

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3577510号

(P3577510)

(45) 発行日 平成16年10月13日(2004.10.13)

(24) 登録日 平成16年7月23日(2004.7.23)

(51) Int.Cl.⁷

F I

C09K 11/06

C09K 11/06 635

C07D 333/20

C07D 333/20

H05B 33/14

H05B 33/14 B

H05B 33/22

H05B 33/22 B

H05B 33/22 D

請求項の数 5 (全 18 頁)

(21) 出願番号 特願2001-203729 (P2001-203729)

(22) 出願日 平成13年7月4日(2001.7.4)

(65) 公開番号 特開2003-13054 (P2003-13054A)

(43) 公開日 平成15年1月15日(2003.1.15)

審査請求日 平成13年7月4日(2001.7.4)

(73) 特許権者 391016945

大阪大学長

大阪府吹田市山田丘1番1号

(74) 代理人 100072051

弁理士 杉村 興作

(72) 発明者 城田 靖彦

大阪府豊中市大黒町3丁目5番7号

審査官 渡辺 陽子

最終頁に続く

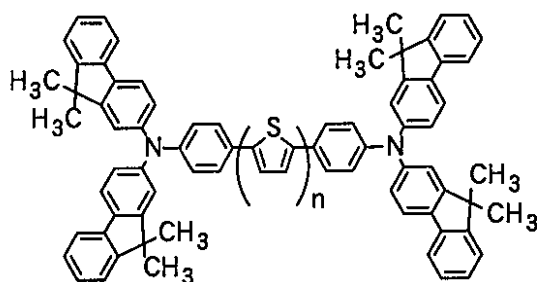
(54) 【発明の名称】 エレクトロルミネッセンス素子用材料、アモルファス膜、及びエレクトロルミネッセンス素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式

【化1】



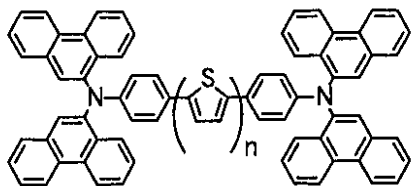
(n は自然数を表す)

で示されることを特徴とする、エレクトロルミネッセンス素子用材料。

【請求項2】

一般式

【化 2】



(n は自然数を表す)

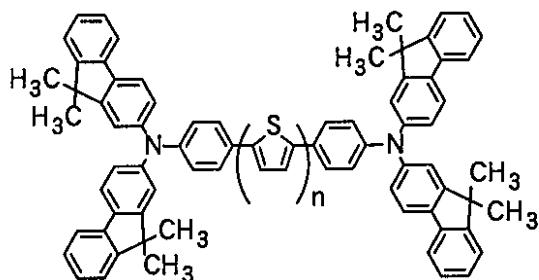
で示されることを特徴とする、エレクトロルミネッセンス素子用材料。

【請求項 3】

10

一般式

【化 1】



20

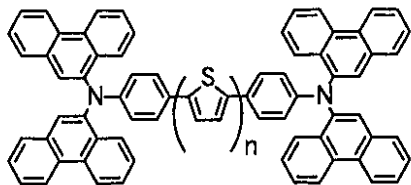
(n は自然数を表す)

で示される材料からなり、室温以上においてアモルファス状を呈することを特徴とする、アモルファス膜。

【請求項 4】

一般式

【化 2】



30

(n は自然数を表す)

で示される材料からなり、室温以上においてアモルファス状を呈することを特徴とする、アモルファス膜。

【請求項 5】

請求項 3 又は 4 に記載のアモルファス膜から構成される発光層を具備することを特徴とする、エレクトロルミネッセンス素子。

40

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、エレクトロルミネッセンス素子用材料、この材料を用いるアモルファス膜、及びエレクトロルミネッセンス素子に関する。

【0002】

【従来の技術】

有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、略して「EL素子」という場合がある）の実用化のためには、高輝度、高効率の発光を実現することが要求される。そのためには、優れた発光特性を有する有機発光材料の開発が重要な課題となっている。一方で、上述した

50

ような有機EL素子には、高耐熱性及び高耐久性が要求される。例えば、カーナビゲーションシステムへの応用に関しては、100以上の耐熱性が求められている。

【0003】

このため、従来より、発光特性のみならず耐久性などに優れた有機発光材料の開発が盛んに行われてきた。しかしながら、有機発光材料としては、これまでにいくつかの有機金属錯体並びに π 共役系分子が報告されているにすぎない。

【0004】

例えば、J. Appl. Phys. Vol.31(1992) pp. 1812-1816には、新規な有機発光材料として1,3-ビス(N,N-ジメチルアミノフェニル)-1,3,4-オキサジアゾールが記載されている。また、Chemistry Letters (1996) pp.47-48には、新規な有機発光材料として3-(4-ピフェニル)-4-(4-エチルフェニル)-5-(4-ジメチルアミノフェニル)-1,2,4-トリアゾールなる有機化合物材料が記載されている。さらに、Appl. Phys. Lett. 67 (1995) 3853には、4,4'-ビス(2,2'-ジフェニルエテニル)ピフェニルなる有機化合物材料が新規な有機発光材料として報告されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、これらの有機化合物材料は、モルフォロジー安定性や耐熱性に乏しいものであった。したがって、発光輝度及び発光効率が高く、耐熱性並びに耐久性に優れた有機発光材料を得ることができないのが現状であった。このため、発光輝度及び発光効率のみならず、耐熱性及び耐久性において実用に足る有機EL素子を提供することができないでいた。

【0006】

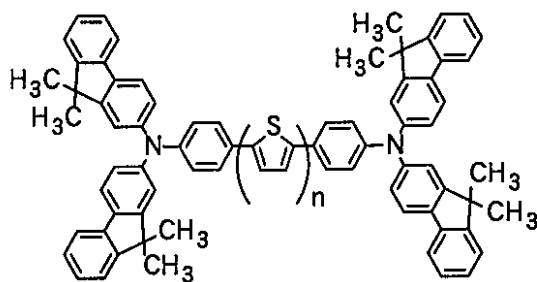
本発明は、優れた発光特性並びに耐熱性及び耐久性を有する新規なエレクトロルミネッセンス素子用材料、及びこれを用いたアモルファス膜を提供することを目的とする。また、前記アモルファス膜から発光層を構成することによって、発光特性及び耐久性などの点において実用に供することのできるエレクトロルミネッセンス素子を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成すべく、本発明は、

一般式【化1】



(nは自然数を表す)

で示されることを特徴とする、エレクトロルミネッセンス素子用材料(第1のエレクトロルミネッセンス素子用材料)に関する。

【0008】

また、本発明は、

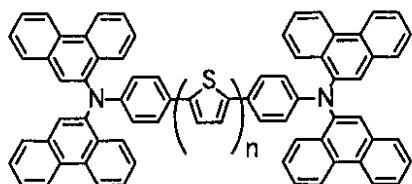
一般式【化2】

10

20

30

40



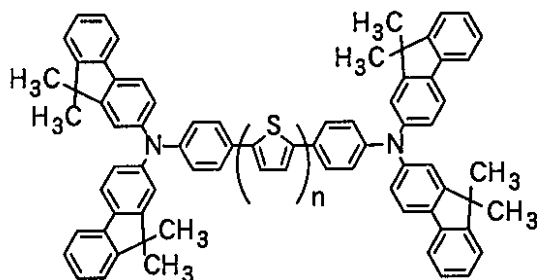
(n は自然数を表す)

で示されることを特徴とする、エレクトロルミネッセンス素子用材料(第2のエレクトロルミネッセンス素子用材料)に関する。

【0009】

10

さらに、本発明は、
一般式【化1】



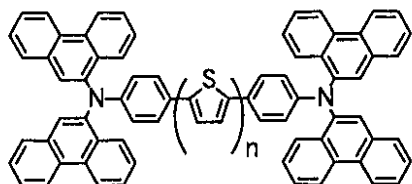
20

(n は自然数を表す)

で示される材料からなり、室温以上においてアモルファス状を呈することを特徴とする、アモルファス膜(第1のアモルファス膜)に関する。

【0010】

また、本発明は、
一般式【化2】



30

(n は自然数を表す)

で示される材料からなり、室温以上においてアモルファス状を呈することを特徴とする、アモルファス膜(第2のアモルファス膜)に関する。

【0011】

本発明者らは、発光強度及び発光効率に優れ、さらには耐熱性や耐久性にも優れた新規な有機発光材料を開発すべく鋭意検討した。その結果、上述した新規なエレクトロルミネッセンス素子用材料の合成に成功し、これをスピンコート法又は蒸着法などで所定の基板又は下地層上に成膜することにより、容易にアモルファス化させることができ、有機EL素子の発光層として使用することのできる、本発明のアモルファス膜が得られることを見出した。

40

【0012】

そして、このようなアモルファス膜は、前記発光層として用いることにより、 $12,000 \text{ cd m}^{-2}$ 程度の高い発光輝度を示すとともに、 1.1 lm W^{-1} 程度の高い発光効率を示すことが判明した。また、約 170°C に加熱した場合においても、室温における発光輝度に対して約95%以上の値を維持するだけでなく、加熱後室温に冷却した場合においても、元の発光強度を維持し、耐熱性及び耐久性に優れることが判明した。

50

【 0 0 1 3 】

したがって、本発明のアモルファス膜、すなわちエレクトロルミネッセンス素子用材料から発光層を構成することにより、発光輝度及び発光効率、並びに耐熱性及び耐久性に優れた有機EL素子を提供することができる。

【 0 0 1 4 】

【発明の実施の形態】

本発明を発明の実施の形態に基づいて詳細に説明する。

本発明のエレクトロルミネッセンス素子用材料、及び本発明のアモルファス膜を構成するエレクトロルミネッセンス素子用材料は、上述したように化学式1（第1のエレクトロルミネッセンス素子用材料）及び化学式2（第2のエレクトロルミネッセンス素子用材料）

10

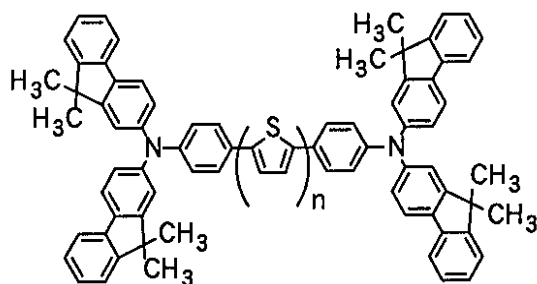
【 0 0 1 5 】

化学式1で示される第1のエレクトロルミネッセンス素子用材料の具体例としては、2,5-ビス{4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニル}チオフェン（以下、「化合物1」という場合がある）、5,5'-ビス{4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニル}-2,2'-ピチオフェン（以下、「化合物2」という場合がある）、5,5'-ビス{4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2'-ターチオフェン（以下、「化合物3」という場合がある）、5,5'-ビス{4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2':5',2'-クオターチオフェン（以下、「化合物4」という場合がある）、5,5'-ビス{4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2':5',2':5',2'-キルクチオフェン（以下、「化合物5」という場合がある）、及び5,5'-ビス{4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2':5',2':5',2':5',2'-セキシチオフェン（以下、「化合物6」という場合がある）を例示することができる。これらエレクトロルミネッセンス素子用材料の一般式は、化学式3～8で示される。

20

【 0 0 1 6 】

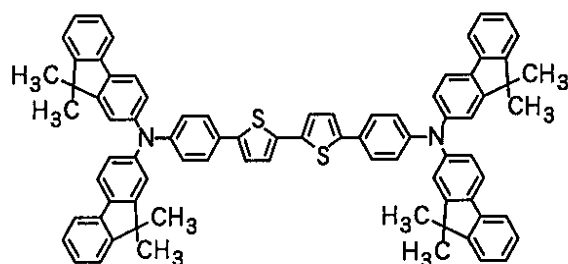
【化3】



30

【 0 0 1 7 】

【化4】

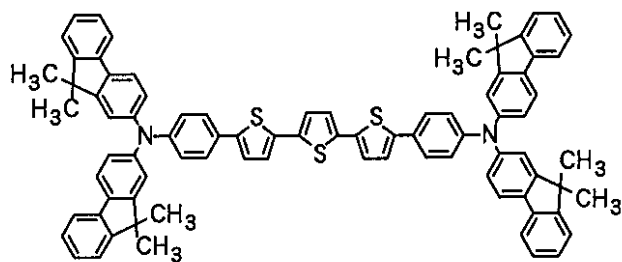


40

【 0 0 1 8 】

【化5】

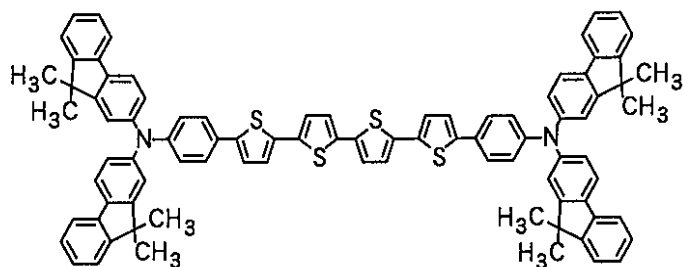
50



【 0 0 1 9 】

【 化 6 】

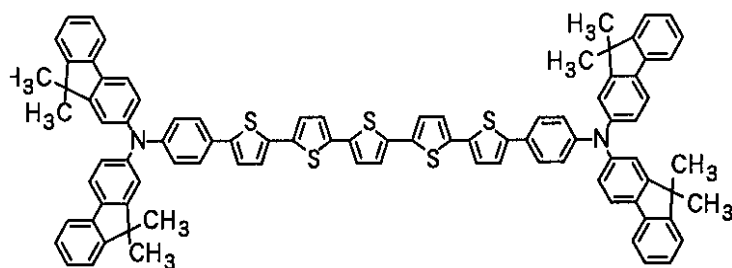
10



【 0 0 2 0 】

【 化 7 】

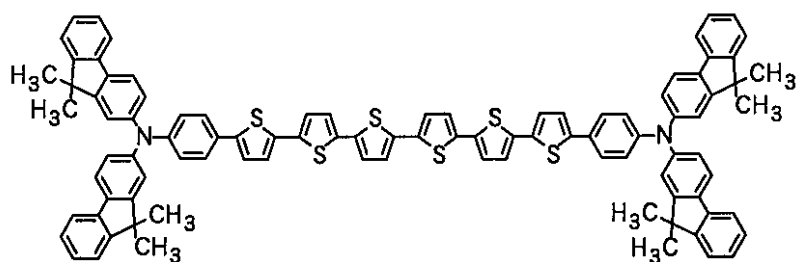
20



【 0 0 2 1 】

【 化 8 】

30



40

【 0 0 2 2 】

上記化合物 1 は、4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニルボロン酸、2,5-ジブロモチオフェン、2 規定の炭酸カリウム水溶液及びテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)触媒を、テトラヒドロフランを溶媒として混合し、窒素雰囲気下、70 で8時間加熱撹拌する。次いで、溶媒を留去した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー、並びにトルエン及びヘキサンの混合溶媒から再結晶させることによって製造する。

【 0 0 2 3 】

上記化合物 2 ~ 6 についても、基本的には上記同様にして製造する。但し、2,5-ジブロモチオフェンに代えて、それぞれ2,5'-ジブromo-2,2'-ピチオフェン、2,5''-ジブromo-

50

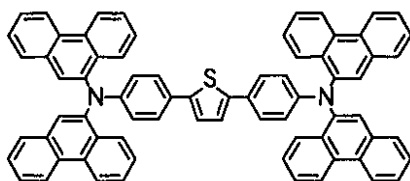
2,2':5',2''-ターチオフェン、2,5'''-ジブromo-2,2':5',2''':5'',2''''-クォーターチオフェン、2,5'''-ジブromo-2,2':5',2''':5'',2''''':5'',2''''''-キンクチオフェン、及び2,5'''-ジブromo-2,2':5',2''':5'',2''''':5'',2''''''':5'',2''''''':5''''''':2''''''''-セキシチオフェンを使用する。

【0024】

化学式2で示される第2のエレクトロルミネッセンス素子用材料の具体例としては、2,5-ビス{4-[N,N-ジ(9-フェナントリル)アミノ]フェニル}チオフェン(以下、「化合物7」という場合がある)、2,5'-ビス{4-[N,N-ジ(9-フェナントリル)アミノ]フェニル}-2,2'-ピチオフェン(以下、「化合物8」という場合がある)、2,5''-ビス{4-[N,N-ジ(9-フェナントリル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2''':5'',2''''-ターチオフェン(以下、「化合物9」という場合がある)、2,5'''-ビス{4-[N,N-ジ(9-フェナントリル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2''':5'',2''''':5'',2''''''-クォーターチオフェン(以下、「化合物10」という場合がある)、2,5''''-ビス{4-[N,N-ジ(9-フェナントリル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2''':5'',2''''':5'',2''''''':5'',2''''''''-キンクチオフェン(以下、「化合物11」という場合がある)、及び2,5''''-ビス{4-[N,N-ジ(9-フェナントリル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2''':5'',2''''':5'',2''''''':5'',2''''''''-5''''''''-セキシチオフェン(以下、「化合物12」という場合がある)を例示することができる。これらエレクトロルミネッセンス素子用材料の一般式は、化学式9~14で表される。

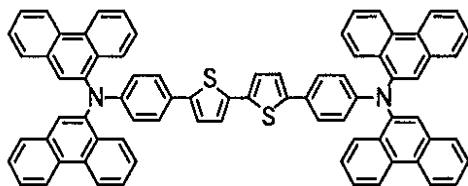
【0025】

【化9】



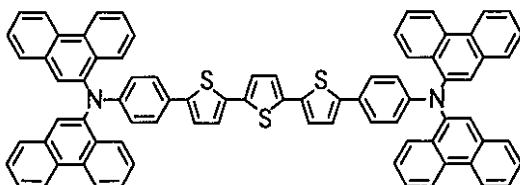
【0026】

【化10】



【0027】

【化11】



【0028】

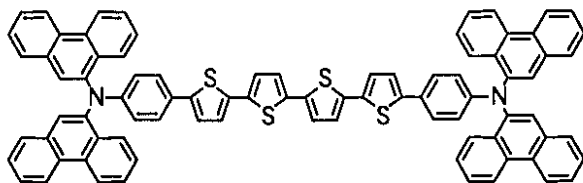
【化12】

10

20

30

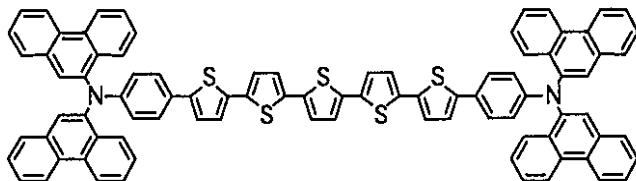
40



【 0 0 2 9 】

【 化 1 3 】

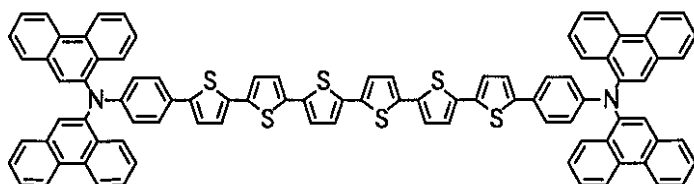
10



【 0 0 3 0 】

【 化 1 4 】

20



【 0 0 3 1 】

上記化合物 7 は、ビス { 4 - [N , N - ジ (9 - フェナントリル) アミノ] フェニル } ボロン酸、2, 5 - ジブロモチオフェン、2 規定の炭酸カリウム水溶液及びテトラキス (トリフェニルホスフィン) パラジウム (0) 触媒を、テトラヒドロフランを溶媒として混合し、窒素雰囲気 30
下、70 で 8 時間加熱撹拌する。次いで、溶媒を留去した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー、並びにトルエン及びヘキサンの混合溶媒から再結晶させることによって製造する。

【 0 0 3 2 】

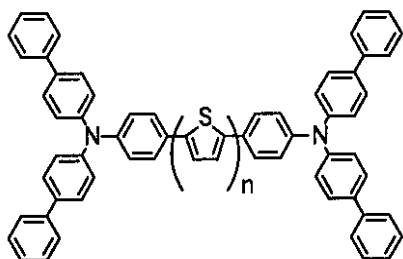
上記化合物 8 ~ 12 も、基本的には上記同様に製造するが、2, 5 - ジブロモチオフェンに代 40
えて、2, 5' - ジブロモ - 2, 2' - ビチオフェン、2, 5' ' - ジブロモ - 2, 2' : 5' , 2' ' - ターチオフェン、2, 5' ' ' - ジブロモ - 2, 2' : 5' , 2' ' : 5' ' , 2' ' ' - クォーターチオフェン、2, 5' ' ' ' - ジブロモ - 2, 2' : 5' , 2' ' : 5' ' , 2' ' ' : 5' ' ' , 2' ' ' ' - キンクチオフェン、及び 2, 5' ' ' ' ' - ジブロモ - 2, 2' : 5' , 2' ' : 5' ' , 2' ' ' : 5' ' ' , 2' ' ' ' : 5' ' ' ' : 2' ' ' ' ' - セキシチオフェンを使用する。

【 0 0 3 3 】

なお、本発明においては、上述した第 1 及び第 2 のエレクトロルミネッセンス素子用材料の、フルオレニル基及び 9 - フェナントリル基をビフェニル基、1 - ナフチル基又は 2 - ナフチル基で置換したものをを用いることができる。これらは以下に示すように化学式 15 ~ 17 で示すことができる。

【 0 0 3 4 】

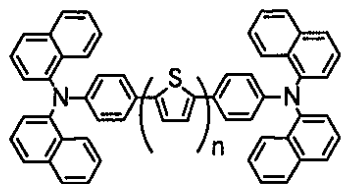
【 化 1 5 】



【 0 0 3 5 】

【 化 1 6 】

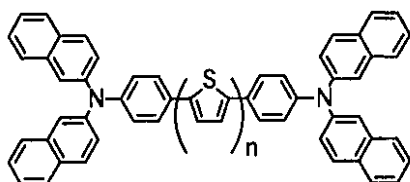
10



【 0 0 3 6 】

【 化 1 7 】

20



【 0 0 3 7 】

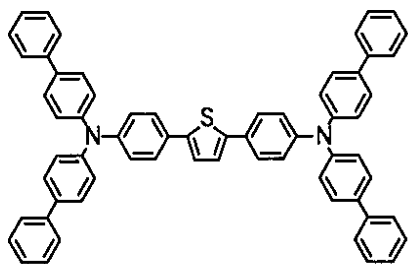
化学式 15 で示されるエレクトロルミネッセンス素子用材料の具体例としては、2,5-ビス { 4-[N,N-ジ (ビフェニル-4-イル) アミノ] フェニル } チオフェン (以下、「化合物 1 3 」という場合がある)、5,5' -ビス { 4-[N,N-ジ (ビフェニル-4-イル) アミノ] フェニル } - 2,2' - ピチオフェン (以下、「化合物 1 4 」という場合がある)、5,5' -ビス { 4-[N,N-ジ (ビフェニル-4-イル) アミノ] フェニル } - 2,2':5',2' - ターチオフェン (以下、「化合物 1 5 」という場合がある)、2,5' -ビス { 4-[N,N-ジ (ビフェニル-4-イル) アミノ] フェニル } - 2,2':5',2'':5'',2'':5'' - クォーターチオフェン (以下、「化合物 1 6 」という場合がある)、2,5' -ビス { 4-[N,N-ジ (ビフェニル-4-イル) アミノ] フェニル } - 2,2':5',2'':5'',2'':5'',2'':5'' - キンクチオフェン (以下、「化合物 1 7 」という場合がある)、及び 2,5' -ビス { 4-[N,N-ジ (ビフェニル-4-イル) アミノ] フェニル } - 2,2':5',2'':5'',2'':5'',2'':5'' - セキシチオフェン (以下、「化合物 1 8 」という場合がある) を例示することができる。これらエレクトロルミネッセンス素子

30

40

【 0 0 3 8 】

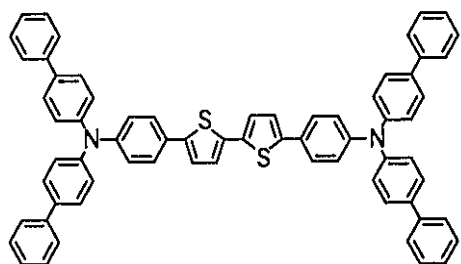
【 化 1 8 】



10

【 0 0 3 9 】

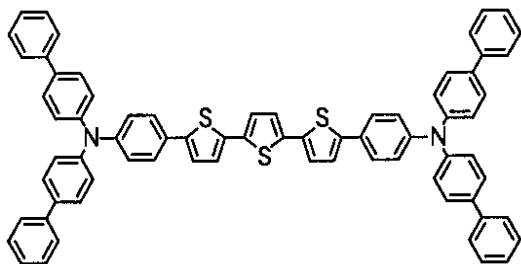
【 化 1 9 】



20

【 0 0 4 0 】

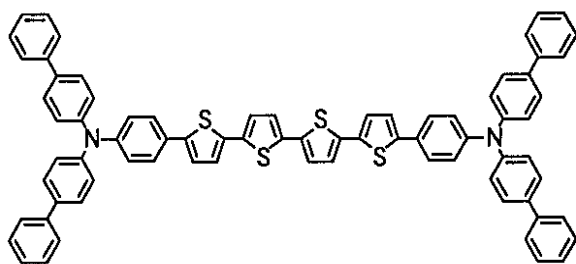
【 化 2 0 】



30

【 0 0 4 1 】

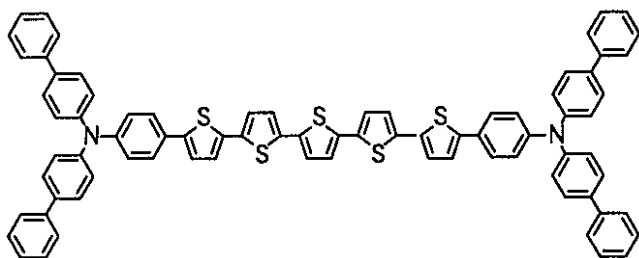
【 化 2 1 】



40

【 0 0 4 2 】

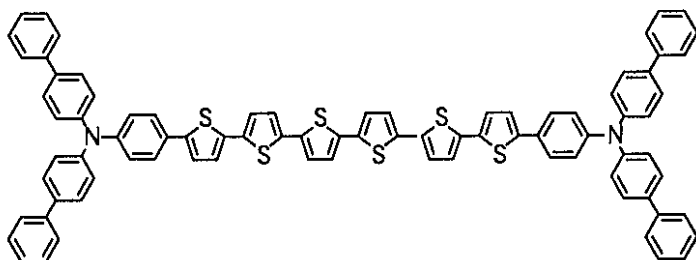
【 化 2 2 】



【 0 0 4 3 】

10

【 化 2 3 】



20

【 0 0 4 4 】

上記化合物 1 3 は、4-[N,N-ジ(ビフェニル-4-イル)アミノ]フェニルボロン酸、2,5-ジ
ブプロモチオフェン、2 規定の炭酸カリウム水溶液及びテトラキス(トリフェニルホスフィ
ン)パラジウム(0)触媒を、テトラヒドロフランを溶媒として混合し、窒素雰囲気下、
70 で8時間加熱攪拌する。次いで、溶媒を留去した後、シリカゲルカラムクロマトグ
ラフィー、並びにトルエン及びヘキサンの混合溶媒から再結晶させることによって製造す
る。

【 0 0 4 5 】

上記化合物 1 4 ~ 1 8 も、基本的は上記同様にして製造する。但し、2,5-ジブプロモチオフ
ェンに代えて、2,5'-ジブプロモ-2,2'-ピチオフェン、2,5''-ジブプロモ-2,2':5',2'
'-ターチオフェン、2,5'''-ジブプロモ-2,2':5',2'':5'',2'':5'''-クオーターチ
オフェン、2,5''''-ジブプロモ-2,2':5',2'':5'',2'':5''':5''''-キルクチオフェン、及び2,5''''-ジブプロモ-2,2':5',2'':5'',2'':5''':5''''-セキシチオフェンを使用する。

30

【 0 0 4 6 】

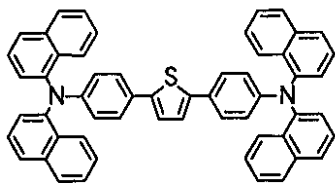
化学式 1 6 で示されるエレクトロルミネッセンス素子用材料の具体例としては、2,5-ビス
{4-[N,N-ジ(1-ナフチル)アミノ]フェニル}チオフェン(以下、「化合物 1 9」という
場合がある)、2,5'-ビス{4-[N,N-ジ(1-ナフチル)アミノ]フェニル}-2,2'-ピチオ
フェン(以下、「化合物 2 0」という場合がある)、2,5''-ビス{4-[N,N-ジ(1-ナフ
チル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2' '-ターチオフェン(以下、「化合物 2 1」とい
う場合がある)、2,5'''-ビス{4-[N,N-ジ(1-ナフチル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2'':5'',2'':5'''-クオーターチオフェン(以下、「化合物 2 2」という場合があ
る)、2,5''''-ビス{4-[N,N-ジ(1-ナフチル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2'':5'',2'':5''':5''''-キルクチオフェン(以下、「化合物 2 3」という場
合がある)、及び2,5''''-ビス{4-[N,N-ジ(1-ナフチル)アミノ]フェニル}-2,2':5',2'':5'',2'':5''':5''''-セキシチオフ
ェン(以下、「化合物 2 4」という場合がある)を例示することができる。これらエレクトロルミネッセンス素子用材料の一般式は、化学式 2 4 ~ 2 9 で表される。

40

【 0 0 4 7 】

【 化 2 4 】

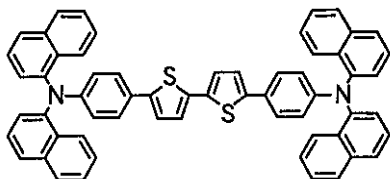
50



【 0 0 4 8 】

【 化 2 5 】

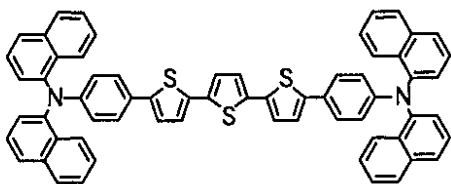
10



【 0 0 4 9 】

【 化 2 6 】

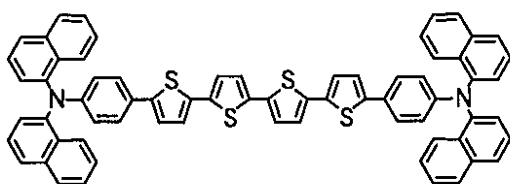
20



【 0 0 5 0 】

【 化 2 7 】

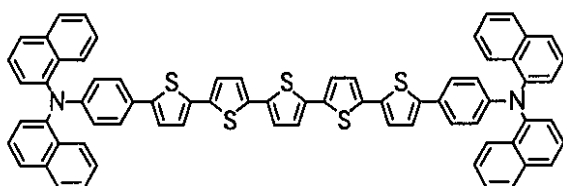
30



【 0 0 5 1 】

【 化 2 8 】

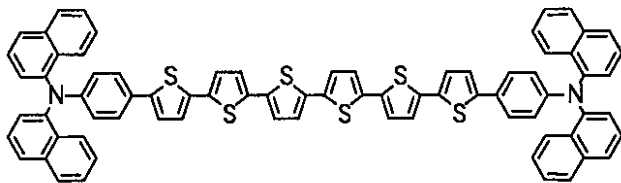
40



【 0 0 5 2 】

【 化 2 9 】

50



【 0 0 5 3 】

上記化合物 19 は、ビス { 4-[N,N-ジ (1-ナフチル) アミノ] フェニル } ボロン酸、2,5-ジ
 ブロモチオフェン、2 規定の炭酸カリウム水溶液及びテトラキス (トリフェニルホスフィ
 ン) パラジウム (0) 触媒を、テトラヒドロフランを溶媒として混合し、窒素雰囲気下、
 70 で 8 時間加熱攪拌する。次いで、溶媒を留去した後、シリカゲルカラムクロマトグ
 ラフィー、並びにトルエン及びヘキサンの混合溶媒から再結晶させることによって製造す
 る。

10

【 0 0 5 4 】

上記化合物 20 ~ 24 も、基本的には上記同様に製造するが、2,5-ジブロモチオフェンに
 代えて、2,5'-ジブロモ-2,2'-ピチオフェン、2,5'-'-ジブロモ-2,2':5',2'-'-ター
 チオフェン、2,5'-''-ジブロモ-2,2':5',2'-':5'',2'-':5''-クォーターチオフェ
 ン、2,5'-'''-ジブロモ-2,2':5',2'-':5'',2'-':5''',2'-':5'''-キルク
 チオフェン、及び2,5'-''''-ジブロモ-2,2':5',2'-':5'',2'-':5''',2'-':5''''-セキシチオフェンを使用する。

20

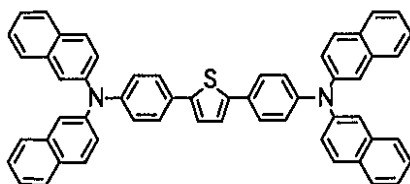
【 0 0 5 5 】

化学式 17 で示されるエレクトロルミネッセンス素子用材料の具体例としては、2,5-ビス
 { 4-[N,N-ジ (2-ナフチル) アミノ] フェニル } チオフェン (以下、「化合物 25」という
 場合がある)、2,5'-ビス { 4-[N,N-ジ (2-ナフチル) アミノ] フェニル } -2,2'-ピチオ
 フェン (以下、「化合物 26」という場合がある)、2,5'-'-ビス { 4-[N,N-ジ (2-ナフ
 チル) アミノ] フェニル } -2,2':5',2'-'-ターチオフェン (以下、「化合物 27」とい
 う場合がある)、2,5'-''-ビス { 4-[N,N-ジ (2-ナフチル) アミノ] フェニル } -2,2':5
 ',2'-':5'',2'-':5''-クォーターチオフェン (以下、「化合物 28」という場合があ
 る)、2,5'-'''-ビス { 4-[N,N-ジ (1-ナフチル) アミノ] フェニル } -2,2':5',2'-':
 :5'',2'-':5''',2'-':5''''-キルクチオフェン (以下、「化合物 29」という場
 合がある)、及び2,5'-''''-ビス { 4-[N,N-ジ (1-ナフチル) アミノ] フェニル } -2,2
 ':5',2'-':5'',2'-':5''',2'-':5''''-5',2'-':5''''-セキシチオフェ
 ン (以下、「化合物 30」という場合がある) を例示することができる。これらエレクト
 ロルミネッセンス素子用材料の一般式は、化学式 30 ~ 35 で表される。

30

【 0 0 5 6 】

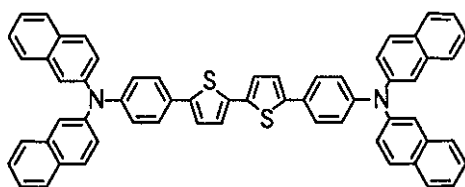
【 化 3 0 】



40

【 0 0 5 7 】

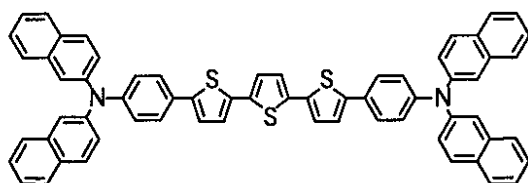
【 化 3 1 】



【 0 0 5 8 】

【 化 3 2 】

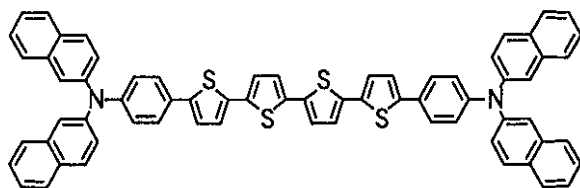
10



【 0 0 5 9 】

【 化 3 3 】

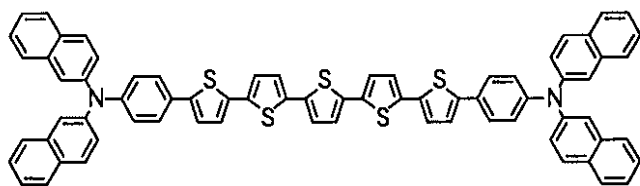
20



【 0 0 6 0 】

【 化 3 4 】

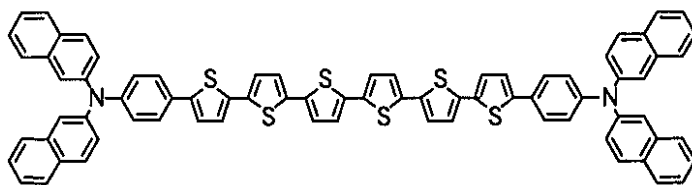
30



【 0 0 6 1 】

【 化 3 5 】

40



【 0 0 6 2 】

上記化合物 25 は、ビス { 4- [N,N-ジ (2-ナフチル) アミノ] フェニル } ボロン酸、2,5-ジ
 プロモチオフェン、2 規定の炭酸カリウム水溶液及びテトラキス (トリフェニルホスフィ
 ン) パラジウム (0) 触媒を、テトラヒドロフランを溶媒として混合し、窒素雰囲気下、

50

70 で8時間加熱撹拌する。次いで、溶媒を留去した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー、並びにトルエン及びヘキサンの混合溶媒から再結晶させることによって製造する。

【0063】

上記化合物26～30も、基本的には上記同様に製造するが、2,5-ジブロモチオフェンに代えて、2,5'-ジブロモ-2,2'-ピチオフェン、2,5''-ジブロモ-2,2':5'',2''-ターチオフェン、2,5'''-ジブロモ-2,2':5'',2''':5''',2''''-クォーターチオフェン、2,5''''-ジブロモ-2,2':5'',2''':5''',2''''':5''''',2''''''-キンクチオフェン、及び2,5'''''-ジブロモ-2,2':5'',2''':5''',2''''':5''''',2''''''':5''''''':2''''''''-セキシチオフェンを使用する。

10

【0064】

上述した本発明のエレクトロルミネッセンス素子用材料は、加熱融解して得た融液を2枚の基板で挟んで冷却（放冷）する、溶液からのスピンコート法などによって所定の基板あるいは下地層上に塗布する、又は蒸着法などの成膜手法を用いることによって、本発明のアモルファス膜を簡易に形成することができる。

【0065】

したがって、このアモルファス膜をエレクトロルミネッセンス素子の発光層と用いることにより、上述したような発光特性及び耐熱性などに優れたエレクトロルミネッセンス素子を提供することができる。

【0066】

以下の実施例において、本発明のエレクトロルミネッセンス素子用材料である上記化合物1からアモルファス膜を作製し、これを発光層に用いてなるエレクトロルミネッセンス素子を作製し、その特性評価を実施した。

20

【0067】

【実施例】

図1は、本発明の有機EL素子構成の一例を示す概略図である。図1に示す有機EL素子10は、ガラス基板1と、透明電極としてのITO電極2と、正孔注入層3と、発光層4、電子輸送層5、及び背面電極としてのMgAg電極6とがこの順に積層されて構成されている。

【0068】

ITO電極2及びMgAg電極7は蒸着法により形成した。また、正孔注入層3は4,4',4''-トリス[9,9-ジメチル-2-フルオレニル(フェニル)アミノ]トリフェニルアミンなる化合物から構成され、蒸着法によって厚さ300に形成した。電子輸送層5はトリス(8-キノリノラト)アルミニウムなる化合物から構成され、蒸着法によって厚さ350に形成した。

30

【0069】

発光層4は、化合物1からなるアモルファス膜より構成されている。具体的には以下のようにして形成した。最初に、4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニルボロン酸6.10g、2,5-ジブロモチオフェン0.70g、2規定の炭酸カリウム水溶液60ml及びテトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)触媒1.0gを、上述したようにテトラヒドロフランを溶媒として混合し、窒素雰囲気下、70で8時間加熱撹拌した。

40

【0070】

次いで、溶媒を留去した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー、並びにトルエン及びヘキサンの混合溶媒から再結晶させることにより、黄色固体の化合物1に相当する2,5-ビス{4-[N,N-ビス(9,9-ジメチル-2-フルオレニル)アミノ]フェニル}チオフェンを得た。このときの収量は686mgであり、収率は24%であった。

【0071】

次いで、このようにして得た化合物1を蒸着法によって正孔注入層3上に厚さ350に形成し、化合物1のアモルファス膜から構成される発光層4を形成した。

50

【 0 0 7 2 】

図 2 は、上記のようにして作製した有機 E L 素子 1 0 の発光スペクトルを示すグラフである。図 2 から明らかなように、本実施例において得た有機 E L 素子 1 0 は、緑青色の蛍光を発することが分かる。

【 0 0 7 3 】

図 3 は、有機 E L 素子 1 0 の電圧 - 電流特性並びに電圧 - 輝度特性を示すグラフである。図 3 から明らかなように、印加電圧値 2 . 5 V 以上で発光が開始され、印加電圧値 1 1 V で $12,350 \text{ cd m}^{-2}$ の発光輝度が得られた。また、 300 cd m^{-2} の発光輝度における発光効率は 1.1 lm W^{-1} であった。すなわち、本実施例における有機 E L 素子 1 0 は、極めて大きな発光輝度を呈するとともに、良好な発光効率を有することが分か

10

【 0 0 7 4 】

図 4 は、本実施例における有機 E L 素子 1 0 における発光輝度の温度依存性を示すグラフである。測定に際しては、 18 mA / cm^2 の定電流を流して発光させ、この状態において室温から約 200 °C まで加熱した。その結果、図 4 から明らかなように、約 170 °C まで加熱した状態においても室温時の発光輝度の 95 % 程度の輝度で発光することが確認された。また、加熱後室温まで冷却して再度発光輝度を測定した結果、素子加熱前の輝度と同等の値を示し、加熱後においても発光特性が劣化しないことが確認された。

【 0 0 7 5 】

この結果、本実施例において作製した有機 E L 素子 1 0 は、耐熱性及び耐久性ともに優れ

20

【 0 0 7 6 】

以上、具体例を挙げながら発明の実施の形態に基づいて本発明を詳細に説明してきたが、本発明は上記内容に限定されるものではなく、本発明の範疇を逸脱しない限りにおいて、あらゆる変形や変更が可能である。

【 0 0 7 7 】

【 発明の効果 】

以上説明したように、本発明によれば、優れた発光特性並びに耐熱性及び耐久性を有する新規なエレクトロルミネッセンス素子用材料を提供することができる。したがって、このエレクトロルミネッセンス素子用材料からアモルファス膜を作製し、これを有機 E L 素子の発光層として用いることにより、発光特性及び発光効率、並びに耐熱性及び耐久性に優れた有機 E L 素子を提供することができる。

30

【 図面の簡単な説明 】

【 図 1 】 本発明の E L 素子構成の一例を示す概略図である。

【 図 2 】 本発明の E L 素子の発光スペクトルの一例を示すグラフである。

【 図 3 】 本発明の E L 素子の電圧 - 電流特性並びに電圧 - 輝度特性を示すグラフである。

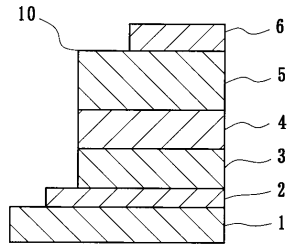
【 図 4 】 本発明の E L 素子における発光輝度の温度依存性を示すグラフである。

【 符号の説明 】

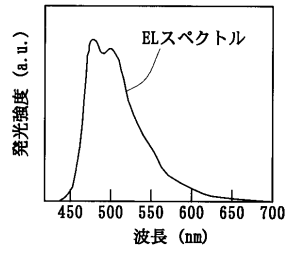
- 1 ガラス基板
- 2 I T O 電極
- 3 正孔注入層
- 4 発光層
- 5 電子輸送層
- 6 M g A g 電極
- 1 0 E L 素子

40

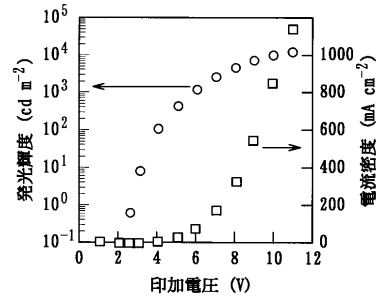
【図 1】



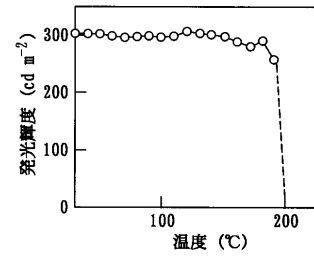
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平 10 - 219242 (JP, A)
特開 2002 - 075650 (JP, A)
特開 2001 - 131541 (JP, A)
特開平 10 - 125468 (JP, A)
特開平 10 - 219242 (JP, A)
特開 2001 - 254076 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

C09K 11/06
H05B 33/14
H05B 33/22
C07D333/20

专利名称(译)	用于电致发光元件，非晶膜和电致发光元件的材料		
公开(公告)号	JP3577510B2	公开(公告)日	2004-10-13
申请号	JP2001203729	申请日	2001-07-04
[标]申请(专利权)人(译)	大阪大学长		
申请(专利权)人(译)	大阪大学长		
当前申请(专利权)人(译)	大阪大学长		
[标]发明人	城田靖彦		
发明人	城田 靖彦		
IPC分类号	H05B33/10 C07D333/20 C09K11/06 H01L51/50 H05B33/14 H05B33/22		
FI分类号	C09K11/06.635 C07D333/20 H05B33/14.B H05B33/22.B H05B33/22.D H05B33/10		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB03 3K007/AB04 3K007/AB06 3K007/AB14 3K007/AB18 3K007/CA01 3K007/CB01 3K007/DA01 3K007/DB03 3K007/EB00 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB08 3K107/CC04 3K107/CC13 3K107/CC21 3K107/DD58 4C023/CA07		
审查员(译)	渡边洋子		
其他公开文献	JP2003013054A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：获得用于电致发光元件的新材料，具有优异的发光特性，耐热性和耐久性，从而提供具有高发光亮度和高发光效率以及优异的耐热性和耐久性的新EL元件和使用的非晶膜一样。溶液：该电致发光元件用材料由通式（Ar 1~Ar 4各自为芳基，n为自然数）表示。通过加热和熔化用于电致发光元件的材料并使熔融材料冷却并通过旋涂法或通过诸如气相沉积法的成膜方法涂覆固定厚度的溶液来获得该非晶膜。

