 4 - メトキシ - 8 - キノリノラート) アルミニウム - μ - オキソ - ビス (2 - メチル - 4 - メトキシ - 8 - キノリノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 5 - シアノ - 8 - キノリノラート) アルミニウム - μ - オキソ - ビス (2 - メチル - 5 - シアノ - 8 - キノリノラート) アルミニウム、ビス (2 - メチル - 5 - トリフルオロメチル - 8 - キノリノラート) アルミニウム - μ - オキソ - ビス (2 - メチル - 5 - トリフルオロメチル - 8 - キノリノラート) アルミニウムなどを挙げることができる。勿論、発光性有機金属錯体は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

【0067】

電子注入輸送層 5 は、陰極からの電子の注入を容易にする機能、そして注入された電子を輸送する機能を有する化合物を含有する層である。

電子注入輸送層は、本発明に係る化合物 A および / または他の電子注入輸送機能を有する化合物 (例えば、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、ビス (10 - ベンゾ [h] キノリノラート) ベリリウム、5 - ヒドロキシフラボンのベリリウム塩、5 - ヒドロキシフラボンのアルミニウム塩]、オキサジアゾール誘導体 [例えば、1, 3 - ビス [5' - (p - tert - ブチルフェニル) - 1, 3, 4 - オキサジアゾール - 2' - イル] ベンゼン]、トリアゾール誘導体 [例えば、3 - (4' - tert - ブチルフェニル) - 4 - フェニル - 5 - (4'' - ビフェニル) - 1, 2, 4 - トリアゾール]、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、ジフェニルキノン誘導体、ニトロ置換フルオレノン誘導体、チオピランジオキサイド誘導体など) を少なくとも一種用いて形成することができる。

本発明に係る化合物 A と他の電子注入輸送機能を有する化合物を併用する場合、電子注入輸送層中に占める本発明に係る化合物 A の割合は、好ましくは、0.1 ~ 40 重量% 程度に調製する。

本発明において、本発明に係る化合物 A と有機金属錯体 [例えば、前記一般式 (a) ~

10

20

30

40

50

般式(c)で表される化合物)を併用して、電子注入輸送層を形成することは好ましい。

【0068】

陰極6としては、比較的仕事関数の小さい金属、合金または電気伝導性化合物を電極物質として使用することが好ましい。

陰極に使用する電極物質としては、例えば、リチウム、リチウム-インジウム合金、ナトリウム、ナトリウム-カリウム合金、カルシウム、マグネシウム、マグネシウム-銀合金、マグネシウム-インジウム合金、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、アルミニウム、アルミニウム-リチウム合金、アルミニウム-カルシウム合金、アルミニウム-マグネシウム合金、グラファイト薄膜などを挙げることができる。これらの電極物質は、単独で使用してもよく、あるいは、複数併用してもよい。

10

陰極は、これらの電極物質を用いて、例えば、蒸着法、スパッタリング法、イオン化蒸着法、イオンプレーティング法、クラスターイオンビーム法などの方法により、電子注入輸送層の上に形成することができる。

また、陰極は一層構造であってもよく、あるいは多層構造であってもよい。

尚、陰極のシート電気抵抗は、数百 $\Omega/\square$ 以下に設定することが好ましい。

陰極の厚みは、使用する電極物質の材料にもよるが、一般に、5~1000nm程度、より好ましくは、10~500nm程度に設定する。

尚、有機電界発光素子の発光を効率よく取り出すために、陽極または陰極の少なくとも一方の電極が、透明ないし半透明であることが好ましく、一般に、発光光の透過率が70%以上となるように陽極の材料、厚みを設定することがより好ましい。

20

【0069】

また、本発明の有機電界発光素子においては、その少なくとも一層中に、一重項酸素クエンチャーが含有されていてもよい。

一重項酸素クエンチャーとしては、特に限定するものではなく、例えば、ルブレン、ニッケル錯体、ジフェニルイソベンゾフランなどが挙げられ、特に好ましくは、ルブレンである。

一重項酸素クエンチャーが含有されている層としては、特に限定するものではないが、好ましくは、発光層または正孔注入輸送層であり、より好ましくは、正孔注入輸送層である。尚、例えば、正孔注入輸送層に一重項クエンチャーを含有させる場合、正孔注入輸送層中に均一に含有させてもよく、正孔注入輸送層と隣接する層(例えば、発光層、発光機能

30

を有する電子注入輸送層)の近傍に含有させてもよい。一重項酸素クエンチャーの含有量としては、含有される層(例えば、正孔注入輸送層)を構成する全体量の0.01~50重量%、好ましくは、0.05~30重量%、より好ましくは、0.1~20重量%である。

【0070】

正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の形成方法に関しては、特に限定するものではなく、例えば、真空蒸着法、イオン化蒸着法、溶液塗布法(例えば、スピンコート法、キャスト法、ディップコート法、バーコート法、ロールコート法、ラングミュア・ブロゼット法、インクジェット法など)により薄膜を形成することにより作成することができる。真空蒸着法により、各層を形成する場合、真空蒸着の条件は、特に限定するものではないが、 10^{-5} Torr程度の真空下で、50~600程度のボート温度(蒸着源温度)、-50~300程度の基板温度で、0.005~50nm/sec程度の蒸着速度で実施することが好ましい。

40

この場合、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層などの各層は、真空下で、連続して形成することにより、諸特性に一層優れた有機電界発光素子を製造することができる。

真空蒸着法により、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層などの各層を、複数の化合物を用いて形成する場合、化合物を入れた各ボートを個別に温度制御して、共蒸着することが好ましい。

【0071】

溶液塗布法により、各層を形成する場合、各層を形成する成分あるいはその成分とバイン

50

ダー樹脂を、溶媒に溶解、または分散させて塗布液とする。

正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の各層に使用しうるバインダー樹脂としては、例えば、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリアリレート、ポリスチレン、ポリエステル、ポリシロキサン、ポリメチルアクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリエーテル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリパラキシレン、ポリエチレン、ポリフェニレンオキサイド、ポリエーテルスルホン、ポリアニリンおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリフルオレンおよびその誘導体、ポリチエニレンビニレンおよびその誘導体などの高分子化合物が挙げられる。バインダー樹脂は、単独で使用してもよく、あるいは、複数併用してもよい。

10

溶液塗布法により、各層を形成する場合、各層を形成する成分あるいはその成分とバインダー樹脂を、適当な有機溶媒（例えば、ヘキサン、オクタン、デカン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、1-メチルナフタレンなどの炭化水素系溶媒、例えば、アセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン系溶媒、例えば、ジクロロメタン、クロロホルム、テトラクロロメタン、ジクロロエタン、トリクロロエタン、テトラクロロエタン、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン、クロロトルエンなどのハロゲン化炭化水素系溶媒、例えば、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸アミルなどのエステル系溶媒、例えば、メタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、シクロヘキサノール、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、エチレングリコールなどのアルコール系溶媒、例えば、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、アニソールなどのエーテル系溶媒、例えば、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミド、1-メチル-2-ピロリドン、1-メチル-2-イミダゾリジノン、ジメチルスルフォキシドなどの極性溶媒）および/または水に溶解、または分散させて塗布液とし、各種の塗布法により、薄膜を形成することができる。

20

【0072】

尚、分散する方法としては、特に限定するものではないが、例えば、ボールミル、サンドミル、ペイントシェーカー、アトライター、ホモジナイザーなどを用いて微粒子状に分散することができる。

塗布液の濃度に関しては、特に限定するものではなく、実施する塗布法により、所望の厚みを作成するに適した濃度範囲に設定することができ、一般には、0.1～50重量%程度、好ましくは、1～30重量%程度の溶液濃度である。

30

尚、バインダー樹脂を使用する場合、その使用量に関しては、特に制限するものではないが、一般には、各層を形成する成分に対して（一層型の素子を形成する場合には、各成分の総量に対して）、5～99.9重量%程度、好ましくは、10～99.9重量%程度、より好ましくは、15～90重量%程度に設定する。

【0073】

正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の膜厚に関しては、特に限定するものではないが、一般に、5nm～5μm程度に設定することが好ましい。

尚、作製した素子に対し、酸素や水分との接触を防止する目的で、保護層（封止層）を設けたり、また、素子を、例えば、パラフィン、流動パラフィン、シリコンオイル、フルオロカーボン油、ゼオライト含有フルオロカーボン油などの不活性物質中に封入して保護することができる。

40

保護層に使用する材料としては、例えば、有機高分子材料（例えば、フッ素化樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、エポキシシリコーン樹脂、ポリスチレン、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリパラキシレン、ポリエチレン、ポリフェニレンオキサイド）、無機材料（例えば、ダイヤモンド薄膜、アモルファスシリカ、電気絶縁性ガラス、金属酸化物、金属窒化物、金属炭素化合物、金属硫化物）、さらには光硬化性樹脂などを挙げることができ、保護層に使用する材料は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。保護層は、一層構造であってもよく、また多層構造であってもよい。

50

【 0 0 7 4 】

また、電極に保護層として、例えば、金属酸化膜（例えば、酸化アルミニウム膜）、金属フッ化膜を設けることもできる。

また、例えば、陽極の表面に、例えば、有機リン化合物、ポリシラン、芳香族アミン誘導体、フタロシアニン誘導体から成る界面層（中間層）を設けることもできる。

さらに、電極、例えば、陽極はその表面を、例えば、酸、アンモニア／過酸化水素、あるいはプラズマで処理して使用することもできる。

【 0 0 7 5 】

本発明の有機電界発光素子は、一般に、直流駆動型の素子として使用されるが、パルス駆動型または交流駆動型の素子としても使用することができる。

10

尚、印可電圧は、一般に、2～30V程度である。

本発明の有機電界発光素子は、例えば、パネル型光源、各種の発光素子、各種の表示素子、各種の標識、各種のセンサーなどに使用することができる。

【 0 0 7 6 】

【実施例】

以下、製造例および実施例により、本発明を更に詳細に説明するが、勿論、本発明はこれらにより限定されるものではない。

【 0 0 7 7 】

製造例 1 例示化合物 A - 1 の化合物の製造

ベンゾ[k]フルオランテン - 3 - イルホウ酸 5 . 9 2 g、1, 4 - ジブロモナフタレン 2 . 8 6 g、炭酸ナトリウム 4 . 2 4 g およびテトラキス（トリフェニルフォスフィン）パラジウム 0 . 6 9 g をトルエン（100 ml）および水（20 ml）中で5時間還流した。反応混合物よりトルエンを留去した後、析出している固体を濾取した。

20

この固体をアルミナカラムクロマトグラフィー（溶出液：トルエン）で処理した。トルエンを減圧下留去した後、残渣をトルエンとアセトンの混合溶媒より再結晶し、例示化合物 A - 1 の化合物を黄色の結晶として 4 . 2 6 g 得た。

融点 250 以上

尚、この化合物は、500、 10^{-5} torr の条件下で昇華することができた。

吸収極大（トルエン中）440 nm

【 0 0 7 8 】

30

製造例 2 ~ 3 7

製造例 1 において、ベンゾ[k]フルオランテン - 3 - イルホウ酸を使用する代わりに、種々のベンゾ[k]フルオランテン - 3 - イルホウ酸誘導体を使用した以外は、製造例 1 に記載した方法に従い、種々の 1, 4 - ビス（ベンゾ[k]フルオランテン - 3' - イル）ナフタレン誘導体を製造した。

第 1 表（表 1 ~ 表 5）には使用したベンゾ[k]フルオランテン - 3 - イルホウ酸誘導体、および製造した 1, 4 - ビス（ベンゾ[k]フルオランテン - 3' - イル）ナフタレン誘導体を例示化合物番号で示した。

また、トルエン中の吸収極大（nm）も併せて示した。

尚、製造された化合物は、黄色～黄橙色の結晶であり、その化合物の融点は、250 以上であった。

40

【 0 0 7 9 】

【表 1】

第1表

製造例	ベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸誘導体	例示化合物番号	吸収極大 (nm)
2	12-エチルベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸	A-2	445
3	7,12-ジメチルベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸	A-8	446
4	7,12-ジエチルベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸	A-9	444
5	7,12-ジ-n-プロピルベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸	A-10	446
6	7,12-ジ-n-ブチルベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸	A-12	443
7	7,12-ジ-tert-ブチルベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸	A-13	443
8	7,12-ジシクロヘキシルベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸	A-17	441

【0080】

【表2】

10

20

30

40

第1表 (続き)

製造例	ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸誘導体	例示化合物番号	吸収極大 (nm)
9	9,10 -ジエチルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	A-25	449
10	9,10 -ジ-n-ヘキシルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	A-26	447
11	7,12 -ジエチル-9,10-ジ-n-ブチルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	A-29	446
12	8,9,10,11-テトラメチルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	A-34	448
13	7,8,9,10,11,12 -ヘキサ-n-プロピルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	A-35	446
14	10 -フルオロベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	B-1	447
15	12 -フルオロベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	B-2	447

【 0081 】

【 表 3 】

第1表 (続き)

製造例	ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸誘導体	例示化合物番号	吸収極大 (nm)
16	9,10 -ジフルオロベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	B-3	449
17	7,12 -ジ-n-ヘキシル-9,10-ジフルオロベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	B-6	451
18	12 -フェニルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-1	458
19	7-メチル-12-フェニルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-2	454
20	7-エチル-12-フェニルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-4	455
21	7,12 -ジフェニルベンゾ[k] フルオランテン-3-イルホウ酸	C-6	460
22	7,12 -ジ (4' -メチルフェニル) ベンゾ[k]フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-7	467

【 0 0 8 2 】

【 表 4 】

10

20

30

第1表 (続き)

製造例	ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸誘導体	例示化合物番号	吸収極大 (nm)
2 3	7,12 -ジ (3' -メチルフェニル) ベンゾ[k]フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-8	4 6 7
2 4	7,12 -ジ (4' -n-ブチルフェニル) ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-13	4 6 7
2 5	7,12 -ジ (4' -n-ヘキシルフェニル) ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-16	4 6 7
2 6	7,12 -ジ (4' -メトキシフェニル) ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-24	4 6 9
2 7	7,12 -ジ (4' -イソプロピルオキシフェニル) ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-27	4 6 8
2 8	7,12 -ジ (4' -フルオロフェニル) ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-36	4 6 7
2 9	7,12 -ジ (1' -ナフチル) ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-38	4 7 2

【 0 0 8 3 】

【 表 5 】

第1表 (続き)

製造例	ベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸誘導体	例示化合物番号	吸収極大 (nm)
30	7,12 -ジフェニル-9,10-ジメチルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-40	478
31	8,11 -ジフェニルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-42	479
32	8,11 -ジ (4' -メチルフェニル) ベンゾ[k]フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-43	475
33	7,12 -ジメチル-8,11-ジフェニルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-46	477
34	7,12 -ジエチル-9,10-ジフェニルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-48	478
35	7,8,11,12-テトラフェニルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-51	482
36	7,12 -ジ (4' -メチルフェニル) -8,11-ジフェニルベンゾ[k] フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-52	484
37	7,8,9,10,11,12 -ヘキサフェニルベンゾ[k]フルオランテン-3 -イルホウ酸	C-60	488

【0084】

実施例 1

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3'-メチルフェニル)アミノ]ビフェニルを蒸着速度0.2nm/secで75nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

10

20

30

40

50

次いで、その上に、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムと1,4-ビス(ベンゾ[k]フルオランテン-3'-イル)ナフタレン(例示化合物番号A-1の化合物)を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに共蒸着(重量比100:0.5)し、発光層とした。

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、54mA/cm²の電流が流れた。輝度2420cd/m²の青緑の発光が確認された。

【0085】

実施例2~37

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物A-1の化合物を使用する代わりに、例示化合物番号A-2の化合物(実施例2)、例示化合物番号A-8の化合物(実施例3)、例示化合物番号A-9の化合物(実施例4)、例示化合物番号A-10の化合物(実施例5)、例示化合物番号A-12の化合物(実施例6)、例示化合物番号A-13の化合物(実施例7)、例示化合物番号A-17の化合物(実施例8)、例示化合物番号A-25の化合物(実施例9)、例示化合物番号A-26の化合物(実施例10)、例示化合物番号A-29の化合物(実施例11)、例示化合物番号A-34の化合物(実施例12)、例示化合物番号A-35の化合物(実施例13)、例示化合物番号B-1の化合物(実施例14)、例示化合物番号B-2の化合物(実施例15)、例示化合物番号B-3の化合物(実施例16)、例示化合物番号B-6の化合物(実施例17)、例示化合物番号C-1の化合物(実施例18)、例示化合物番号C-2の化合物(実施例19)、例示化合物番号C-4の化合物(実施例20)、例示化合物番号C-6の化合物(実施例21)、例示化合物番号C-7の化合物(実施例22)、例示化合物番号C-8の化合物(実施例23)、例示化合物番号C-13の化合物(実施例24)、例示化合物番号C-16の化合物(実施例25)、例示化合物番号C-24の化合物(実施例26)、例示化合物番号C-27の化合物(実施例27)、例示化合物番号C-36の化合物(実施例28)、例示化合物番号C-38の化合物(実施例29)、例示化合物番号C-40の化合物(実施例30)、例示化合物番号C-42の化合物(実施例31)、例示化合物番号C-43の化合物(実施例32)、例示化合物番号C-46の化合物(実施例33)、例示化合物番号C-48の化合物(実施例34)、例示化合物番号C-51の化合物(実施例35)、例示化合物番号C-52の化合物(実施例36)、例示化合物番号C-60の化合物(実施例37)を使用した以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、青緑~黄緑色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第2表(表6~表7)に示した。

【0086】

比較例1

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-1の化合物を使用せずに、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムだけを用いて、50nmの厚さに蒸着し、発光層とした以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。この素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、青色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第2表に示した。

【0087】

比較例2

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-1の化合物を使用する代わりに、N-メチル-2-メトキシアクリドンを使用した以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。この素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印

加したところ、青色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第2表に示した。

【0088】

【表6】

第2表

有機電界 発光素子	輝度 (cd/m ²)	電流密度 (mA/cm ²)
実施例2	2320	53
実施例3	2340	56
実施例4	2430	53
実施例5	2340	56
実施例6	2350	55
実施例7	2420	55
実施例8	2400	54
実施例9	2390	55
実施例10	2440	56
実施例11	2380	54
実施例12	2350	55
実施例13	2410	52
実施例14	2460	53
実施例15	2430	56
実施例16	2410	53
実施例17	2390	55
実施例18	2520	55
実施例19	2480	53
実施例20	2450	55
実施例21	2480	56
実施例22	2440	54
実施例23	2350	53

10

20

30

40

【0089】

【表7】

第2表 (続き)

有機電界 発光素子	輝度 (cd/m^2)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例24	2430	54
実施例25	2330	56
実施例26	2410	53
実施例27	2420	55
実施例28	2380	56
実施例29	2330	52
実施例30	2350	54
実施例31	2350	55
実施例32	2400	53
実施例33	2360	53
実施例34	2380	54
実施例35	2430	55
実施例36	2390	54
実施例37	2370	53
比較例1	1170	82
比較例2	1550	74

10

20

30

【0090】

実施例38

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ]ビフェニルを蒸着速度0.2nm/secで75nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

40

次いで、その上に、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウムと例示化合物番号A-2の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに共蒸着(重量比100:1.0)し、発光層とした。

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、53

50

mA / cm^2 の電流が流れた。輝度 $2320 \text{ cd} / \text{m}^2$ の青緑の発光が確認された。

【0091】

実施例 39

厚さ 200 nm のITO透明電極（陽極）を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV / オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を $3 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ に減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウム- μ -オキソ-ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号A-8の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 50 nm の厚さに共蒸着（重量比 $100:2.0$ ）し、発光層とした。

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 200 nm の厚さに共蒸着（重量比 $10:1$ ）して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、 $53 \text{ mA} / \text{cm}^2$ の電流が流れた。輝度 $2420 \text{ cd} / \text{m}^2$ の青緑の発光が確認された。

【0092】

実施例 40

厚さ 200 nm のITO透明電極（陽極）を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV / オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を $3 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ に減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウム- μ -オキソ-ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号A-9の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 50 nm の厚さに共蒸着（重量比 $100:4.0$ ）し、発光層とした。

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 200 nm の厚さに共蒸着（重量比 $10:1$ ）して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 12 V の直流電圧を印加したところ、 $52 \text{ mA} / \text{cm}^2$ の電流が流れた。輝度 $2380 \text{ cd} / \text{m}^2$ の青緑の発光が確認された。

【0093】

実施例 41

厚さ 200 nm のITO透明電極（陽極）を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV / オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を $3 \times 10^{-6} \text{ Torr}$ に減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを蒸着速度 $0.2 \text{ nm} / \text{sec}$ で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号A-10の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2 nm/secで50 nmの厚さに共蒸着(重量比100:6.0)し、発光層とした。

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2 nm/secで50 nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2 nm/secで200 nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12 Vの直流電圧を印加したところ、53 mA/cm²の電流が流れた。輝度2320 cd/m²の青緑の発光が確認された。

10

【0094】

実施例42

厚さ200 nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ]ビフェニルを蒸着速度0.2 nm/secで75 nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号C-40の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2 nm/secで50 nmの厚さに共蒸着(重量比100:10)し、発光層とした。

20

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2 nm/secで50 nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2 nm/secで200 nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12 Vの直流電圧を印加したところ、59 mA/cm²の電流が流れた。輝度2400 cd/m²の青緑の発光が確認された。

【0095】

30

実施例43

厚さ200 nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ]ビフェニルを蒸着速度0.2 nm/secで75 nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号C-48の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2 nm/secで50 nmの厚さに共蒸着(重量比100:1.0)し、電子注入輸送層を兼ねた発光層とした。

40

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2 nm/secで200 nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12 Vの直流電圧を印加したところ、57 mA/cm²の電流が流れた。輝度2220 cd/m²の青緑の発光が確認された。

【0096】

実施例44

厚さ200 nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/

50

オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torr に減圧した。

まず、ITO 透明電極上に、4,4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを蒸着速度 0.2 nm/sec で 75 nm の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、例示化合物番号 C-48 の化合物を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、発光層とした。

次いで、その上に、1,3-ビス〔5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール-2'-イル〕ベンゼンを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着（重量比 10 : 1）して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 14 V の直流電圧を印加したところ、 44 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 1960 cd/m^2 の青緑の発光が確認された。

【0097】

実施例 45

厚さ 200 nm の ITO 透明電極（陽極）を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらに UV / オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torr に減圧した。

まず、ITO 透明電極上に、例示化合物番号 A-25 の化合物を蒸着速度 0.2 nm/sec で 55 nm の厚さに蒸着し、発光層とした。

次いで、その上に、1,3-ビス〔5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール-2'-イル〕ベンゼンを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 75 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着（重量比 10 : 1）して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 14 V の直流電圧を印加したところ、 57 mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 1430 cd/m^2 の青緑の発光が確認された。

【0098】

実施例 46

厚さ 200 nm の ITO 透明電極（陽極）を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらに UV / オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torr に減圧した。

まず、ITO 透明電極上に、4,4',4"-トリス〔N-(3'''-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ〕トリフェニルアミンを蒸着速度 0.1 nm/sec で、 50 nm の厚さに蒸着し、第一正孔注入輸送層とした。

次いで、4,4',-ビス〔N-フェニル-N-(1"-ナフチル)アミノ〕ビフェニルと例示化合物番号 A-1 の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0.2 nm/sec で 20 nm の厚さに共蒸着（重量比 100 : 5）し、第二正孔注入輸送層を兼ねた発光層とした。

次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0.2 nm/sec で 50 nm の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0.2 nm/sec で 200 nm の厚さに共蒸着（重量比 10 : 1）して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 15 V の直流電圧を印加したところ、 60

10

20

30

40

50

mA/cm^2 の電流が流れた。輝度 2660 cd/m^2 の青緑の発光が確認された。

【0099】

実施例 47 ~ 59

実施例 46 において、例示化合物番号 A - 1 の化合物を使用する代わりに、例示化合物番号 A - 2 の化合物（実施例 47）、例示化合物番号 A - 8 の化合物（実施例 48）、例示化合物番号 A - 12 の化合物（実施例 49）、例示化合物番号 A - 17 の化合物（実施例 50）、例示化合物番号 A - 29 の化合物（実施例 51）、例示化合物番号 A - 34 の化合物（実施例 52）、例示化合物番号 B - 3 の化合物（実施例 53）、例示化合物番号 B - 6 の化合物（実施例 54）、例示化合物番号 C - 8 の化合物（実施例 55）、例示化合物番号 C - 27 の化合物（実施例 56）、例示化合物番号 C - 38 の化合物（実施例 57）、例示化合物番号 C - 42 の化合物（実施例 58）、例示化合物番号 C - 52 の化合物（実施例 59）を使用した以外は、実施例 46 に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。

それぞれの素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、青緑の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第3表（表8）に示した。

【0100】

【表8】

第3表

有機電界 発光素子	輝度 (cd/m^2)	電流密度 (mA/cm^2)
実施例 47	2560	54
実施例 48	2490	57
実施例 49	2510	58
実施例 50	2670	56
実施例 51	2630	54
実施例 52	2700	54
実施例 53	2480	56
実施例 54	2680	55
実施例 55	2700	54
実施例 56	2630	56
実施例 57	2440	57
実施例 58	2740	54
実施例 59	2580	55

【0101】

実施例 60

厚さ 200 nm のITO透明電極（陽極）を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、

エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV / オゾン洗浄した。

次に、ITO透明電極上に、ポリ-N-ビニルカルbazール(重量平均分子量15000)、1,1,4,4-テトラフェニル1,3-ブタジエン(青色の発光成分)、クマリン6["3-(2'-ベンゾチアゾリル)-7-ジエチルアミノクマリン"(緑色の発光成分)]、および例示化合物番号A-10の化合物を、それぞれ重量比100:5:3:2の割合で含有する3重量%のジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、400nmの発光層を形成した。次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。

さらに、発光層の上に、3-(4'-tert-ブチルフェニル)-4-フェニル-5-(4"-ピフェニル)1,2,4-トリアゾールを蒸着速度0.2nm/secで20nmの厚さに蒸着した後、さらにその上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで30nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、64mA/cm²の電流が流れた。輝度1320cd/m²の白色の発光が確認された。

【0102】

実施例61~66

実施例60において、例示化合物番号A-10の化合物を用いる代わりに、例示化合物番号A-13の化合物(実施例61)、例示化合物番号A-34の化合物(実施例62)、例示化合物番号C-4の化合物(実施例63)、例示化合物番号C-16の化合物(実施例64)、例示化合物番号C-27の化合物(実施例65)、例示化合物番号C-48の化合物(実施例66)を使用した以外は、実施例60に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、白色の発光が観察された。さらにその特性を調べ、結果を第4表(表9)に示した。

【0103】

【表9】

第4表

有機電界 発光素子	輝度 (cd/m ²)	電流密度 (mA/cm ²)
実施例61	1260	77
実施例62	1240	76
実施例63	1250	75
実施例64	1250	74
実施例65	1240	75
実施例66	1270	73

【0104】

実施例67

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、

エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV / オゾン洗浄した。

次に、ITO透明電極上に、ポリ-N-ビニルカルバゾール(重量平均分子量15000)、1,3-ビス[5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール-2'-イル]ベンゼンおよび例示化合物番号A-2の化合物を、それぞれ重量比100:30:3の割合で含有する3重量%のジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、300nmの発光層を形成した。

次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。

さらに、発光層の上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。 10

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、71mA/cm²の電流が流れた。輝度1320cd/m²の青緑の発光が確認された。

【0105】

比較例3

実施例67において、発光層の形成に際して、例示化合物番号A-2の化合物の代わりに、1,1,4,4-テトラフェニル-1,3-ブタジエンを使用した以外は、実施例67に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、86mA/cm²の電流が流れた。輝度750cd/m²の青色の発光が確認された。 20

【0106】

実施例68

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV / オゾン洗浄した。

次に、ITO透明電極上に、ポリカーボネート(重量平均分子量50000)、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ]ビフェニル、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウム-μ-オキソ-ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウムおよび例示化合物番号C-8の化合物を、それぞれ重量比100:40:60:1の割合で含有する3重量%のジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、300nmの発光層を形成した。 30

次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3×10^{-6} Torrに減圧した。

さらに、発光層の上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、63mA/cm²の電流が流れた。輝度890cd/m²の青緑の発光が確認された。

【0107】

【発明の効果】

本発明により、発光輝度が優れた有機電界発光素子を提供することが可能になった。さらに、該発光素子に適した炭化水素化合物を提供することが可能になった。 40

【図面の簡単な説明】

【図1】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図2】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図3】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図4】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図5】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図6】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

【図7】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。

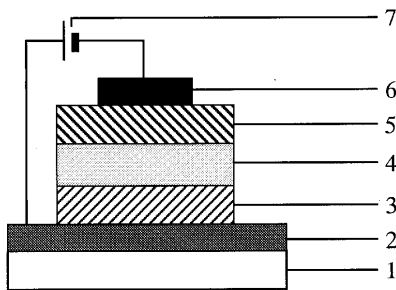
【図8】有機電界発光素子の一例の概略構造図である。 50

【符号の説明】

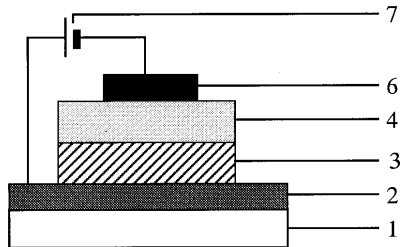
- 1 : 基板
- 2 : 陽極
- 3 : 正孔注入輸送層
- 3 a : 正孔注入輸送成分
- 4 : 発光層
- 4 a : 発光成分
- 5 : 電子注入輸送層
- 5' : 電子注入輸送層
- 5 a : 電子注入輸送成分
- 6 : 陰極
- 7 : 電源

10

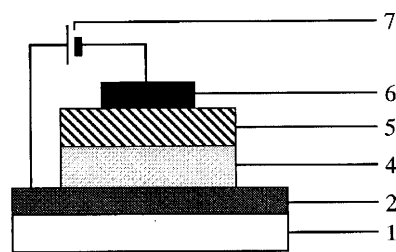
【図 1】



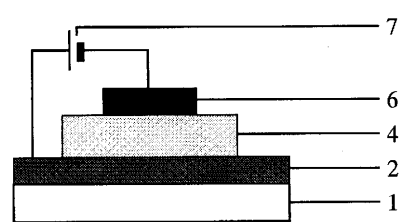
【図 2】



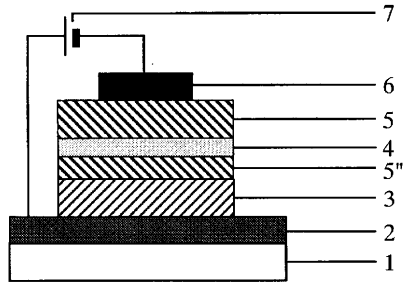
【図 3】



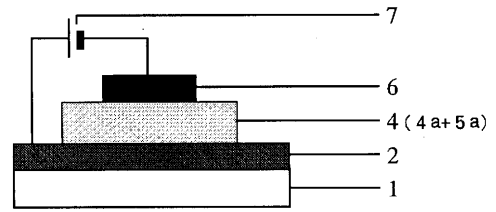
【図 4】



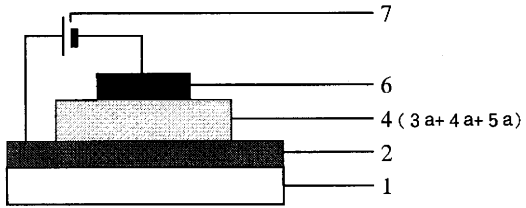
【図 5】



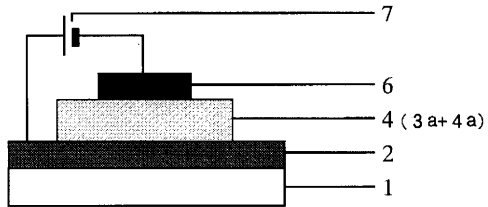
【図 8】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平 1 0 - 1 8 9 2 4 7 (J P , A)
特開 2 0 0 0 - 1 7 8 2 1 2 (J P , A)
特開 2 0 0 0 - 1 8 6 0 5 4 (J P , A)
特開平 1 1 - 1 2 2 0 5 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

H01L 51/50
C07C
C09K 11/06
CA(STN)
REGISTRY(STN)

专利名称(译)	烃化合物和有机电致发光器件		
公开(公告)号	JP3792096B2	公开(公告)日	2006-06-28
申请号	JP2000058068	申请日	2000-03-03
[标]申请(专利权)人(译)	三井化学株式会社		
申请(专利权)人(译)	三井化学株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	三井化学株式会社		
[标]发明人	石田 努 島村武彦 中塚正勝		
发明人	石田 努 島村 武彦 中塚 正勝		
IPC分类号	H01L51/50 C09K11/06 C07C13/62 C07C25/22 C07C43/20 H05B33/14		
FI分类号	H05B33/14.B C09K11/06.610 C07C13/62 C07C25/22 C07C43/20.D		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB04 3K007/CA01 3K007/CB01 3K007/DA01 3K007/DB03 3K007/EB00 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/BB03 3K107/BB06 3K107/CC02 3K107/CC04 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD64 3K107/DD68 3K107/DD69 4H006/AA01 4H006/AA03 4H006/AB92 4H006/EA37 4H006/GP03		
其他公开文献	JP2001250688A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

由式 (1-A) 表示的化合物和使用该化合物的有机电致发光器件。(其中X 1 至X 28 各自独立地表示氢原子, 卤素原子, 直链, 支链或环状烷基, 直链, 烷氧基, 或取代或未取代的芳基。 提供一种发光效率优异且发光高亮度的有机电致发光器件。

