

(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2009-267315

(P2009-267315A)

(43) 公開日 平成21年11月12日 (2009. 11. 12)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/22 B	3K107
C09K 11/06 (2006.01)	C09K 11/06 690	4C072
H05B 33/28 (2006.01)	H05B 33/28	
C07D 519/00 (2006.01)	H05B 33/14 B	
	C07D 519/00 311	
審査請求 有 請求項の数 12 O L (全 35 頁)		

(21) 出願番号	特願2008-127939 (P2008-127939)	(71) 出願人	504265754
(22) 出願日	平成20年5月15日 (2008. 5. 15)		財団法人山形県産業技術振興機構
(31) 優先権主張番号	特願2007-130419 (P2007-130419)		山形県山形市松栄二丁目2番1号
(32) 優先日	平成19年5月16日 (2007. 5. 16)	(74) 代理人	100101878
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 木下 茂
(31) 優先権主張番号	特願2008-90810 (P2008-90810)	(74) 代理人	100113561
(32) 優先日	平成20年3月31日 (2008. 3. 31)		弁理士 石村 理恵
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	木村 昌人
			山形県山形市松栄二丁目2番1号 財団法人山形県産業技術振興機構内
		(72) 発明者	小田 敦
			山形県山形市松栄二丁目2番1号 財団法人山形県産業技術振興機構内

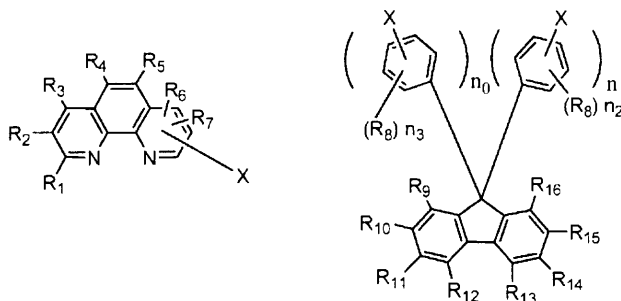
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 電子輸送性材料およびそれを用いた有機発光素子

(57) 【要約】

【課題】耐熱性に優れ、素子の優れた熱的特性が得られる新規の電子輸送性材料およびそれを用いた有機発光素子を提供する。

【解決手段】下記一般式で表されるフェナントロリン誘導体を電子輸送材料として用いて、有機発光素子を構成する。



(ここで、 R_6 , R_7 は、フェナントロリニル基とフルオレニル基との結合位置によって置換位置が変化する。 X は、フェナントロリニル基とフルオレニル基とを結ぶ単結合である。 n_0 , n_1 は、それぞれ独立に0～2の整数であり、 n_2 , n_3 は、置換基の数を表し、それぞれ独立に1～4の整数である。)

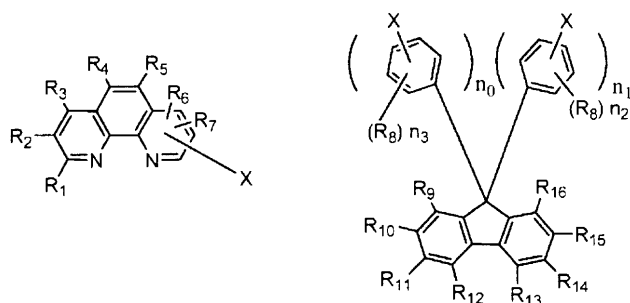
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記化学式 1 に示す一般式で表される電子輸送性材料。

【化 1】



10

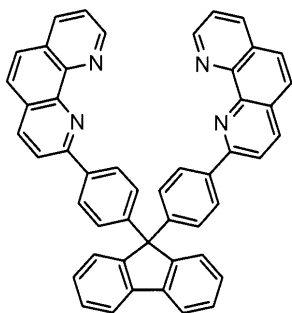
(ここで、 $R_1 \sim R_{16}$ は、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アラルケニル基、アラルキニル基、アリール基、シクロアリール基、ハロゲン基、ハロアルキル基、ハロアルケニル基、ハロアルキニル基、ハロアリール基、複素環、アルコキシ基、アリールオキシ基、ヒドロキシ基、アミノ基、アルキルアミノ基、アリールアミノ基、シアノ基、ニトロ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、アルデヒド基、カルボニル基、カルボキシ基、エステル基、カルバモイル基、シリル基およびシロキサニル基の中から選ばれ、同一でも、それぞれ異なる基であってもよい。 R_6 、 R_7 は、フェナントロリニル基とフルオレニル基との結合位置によって置換位置が変化する。 X は、フェナントロリニル基とフルオレニル基とを結ぶ単結合である。 n_0 、 n_1 は、それぞれ独立に 0 ~ 2 の整数であり、 n_2 、 n_3 は、置換基の数を表し、それぞれ独立に 1 ~ 4 の整数である。)

20

【請求項 2】

下記化学式 2 で表される電子輸送性材料。

【化 2】

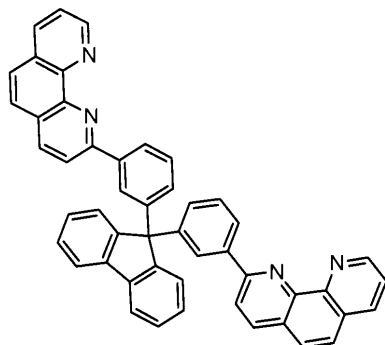


30

【請求項 3】

下記化学式 3 で表される電子輸送性材料。

【化 3】



40

【請求項 4】

50

請求項 1 から請求項 3 までのいずれかに記載の電子輸送材料を含む層を備えていることを特徴とする有機発光素子。

【請求項 5】

第 1 の電極、発光層および第 2 の電極をこの順に備えている有機発光素子であって、前記発光層が正孔輸送性発光剤と請求項 1 から請求項 3 までのいずれかに記載の電子輸送材料を含んでいることを特徴とする有機発光素子。

【請求項 6】

第 1 の電極、発光層、正孔阻止層および第 2 の電極をこの順に備えている有機発光素子であって、前記正孔阻止層が請求項 1 から請求項 3 までのいずれかに記載の電子輸送材料を含んでいることを特徴とする有機発光素子。

10

【請求項 7】

第 1 の電極、正孔輸送層、発光層、正孔阻止層および第 2 の電極をこの順に備えている有機発光素子であって、前記正孔阻止層が請求項 1 から請求項 3 までのいずれかに記載の電子輸送材料を含んでいることを特徴とする有機発光素子。

【請求項 8】

前記正孔阻止層と第 2 の電極との間に、該正孔阻止層に隣接して電子輸送層を備えていることを特徴とする請求項 6 または請求項 7 記載の有機発光素子。

【請求項 9】

前記第 1 の電極と正孔輸送層との間に、該正孔輸送層に隣接して正孔注入層を備えていることを特徴とする請求項 7 記載の有機発光素子。

20

【請求項 10】

前記正孔阻止層または前記電子輸送層には、金属または金属錯体がドーピングされていることを特徴とする請求項 6 から請求項 9 までのいずれかに記載の有機発光素子。

【請求項 11】

前記発光層が、少なくとも正孔輸送性発光剤と請求項 1 から請求項 3 までのいずれかに記載の電子輸送性材料とを含有する成分を分子分散させた層、または、これに発光剤がドーピングされている層であることを特徴とする請求項 5 から請求項 10 までのいずれかに記載の有機発光素子。

【請求項 12】

前記第 1 の電極が、透明基板上に透明導電性薄膜が形成されているものであることを特徴とする請求項 5 から請求項 11 までのいずれかに記載の有機発光素子。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、フェナントロリン誘導体からなる新規電子輸送性材料およびそれを用いた有機発光素子に関する。

【背景技術】

【0002】

有機発光素子は、有機化合物を発光材料とする自己発光型素子であり、高速度での発光が可能であるため、動画の表示に好適であり、また、素子構造が簡単でディスプレイパネルの薄型化が可能である等の特性を有している。このような優れた特性を有していることから、有機発光素子は、携帯電話や車載用ディスプレイとして、日常生活において普及しつつある。

40

【0003】

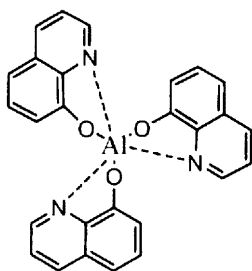
有機発光素子は、陽極／発光層／陰極を基本構造とする積層構造からなり、高効率、長寿命化を図るために、一般に、正孔または電子を輸送する機能を有する正孔輸送性材料または電子輸送性材料を含む層が挿入される。

この電子輸送性材料としては、従来、下記化学式 1 で表されるトリス（8 - キノリノラト）アルミニウム（以下、Alq₃と略記する）が広く用いられているが、これは、緑色に発光し、青色の発光を取り出すことができない。

50

【 0 0 0 4 】

【 化 1 】



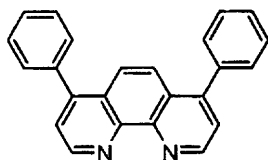
10

【 0 0 0 5 】

これに対しては、大きなエネルギーギャップを有する電子輸送性材料として、下記化学式 2 で表されるバソフェナントロリンや下記化学式 3 で表されるバソクプロイン等の新たな化合物も提案されている。

【 0 0 0 6 】

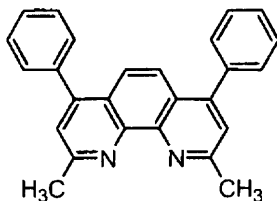
【 化 2 】



20

【 0 0 0 7 】

【 化 3 】



30

【 0 0 0 8 】

例えば、バソフェナントロリンは、電子移動度が高いことが知られており、また、セシウムをドーピングすることにより、低電圧化、高効率化を図ることができるという特性を有している（特許文献 1、2、非特許文献 1～3 等参照）。

また、バソクプロインは、燐光素子の正孔阻止剤にも利用されているものである（例えば、非特許文献 4 参照）。

【 特許文献 1 】 特許第 3 5 6 2 6 5 2 号公報

【 特許文献 2 】 特開 2 0 0 1 - 2 6 7 0 8 0 号公報

【 非特許文献 1 】 Shigeki Naka et al., Applied Physics Letters, 76(2), p.197

【 非特許文献 2 】 Junji Kido et al., Applied Physics Letters, 73(20), p.2866

【 非特許文献 3 】 岸上 他, 高分子討論会, 2 0 0 0 年, 第 4 9 巻, 第 1 1 号, p.3385

【 非特許文献 4 】 Chihaya Adachi et al., Applied Physics Letters, 77, p.904

40

【 発明の開示 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 9 】

しかしながら、上記各特許文献および非特許文献に記載されているような従来の材料は、平面的であり、結晶性が高く、非晶質な薄膜を維持することが困難であるという課題を有していた。さらに、耐熱性に劣ることから、素子内部で発生したジュール熱や外部環境温度により、素子劣化が促進されやすいものであった。

【 0 0 1 0 】

このように、有機発光素子の構成材料の耐熱性が低いことは、ファクシミリ、複写機、

50

液晶ディスプレイのバックライト、照明等の光源としては大きな問題であり、また、フルカラーフラットパネル・ディスプレイ等の表示素子としても望ましくない。

したがって、上記のような従来の電子輸送性材料よりも、熱的特性に優れた電子輸送性材料の開発が求められている。

【 0 0 1 1 】

本発明は、上記技術的課題を解決するためになされたものであり、熱的特性に優れた新規の電子輸送性材料およびそれを用いた有機発光素子を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

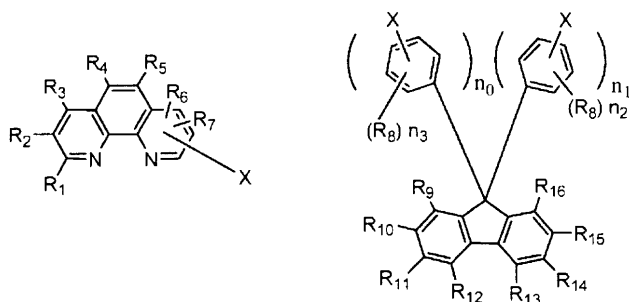
【 0 0 1 2 】

10

本発明に係る電子輸送性材料は、下記化学式 4 に示す一般式で表される化合物である。

【 0 0 1 3 】

【化 4】



20

【 0 0 1 4 】

前記化学式 4 において、 $R_1 \sim R_{16}$ は、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アラルケニル基、アラルキニル基、アリール基、シクロアリール基、ハロゲン基、ハロアルキル基、ハロアルケニル基、ハロアルキニル基、ハロアリール基、複素環、アルコキシ基、アリールオキシ基、ヒドロキシ基、アミノ基、アルキルアミノ基、アリールアミノ基、シアノ基、ニトロ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、アルデヒド基、カルボニル基、カルボキシ基、エステル基、カルバモイル基、シリル基およびシロキサニル基の中から選ばれ、同一でも、それぞれ異なる基であってもよい。 R_6 、 R_7 は、フェナントロリニル基とフルオレニル基との結合位置によって置換位置が変化する。 X は、フェナントロリニル基とフルオレニル基とを結ぶ単結合である。 n_0 、 n_1 は、それぞれ独立に 0 ~ 2 の整数であり、 n_2 、 n_3 は、置換基の数を表し、それぞれ独立に 1 ~ 4 の整数である。

30

このような化合物を用いた電子輸送性材料は、熱的特性に優れた有機発光素子を提供することができる。

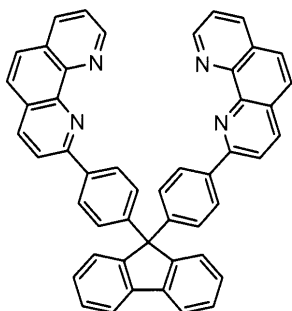
【 0 0 1 5 】

上記一般式で表される化合物の中でも、下記化学式 5 で表されるジフェナントロリニルフレオレン（以下、DPFと略称する）または下記化学式 6 で表される m-DPF が、特に好ましい。

40

【 0 0 1 6 】

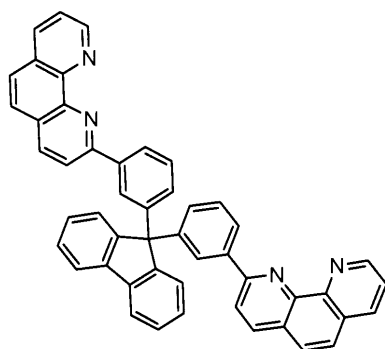
【化 5】



10

【 0 0 1 7 】

【化 6】



20

【 0 0 1 8 】

また、本発明に係る有機発光素子は、上記の電子輸送材料を含む層を備えていることを特徴とする。

上記の本発明に係る電子輸送材料を用いることにより、耐熱性に優れた素子を構成することができる。

【 0 0 1 9 】

また、本発明に係る有機発光素子は、第 1 の電極、発光層および第 2 の電極をこの順に備えている有機発光素子であって、前記発光層が正孔輸送性発光剤と上記の電子輸送材料を含んでいることが好ましい。

30

【 0 0 2 0 】

また、本発明に係る他の態様の有機発光素子は、第 1 の電極、発光層、正孔阻止層および第 2 の電極をこの順に備えている有機発光素子であって、前記正孔阻止層が上記の電子輸送材料を含んでいることを特徴とする。

【 0 0 2 1 】

さらに、本発明に係る他の態様の有機発光素子は、第 1 の電極、正孔輸送層、発光層、正孔阻止層および第 2 の電極をこの順に備えている有機発光素子であって、前記正孔阻止層が上記の電子輸送材料を含んでいることを特徴とする。

40

【 0 0 2 2 】

前記有機発光素子においては、前記正孔阻止層と第 2 の電極との間に、該正孔阻止層に隣接して電子輸送層を備え、また、前記第 1 の電極と正孔輸送層との間に、該正孔輸送層に隣接して正孔注入層を備えていてもよい。

【 0 0 2 3 】

さらに、前記正孔阻止層には、金属または金属錯体がドーピングされており、また、前記発光層が、少なくとも正孔輸送性発光剤と上記の電子輸送性材料とを含有する成分を分子分散させた層、または、これに発光剤がドーピングされている層であってもよい。

【 0 0 2 4 】

さらにまた、前記第 1 の電極は、透明基板上に透明導電性薄膜が形成されているものであることが好ましい。

50

【発明の効果】

【0025】

上述したとおり、本発明に係る電子輸送性材料は、電子輸送層、正孔阻止層として機能し、優れた耐熱性、薄膜安定性を有する。また、従来の代表的な電子輸送性材料である Alq_3 と比較して、大幅な低電圧化および素子効率の向上が図られるため、有機発光素子の信頼性を向上させることができる。

よって、本発明に係る有機発光素子は、長期間の安定した点灯が要求される用途である、OA コンピュータ用や壁掛けテレビ用のフラットパネル・ディスプレイ、また、照明機器、複写機の光源、液晶ディスプレイや計器類のバックライト光源等の面発光体としての特徴を生かした光源、表示板、標識灯への応用が期待される。

10

【発明を実施するための最良の形態】

【0026】

以下、本発明について、より詳細に説明する。

本発明に係る電子輸送性材料は、前記化学式 4 に示す一般式で表される化合物である。

このようなフェナントロリン誘導体は、三次元的な構造を有する化合物であり、耐熱性に優れており、電子輸送性材料として用いることにより、従来よりも、有機発光素子の熱的特性の向上を図ることができる。

【0027】

前記化学式 4 において、 $R_1 \sim R_{16}$ は、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アラルケニル基、アラルキニル基、アリール基、シクロアリール基、ハロゲン基、ハロアルキル基、ハロアルケニル基、ハロアルキニル基、ハロアリール基、複素環、アルコキシ基、アリールオキシ基、ヒドロキシ基、アミノ基、アルキルアミノ基、アリールアミノ基、シアノ基、ニトロ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、アルデヒド基、カルボニル基、カルボキシ基、エステル基、カルバモイル基、シリル基およびシロキサニル基の中から選ばれ、同一でも、それぞれ異なる基であってもよい。 R_6 、 R_7 は、フェナントロリニル基とフルオレニル基との結合位置によって置換位置が変化する。 X は、フェナントロリニル基とフルオレニル基とを結ぶ単結合である。 n_0 、 n_1 は、それぞれ独立に 0 ~ 2 の整数であり、 n_2 、 n_3 は、置換基の数を表し、それぞれ独立に 1 ~ 4 の整数である。

20

【0028】

30

上記置換基のうち、アルキル基とは、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の飽和脂肪族炭化水素基を示すものであり、直鎖状であっても分岐鎖状であってもよい。

シクロアルキル基とは、例えば、シクロヘキシル基、ノルボルニル基、アダマンチル基等の飽和脂環式炭化水素基を示しており、無置換であっても置換されていてもよい。

アルケニル基とは、例えば、ビニル基、アリル基、ブタジエニル基等の二重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示しており、直鎖状であっても分岐鎖状であってもよい。

シクロアルケニル基とは、例えば、シクロヘキセニル基、シクロペンタジエニル基等の二重結合を含む不飽和脂環式炭化水素基を示しており、無置換であっても置換されていてもよい。

40

アルキニル基とは、例えば、アセチレニル基等の三重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示す。

アラルキル基とは、例えば、ベンジル基、フェニルエチル基等の飽和脂肪族炭化水素を介した芳香族炭化水素基を示す。飽和脂肪族炭化水素基および芳香族炭化水素基は、無置換であっても置換されていてもよい。

アラルケニル基とは、例えば、スチリル基、ジフェニルビニル基等の不飽和脂肪族炭化水素を介した芳香族炭化水素基を示す。不飽和炭化水素基および芳香族炭化水素基は、無置換であっても置換されていてもよい。

アラルキニル基とは、例えば、フェニルアセチリル基等の不飽和脂肪族炭化水素を介した芳香族炭化水素基を示しており、芳香族炭化水素基は、無置換であっても置換されて

50

いてもよい。

アリール基は、例えば、フェニル基、ナフチル基、アントラニル基等の芳香族炭化水素を示しており、芳香族炭化水素は、無置換であっても置換されていてもよい。

シクロアリール基とは、例えば、シクロフェニル基、テトラヒドロナフタレン基等の飽和または不飽和脂環式炭化水素基を含む芳香族炭化水素基を示しており、無置換であっても置換されていてもよい。

ハロゲン基とは、フッ素、塩素、臭素およびヨウ素のいずれかを示す。

ハロアルキル基、ハロアルケニル基またはハロアルキニル基とは、例えば、トリフルオロメチル基等のアルキル基、アルケニル基またはアルキニル基の一部または全部がハロゲンで置換されたものである。

ハロアリール基とは、例えば、クロロフェニル基、ジクロロフェニル基、クロロナフチル基等のハロゲン置換芳香族炭化水素基を示す。ハロゲン置換基以外の残りの置換可能部位は、無置換であっても置換されていてもよい。

複素環基は、炭素以外に、窒素、酸素または酸素のいずれかを環構成元素として含む基を示す。例えば、トリアジン、オキサゾール、オキサジアゾール、チアゾール、チアジアゾール、フラン、フラザン、チオフエン、ピラン、ピロール、ピラゾール、イミダゾール、イミダゾリジン、イミダゾリン、クマロン、クロメン、インドール、インドリン、イソクマロン、シンノリン、キナゾリン、キノキサリン、フタラジン、フェノチアジン、アクリジン、フェナンソリジン、キノリン、イソキノリン、ナフチリジン、ピリジン、ピリミジン、トリアゾール、カルバゾール等が挙げられ、無置換であっても置換されていてもよい。

アルコキシ基とは、例えば、メトキシ基等のエーテル結合を介した飽和脂肪族炭化水素基を示しており、直鎖状であっても分岐鎖状であってもよい。

アリールオキシ基とは、例えば、フェノキシ基等のエーテル結合を介した芳香族炭化水素基を示しており、芳香族炭化水素基は、無置換であっても置換されていてもよい。

アルキルアミノ基は、例えば、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基等の窒素原子を介した脂肪族炭化水素基を示しており、脂肪族炭化水素基は、直鎖状であっても分岐状であってもよい。

アリールアミノ基は、例えば、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基等の窒素原子を介した芳香族炭化水素基を示しており、芳香族炭化水素基は、無置換であっても置換されていてもよい。

アルキルチオ基とは、アルコキシ基の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。

アリールチオ基とは、アリールオキシ基の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。

シリル基とは、例えば、トリメチルシリル基等のケイ素化合物基を示す。

シロキサニル基とは、例えば、トリメチルシロキサニル基等のエーテル結合を有するケイ素化合物基を示す。

【0029】

以下、上記一般式で表される化合物のうち、具体的な化合物の構造を例示する。

まず、化学式7に、結合位置可変であり、置換基のない基本骨格を列挙する。

【0030】

10

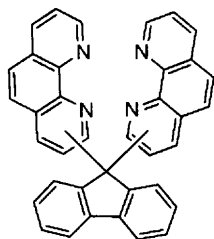
20

30

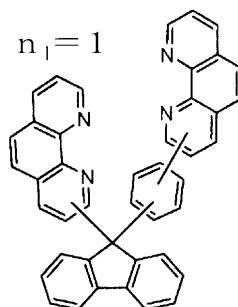
40

【化 7】

$$n_0 = n_1 = 0$$

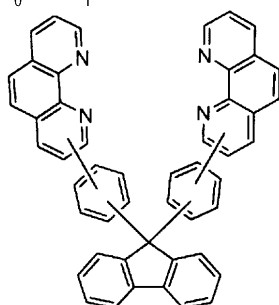


$$n_0 = 0, n_1 = 1$$

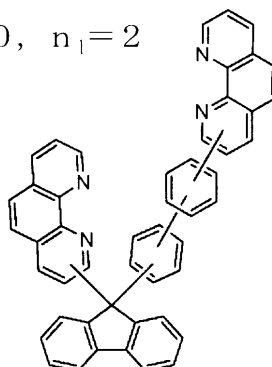


10

$$n_0 = n_1 = 1$$

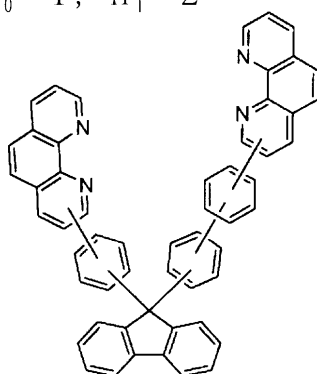


$$n_0 = 0, n_1 = 2$$

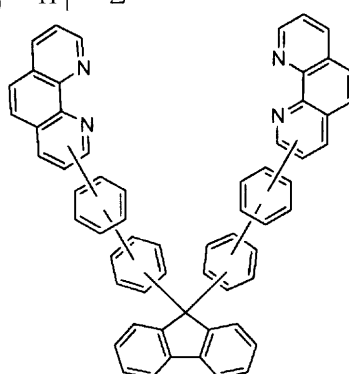


20

$$n_0 = 1, n_1 = 2$$



$$n_0 = n_1 = 2$$



30

【 0 0 3 1 】

さらに、下記化学式 8 ~ 16 に、前記化学式 7 に記載した基本骨格において、結合位置を固定した骨格を例示する。

フェナントロリニル基とフルオレニル基との間の結合位置の第 1 順位は、フェナントロリニル基の 2 位と、フェナントロリニル基とフルオレニル基との間の結合基の置換位置がパラ位で結合したものである。第 2 順位は、フェナントロリニル基の 2 位と、フェナントロリニル基とフルオレニル基との間の結合基の置換位置がオルト位またはメタ位で結合したものである。第 2 順位以降は、フェナントロリニル基の 3 位または 4 位と、フェナントロリニル基とフルオレニル基との間の結合基の置換位置がパラ位、メタ位またはオルト位のいずれかと結合したものとなる。

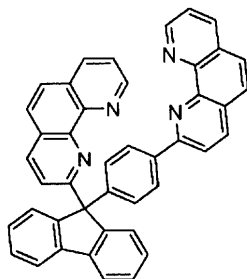
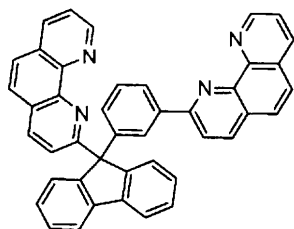
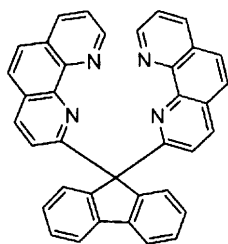
40

下記化学式 8 ~ 12 には、第 1 および第 2 順位の結合位置の基本骨格を示す。

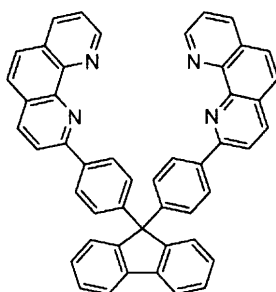
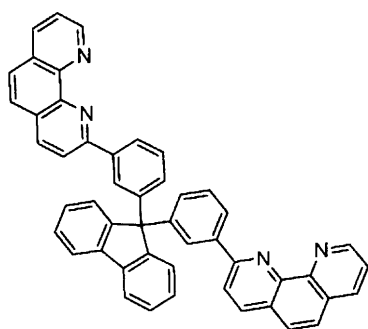
また、下記化学式 13 ~ 16 には、その他の基本骨格を示す。

【 0 0 3 2 】

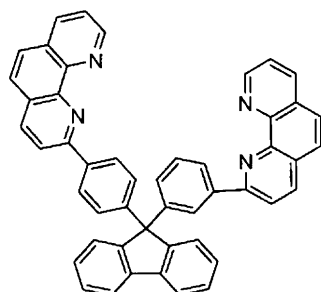
【化 8】



10



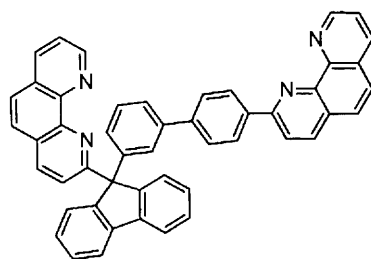
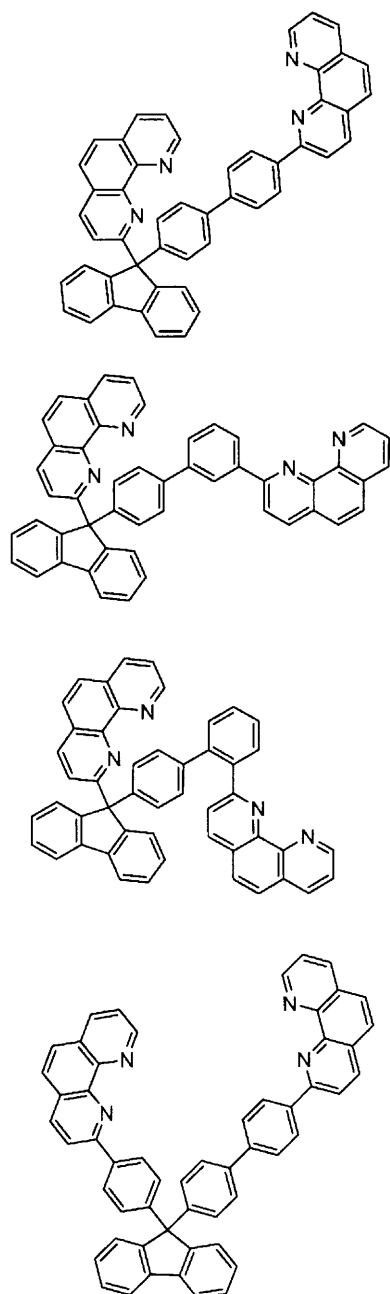
20



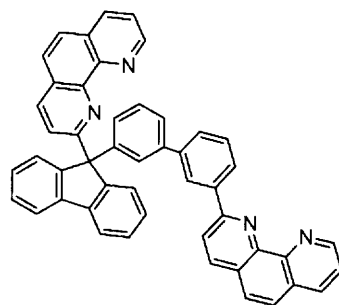
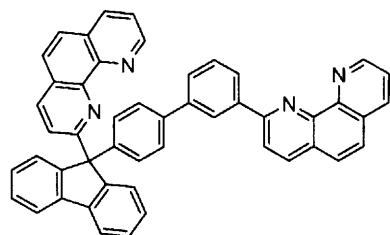
30

【 0 0 3 3 】

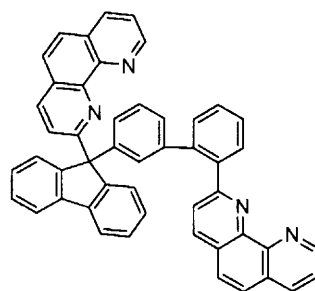
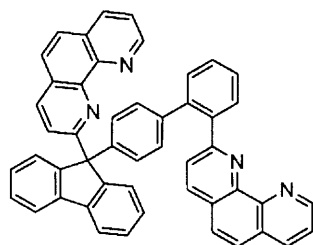
【化 9】



10



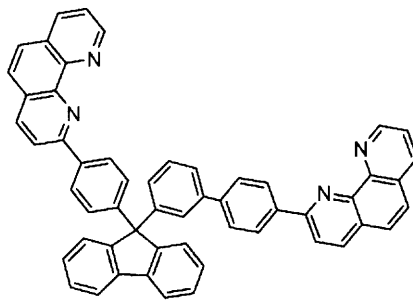
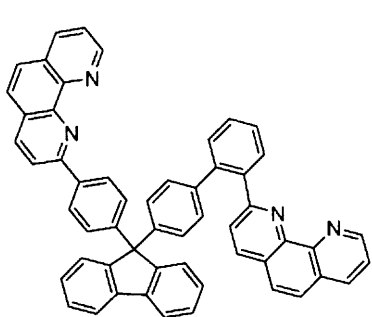
20



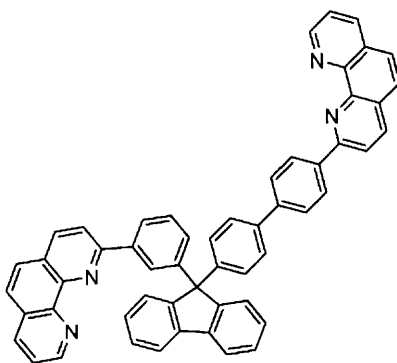
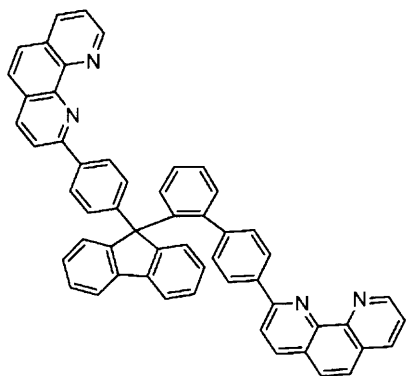
30

【 0 0 3 4 】

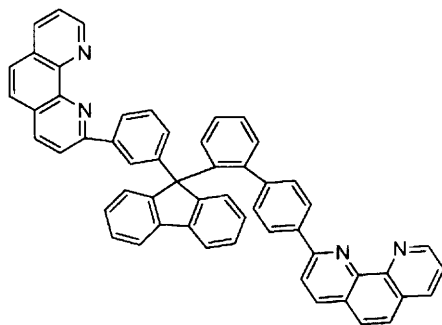
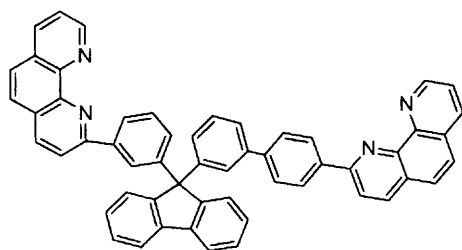
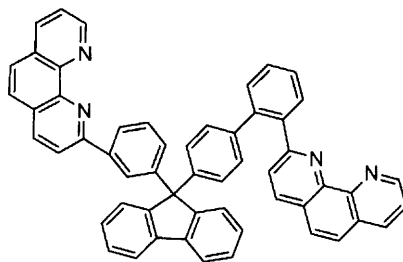
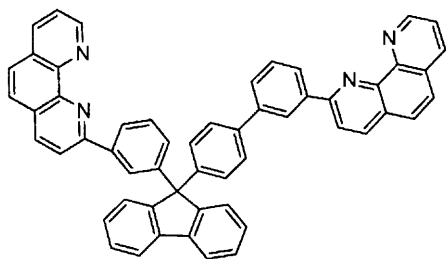
【化 10】



10



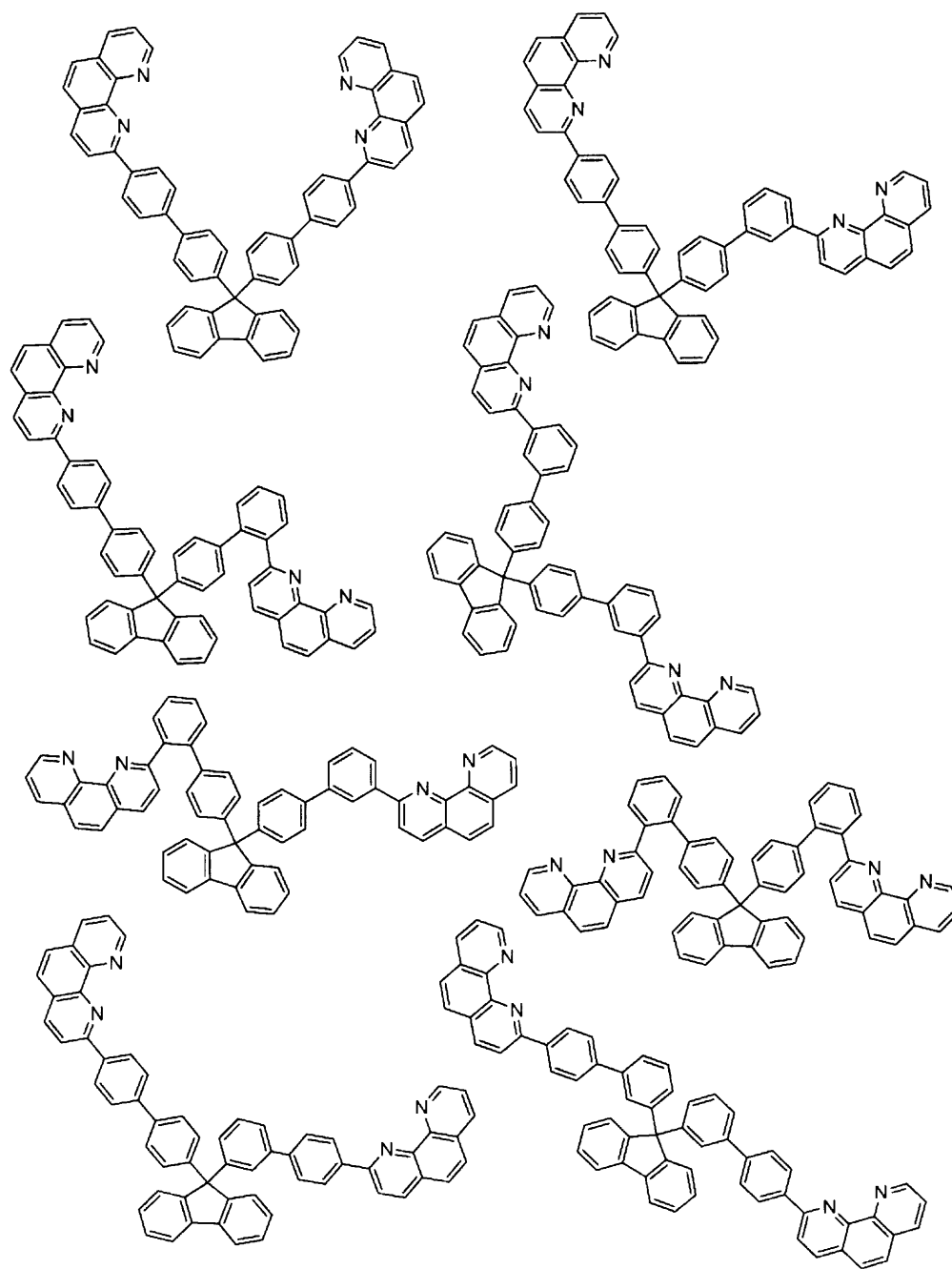
20



30

【 0 0 3 5 】

【化 1 1】



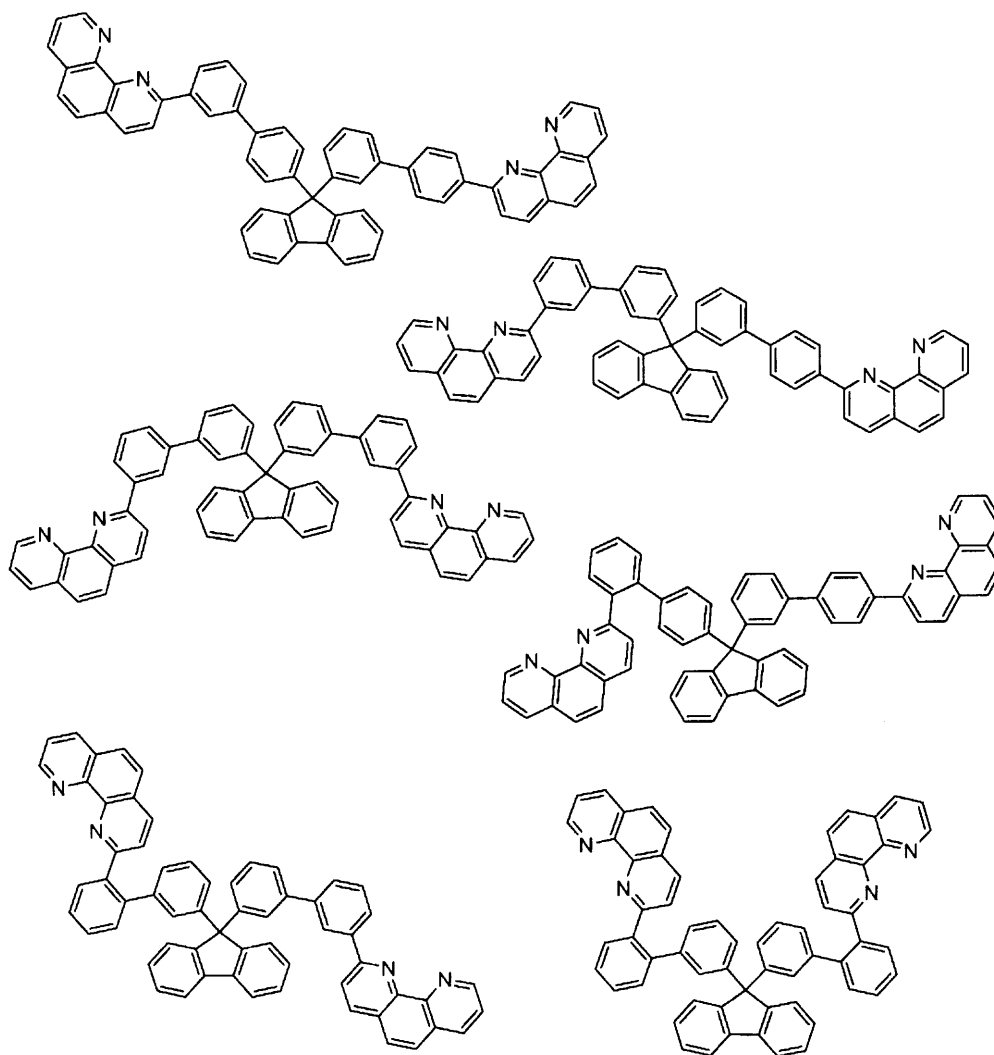
10

20

30

【 0 0 3 6 】

【化 1 2】



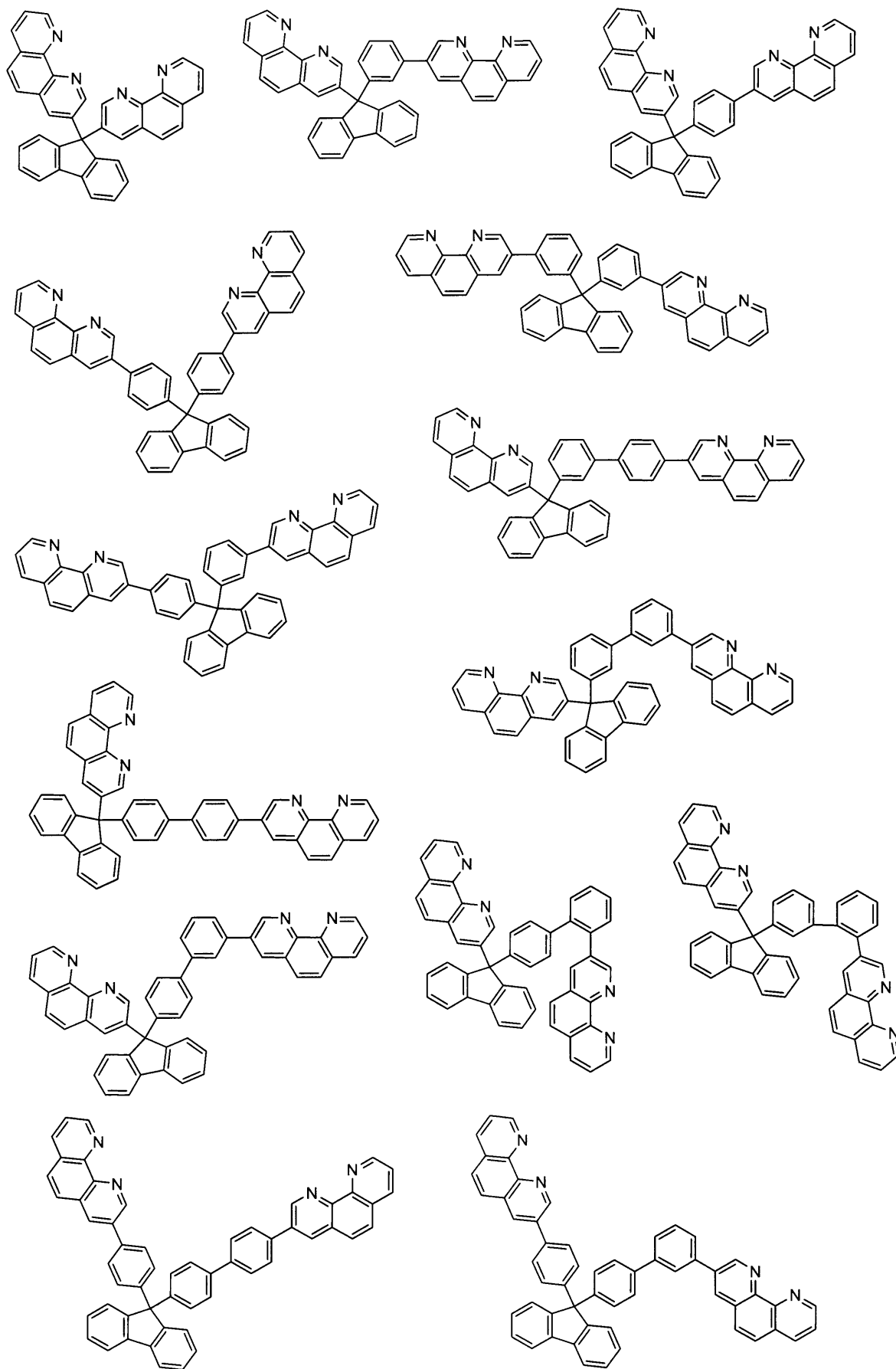
10

20

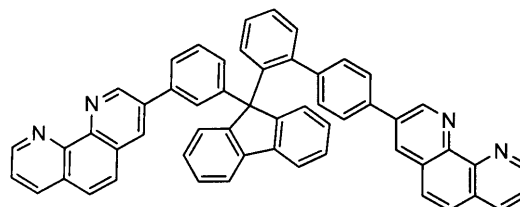
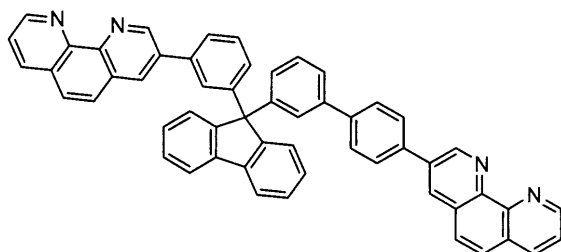
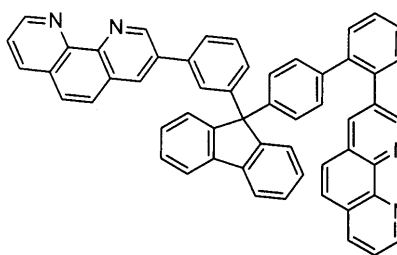
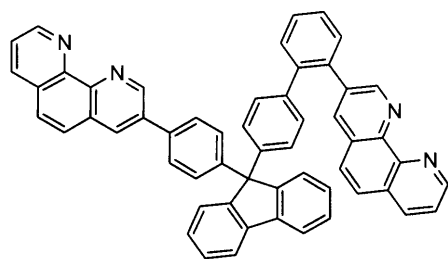
【 0 0 3 7】

30

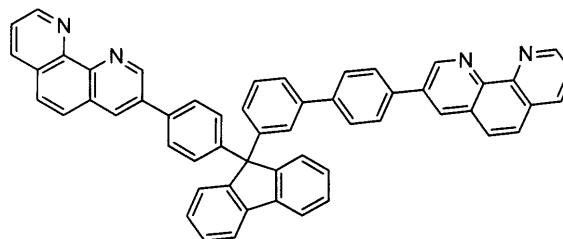
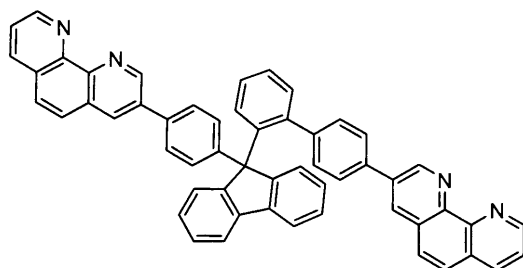
【化 1 3】



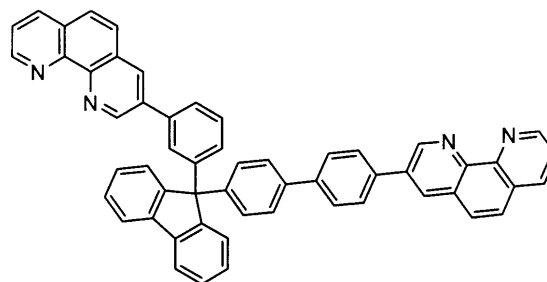
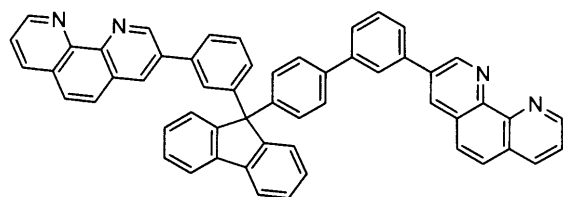
【化 1 4】



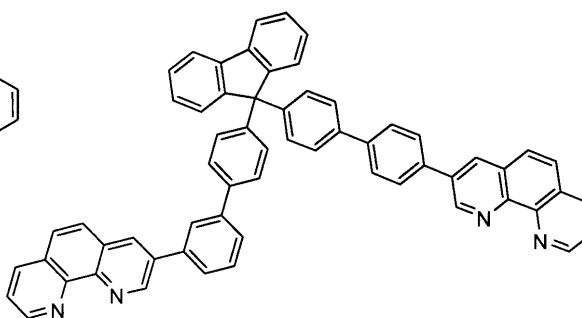
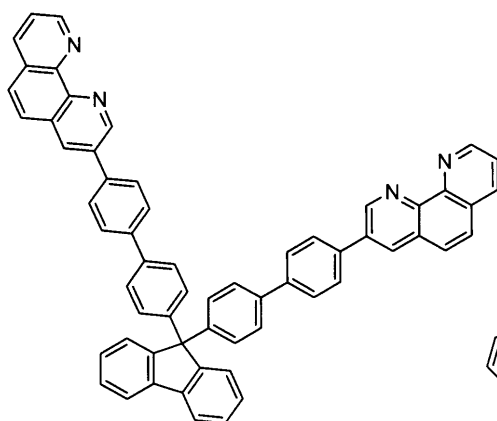
10



20



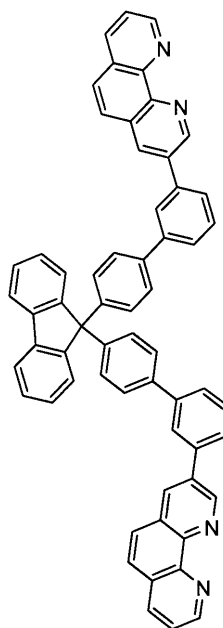
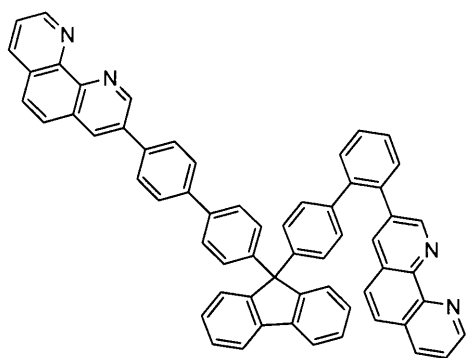
30



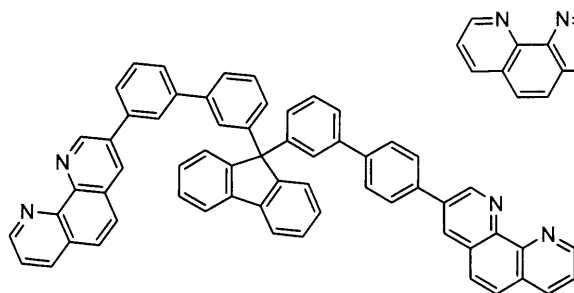
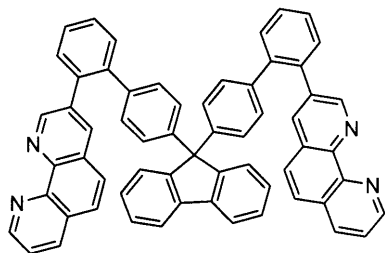
40

【 0 0 3 9】

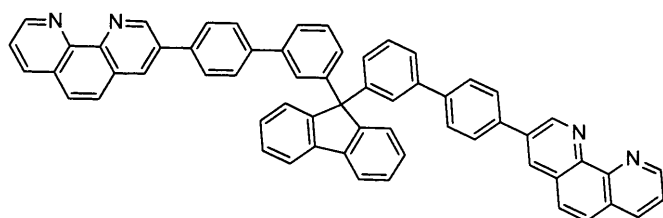
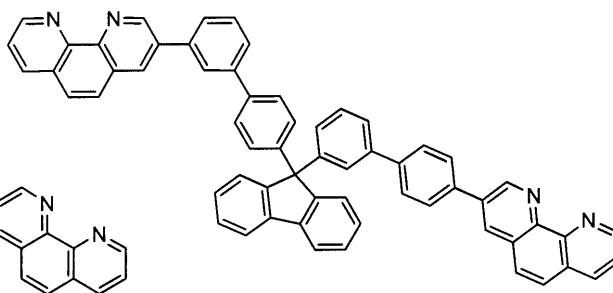
【化 1 5】



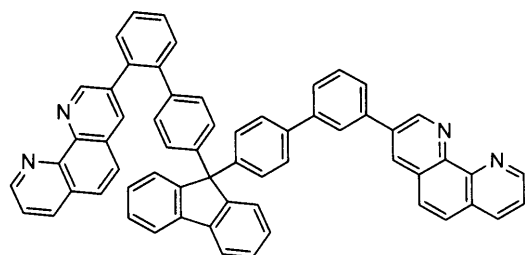
10



20



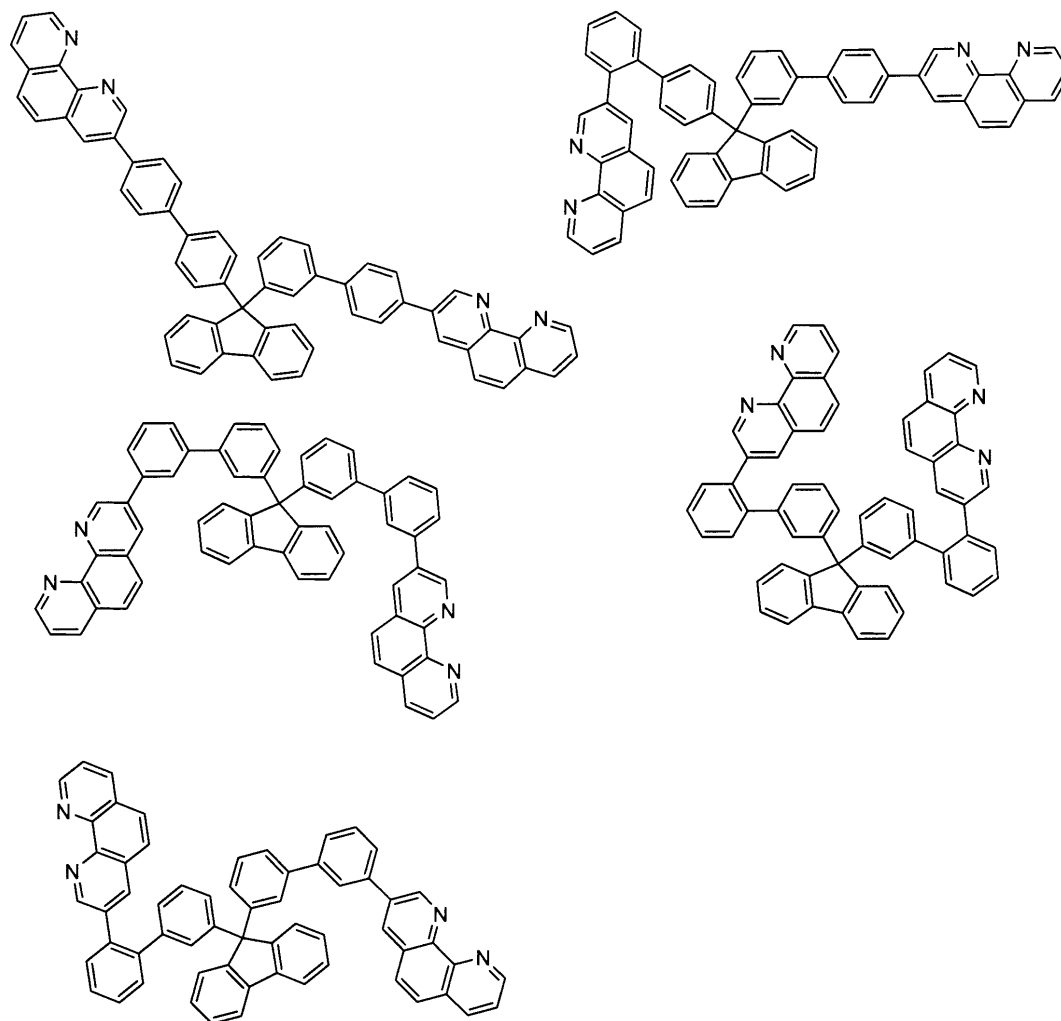
30



40

【 0 0 4 0 】

【化 1 6】



10

20

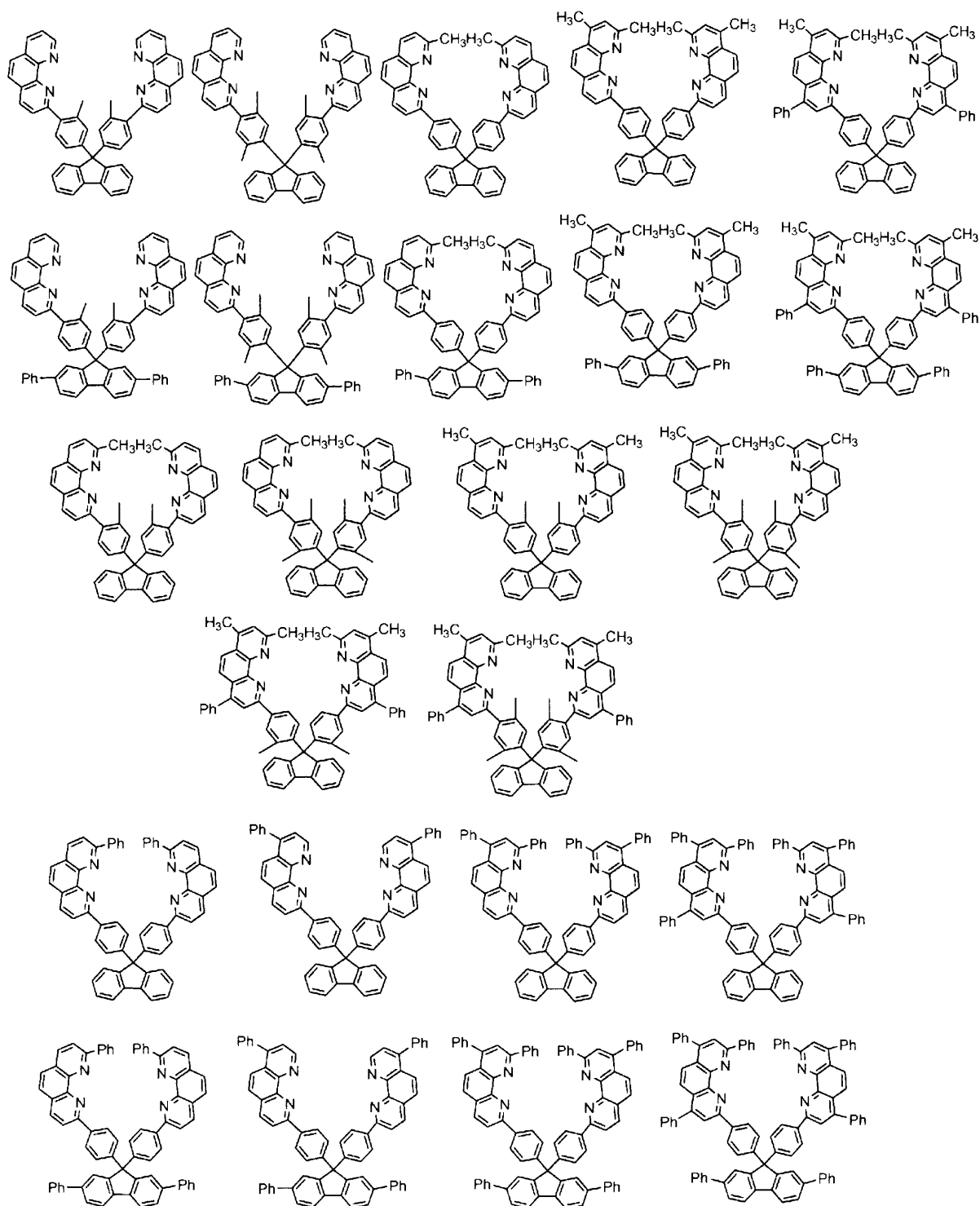
【 0 0 4 1】

さらに、下記化学式 1 7 ~ 2 2 に、上記基本骨格のうち、代表的な一つの構造について、化学式 7 で表される一般式における $R_1 \sim R_{16}$ の置換基のいずれかを導入した化合物の構造式を例示する。

30

【 0 0 4 2】

【化 17】



10

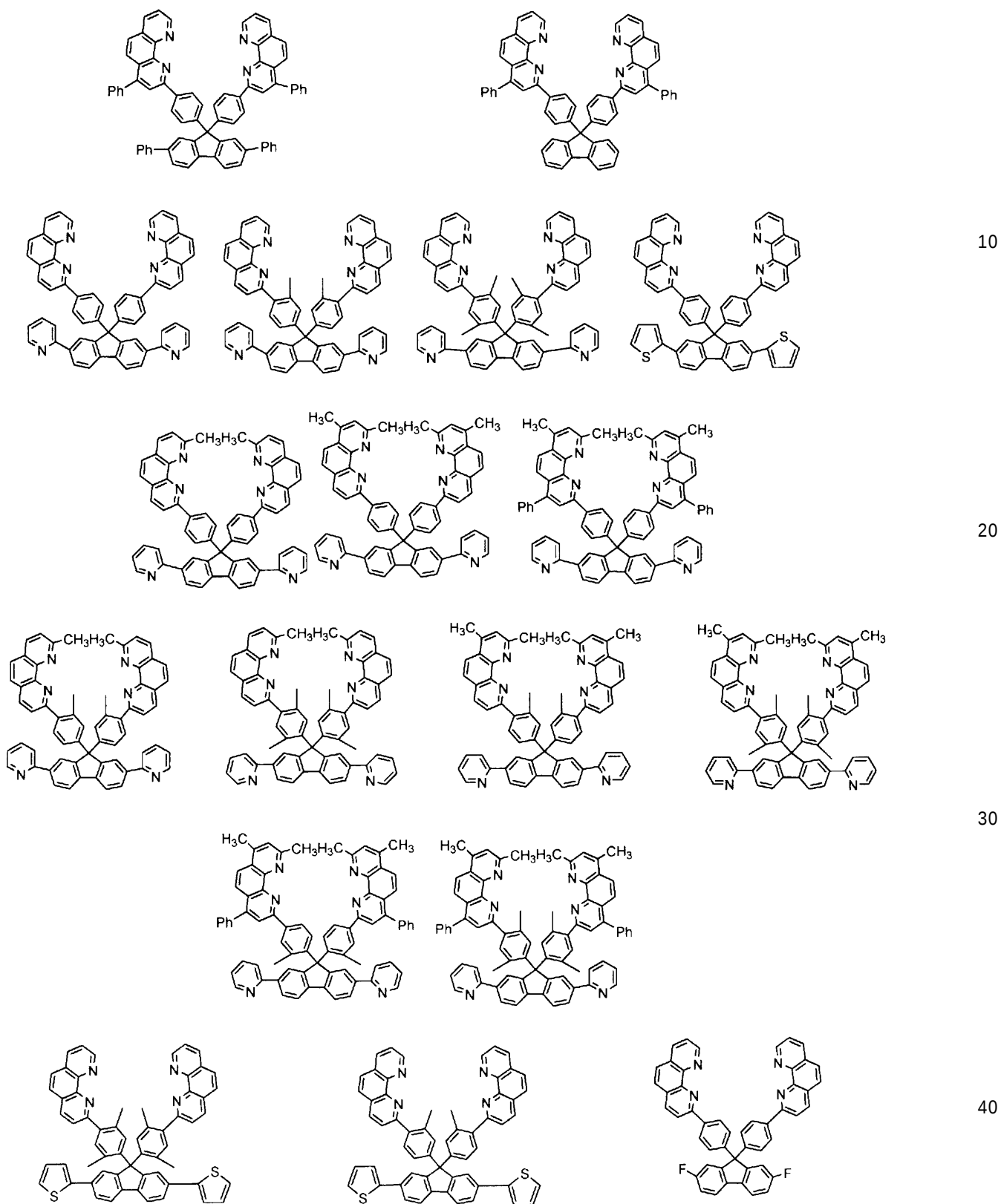
20

30

40

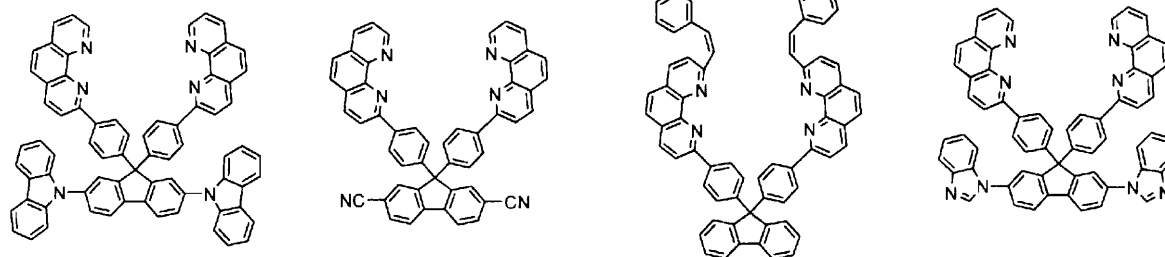
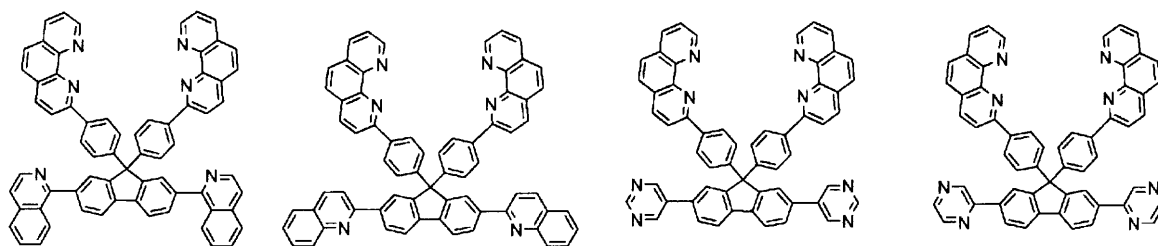
【 0 0 4 3 】

【化 1 8】

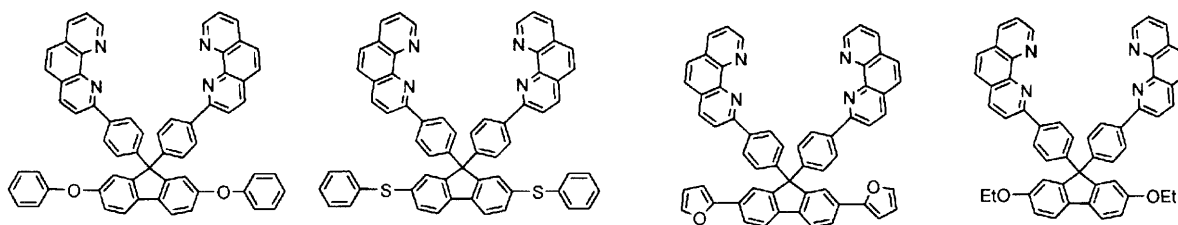


【 0 0 4 4 】

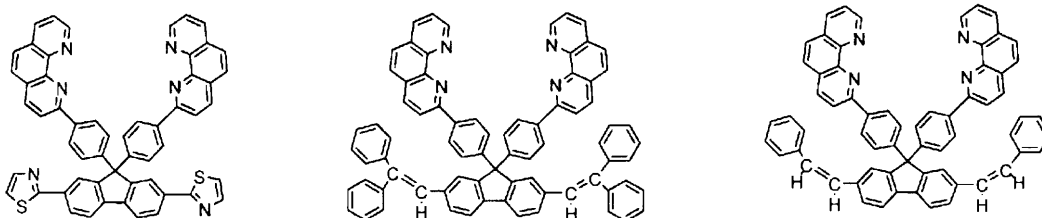
【化 1 9】



10



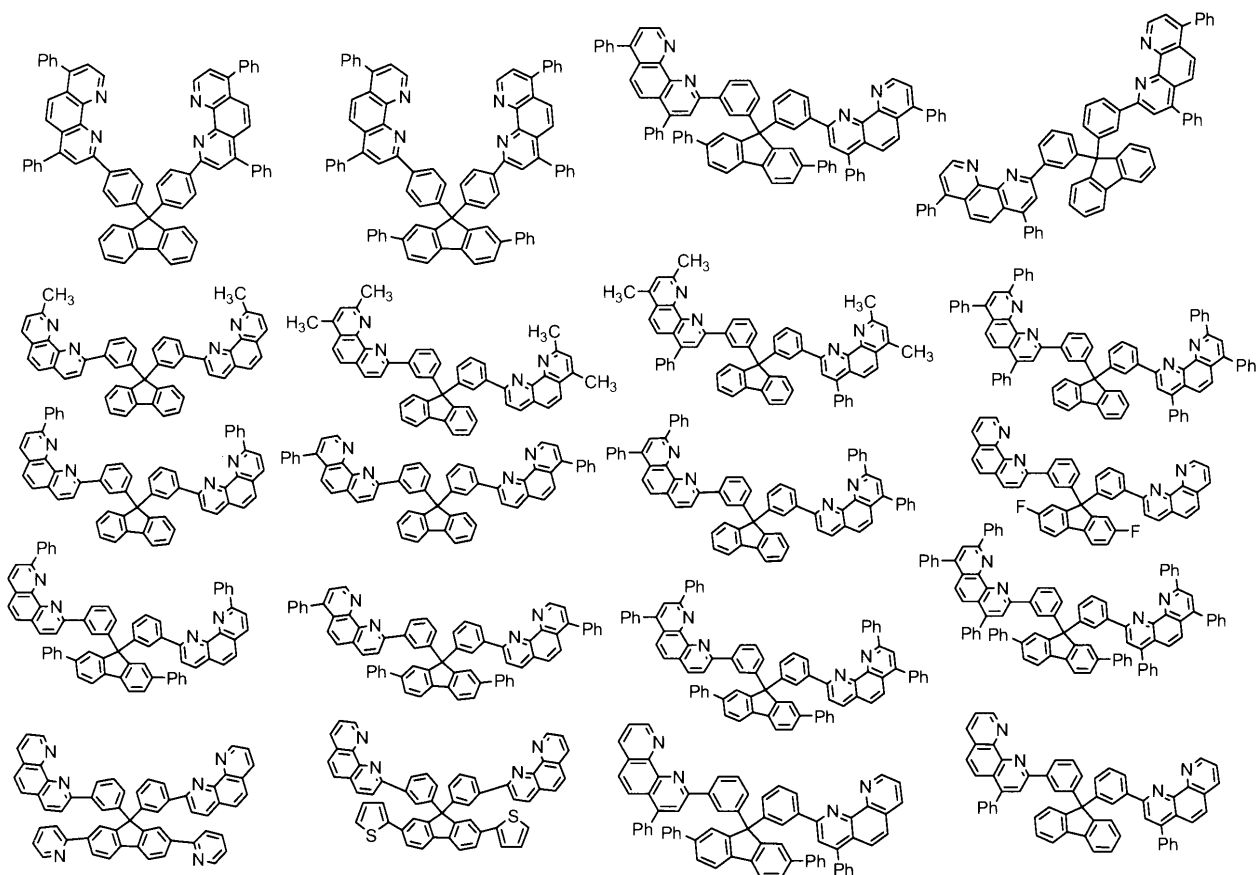
20



30

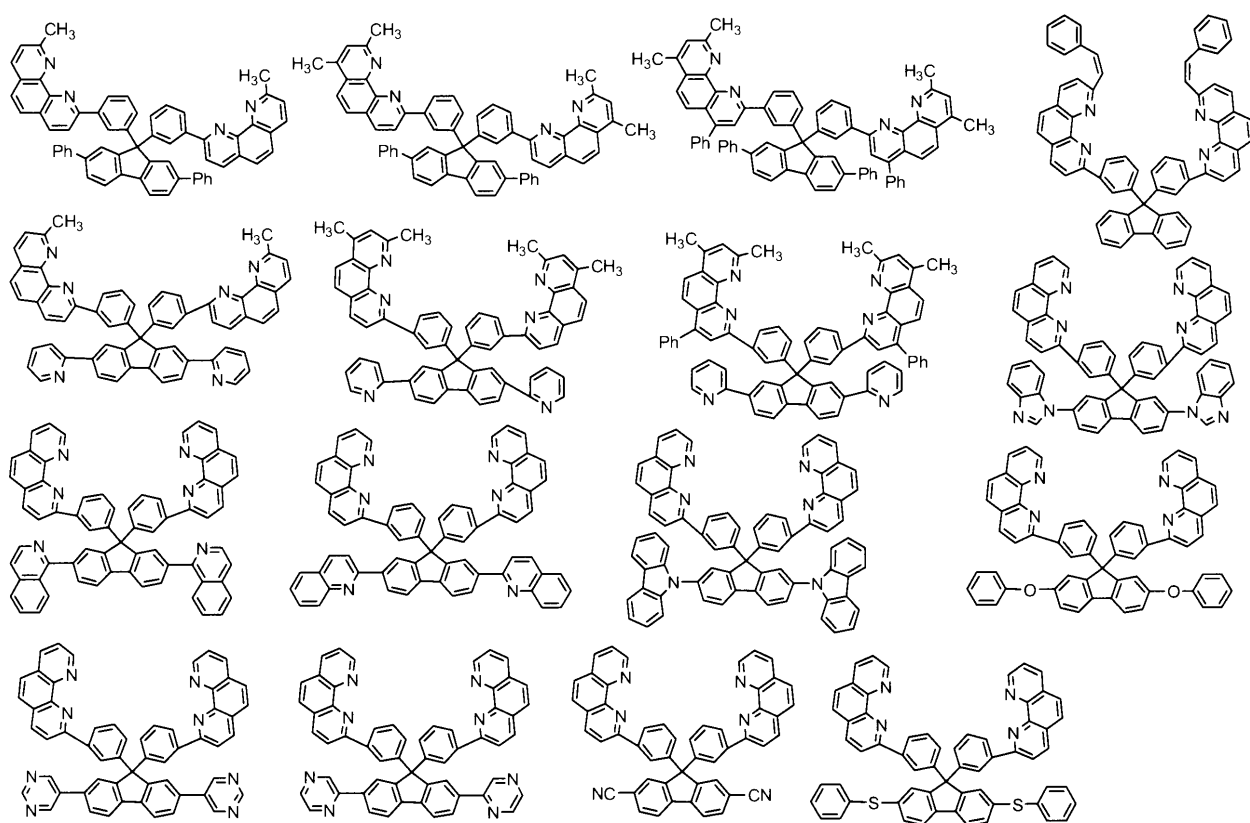
【 0 0 4 5】

【化 2 0】



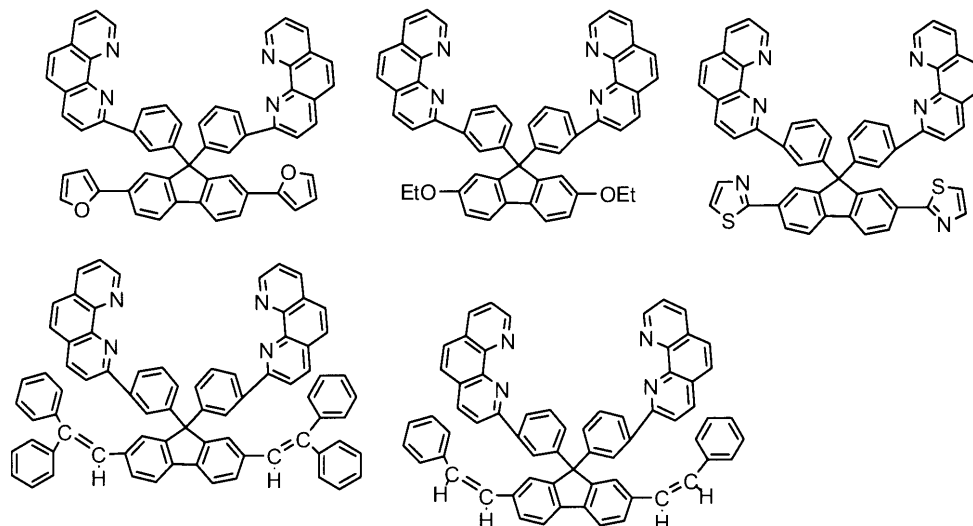
【 0 0 4 6】

【化 2 1】



【 0 0 4 7】

【化 2 2】



10

【0048】

上記化学式 17 ~ 22 に例示した化合物の中でも、前記化学式 5 で表される DPF または化学式 6 で表される m-DPF が、特に好ましい。

【0049】

一般に、有機発光素子は、加熱蒸発源からの有機化合物の蒸気により有機薄膜を形成することにより、素子作製が行われる。このため、有機発光素子に用いられる有機化合物は、加熱蒸発源での加熱に耐え得る耐熱性を要求される。

20

DPF、m-DPF は、5% 重量損失温度が 500 以上にあり、加熱蒸発源での加熱に耐えられる優れた熱的特性を有する化合物である。

ここで、重量損失温度とは、有機化合物が分解を生じる温度の目安を表すものであり、この温度が高いほど、分解温度が高く、耐熱性に優れていると言える。

【0050】

また、有機発光素子は、自動車内等の高温の使用環境も想定されるが、DPF、m-DPF は、ガラス転移温度（以下、T_g と略称する）を有し、非晶質性であるため、薄膜の結晶化による素子破壊を抑制することができる。しかも、170 以上と高い T_g を示すことから、高温環境下での使用にも耐えられる。

30

ここで、T_g とは、有機化合物の相転移温度の尺度を表すものであり、非晶質性を有する有機化合物に見られる。非晶質性有機化合物は、良好な有機化合物薄膜を形成し、特に、T_g の高い有機化合物は、高温環境下での薄膜維持能に優れ、薄膜破壊が生じにくい有機発光素子を作製することができる。

【0051】

一方、従来から用いられていたバソフェナントロリン、バソクプロインの融点は、それぞれ、218、279（Aldrich 社カタログ参照）であり、DPF の融点に比べて低い。

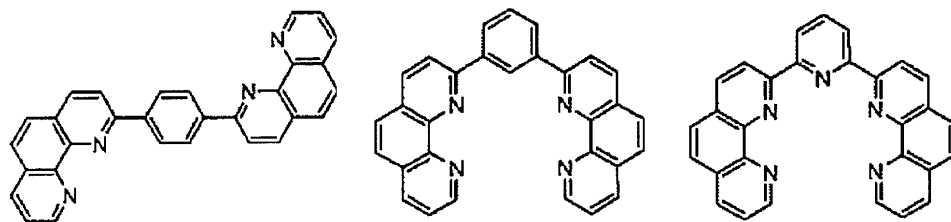
また、下記化学式 23 で表される DPB 等のフェナントロリン誘導体も、いずれも、5% 重量損失温度は 490 以下であり、DPF よりも低く、また、T_g は現れず、結晶性を有する。

40

すなわち、本発明に係る電子輸送材料であるフェナントロリン誘導体は、従来のフェナントロリン誘導体よりも、熱的特性に優れたものである。

【0052】

【化 2 3】



【0053】

本発明に係る電子輸送性材料の代表として掲げたDPFは、具体的には、下記実施例に示すような方法により合成することができる。なお、原料として用いた8-アミノ-7-キノリンカルボアルデヒドは、特開平2004-311184号公報に記載されている方法に準じて、合成することができる。

10

【0054】

本発明に係る電子輸送性材料の合成における反応溶媒としては、エタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類、アルキレングリコールモノアルキルエーテル、アルキレングリコールジアルキルエーテル等のエーテル類、ジメチルホルムアミド(DMF)、DMSO等の非プロトン性極性溶媒を使用することが好ましい。これらのうち、アルキレングリコールモノアルキルエーテル類のエチレングリコールモノエチルエーテル(エチルセロソルブ)が特に好ましい。

20

また、反応補助剤としては、アルカリ性にするものが用いられる。無機材料の場合には、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属塩、水酸化バリウム等のナトリウム、カリウム等のアルカリ金属水酸塩、バリウム等のアルカリ土類水酸塩が挙げられ、また、有機材料の場合には、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属のアルコラート、カルシウム等のアルカリ土類金属のアルコラートやトリエチルアミン等のアミン化合物が挙げられる。

なお、ニトリル体合成の場合は、反応溶媒としては、DMF、DMSO、NMP等の非プロトン性極性溶媒を用いることが好ましく、これらのうち、特に、DMFが好ましい。この場合の反応補助剤としては、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸セシウム等の金属炭酸塩を用いることが好ましく、特に、炭酸カリウム、炭酸セシウムが好ましい。

30

また、アセチル体合成の場合は、反応溶媒としては、ジエチルエーテル、THF、CPME等のエーテル系溶媒を用いることが好ましく、これらのうち、特に、CPME、THFが好ましい。

本発明に係る電子輸送性材料の合成反応は、大気中でも反応は進行するが、窒素、ヘリウム、ネオン、アルゴン等の不活性気体下で行うことが好ましい。

【0055】

上記のような耐熱性に優れた電子輸送材料を含む層を備えた有機発光素子は、従来よりも熱的特性の向上が図られる。

前記電子輸送材料を含む層を備えた有機発光素子の具体的な構成としては、第1の電極/発光層/第2の電極を備えた単層型であり、前記発光層に、正孔輸送性発光剤と上記の電子輸送材料が含まれているものが挙げられる。

40

【0056】

また、二層型のものとしては、第1の電極/発光層/正孔阻止層/第2の電極を備えており、前記正孔阻止層に、上記の電子輸送材料が含まれているもの、さらに、多層型のものとしては、第1の電極/正孔輸送層/発光層/正孔阻止層/第2の電極を備えており、前記正孔阻止層に、上記の電子輸送材料が含まれているものが挙げられる。

【0057】

さらに、前記有機発光素子においては、正孔阻止層/第2の電極の間に、該正孔阻止層に隣接して電子輸送層を備えていてもよい。

すなわち、第1の電極/発光層/正孔阻止層/電子輸送層/第2の電極、あるいはまた

50

、第 1 の電極 / 正孔輸送層 / 発光層 / 正孔阻止層 / 電子輸送層 / 第 2 の電極のような多層型でもよい。

【 0 0 5 8 】

また、第 1 の電極 / 正孔輸送層の間に、該正孔輸送層に隣接して正孔注入層を備えていてもよい。

すなわち、第 1 の電極 / 正孔注入層 / 正孔輸送層 / 発光層 / 正孔阻止層 / 第 2 の電極、あるいはまた、第 1 の電極 / 正孔注入層 / 正孔輸送層 / 発光層 / 正孔阻止層 / 電子輸送層 / 第 2 の電極のような多層型でもよい。

【 0 0 5 9 】

本発明に係る有機発光素子の構成要素のうち、基板は、有機発光素子の支持体となるものであり、基板側が発光面となる場合、可視光において透光性を有する透明基板を用いる。光透過率は 8 0 % 以上であることが好ましく、8 5 % 以上であることが好ましい。より好ましくは、9 0 % 以上である。

前記透明基板としては、一般に、B K 7、B a K 1、F 2 等の光学ガラス、石英ガラス、無アルカリガラス、ホウケイ酸ガラス、アルミノケイ酸ガラス等のガラス基板、P M M A 等のアクリル樹脂、ポリカーボネート、ポリエーテルスルホネート、ポリスチレン、ポリオレフィン、エポキシ樹脂、ポリエチレンテレフタレート等のポリエステル等のポリマー基板が用いられる。

前記基板の厚さは、通常、0 . 1 ~ 1 0 mm 程度のものが用いられるが、機械的強度、重量等を考慮して、0 . 3 ~ 5 mm であることが好ましく、0 . 5 ~ 2 mm であることが

【 0 0 6 0 】

また、本発明においては、前記基板上に、第 1 の電極が設けられることが好ましい。この第 1 の電極は、通常、陽極であり、仕事関数の大きい (4 e V 以上) 金属、合金、導電性化合物等により構成されるが、前記透明基板上に透明電極として形成されることが好ましい。

この透明電極には、酸化インジウム錫 (I T O)、酸化インジウム亜鉛、酸化亜鉛等の金属酸化物が一般的に用いられ、特に、透明性や導電性等の観点から、I T O が好適に用いられる。

この透明電極の膜厚は、透明性および導電性の確保のため、8 0 ~ 4 0 0 n m であることが好ましく、1 0 0 ~ 2 0 0 n m であることがより好ましい。

陽極の形成は、通常、スパッタリング法、真空蒸着法等により行われ、透明導電性薄膜として形成されることが好ましい。

【 0 0 6 1 】

一方、前記陽極が第 1 の電極である場合、これに対向する第 2 の電極である陰極は、仕事関数の小さい (4 e V 以下) 金属、合金、導電性化合物により構成される。例えば、アルミニウム、アルミニウム - リチウム合金、マグネシウム - 銀合金等が挙げられる。

前記陰極の膜厚は、1 0 ~ 5 0 0 n m であることが好ましく、5 0 ~ 2 0 0 n m であることがより好ましい。

【 0 0 6 2 】

前記陽極および陰極は、スパッタリング法やイオンプレーティング法、蒸着法等の通常用いられる方法で成膜することにより形成することができる。

【 0 0 6 3 】

また、本発明に係る有機発光素子の発光層は、少なくとも正孔輸送性発光剤と上記の本発明に係る電子輸送性材料とを含有する成分が分子分散された膜からなることが好ましい。

前記正孔輸送性発光剤としては、公知のものを用いることができ、例えば、トリフェニルアミン誘導体、カルバゾール誘導体、スチリルアミン誘導体に代表される芳香族アミン化合物、スチルベン誘導体、ジスチリル誘導体等が挙げられる。

【 0 0 6 4 】

あるいはまた、発光層は、前記正孔輸送性発光剤およびDPF等の本発明に係るフェナントロリン誘導体である電子輸送材料を含み、さらに、他の発光剤がドーブされているものであってもよい。

このドーブされる発光剤も、公知のものを用いることができ、例えば、アントラセン、ペリレン、ピレン、ルブレンなどの縮合系芳香族炭化水素、クマリン誘導体、ナフタルイミド誘導体、ペリノン誘導体、Eu、Tb等の希土類金属錯体、ジシアノメチレンピラン誘導体、ジシアノメチレンチオピラン誘導体、アクリジン誘導体、アクリドン系誘導体、ローダミン誘導体、シアニン色素誘導体、フルオレセイン誘導体、アクリジン誘導体、アクリドン誘導体、キナクリドン誘導体、スクアリリウム誘導体、イリジウム錯体、白金錯体等が挙げられる。

10

【0065】

また、正孔阻止層は、公知の正孔阻止剤を用いて形成することができるが、本発明に係る電子輸送性材料を用いることもできる。この正孔阻止層には、金属または金属錯体をドーブしてされていてもよい。

具体的には、Li、Na、K、Cs等のアルカリ金属、Ca、Ba等のアルカリ土類金属、タングステン、レニウム等の遷移金属、8-キノリノールリチウム(Liq)、アセチルアセトンリチウム(Liacac)、ジピバロイルメタンリチウム(LiDPM)、8-キノリノールナトリウム(Naq)、8-キノリノールセシウム(Cs q)等のアルカリ金属錯体、LiF、MgF等の金属ハロゲン化物、LiO₂、MgO、Al₂O₃等の金属酸化物等が挙げられる。

20

【0066】

正孔注入層、正孔輸送層および電子輸送層を構成する材料は、特に制限されるものではなく、公知のものを用いることができ、低分子系または高分子系のいずれであってもよい。

【0067】

上記の各層の形成も、スピンコート法、真空蒸着法等の通常用いられる各種成膜手段によって行うことができる。

また、前記各層の膜厚は、各層同士の適応性や求められる全体の層厚さ等を考慮して、適宜状況に応じて定められるが、通常、5nm～5μmの範囲内であることが好ましい。

【実施例】

30

【0068】

以下、本発明を実施例に基づきさらに具体的に説明するが、本発明は下記の実施例により制限されるものではない。

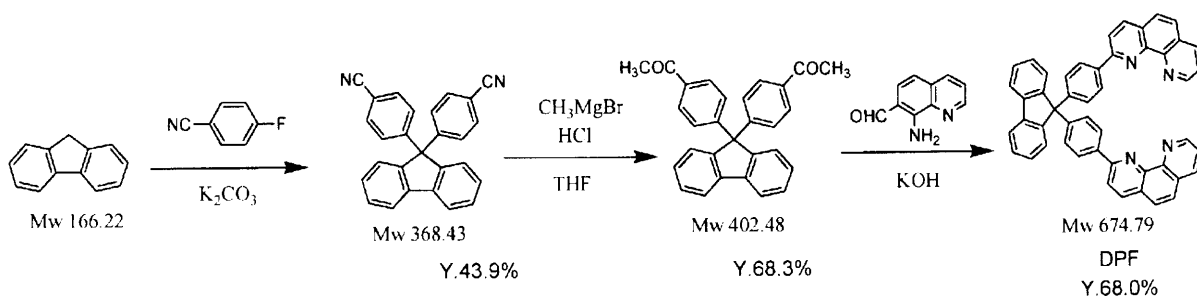
【実施例1】

(DPFの合成)

下記化学式24に示した合成スキームに従って、DPFを合成した。

【0069】

【化24】



40

【0070】

まず、フルオレン12.5g(75.39mmol)、4-シアノフルオロベンゼン21.0g(173.4mmol)、DMF、炭酸カリウム1.0g(7.52mmol)を、この順にフラスコ内に仕込み、窒素雰囲気下、125℃で22hr反応させた。

50

反応液をろ過し、ろ液をメタノールから再沈した。析出した結晶をろ過し、メタノール洗浄した後、乾燥機で乾燥した。

得られた結晶は、質量分析 (MS)、 ^1H -NMR による分析の結果、目的物である 9, 9'-ビス(4-シアノフェニル)フルオレンであると同定された。収量は 12.2 g、収率はフルオレン基準で 43.9%であった。

【0071】

次に、上記において得られた 9, 9'-ビス(4-シアノフェニル)フルオレン 5.5 g (14.93 mmol) と THF とを反応容器内に仕込み、窒素雰囲気下、20℃にて攪拌溶解した。これに、1 mol/l メチルマグネシウムブロマイド THF 溶液 72 ml (71.66 mmol) を 10 分間かけて滴下した。その後、昇温し、50℃で 20 hr 反応させた。反応後、液温を 20℃まで下げ、希塩酸を反応溶液中に投入した。

反応液をクロロホルムにて抽出し、クロロホルム層を水で 2 回洗浄した後、クロロホルムを回収し、粗製物を得た。

粗製物を酢酸エチル/n-ヘキサン混合溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムにて精製した。

得られた精製物は、MS、 ^1H -NMR による分析の結果、目的物である 9, 9'-ビス(4-アセチルフェニル)フルオレンであると同定された。収量は 4.1 g、収率は 9, 9'-ビス(4-シアノフェニル)フルオレン基準で 68.3%であった。

【0072】

上記において得られた 9, 9'-ビス(4-アセチルフェニル)フルオレン 3.0 g (7.453 mmol) と、8-アミノ-7-キノリンカルボアルデヒド 2.6 g (15.28 mmol)、エチルセロソルブ、水酸化カリウム 1.3 g (23.85 mmol) を含む飽和エタノール溶液を反応容器内に仕込み、窒素雰囲気下、80℃で 23 hr 反応させた。

反応液を 20℃まで冷却し、水中へ投入後、クロロホルムにて抽出した。クロロホルム層を水で 2 回洗浄した後、クロロホルムを回収し、粗製物を得た。

粗製物をクロロホルム/メタノール混合溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムにて精製した。さらに、昇華精製装置にて精製した。

得られた精製物は、MS、 ^1H -NMR、元素分析の結果、目的物である DPFP であると同定された。なお、元素分析の結果は、炭素 86.94%、水素 4.20%、窒素 8.30% (理論値：炭素 87.22%、水素 4.48%、窒素 8.30%) であった。

収量は 3.4 g、収率は 9, 9'-ビス(4-アセチルフェニル)フルオレン基準で 68.0%であった。

【0073】

上記により合成された DPFP について、熱分析を行った。

TG-DTA による 5% 熱重量損失温度は 516.2℃であった。

また、DSC による融点は 346.71℃、T_g は 203.85℃であった。2 回目以降の DSC スキャンでも T_g が認められたが、融点由来のピークは認めなかった。

このことから、この DPFP は、非晶質性であると推定される。

【0074】

上記により合成された DPFP を電子輸送性材料として用いて、以下の方法により、図 1 に示すような層構成からなる有機発光素子を作製した。

(第 1 の電極)

まず、パターンニング済みの透明導電膜 (ITO) が 110 nm 成膜されたガラス基板を、純水と界面活性剤による超音波洗浄、純水による流水洗浄、純水とイソプロピルアルコールの 1:1 混合溶液による超音波洗浄、イソプロピルアルコールによる煮沸洗浄の順で洗浄処理した。この基板を沸騰中のイソプロピルアルコールからゆっくり引き上げ、イソプロピルアルコール蒸気中で乾燥させ、最後に、紫外線オゾン洗浄を行った。

この基板を陽極 1 とし、真空チャンバ内に配置し、 1×10^{-6} Torr まで真空排気し、該真空チャンバ内には、蒸着材料をそれぞれ充填した各モリブデン製ポートと、所定の

10

20

30

40

50

パターンで成膜するための蒸着用マスクを設置しておき、前記ボートの通電加熱し、蒸着材料を蒸発させることにより、順次、成膜を行った。

【0075】

(正孔注入層・正孔輸送層)

正孔輸送性材料としてNS-21(新日鉄化学株式会社製)を用い、三酸化モリブデン(MoO_3)とともに、各ボートを同時に通電加熱して、共蒸着した。NS21: MoO_3 = 80:20の正孔注入層2aを膜厚10nmで形成した。

次に、NS21と MoO_3 との組成を変えて、上記と同様にして、NS21: MoO_3 = 90:10の正孔注入層2bを膜厚20nmで形成した。

さらに、NS21のみからなる正孔輸送層3を膜厚5nmで形成した。

10

【0076】

(発光層)

白色発光素子となるように、NS21:EY52(e-Ray Optoelectronics Technology社(以下、e-Ray社という)製) = 98.7:1.3の発光層4aを膜厚20nmで形成し、さらに、EB43(e-Ray社製):EB52(e-Ray社製) = 98.8:1.2の発光層4bを膜厚30nmで形成した。

【0077】

(正孔阻止層・電子輸送層)

ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(p-フェニルフェノラート)アルミニウム(BAlq)からなる正孔阻止層5を膜厚5nmで形成した。

20

その上に、電子輸送性材料としてDPFを用い、電子輸送層6aを膜厚14nmで形成した。さらに、DPF:Liq = 74:26の電子輸送層6bを膜厚10nmで形成した。

【0078】

(第2の電極)

真空チャンバを真空に保ったまま、マスクを交換し、陰極蒸着用のマスクを設置し、アルミニウム(Al)層を膜厚100nmで形成し、陰極7とした。

【0079】

真空チャンバを大気圧に戻し、上記により各層を蒸着させた基板を取り出し、窒素置換されたグローブボックスに移し、UV硬化樹脂を用いて、別のガラス板により封止し、有機発光素子を得た。

30

この素子の層構成を簡略化して示すと、ITO(110nm)/NS21: MoO_3 (10nm, 80:20)/NS21: MoO_3 (20nm, 90:10)/NS21(5nm)/NS21:EY52(20nm, 98.7:1.3)/EB43:EB52(30nm, 98.8:1.2)/BAlq(5nm)/DPF(14nm)/DPF:Liq(10nm, 74:26)/Al(100nm)である。

【0080】

[実施例2]

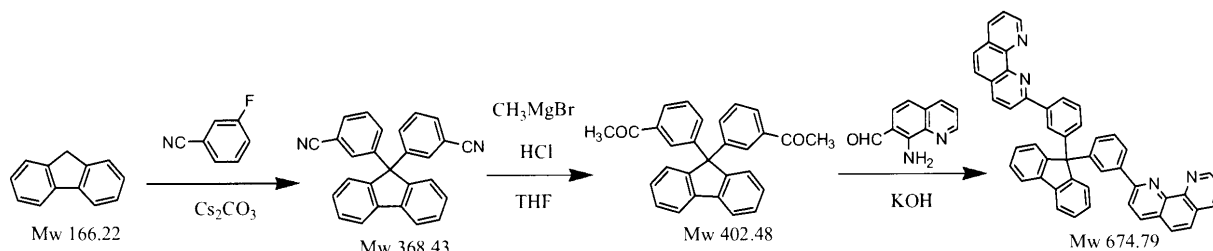
(DPFの合成)

下記化学式25に示した合成スキームに従って、DPFを合成した。

40

【0081】

【化25】



【0082】

50

まず、フルオレン 5.0 g (30.08 mmol)、3-シアノフルオロベンゼン 8.4 g (69.18 mmol)、炭酸セシウム 24.5 g (75.2 mmol)、DMF をこの順に反応容器に仕込み、窒素雰囲気下、150 で 22 hr 反応を行った。

反応液をろ過し、DMF を回収した後、酢酸エチル / n-ヘキサン混合溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムにて精製した。

得られた精製物は、黄色飴状粉末であり、MS、¹H-NMR による分析の結果、目的物である 9,9'-ビス(4-シアノフェニル)フルオレンであると同定された。収量は 5.1 g (収率 46.5%) であった。

【0083】

次に、メチルマグネシウムブロミドの 1 mol / l THF 溶液 70 ml をフラスコ内に仕込み、窒素雰囲気とした。これに、上記において得られた 9,9'-ビス(3-シアノフェニル)フルオレン 5.1 g (14.01 mmol) を溶解した THF 溶液を注入した。その後、窒素雰囲気下、THF の還流温度で 8.5 hr 反応を行った。反応後、室温まで液温を下げ、室温にて希塩酸を反応溶液中に滴下して加え、15 hr 加水分解反応を行った。

反応液をクロロホルムにて抽出し、クロロホルム層を水で 2 回洗浄した後、クロロホルムを回収し、粗製物を得た。

粗製物を酢酸エチル / n-ヘキサン混合溶媒を展開溶媒としたシリカゲルカラムにて精製した。

得られた精製物は、MS、¹H-NMR による分析の結果、目的物である 9,9'-ビス(4-アセチルフェニル)フルオレンであると同定された。収量は 1.9 g (収率 33.9%) であった。

【0084】

上記において得られた 9,9'-ビス(3-アセチルフェニル)フルオレン 0.5 g (1.242 mmol)、8-アミノキノリン-7-キノリンカルボアルデヒド 0.44 g (2.547 mmol)、エチルセロソルブをこの順に反応容器内に仕込んだ。この溶液に水酸化カリウム 0.22 g (3.974 mmol) を溶解したエタノール溶液を仕込み、窒素雰囲気下、75 で 23.0 hr 反応を行った。

反応液をろ過し、エタノールで洗浄し、乾燥した後、クロロホルム / メタノールを展開溶媒としたシリカゲルカラムにて精製した。さらに、昇華精製装置にて精製した。

得られた精製物は、MS、¹H-NMR、元素分析の結果、目的物である m-DPF であると同定された。なお、元素分析の結果、炭素 87.39%、水素 4.41%、窒素 8.35% (理論値：炭素 87.22%、水素 4.48%、窒素 8.30%) であった。

収量は 0.6 g (収率 71.6%) であった。

【0085】

上記により合成された m-DPF について、熱分析を行った。

TG-DTA による 5% 熱重量損失温度は 500.0 であった。

また、DSC による融点は 276.75、T_g は 172.53 であった。2 回目以降の DSC スキャンでも T_g が認められたが、融点由来のピークは認めなかった。

このことから、この DPF は、非晶質性であると推定される。

【0086】

(素子の作製)

上記により合成された m-DPF を電子輸送性材料として用いて、図 1 に示すような層構成からなる有機発光素子を、実施例 1 と同様にして作製した。

この素子の層構成を簡略化して示すと、ITO (110 nm) / NS21 : MoO₃ (10 nm, 80 : 20) / NS21 : MoO₃ (20 nm, 90 : 10) / NS21 (5 nm) / NS21 : EY52 (20 nm, 98.7 : 1.3) / EB43 : EB52 (30 nm, 98.8 : 1.2) / BA1q (5 nm) / m-DPF (14 nm) / m-DPF : Liq (10 nm, 74 : 26) / Al (100 nm) である。

【0087】

10

20

30

40

50

[実施例 3]

実施例 2 において合成した m - D P F を電子輸送性材料として用いて、図 1 に示すような層構成からなる有機発光素子を、実施例 1 と同様にして作製した。

この素子の層構成を簡略化して示すと、I T O (1 1 0 n m) / N S 2 1 : M o O ₃ (1 0 n m , 8 0 : 2 0) / N S 2 1 : M o O ₃ (2 0 n m , 9 0 : 1 0) / N S 2 1 (5 n m) / N S 2 1 : E Y 5 2 (2 0 n m , 9 8 . 7 : 1 . 3) / E B 4 3 : E B 5 2 (3 0 n m , 9 8 . 8 : 1 . 2) / m - D P F (2 0 n m) / m - D P F : L i q (1 0 n m , 7 4 : 2 6) / A l (1 0 0 n m) である。

【 0 0 8 8 】

[比較例 1]

10

A l q₃ を電子輸送性材料として用いて、以下の方法により有機発光素子を作製した。

(第 1 の電極)

上記実施例 1 と同様にして陽極を形成した。

【 0 0 8 9 】

(正孔輸送層)

正孔輸送性材料として I 2 0 0 (パンドー化学株式会社製) を用い、正孔輸送層を膜厚 3 2 . 5 n m で形成した。

【 0 0 9 0 】

(発光層)

白色発光素子となるように、N S 2 1 : E Y 5 2 = 9 8 . 9 : 1 . 1 の発光層を膜厚 2 0 n m で形成し、さらに、E B 4 3 : E B 5 2 = 9 9 . 1 : 0 . 9 の発光層を膜厚 3 0 n m で形成した。

20

【 0 0 9 1 】

(電子輸送層)

電子輸送性材料として A l q₃ を用い、電子輸送層を膜厚 3 3 . 4 n m で形成した。

【 0 0 9 2 】

(第 2 の電極)

真空チャンバを真空中に保ったまま、マスクを交換し、陰極蒸着用のマスクを設置し、フッ化リチウム (L i F) 層を厚さ 0 . 5 n m で形成し、さらに、A l 層を膜厚 1 0 0 n m で形成し、陰極とした。

30

【 0 0 9 3 】

真空チャンバを大気圧に戻し、上記により各層を蒸着させた基板を取り出し、窒素置換されたグローブボックスに移し、U V 硬化樹脂を用いて、別のガラス板により封止し、有機発光素子を得た。

この素子の層構成を簡略化して示すと、I T O (1 1 0 n m) / I 2 0 0 (3 2 . 5 n m) / N S 2 1 + E Y 5 2 (2 0 n m , 9 8 . 9 : 1 . 1) / E B 4 3 + E B 5 2 (3 0 n m , 9 9 . 1 : 0 . 9) / A l q₃ (3 3 . 4 n m) / L i F (0 . 5 n m) / A l (1 0 0 n m) である。

【 0 0 9 4 】

(発光効率評価試験)

40

上記実施例および比較例で作製した素子について、初期発光について、角度分解放射強度測定 (電流密度 : 1 0 0 A / m²) により、発光効率の評価を行った。

これらの結果を表 1 に示す。

【 0 0 9 5 】

【表 1】

	電子輸送 材料	電圧 (V)	外部量子効率 (%)	視感効率 (lm/W)	エネルギー変換効率 (%)
実施例 1	DPF	3.7	5.3	11.0	3.3
実施例 2	m-DPF	4.1	5.3	10.6	2.9
実施例 3	m-DPF	4.0	5.2	10.8	3.0
比較例 1	Alq ₃	7.4	5.0	6.0	1.5

【0096】

表 1 に示した評価結果から、電子輸送材料として、5 % 重量損失温度が 500 以上、また、ガラス移転温度 T_g が 170 を超える耐熱性の優れた DPF または m-DPF を用いた有機発光素子（実施例 1 ~ 3）は、従来の Alq₃ を用いた場合（比較例 1）に比べて、大幅に低電圧化され、視感効率が大幅に向上しており、初期発光特性に優れていることが認められた。

また、実施例 3 から、m-DPF は、正孔阻止性能と電子輸送性の両方を有しており、金属錯体ドーピング層付帯の正孔阻止層に用いることができることも認められた。

【0097】

（高温寿命評価試験）

上記実施例で作製した白色素子および DPB（化 23 の左側）を電子輸送層に用いた白色素子（比較例 2）について、76 の恒温槽にて寿命評価試験を行った。

これらの結果を表 2 に示す。ここで、半減寿命とは、初期輝度が半減した時間である。

【0098】

【表 2】

	電子輸送 材料	初期輝度 (cd/m ²)	初期電圧 (V)	CIE 色度座標 (x, y)		半減寿命 (hr)
				初期値	半減値	
実施例 1	DPF	1210	3.3	(0.29, 0.36)	(0.26, 0.33)	550
実施例 2	m-DPF	1300	3.2	(0.35, 0.41)	(0.33, 0.39)	600
実施例 3	m-DPF	1320	3.1	(0.344, 0.401)	(0.330, 0.389)	555
比較例 2	DPB	1250	3.1	(0.33, 0.38)	(0.31, 0.37)	400

【0099】

表 2 に示した評価結果から、色度は、大きく変化しておらず、熱による変化の程度は小さいと考えられる。また、DPF または m-DPF を用いた素子（実施例 1 ~ 3）は、DPB を用いた素子（比較例 2）に比べて、半減寿命が長く、熱安定性に優れていることが認められた。

【0100】

（蒸着薄膜表面観察）

上記実施例および比較例 2 の電子輸送材料である DPF、m-DPF、DPB の各蒸着

薄膜を作製し、その表面を微分干渉顕微鏡にて観察した。

各顕微鏡写真(50倍)を図2～4に示す。なお、図2～4の各写真は、実際は全体的に青色である。また、境界線から上がガラス上の蒸着薄膜、下がITO上の蒸着薄膜である。

【0101】

図2の写真から分かるように、DPB蒸着膜の表面には、蒸着直後から結晶化によると思われる斑点が観察された。

一方、図3、4の写真から分かるように、DPF、m-DPFの各蒸着膜の表面には、いずれも、蒸着後3週間経過しても、結晶化によると思われる斑点は観察されなかった。

このことから、DPF、m-DPFは、薄膜の安定性に優れていることが認められた。

10

【図面の簡単な説明】

【0102】

【図1】実施例1、2に係る有機発光素子の層構成を模式的に示した断面図である。

【図2】蒸着直後のDPB蒸着膜表面の顕微鏡写真である。

【図3】蒸着3週間後のDPF蒸着膜表面の顕微鏡写真である。

【図4】蒸着3週間後のm-DPF蒸着膜表面の顕微鏡写真である。

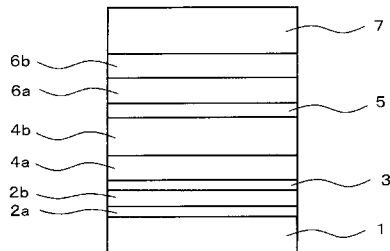
【符号の説明】

【0103】

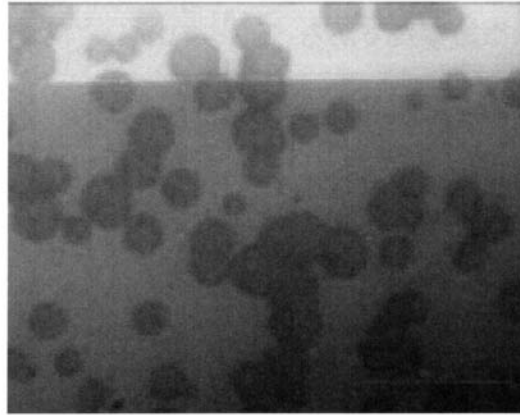
- | | |
|--------|-----------|
| 1 | 第1の電極(陽極) |
| 2a, 2b | 正孔注入層 |
| 3 | 正孔輸送層 |
| 4a, 4b | 発光層 |
| 5 | 正孔阻止層 |
| 6a, 6b | 電子輸送層 |
| 7 | 第2の電極 |

20

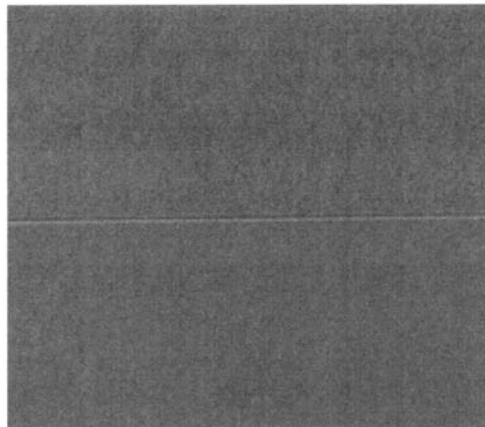
【図1】



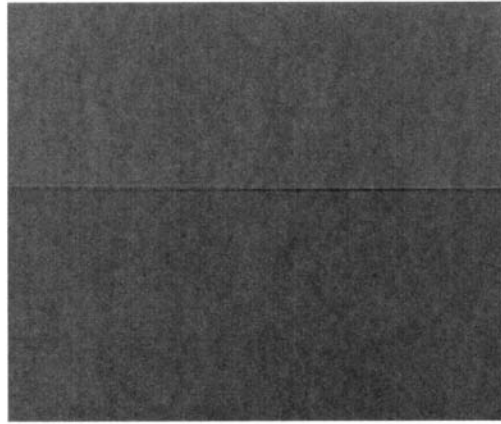
【図 2】



【図 3】



【 図 4 】



フロントページの続き

(72)発明者 城戸 淳二

山形県山形市松栄二丁目2番1号 財団法人山形県産業技術振興機構内

Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 BB03 BB04 BB06 BB08 CC03 CC12 CC24

DD22 DD53 DD59 DD68 DD74 DD76 DD78 DD80

4C072 MM02 UU05

专利名称(译)	电子传输材料和使用其的有机发光器件		
公开(公告)号	JP2009267315A	公开(公告)日	2009-11-12
申请号	JP2008127939	申请日	2008-05-15
申请(专利权)人(译)	基金会山形县工业技术局		
[标]发明人	木村昌人 小田敦 城戸淳二		
发明人	木村 昌人 小田 敦 城戸 淳二		
IPC分类号	H01L51/50 C09K11/06 H05B33/28 C07D519/00		
CPC分类号	C09K11/06 C07D471/04 C07D519/00 H01L51/0072 H01L51/5048 H05B33/14		
FI分类号	H05B33/22.B C09K11/06.690 H05B33/28 H05B33/14.B C07D519/00.311		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/BB03 3K107/BB04 3K107/BB06 3K107/BB08 3K107/CC03 3K107/CC12 3K107/CC24 3K107/DD22 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD68 3K107/DD74 3K107/DD76 3K107/DD78 3K107/DD80 4C072/MM02 4C072/UU05		
代理人(译)	木下茂		
优先权	2007130419 2007-05-16 JP 2008090810 2008-03-31 JP		
其他公开文献	JP4783395B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供一种具有良好耐热性并且能够提供器件的高热特性的新型电子传输材料，并提供一种有机发光器件。溶解：由化学式1表示的菲咯啉衍生物用作电子传输材料以形成有机发光器件。在化学式1中：R^{SB} 1至 16 各自选自氢，烷基，环烷基，烯基，环烯基，炔基，芳烷基，芳烯基，芳炔基，芳基，环芳基卤素，卤代烷基，卤代烯基，卤代炔基，卤代芳基，杂环，烷氧基，芳氧基，羟基，氨基，烷基氨基，芳基氨基，氰基，硝基，烷硫基，芳硫基，醛基，羰基，羧基，酯基，氨基甲酰基，甲硅烷基和硅氧烷基是相同还是不同；取代基R^{SB} 6或R^{SB} 16的位置取决于菲咯啉基和苄基之间键的位置；X表示菲咯啉基和苄基之间的单键；n₀ 且n₁ 各自独立地表示0至2的整数；并且n₂ 和n₃ 各自代表取代基的数目，并且各自独立地表示1至4的整数。

