

(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2011-84717

(P2011-84717A)

(43) 公開日 平成23年4月28日 (2011.4.28)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C09K 11/06 (2006.01)	C09K 11/06 620	3K107
H01L 51/50 (2006.01)	C09K 11/06 645	4C055
C07C 211/61 (2006.01)	C09K 11/06 660	4H006
C07C 217/94 (2006.01)	H05B 33/14 B	4H049
C07C 323/35 (2006.01)	C09K 11/06 690	
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 48 頁) 最終頁に続く		

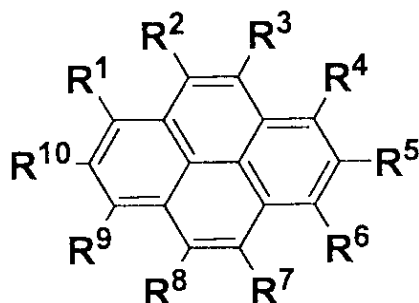
(21) 出願番号	特願2010-102810 (P2010-102810)	(71) 出願人	000222118
(22) 出願日	平成22年4月28日 (2010.4.28)		東洋インキ製造株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2009-216977 (P2009-216977)		東京都中央区京橋2丁目3番13号
(32) 優先日	平成21年9月18日 (2009.9.18)	(72) 発明者	玉野 美智子
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内
		(72) 発明者	早川 純平
			東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋インキ製造株式会社内
		Fターム (参考)	3K107 AA01 BB01 BB02 BB03 BB04
			BB06 CC04 CC07 CC12 CC21
			CC24 DD53 DD59 DD68 DD69
			DD70 GG06
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子用材料およびその用途

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 低電圧駆動、長寿命化、などの優れた特性を有する、高いガラス転移温度 (T_g) を示す、ジアリール置換アミノ基を有するピレン化合物の提供。

【解決手段】 下式で表される化合物。



(式中、 $R^2 \sim R^{10}$ は、水素原子、または、置換基を表し、 R^1 は、特定のジアリール置換アミノ基である。)

【選択図】 なし

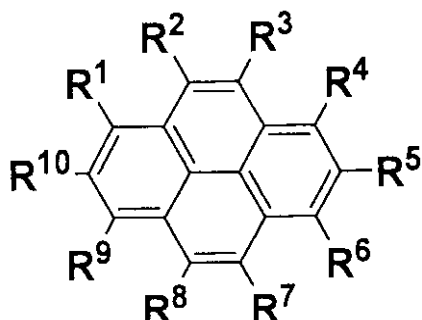
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式〔1〕で表される有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

一般式〔1〕

【化 1】



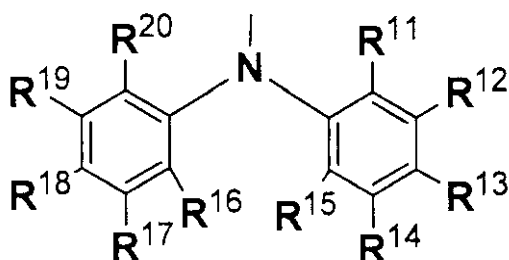
10

(式中、 $R^2 \sim R^{10}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換または未置換の 1 価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族複素環基、置換シリル基を表し、 R^1 は、一般式〔2〕で表されるジアリール置換アミノ基である。)

20

一般式〔2〕

【化 2】



30

(式中、 $R^{11} \sim R^{20}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、または、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の芳香族複素環基、置換もしくは未置換のアルコキシ基、置換もしくは未置換のアリールオキシ基、置換もしくは未置換のアルキルチオ基、置換もしくは未置換のアリールチオ基、置換シリル基、または、置換アミノ基を表す。また、 $R^{11} \sim R^{15}$ 、並びに、 $R^{16} \sim R^{20}$ はそれぞれ隣接する基同士で結合して環を形成してもよい。)

40

【請求項 2】

一対の電極間に発光層を含む複数層の有機層を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記発光層が、請求項 1 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 3】

更に、前記発光層中にホスト材料としてアントラセン誘導体を含むことを特徴とする請求項 2 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 4】

発光層が塗布により成膜されてなる請求項 2 ～ 3 いずれか記載の有機エレクトロルミネッ

50

センス素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は新規な有機エレクトロルミネッセンス素子（以下有機EL素子と略記）用材料およびその用途に関する。さらに詳しくは、有機EL素子に用いた場合、蒸着やスパインコートにより製膜が可能であり、かつ優れた性能（高いガラス転移温度、高い発光効率、低電圧駆動、高色純度、長寿命）を発揮し、特に青色発光材料に好適に用いることができる有機EL素子用材料に関する。

【背景技術】

10

【0002】

近年、有機EL素子においては、素子の長寿命化が求められている。素子の寿命に影響を及ぼす原因は様々な因子が考えられるが、その一つとして、素子を構成する材料のガラス転移温度(Tg)が、素子の寿命に大きな影響を及ぼすものと考えられている。すなわち、素子の使用環境や駆動時の発熱などにより、素子の温度が構成する材料のTgを上回ると、構成する材料の結晶化が起これ、ダークスポットと呼ばれる非発光領域が発生することが指摘されている。そのため、より高いTgを示す材料が求められてきた（非特許文献1、2）。

【0003】

ところで、カルバゾール類は、古くから正孔輸送性を示すことが知られており、この性質を利用して、電子写真感光体の電荷輸送材料や有機EL素子の正孔輸送材料として検討されてきた。また近年では、N、N'-ジカルバゾイル-4,4'-ビフェニル(CBP)に代表されるN-カルバゾリル基を末端に有する化合物を、有機EL素子の発光層中のホスト材料として用いる検討が盛んに行われている（非特許文献3）。しかし、これらの化合物は一般的に結晶化し易いという性質を示すため、素子を作成した際にダークスポットを発生しやすく、実用的な材料とはいえないという欠点があった。

20

【0004】

青色発光素子において、耐久性の優れた素子を提供する青色発光材料は少ない。一例として、アントラセン化合物を青色発光素子に用いる技術が開示されている。各種のアントラセン化合物（特許文献1～4）を用いた青色発光素子が報告されているが、いずれも素子の寿命は短く、実用的な材料とはいえないという欠点があった。

30

【0005】

その他の青色発光材料としては、特に青色ドーバント発光材料として、ピレン骨格を用いた有機電界発光素子が開示されている。（特許文献5）しかし、これらの青色発光素子はいずれも、低寿命であり、実用性に欠ける性能であった。

【0006】

その中で、ジフェニルアミンユニットを置換したピレン誘導体を用いた有機電界発光素子が開示されている。（特許文献6～9）しかしながら、この素子は青色発光の色純度が低く、濃い青色発光の達成が難しい。そのため前記素子はフルカラーディスプレイの製造には問題を有する。

40

【0007】

また、ピレン骨格に1個のアミノ基が置換した青色発光材料を用いた有機電界発光素子が開示されている。（特許文献10）しかし、青色ドーバント発光材料としての利用例は報告されていない。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】特開2003-306454号公報

【特許文献2】特開2004-2351号公報

【特許文献3】WO2005-113531号公報

50

【特許文献４】特開２００７－６３５０１号公報
 【特許文献５】ＷＯ２００４－０１６５７５号公報
 【特許文献６】韓国特許第５２５４０８号明細書
 【特許文献７】米国特許第５１５３０７８号公報
 【特許文献８】ＷＯ２００４／０８３１６２号公報
 【特許文献９】ＷＯ２００５／１０８３４８号公報
 【特許文献１０】特開平４－１７５３９５号公報

【非特許文献】

【０００９】

【非特許文献１】時任静士、安達千波矢、村田英幸共著、有機ＥＬディスプレイ、オーム社、２００４年発行、１３９～１４３頁

【非特許文献２】技術情報協会編、最新機能性色素大全集、技術情報協会、２００７年発行、１０３～１１９頁

【非特許文献３】Applied Physics Letters、７５巻、４頁、１９９９年発行

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【００１０】

本発明の課題は、有機ＥＬ素子用材料に有用で、蒸着が可能であり、且つ、高いＴｇを示すカルbazolil基を有する化合物を提供すること、および、特に青色発光する有機ＥＬ素子として好適に用いることができるカルbazolil基を有する化合物を提供することにある。さらには、この有機ＥＬ素子用材料を用いることにより、高い発光効率、低電圧駆動、色純度、長寿命、耐熱性などの優れた特性を示す有機ＥＬ素子を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【００１１】

本発明者らは、前記諸問題を解決するために、鋭意研究を重ねた結果、本発明に至った。

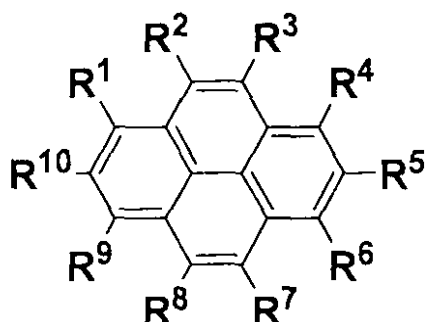
【００１２】

すなわち本発明は、下記一般式〔１〕で表される有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。

【００１３】

一般式〔１〕

【化１】



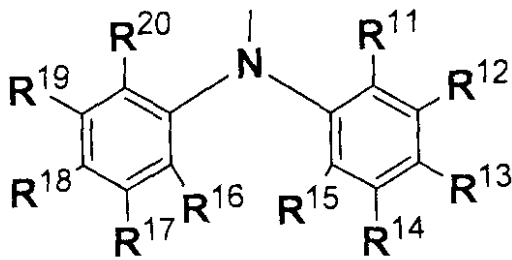
【００１４】

（式中、 $R^2 \sim R^{10}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換または未置換の１価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の１価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の１価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の１価の芳香族複素環基、置換シリル基を表し、 R^1 は、一般式〔２〕で表されるジアリール置換アミノ基である。）

【００１５】

一般式〔２〕

【化２】



10

【００１６】

（式中、 $R^{11} \sim R^{20}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、または、置換もしくは未置換の１価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の１価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の１価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の芳香族複素環基、置換もしくは未置換のアルコキシ基、置換もしくは未置換のアリールオキシ基、置換もしくは未置換のアルキルチオ基、置換もしくは未置換のアリールチオ基、置換シリル基、または、置換アミノ基を表す。また、 $R^{11} \sim R^{15}$ 、並びに、 $R^{16} \sim R^{20}$ はそれぞれ隣接する基同士で結合して環を形成してもよい。）

【００１７】

20

また、本発明は、一対の電極間に発光層を含む複数層の有機層を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記発光層が、上記の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【００１８】

また、本発明は、更に、前記発光層中にホスト材料としてアントラセン誘導体を含むことを特徴とする上記の有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【００１９】

また、本発明は、発光層が塗布により成膜されてなる上記記載の有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【発明の効果】

30

【００２０】

本発明の有機ＥＬ素子用材料を用いた有機ＥＬ素子は、低い電圧で駆動し、かつ、長寿命であるため、壁掛けテレビ等のフラットパネルディスプレイや平面発光体として好適に使用することができ、複写機やプリンター等の光源、液晶ディスプレイや計器類等の光源、表示板、標識灯等への応用が可能である。

【発明を実施するための形態】

【００２１】

以下、詳細にわたって本発明を説明する。

【００２２】

まず、一般式〔１〕における $R^2 \sim R^{10}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換または未置換の１価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の１価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の１価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の１価の芳香族複素環基、置換シリル基を表し、 R^1 は、一般式〔２〕で表されるジアリール置換アミノ基である。

40

【００２３】

ここで、ハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子が挙げられる。

【００２４】

また、１価の脂肪族炭化水素基としては、炭素数１～１８の１価の脂肪族炭化水素基を指し、そのようなものとしては、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、シクロアル

50

キル基が挙げられる。

【0025】

ここで、アルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、イソペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基、ペンタデシル基、オクタデシル基といった炭素数1～18のアルキル基が挙げられる。

【0026】

また、アルケニル基としては、ビニル基、1-プロペニル基、2-プロペニル基、イソプロペニル基、1-ブテニル基、2-ブテニル基、3-ブテニル基、1-オクテニル基、1-デセニル基、1-オクタデセニル基といった炭素数2～18のアルケニル基が挙げられる。

10

【0027】

また、アルキニル基としては、エチニル基、1-プロピニル基、2-プロピニル基、1-ブチニル基、2-ブチニル基、3-ブチニル基、1-オクチニル基、1-デシニル基、1-オクタデシニル基といった炭素数2～18のアルキニル基が挙げられる。

【0028】

また、シクロアルキル基としては、シクロプロピル基、シクロブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基、シクロオクチル基、シクロオクタデシル基といった炭素数3～18のシクロアルキル基が挙げられる。

【0029】

さらに、1価の芳香族炭化水素基としては、1価の単環、縮合環、環集合炭化水素基が挙げられる。

20

【0030】

ここで、1価の単環芳香族炭化水素基としては、フェニル基、o-トリル基、m-トリル基、p-トリル基、2,4-キシリル基、p-クメニル基、メシチル基等の炭素数6～18の1価の単環芳香族炭化水素基が挙げられる。

【0031】

また、1価の縮合環炭化水素基としては、1-ナフチル基、2-ナフチル基、1-アンスリル基、2-アンスリル基、5-アンスリル基、1-フェナンスリル基、9-フェナンスリル基、1-アセナフチル基、2-アズレニル基、1-ピレニル基、2-トリフェニル基等の炭素数10～18の1価の縮合環炭化水素基が挙げられる。

30

【0032】

また、1価の環集合炭化水素基としては、o-ビフェニル基、m-ビフェニル基、p-ビフェニル基等の炭素数12～18の1価の環集合炭化水素基が挙げられる。

【0033】

さらに、1価の脂肪族複素環基としては、2-ピラゾリノ基、ピペリジノ基、モルホリノ基、2-モルホリニル基といった炭素数3～18の1価の脂肪族複素環基が挙げられる。

【0034】

さらに、1価の芳香族複素環基としては、トリアゾリル基、3-オキサジアゾリル基、2-フラニル基、3-フラニル基、2-フリル基、3-フリル基、2-チエニル基、3-チエニル基、1-ピローリル基、2-ピローリル基、3-ピローリル基、2-ピリジル基、3-ピリジル基、4-ピリジル基、2-ピラジル基、2-オキサゾリル基、3-イソオキサゾリル基、2-チアゾリル基、3-イソチアゾリル基、2-イミダゾリル基、3-ピラゾリル基、2-キノリル基、3-キノリル基、4-キノリル基、5-キノリル基、6-キノリル基、7-キノリル基、8-キノリル基、1-イソキノリル基、2-キノキサリニル基、2-ベンゾフリル基、2-ベンゾチエニル基、N-インドリル基、N-カルバゾリル基、N-アクリジニル基、2-チオフェニル基、3-チオフェニル基、ビピリジル基、フェナントロリル基といった炭素数2～18の1価の芳香族複素環基が挙げられる。

40

【0035】

50

さらに、置換シリル基としては、置換もしくは未置換のアルキル基、または、置換もしくは未置換のアリール基によって置換されたシリル基であり、モノアルキルシリル基、モノアリールシリル基、ジアルキルシリル基、ジアリールシリル基、トリアルキルシリル基、トリアリールシリル基等といった置換シリル基が挙げられる。

【0036】

ここで、モノアルキルシリル基としては、モノメチルシリル基、モノエチルシリル基、モノブチルシリル基、モノイソプロピルシリル基、モノデカンシリル、モノイコサンシリル基、モノトリアコンタンシリル基等のモノアルキルシリル基が挙げられる。

【0037】

また、モノアリールシリル基としては、モノフェニルシリル基、モノトリルシリル基、モノナフチルシリル基、モノアンスリルシリル基等のモノアリールシリルが挙げられる。

10

【0038】

また、ジアルキルシリル基としては、ジメチルシリル基、ジエチルシリル基、ジメチルエチルシリル基、ジイソプロピルシリル基、ジブチルシリル基、ジオクチルシリル基、ジデカンシリル基等のジアルキルシリル基が挙げられる。

【0039】

また、ジアリールシリル基としては、ジフェニルシリル基、ジトリルシリル基等のジアリールシリルが挙げられる。

【0040】

また、トリアルキルシリル基としては、トリメチルシリル基、トリエチルシリル基、ジメチルエチルシリル基、トリイソプロピルシリル基、トリブチルシリル基、トリオクチルシリル基等のトリアルキルシリル基が挙げられる。

20

【0041】

また、トリアリールシリル基としては、トリフェニルシリル基、トリトリルシリル基等のトリアリールシリルが挙げられる。

【0042】

これら $R^2 \sim R^{10}$ における、1 価の脂肪族炭化水素基、1 価の芳香族炭化水素基、1 価の脂肪族複素環基、および、1 価の芳香族複素環基は、さらに他の置換基によって置換されていても良い。そのような置換基としては、ハロゲン原子、1 価の脂肪族炭化水素基、1 価の芳香族炭化水素基、1 価の脂肪族複素環基、1 価の芳香族複素環基、置換シリル基が挙げられる。これらの置換基の例としては前述のものが挙げられる。

30

【0043】

また、一般式 [1] 中の $R^2 \sim R^{10}$ において、好ましいものとしては、水素原子、1 価の脂肪族炭化水素基、1 価の芳香族炭化水素基が挙げられ、さらに好ましいものは、水素原子、1 価の芳香族炭化水素基が挙げられ、特に好ましいものは、水素原子が挙げられる。

【0044】

次に、一般式 [2] における $R^{11} \sim R^{20}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族複素環基、置換もしくは未置換のアルコキシ基、置換もしくは未置換のアリールオキシ基、置換もしくは未置換のアルキルチオ基、置換もしくは未置換のアリールチオ基、置換シリル基、および、置換アミノ基を表す。

40

【0045】

ここで、置換アミノ基としては、N-メチルアミノ基、N-エチルアミノ基、N, N-ジエチルアミノ基、N, N-ジイソプロピルアミノ基、N, N-ジブチルアミノ基、N-ベンジルアミノ基、N, N-ジベンジルアミノ基、N-フェニルアミノ基、N-フェニル-N-メチルアミノ基、N, N-ジフェニルアミノ基、N, N-ビス (m-トリル) アミノ基、N, N-ビス (p-トリル) アミノ基、N, N-ビス (p-ピフェニル) アミノ基、ビス [4- (4-メチル) ピフェニル] アミノ基、N- α -ナフチル-N-フェニルアミノ基、N- β -ナフチル-N-フェニルアミノ基等の炭素数 2 ~ 26 の置換アミノ

50

基が挙げられる。

【0046】

また、置換もしくは未置換のアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基、tert-ブトキシ基、オクチルオキシ基、tert-オクチルオキシ基といった炭素数1～8のアルコキシ基が挙げられる。

【0047】

また、置換もしくは未置換のアリールオキシ基としては、フェノキシ基、4-tert-ブチルフェノキシ基、1-ナフチルオキシ基、2-ナフチルオキシ基、9-アンスリルオキシ基といった炭素数6～14のアリールオキシ基が挙げられる。

【0048】

また、置換もしくは未置換のアルキルチオ基としては、メチルチオ基、エチルチオ基、tert-ブチルチオ基、ヘキシルチオ基、オクチルチオ基といった炭素数1～8のアルキルチオ基が挙げられる。

【0049】

また、置換もしくは未置換のアリールチオ基としては、フェニルチオ基、2-メチルフェニルチオ基、4-tert-ブチルフェニルチオ基といった炭素数6～14のアリールチオ基が挙げられる。

【0050】

また、 $R^{11} \sim R^{20}$ における、ハロゲン原子、置換もしくは未置換の1価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の1価の芳香族複素環基、および、置換シリル基、は、 $R^2 \sim R^{10}$ におけるハロゲン原子、置換もしくは未置換の1価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の1価の芳香族複素環基、および、置換シリル基と同義である。

【0051】

本発明の有機EL素子用材料は、非対称であるのでアモルファス性が高くなり、その結果として結晶化が起こりにくい。この性状は、有機EL素子用の材料として用いる場合、薄膜の安定性が向上し、ダークスポットが起き難くなり、有機EL素子寿命が長くなる。

【0052】

以上、本発明の一般式〔1〕で表される有機EL素子用材料について説明したが、これらの有機EL素子用材料を用いて蒸着によって有機EL素子を作成する場合、有機EL素子用材料の分子量としては、1500以下が好ましく、1200以下がより好ましく、1000以下がさらに好ましく、800以下が特に好ましい。この理由として、分子量が大きいと、蒸着による素子の作製が困難になる懸念があるためである。

【0053】

本発明の有機EL素子用材料の代表例を、以下の表1に示すが、本発明は、この代表例に限定されるものではない。

【0054】

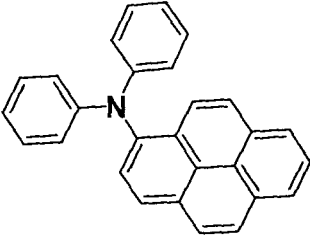
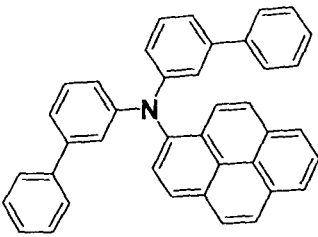
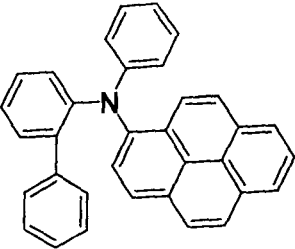
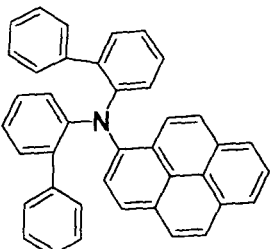
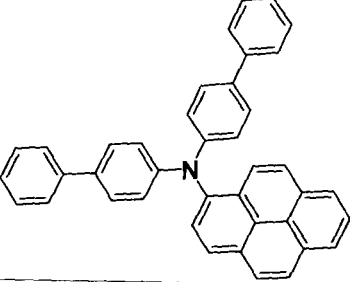
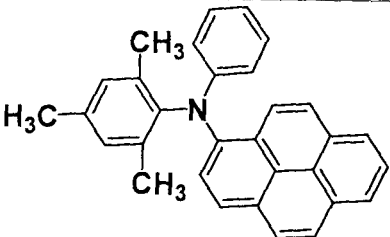
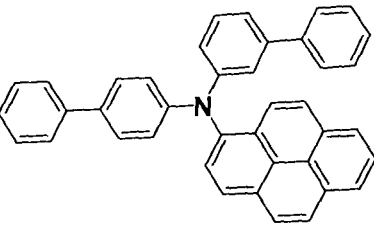
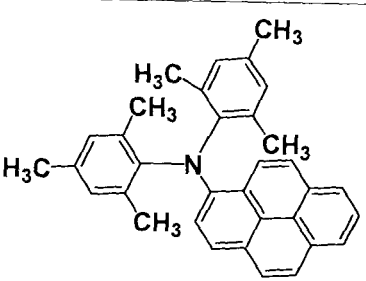
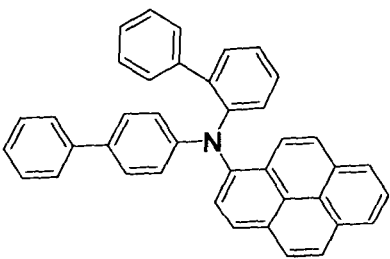
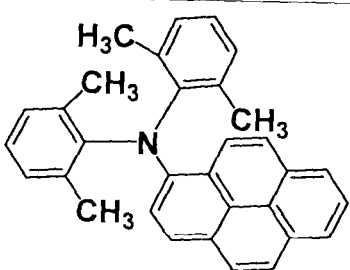
10

20

30

【表 1】

表 1

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
(1)		(6)	
(2)		(7)	
(3)		(8)	
(4)		(9)	
(5)		(10)	

10

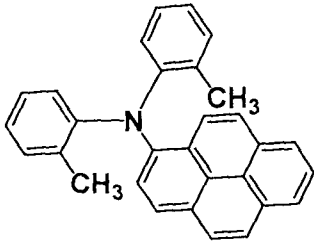
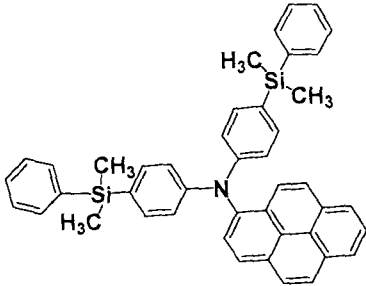
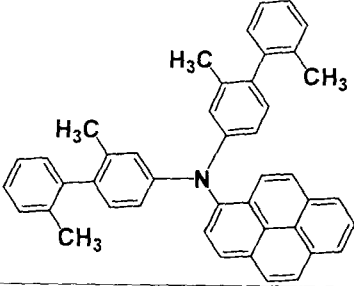
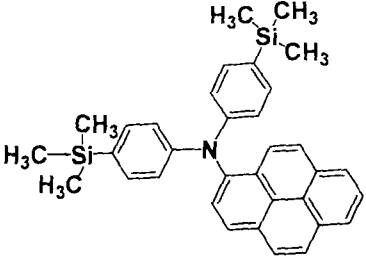
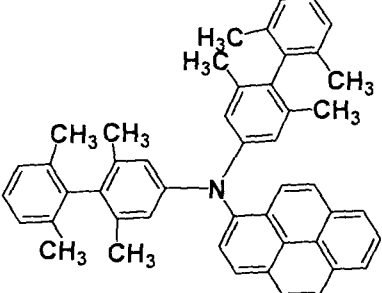
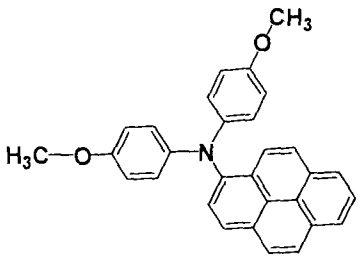
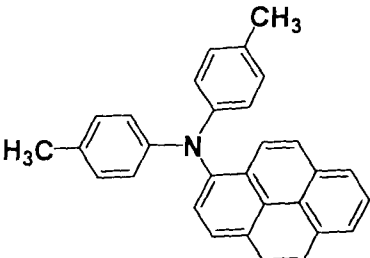
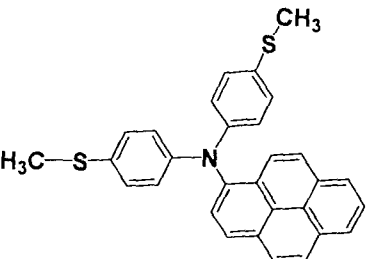
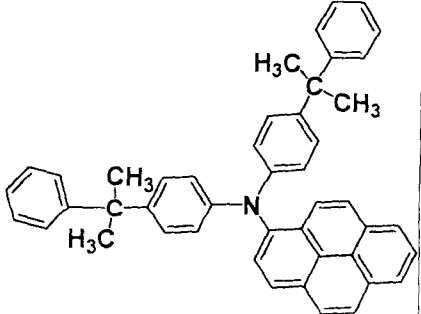
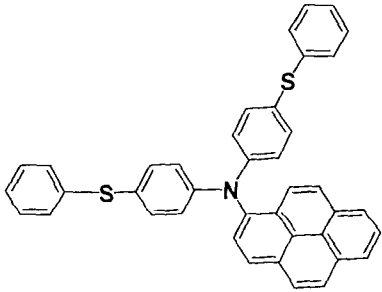
20

30

40

【0055】

【表 1】

化合物	化学構造	化合物	化学構造
(11)		(16)	
(12)		(17)	
(13)		(18)	
(14)		(19)	
(15)		(20)	

10

20

30

40

【表 1】

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
(21)		(26)	
(22)		(27)	
(23)		(28)	
(24)		(29)	
(25)		(30)	

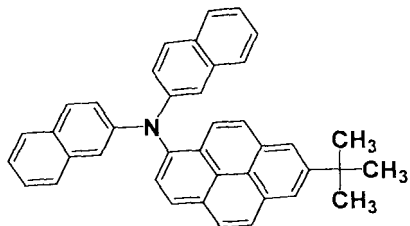
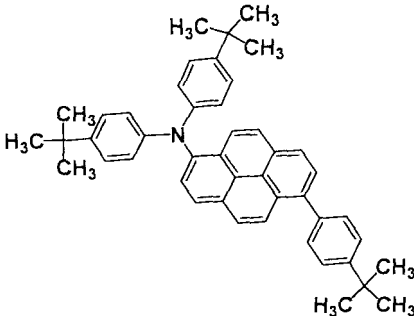
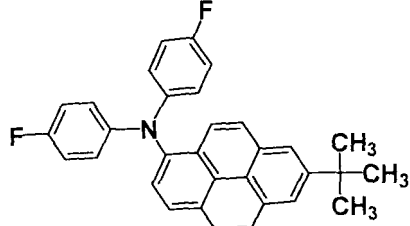
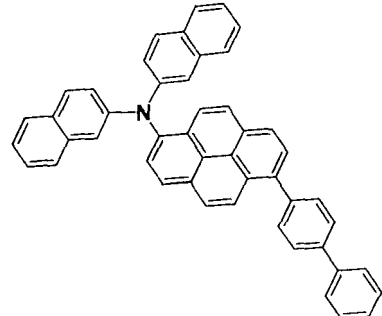
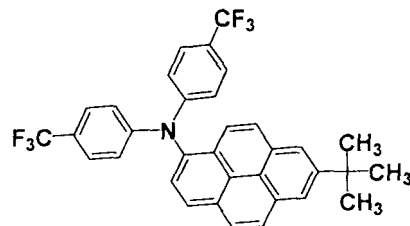
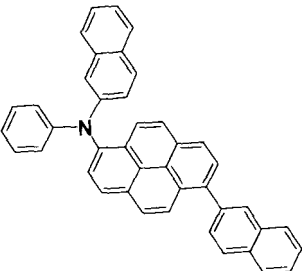
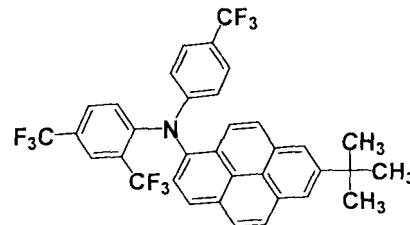
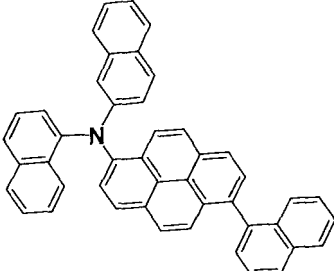
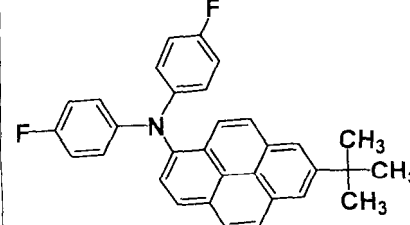
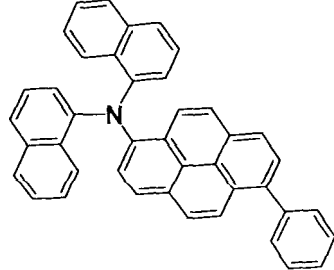
10

20

30

40

【表 1】

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
(31)		(36)	
(32)		(37)	
(33)		(38)	
(34)		(39)	
(35)		(40)	

10

20

30

40

【表 1】

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
(41)		(46)	
(42)		(47)	
(43)		(48)	
(44)		(49)	
(45)		(50)	

10

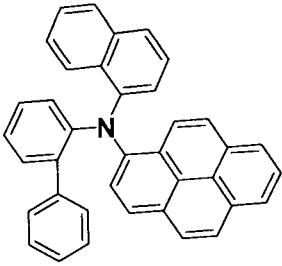
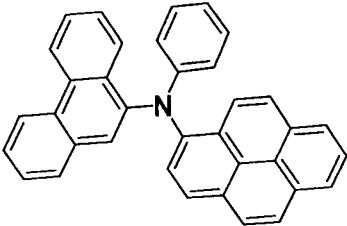
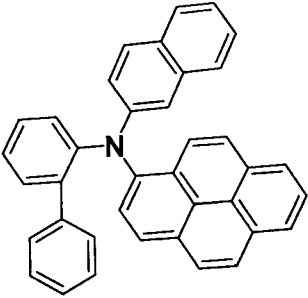
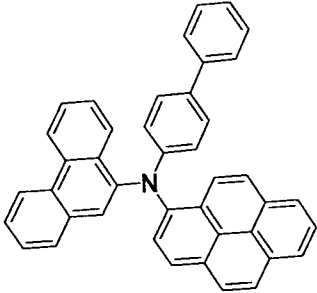
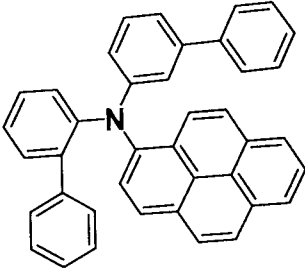
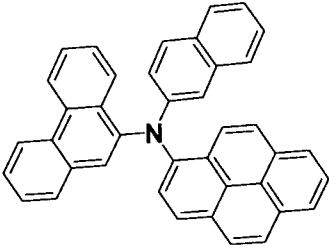
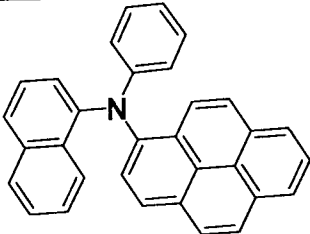
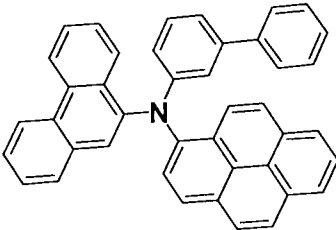
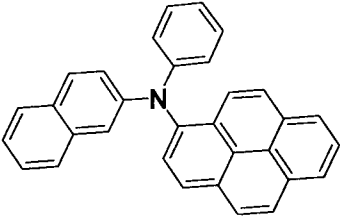
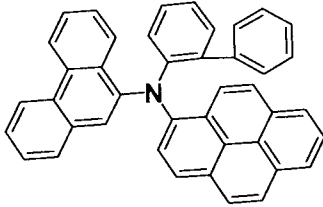
20

30

40

【 0 0 5 9 】

【表 1】

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
(51)		(56)	
(52)		(57)	
(53)		(58)	
(54)		(59)	
(55)		(60)	

10

20

30

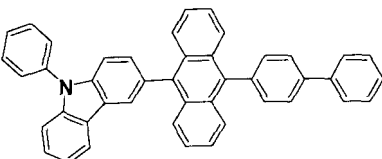
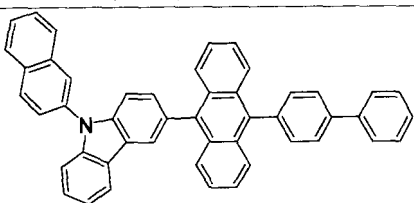
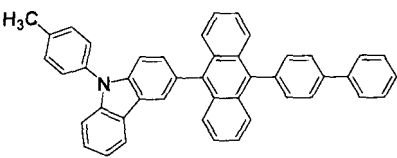
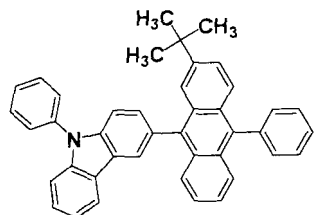
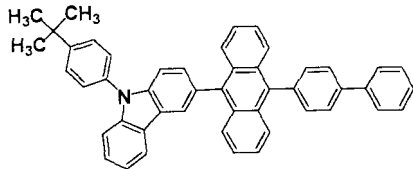
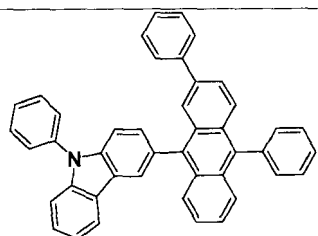
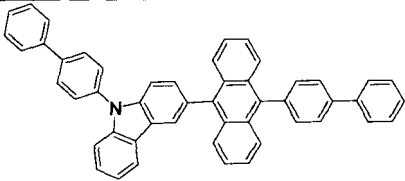
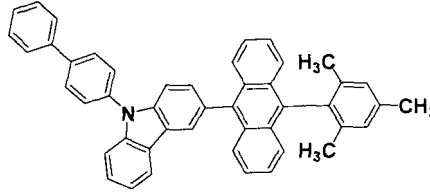
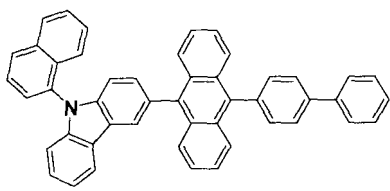
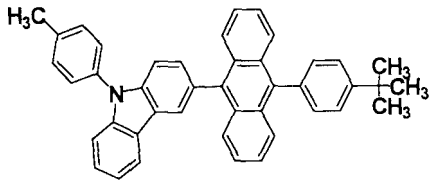
40

【0060】

次に、本発明で、ホスト材料として用いられるアントラセン系誘導体の代表例を、以下の表2に示すが、本発明は、この代表例に限定されるものではない。

【0061】

【表 2】

表 2			
化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
H-1		H-6	
H-2		H-7	
H-3		H-8	
H-4		H-9	
H-5		H-10	

10

20

30

【 0 0 6 2 】

【表 2】

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
H-11		H-16	
H-12		H-17	
H-13		H-18	
H-14		H-19	
H-15		H-20	

10

20

30

【 0 0 6 3 】

【表 2】

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
H-21		H-26	
H-22		H-27	
H-23		H-28	
H-24		H-29	
H-25		H-30	

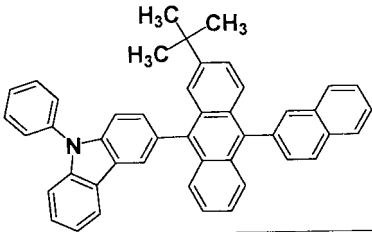
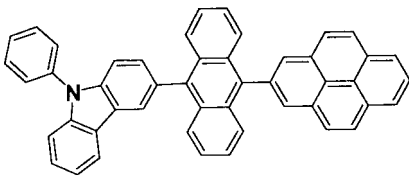
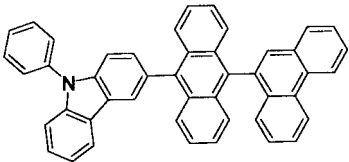
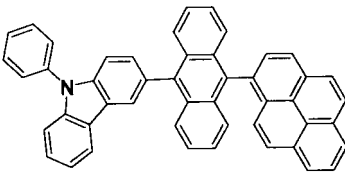
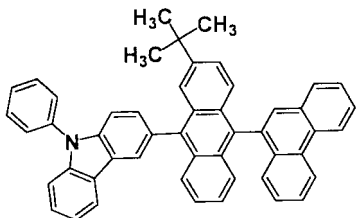
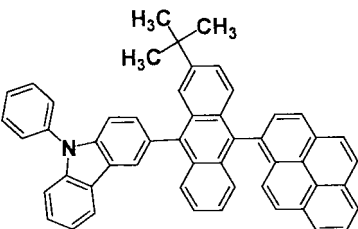
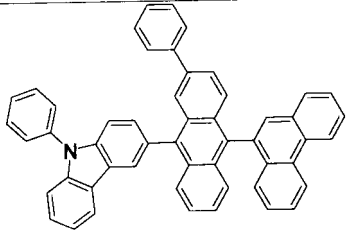
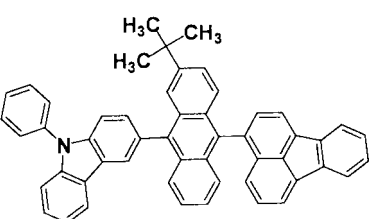
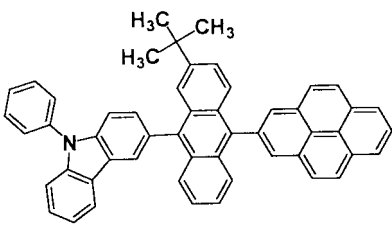
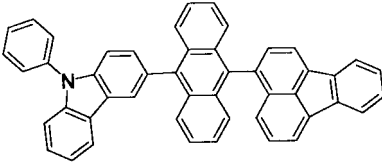
10

20

30

【 0 0 6 4 】

【表 2】

化合物	化学構造	化合物	化学構造
H-31		H-36	
H-32		H-37	
H-33		H-38	
H-34		H-39	
H-35		H-40	

10

20

30

40

【表 2】

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
H-41		H-46	
H-42		H-47	
H-43		H-48	
H-44		H-49	
H-45		H-50	

【0066】

ここで、本発明の有機EL素子用材料を用いて作成することができる有機EL素子について詳細に説明する。

【0067】

有機EL素子は、陽極と陰極間に一層または多層の有機層を形成した素子から構成されるが、ここで、一層型有機EL素子とは、陽極と陰極との間に発光層のみからなる素子を指す。一方、多層型有機EL素子とは、発光層の他に、発光層への正孔や電子の注入を容易にしたり、発光層内での正孔と電子との再結合を円滑に行わせたりすることを目的として、正孔注入層、正孔輸送層、正孔阻止層、電子注入層などを積層させたものを指す。また、発光層と陽極との間で発光層に隣接して存在し、発光層と陽極、又は発光層と、正孔注入層若しくは正孔輸送層とを隔離する役割をもつ層であるインターレイヤー層を挿入しても良い。したがって、多層型有機EL素子の代表的な素子構成としては、(1) 陽極／正孔注入層／発光層／陰極、(2) 陽極／正孔注入層／正孔輸送層／発光層／陰極、(3) 陽極／正孔注入層／発光層／電子注入層／陰極、(4) 陽極／正孔注入層／正孔輸送層／発光層／電子注入層／陰極、(5) 陽極／正孔注入層／発光層／正孔阻止層／電子注入層／陰極、(6) 陽極／正孔注入層／正孔輸送層／発光層／正孔阻止層／電子注入層／陰極、(7) 陽極／発光層／正孔阻止層／電子注入層／陰極、(8) 陽極／発光層／電子注入層／陰極等 (9) 陽極／正孔注入層／正孔輸送層／インターレイヤー層／発光層／陰極

、(10)陽極／正孔注入層／インターレイヤー層／発光層／電子注入層／陰極、(11)陽極／正孔注入層／正孔輸送層／インターレイヤー層／発光層／電子注入層／陰極、の多層構成で積層した素子構成が考えられる。

【0068】

また、上述した各有機層は、それぞれ二層以上の層構成により形成されても良く、いくつかの層が繰り返し積層されていても良い。そのような例として、近年、光取り出し効率の向上を目的に、上述の多層型有機EL素子の一部の層を多層化する「マルチ・フォトン・エミッション」と呼ばれる素子構成が提案されている。これは例えば、ガラス基板／陽極／正孔輸送層／電子輸送性発光層／電子注入層／電荷発生層／発光ユニット／陰極から構成される有機EL素子に於いて、電荷発生層と発光ユニットの部分を複数層積層するといった方法が挙げられる。

10

【0069】

正孔注入層には、発光層に対して優れた正孔注入効果を示し、かつ陽極界面との密着性と薄膜形成性に優れた正孔注入層を形成できる正孔注入材料が用いられる。また、このような材料を多層積層させ、正孔注入効果の高い材料と正孔輸送効果の高い材料とを多層積層させた場合、それぞれに用いる材料を正孔注入材料、正孔輸送材料と呼ぶことがある。本発明の有機EL素子用材料は、正孔注入材料、正孔輸送材料いずれにも好適に使用することができる。これら正孔注入材料や正孔輸送材料は、正孔移動度が大きく、イオン化エネルギーが通常5.5 eV以下と小さい必要がある。このような正孔注入層としては、より低い電界強度で正孔を発光層に輸送する材料が好ましく、さらに正孔の移動度が、例えば $10^4 \sim 10^6$ V/cmの電界印加時に、少なくとも 10^{-6} cm²/V・秒であるものが好ましい。本発明の有機EL素子用材料と混合して使用することができる、他の正孔注入材料および正孔輸送材料としては、上記の好ましい性質を有するものであれば特に制限はなく、従来、光導伝材料において正孔の電荷輸送材料として慣用されているものや、有機EL素子の正孔注入層に使用されている公知のものの中から任意のものを選択して用いることができる。

20

【0070】

このような正孔注入材料や正孔輸送材料としては、具体的には、例えばトリアゾール誘導体(米国特許3,112,197号明細書等参照)、オキサジアゾール誘導体(米国特許3,189,447号明細書等参照)、イミダゾール誘導体(特公昭37-16096号公報等参照)、ポリアリアルカン誘導体(米国特許3,615,402号明細書、同第3,820,989号明細書、同第3,542,544号明細書、特公昭45-5555号公報、同51-10983号公報、特開昭51-93224号公報、同55-17105号公報、同56-4148号公報、同55-108667号公報、同55-156953号公報、同56-36656号公報等参照)、ピラズリン誘導体およびピラズロン誘導体(米国特許第3,180,729号明細書、同第4,278,746号明細書、特開昭55-88064号公報、同55-88065号公報、同49-105537号公報、同55-51086号公報、同56-80051号公報、同56-88141号公報、同57-45545号公報、同54-112637号公報、同55-74546号公報等参照)、フェニレンジアミン誘導体(米国特許第3,615,404号明細書、特公昭51-10105号公報、同46-3712号公報、同47-25336号公報、特開昭54-53435号公報、同54-110536号公報、同54-119925号公報等参照)、アリアルアミン誘導体(米国特許第3,567,450号明細書、同第3,180,703号明細書、同第3,240,597号明細書、同第3,658,520号明細書、同第4,232,103号明細書、同第4,175,961号明細書、同第4,012,376号明細書、特公昭49-35702号公報、同39-27577号公報、特開昭55-144250号公報、同56-119132号公報、同56-22437号公報、西独特許第1,110,518号明細書等参照)、アミノ置換カルコン誘導体(米国特許第3,526,501号明細書等参照)、オキサゾール誘導体(米国特許第3,257,203号明細書等参照)、スチリルアントラセン誘導体(特開昭56-46234

30

40

50

号公報等参照)、フルオレノン誘導体(特開昭54-110837号公報等参照)、ヒド
ラゾン誘導体(米国特許第3,717,462号明細書、特開昭54-59143号公報
、同55-52063号公報、同55-52064号公報、同55-46760号公報、
同55-85495号公報、同57-11350号公報、同57-148749号公報、
特開平2-311591号公報等参照)、スチルベン誘導体(特開昭61-210363
号公報、同第61-228451号公報、同61-14642号公報、同61-7225
5号公報、同62-47646号公報、同62-36674号公報、同62-10652
号公報、同62-30255号公報、同60-93455号公報、同60-94462号
公報、同60-174749号公報、同60-175052号公報等参照)、シラザン誘
導体(米国特許第4,950,950号明細書)、ポリシラン系(特開平2-20499
6号公報)、アニリン系共重合体(特開平2-282263号公報)、特開平1-211
399号公報に開示されている導電性高分子オリゴマー(特にチオフェンオリゴマー)等
をあげることができる。

10

【0071】

正孔注入材料や正孔輸送材料としては上記のものを使用することができるが、芳香族第
三級アミン化合物およびスチリルアミン化合物(米国特許第4,127,412号明細書
、特開昭53-27033号公報、同54-58445号公報、同54-149634号
公報、同54-64299号公報、同55-79450号公報、同55-144250号
公報、同56-119132号公報、同61-295558号公報、同61-98353
号公報、同63-295695号公報等参照)を用いることもできる。例えば、米国特許
第5,061,569号に記載されている2個の縮合芳香族環を分子内に有する4,4'-
ービス(N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ)ビフェニル等や、特開平4-30
8688号公報に記載されているトリフェニルアミンユニットが3つスターバースト型に
連結された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等をあげることができる。また、正孔注入材料として銅フタロシア
ニンや水素フタロシアニン等のフタロシアニン誘導体も挙げられる。さらに、その他、芳
香族ジメチリデン系化合物、p型Si、p型SiC等の無機化合物も正孔注入材料や正孔
輸送材料として使用することができる。

20

【0072】

さらに、正孔注入層に使用できる材料としては、酸化モリブデン(MnO_x)、酸化バ
ナジウム(VO_x)、酸化ルテニウム(RuO_x)、酸化銅(CuO_x)、酸化タングステ
ン(WO_x)、酸化イリジウム(IrO_x)などの無機酸化物もあげられる。

30

【0073】

芳香族三級アミン誘導体の具体例としては、例えば、N,N'-ジフェニル-N,N'-
-(3-メチルフェニル)-1,1'-ビフェニル-4,4'-ジアミン、N,N,N',
N'--(4-メチルフェニル)-1,1'-フェニル-4,4'-ジアミン、N,N,
N',N'--(4-メチルフェニル)-1,1'-ビフェニル-4,4'-ジアミン、N
,N'-ジフェニル-N,N'-ジナフチル-1,1'-ビフェニル-4,4'-ジアミ
ン、N,N'-(メチルフェニル)-N,N'-(4-n-ブチルフェニル)-フェナン
トレン-9,10-ジアミン、N,N-ビス(4-ジ-4-トリルアミノフェニル)-4
-フェニル-シクロヘキサン、N,N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-4-ビフェ
ニル)-N,N'-ジフェニルベンジジン、N,N'-ビス(4'-ジフェニルアミノ-
4-フェニル)-N,N'-ジフェニルベンジジン、N,N'-ビス(4'-ジフェニル
アミノ-4-フェニル)-N,N'-ジ(1-ナフチル)ベンジジン、N,N'-ビス(
4'-フェニル(1-ナフチル)アミノ-4-フェニル)-N,N'-ジフェニルベンジ
ジン、N,N'-ビス(4'-フェニル(1-ナフチル)アミノ-4-フェニル)-N,
N'-ジ(1-ナフチル)ベンジジン等があげられ、これらは正孔注入材料、正孔輸送材
料いずれにも使用することができる。

40

【0074】

正孔注入材料として、特に好ましい例を表3に示す。

50

【 0 0 7 5 】

【 表 3 】

表 3

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
HIM1		HIM6	
HIM2		HIM7	
HIM3		HIM8	
HIM4		HIM9	
HIM5		HIM10	

10

20

30

【 0 0 7 6 】

また、本発明の化合物（有機EL素子用材料）と共に用いることが出来る正孔輸送材料
としては、下記表4に示す化合物も挙げられる。

40

【 0 0 7 7 】

【表 4】

表 4

化合物	化 学 構 造	化合物	化 学 構 造
HTM1		HTM5	
HTM2		HTM6	
HTM3		HTM7	
HTM4		HTM8	

【0078】

上に説明した正孔注入層を形成するには、上述の化合物を、例えば真空蒸着法、スピコート法、キャスト法、LB法等の公知の方法により薄膜化する。正孔注入層の膜厚は、特に制限はないが、通常は5 nm～5 μmである。

【0079】

一方、電子注入層には、発光層に対して優れた電子注入効果を示し、かつ陰極界面との密着性と薄膜形成性に優れた電子注入層を形成できる電子注入材料が用いられる。そのような電子注入材料の例としては、金属錯体化合物、含窒素五員環誘導体、フルオレノン誘導体、アントラキノジメタン誘導体、ジフェノキノン誘導体、チオピランジオキシド誘導体、ペリレンテトラカルボン酸誘導体、フレオレニリデンメタン誘導体、アントロン誘導体、シロール誘導体、トリアリールホスフィンオキシド誘導体、カルシウムアセチルアセトナート、酢酸ナトリウムなどが挙げられる。また、セシウム等の金属をバソフェナントロリンにドーブした無機／有機複合材料（高分子学会予稿集、第50巻、4号、660頁、2001年発行）や、第50回応用物理学関連連合講演会講演予稿集、No. 3、1402頁、2003年発行記載のBCP、TPP、T5MPyTZ等も電子注入材料の例として挙げられるが、素子作成に必要な薄膜を形成し、陰極からの電子を注入できて、電子

10

20

30

40

50

を輸送できる材料であれば、特にこれらに限定されるものではない。

【0080】

上記電子注入材料の中で好ましいものとしては、金属錯体化合物、含窒素五員環誘導体、シロール誘導体、トリアリールホスフィンオキシド誘導体が挙げられる。本発明に使用可能な好ましい金属錯体化合物としては、8-ヒドロキシキノリンまたはその誘導体の金属錯体が好適である。8-ヒドロキシキノリンまたはその誘導体の金属錯体の具体例としては、トリス(8-ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(4-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(5-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(5-フェニル-8-ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)(1-ナフトラート)アルミニウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)(2-ナフトラート)アルミニウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)アルミニウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)(4-シアノ-1-ナフトラート)アルミニウム、ビス(4-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(1-ナフトラート)アルミニウム、ビス(5-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(2-ナフトラート)アルミニウム、ビス(5-フェニル-8-ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)アルミニウム、ビス(5-シアノ-8-ヒドロキシキノリナート)(4-シアノ-1-ナフトラート)アルミニウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)クロロアルミニウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)(o-クレゾラート)アルミニウム等のアルミニウム錯体化合物、トリス(8-ヒドロキシキノリナート)ガリウム、トリス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)ガリウム、トリス(4-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)ガリウム、トリス(5-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)ガリウム、トリス(2-メチル-5-フェニル-8-ヒドロキシキノリナート)ガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(1-ナフトラート)ガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(2-ナフトラート)ガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)ガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(4-シアノ-1-ナフトラート)ガリウム、ビス(2,4-ジメチル-8-ヒドロキシキノリナート)(1-ナフトラート)ガリウム、ビス(2,5-ジメチル-8-ヒドロキシキノリナート)(2-ナフトラート)ガリウム、ビス(2-メチル-5-フェニル-8-ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)ガリウム、ビス(2-メチル-5-シアノ-8-ヒドロキシキノリナート)(4-シアノ-1-ナフトラート)ガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)クロロガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(o-クレゾラート)ガリウム等のガリウム錯体化合物の他、8-ヒドロキシキノリナートリチウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)銅、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)マンガン、ビス(10-ヒドロキシベンゾ[h]キノリナート)ベリリウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)亜鉛、ビス(10-ヒドロキシベンゾ[h]キノリナート)亜鉛等の金属錯体化合物が挙げられる。

【0081】

また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、好ましい含窒素五員環誘導体としては、オキサゾール誘導体、チアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体があげられ、具体的には、2,5-ビス(1-フェニル)-1,3,4-オキサゾール、2,5-ビス(1-フェニル)-1,3,4-チアゾール、2,5-ビス(1-フェニル)-1,3,4-オキサジアゾール、2-(4'-tert-ブチルフェニル)-5-(4"-ビフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール、2,5-ビス(1-ナフチル)-1,3,4-オキサジアゾール、1,4-ビス[2-(5-フェニルオキサジアゾリル)]ベンゼン、1,4-ビス[2-(5-フェニルオキサジアゾリル)-4-tert-ブチルベンゼン]、2-(4'-tert-ブチルフェニル)-5-(4"-ビフェニル)-1,3,4-チアジアゾール、2,5-ビス(1-ナフチル)-1,3,4-チアジアゾール、1,4-ビス[2-(5-フェニルチアジアゾリル)]ベンゼン

、2-(4'-tert-ブチルフェニル)-5-(4"-ビフェニル)-1,3,4-トリアゾール、2,5-ビス(1-ナフチル)-1,3,4-トリアゾール、1,4-ビス[2-(5-フェニルトリアゾリル)]ベンゼン等が挙げられる。

【0082】

また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、特に好ましいオキサジアゾール誘導体の具体例を表5に示す。

【0083】

【表5】

表 5

化合物	化学構造	化合物	化学構造
EX1		EX6	
EX2		EX7	
EX3		EX8	
EX4		EX9	
EX5		EX10	

【0084】

また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、特に好ましいトリアゾール誘導体の具体例を表6に示す。表6中、Phは、フェニル基を表わす。

10

20

30

40

50

【0085】

【表6】

表 6

化合物	化学構造	化合物	化学構造
ET1		ET6	
ET2		ET7	
ET3		ET8	
ET4		ET9	
ET5		ET10	

【0086】

また、本発明に使用可能な電子注入材料の内、特に好ましいシロール誘導体としての具体例を、表7に示す。

【0087】

10

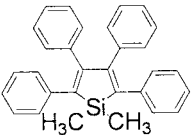
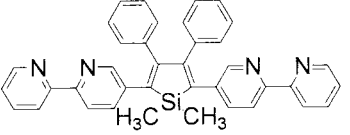
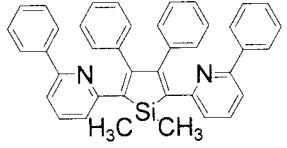
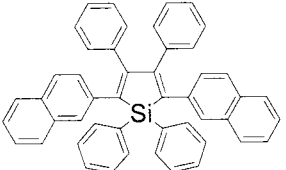
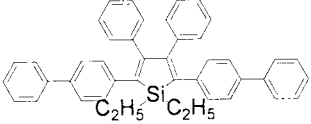
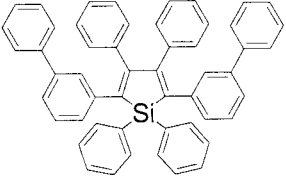
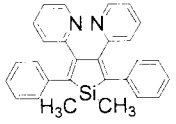
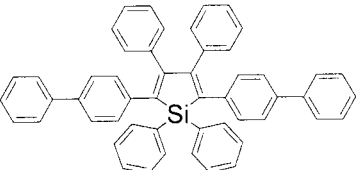
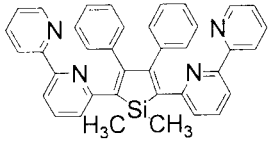
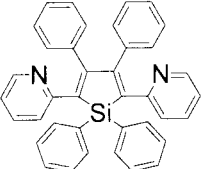
20

30

40

【表 7】

表 7

化合物	化学構造	化合物	化学構造
ES1		ES6	
ES2		ES7	
ES3		ES8	
ES4		ES9	
ES5		ES10	

【0088】

さらに、正孔阻止層には、発光層を経由した正孔が電子注入層に達するのを防ぎ、薄膜形成性に優れた層を形成できる正孔阻止材料が用いられる。そのような正孔阻止材料の例としては、ビス（8-ヒドロキシキノリナート）（4-フェニルフェノラート）アルミニウム等のアルミニウム錯体化合物や、ビス（2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート）（4-フェニルフェノラート）ガリウム等のガリウム錯体化合物、2, 9-ジメチル-4, 7-ジフェニル-1, 10-フェナントロリン（BCP）等の含窒素縮合芳香族化合物が挙げられる。

【0089】

本発明の有機EL素子の発光層としては、以下の機能を併せ持つものが好適である。
 注入機能；電界印加時に陽極または正孔注入層より正孔を注入することができ、陰極または電子注入層より電子を注入することができる機能
 輸送機能；注入した電荷（電子と正孔）を電界の力で移動させる機能
 発光機能；電子と正孔の再結合の場を提供し、これを発光につなげる機能

ただし、正孔の注入されやすさと電子の注入されやすさには、違いがあってもよく、また正孔と電子の移動度で表される輸送能に大小があってもよい。

【0090】

本発明の有機EL素子用材料は、発光層として好適に用いることができる。本発明の有機EL素子用材料を発光層中のドーパント材料として使用し、他の化合物と組み合わせて発光層を形成することができる。

【0091】

本発明の有機EL素子用材料を用いて、青色の発光を得るために、表2に示したアントラセン系化合物の他に、ベンゾチアゾール系、ベンゾイミダゾール系、ベンゾオキサゾール系等の蛍光増白剤、金属キレート化オキシノイド化合物、スチリルベンゼン系化合物を用いることができる。これら化合物の具体例としては、例えば特開昭59-194393号公報に開示されている化合物をあげることができる。さらに他の有用な化合物は、ケミストリー・オブ・シンセティック・ダイズ(1971)628～637頁および640頁に列挙されている。

10

【0092】

前記金属キレート化オキシノイド化合物としては、例えば、特開昭63-295695号公報に開示されている化合物を用いることができる。その代表例としては、トリス(8-キノリノール)アルミニウム等の8-ヒドロキシキノリン系金属錯体や、ジリチウムエピントリジオン等が好適な化合物としてあげることができる。

【0093】

また、前記スチリルベンゼン系化合物としては、例えば、欧州特許第0319881号明細書や欧州特許第0373582号明細書に開示されているものを用いることができる。そして、特開平2-252793号公報に開示されているジスチリルピラジン誘導体も、発光層の材料として用いることができる。このほか、欧州特許第0387715号明細書に開示されているポリフェニル系化合物も発光層の材料として用いることができる。

20

【0094】

さらに、上述した蛍光増白剤、金属キレート化オキシノイド化合物およびスチリルベンゼン系化合物等以外に、例えば12-フタロペリノン(J. Appl. Phys., 第27巻, L713(1988年))、1,4-ジフェニル-1,3-ブタジエン、1,1,4,4-テトラフェニル-1,3-ブタジエン(以上Appl. Phys. Lett., 第56巻, L799(1990年))、ナフタルイミド誘導体(特開平2-305886号公報)、ペリレン誘導体(特開平2-189890号公報)、オキサジアゾール誘導体(特開平2-216791号公報、または第38回応用物理学関係連合講演会で浜田らによって開示されたオキサジアゾール誘導体)、アルダジン誘導体(特開平2-220393号公報)、ピラジリン誘導体(特開平2-220394号公報)、シクロペンタジエン誘導体(特開平2-289675号公報)、ピロロピロール誘導体(特開平2-296891号公報)、スチリルアミン誘導体(Appl. Phys. Lett., 第56巻, L799(1990年))、クマリン系化合物(特開平2-191694号公報)、国際特許公報WO90/13148やAppl. Phys. Lett., vol 58, 18, P1982(1991)に記載されているような高分子化合物、PPV(ポリパラフェニレンビニレン)誘導体、ポリフルオレン誘導体やそれら共重合体等、例えば、下記一般式[3]～一般式[5]の構造をもつものが挙げられる。

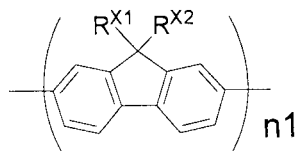
30

40

【0095】

一般式[3]

【化 3】



【0096】

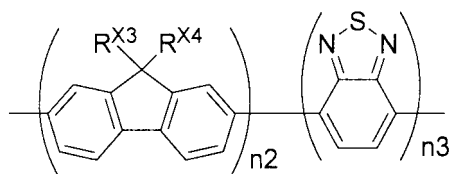
(式中、 R^{X1} および R^{X2} は、それぞれ独立に、1価の脂肪族炭化水素基を、 $n1$ は、3～100の整数を表す。)

10

【0097】

一般式〔4〕

【化 4】



20

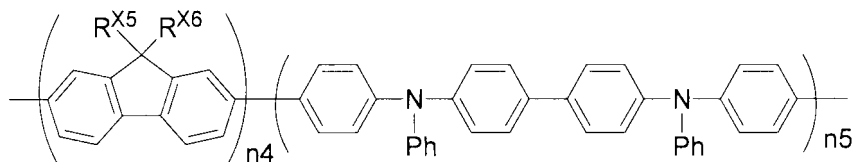
【0098】

(式中、 R^{X3} および R^{X4} は、それぞれ独立に、1価の脂肪族炭化水素基を、 $n2$ および $n3$ は、それぞれ独立に、3～100の整数を表す。)

【0099】

一般式〔5〕

【化 5】



30

【0100】

(式中、 R^{X5} および R^{X6} は、それぞれ独立に、1価の脂肪族炭化水素基を、 $n4$ および $n5$ は、それぞれ独立に、3～100の整数を表す。Phはフェニル基を表す。)

【0101】

また、特開平5-258862号公報等に記載されている一般式 $(Rs-Q)_2-A1-O-L3$ (式中、 $L3$ はフェニル部分を含んでなる炭素原子6～24個の炭化水素であり、 $O-L3$ はフェノレート配位子であり、 Q は置換8-キノリノレート配位子を示し、 R_s はアルミニウム原子に置換8-キノリノレート配位子が2個を上回り結合するのを立体的に妨害するように選ばれた8-キノリノレート環置換基を示す)で表される化合物も挙げられる。具体的には、ビス(2-メチル-8-キノリノレート)(パラフェニルフェノレート)アルミニウム(III)、ビス(2-メチル-8-キノリノレート)(1-ナフトレート)アルミニウム(III)等が挙げられる。

40

【0102】

白色の発光を得る場合の発光層としては特に制限はないが、下記のものを用いることができる。

有機EL積層構造体の各層のエネルギー準位を規定し、トンネル注入を利用して発光させるもの(欧州特許第0390551号公報)。

50

同じくトンネル注入を利用する素子で実施例として白色発光素子が記載されているもの（特開平 3-230584 号公報）。

二層構造の発光層が記載されているもの（特開平 2-220390 号公報および特開平 2-216790 号公報）。

発光層を複数に分割してそれぞれ発光波長の異なる材料で構成されたもの（特開平 4-51491 号公報）。

青色発光体（蛍光ピーク 380～480 nm）と緑色発光体（480～580 nm）とを積層させ、さらに赤色蛍光体を含む構成のもの（特開平 6-207170 号公報）。

青色発光層が青色蛍光色素を含有し、緑色発光層が赤色蛍光色素を含有した領域を有し、さらに緑色蛍光体を含む構成のもの（特開平 7-142169 号公報）。

これらの中では、上記の構成のものが特に好ましい。

【0103】

さらに、本発明の有機 EL 素子の陽極に使用される材料は、仕事関数の大きい（4 eV 以上）金属、合金、電気伝導性化合物またはこれらの混合物を電極物質とするものが好ましく用いられる。このような電極物質の具体例としては、Au 等の金属、CuI、ITO、SnO₂、ZnO 等の導電性材料が挙げられる。この陽極を形成するには、これらの電極物質を、蒸着法やスパッタリング法等の方法で薄膜を形成させることができる。この陽極は、上記発光層からの発光を陽極から取り出す場合、陽極の発光に対する透過率が 10 % より大きくなるような特性を有していることが望ましい。また、陽極のシート抵抗は、数百 Ω/□ 以下としてあるものが好ましい。さらに、陽極の膜厚は、材料にもよるが通常 10 nm～1 μm、好ましくは 10～200 nm の範囲で選択される。

【0104】

また、本発明の有機 EL 素子の陰極に使用される材料は、仕事関数の小さい（4 eV 以下）金属、合金、電気伝導性化合物およびこれらの混合物を電極物質とするものが用いられる。このような電極物質の具体例としては、ナトリウム、ナトリウム-カリウム合金、マグネシウム、リチウム、マグネシウム・銀合金、アルミニウム/酸化アルミニウム、アルミニウム・リチウム合金、インジウム、希土類金属などが挙げられる。この陰極はこれらの電極物質を蒸着やスパッタリング等の方法により薄膜を形成させることにより、作製することができる。ここで、発光層からの発光を陰極から取り出す場合、陰極の発光に対する透過率は 10 % より大きくすることが好ましい。また、陰極としてのシート抵抗は数百 Ω/□ 以下が好ましく、さらに、膜厚は通常 10 nm～1 μm、好ましくは 50～200 nm である。

【0105】

本発明の有機 EL 素子を作製する方法については、上記の材料および方法により陽極、発光層、必要に応じて正孔注入層、および必要に応じて電子注入層を形成し、最後に陰極を形成すればよい。また、陰極から陽極へ、前記と逆の順序で有機 EL 素子を作製することもできる。

【0106】

この有機 EL 素子は、透光性の基板上に作製する。この透光性基板は有機 EL 素子を支持する基板であり、その透光性については、400～700 nm の可視領域の光の透過率が 50 % 以上、好ましくは 90 % 以上であるものが望ましく、さらに平滑な基板を用いるのが好ましい。

【0107】

これら基板は、機械的、熱的強度を有し、透明であれば特に限定されるものではないが、例えば、ガラス板、合成樹脂板などが好適に用いられる。ガラス板としては、特にソーダ石灰ガラス、バリウム・ストロンチウム含有ガラス、鉛ガラス、アルミノケイ酸ガラス、ホウケイ酸ガラス、バリウムホウケイ酸ガラス、石英などで成形された板が挙げられる。また、合成樹脂板としては、ポリカーボネート樹脂、アクリル樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ポリエーテルサルファイド樹脂、ポリサルフォン樹脂などの板が挙げら

れる。

【0108】

本発明の有機EL素子の各層の形成方法としては、真空蒸着、電子線ビーム照射、スパッタリング、プラズマ、イオンプレーティング等の乾式成膜法、もしくはスピニング、ディッピング、フローコーティング等の湿式成膜法のいずれかの方法を適用することができる。また、特表2002-534782や、S. T. Lee, et al., Proceedings of SID'02, p. 784 (2002)に記載されているLITI (Laser Induced Thermal Imaging、レーザー熱転写) 法や、印刷 (オフセット印刷、フレキソ印刷、グラビア印刷、スクリーン印刷)、インクジェット等の方法を適用することもできる。

10

【0109】

有機層は、特に分子堆積膜であることが好ましい。ここで分子堆積膜とは、気相状態の材料化合物から沈着され形成された薄膜や、溶液状態または液相状態の材料化合物から固体化され形成された膜のことであり、通常この分子堆積膜は、LB法により形成された薄膜 (分子累積膜) とは凝集構造、高次構造の相違や、それに起因する機能的な相違により区分することができる。また特開昭57-51781号公報に開示されているように、樹脂等の結着剤と材料化合物とを溶剤に溶かして溶液とした後、これをスピコート法等により薄膜化することによっても、有機層を形成することができる。各層の膜厚は特に限定されるものではないが、膜厚が厚すぎると一定の光出力を得るために大きな印加電圧が必要となり効率が悪くなり、逆に膜厚が薄すぎるとピンホール等が発生し、電界を印加しても十分な発光輝度が得にくくなる。したがって、各層の膜厚は、1 nmから1 μ mの範囲が適しているが、10 nmから0.2 μ mの範囲がより好ましい。

20

【0110】

また、有機EL素子の温度、湿度、雰囲気等に対する安定性向上のために、素子の表面に保護層を設けたり、樹脂等により素子全体を被覆や封止を施したりしても良い。特に素子全体を被覆や封止する際には、光によって硬化する光硬化性樹脂が好適に使用される。

【0111】

本発明の有機EL素子に印加する電流は通常、直流であるが、パルス電流や交流を用いてもよい。電流値、電圧値は、素子破壊しない範囲内であれば特に制限はないが、素子の消費電力や寿命を考慮すると、なるべく小さい電気エネルギーで効率良く発光させることが望ましい。

30

【0112】

本発明の有機EL素子の駆動方法は、パッシブマトリクス法のみならず、アクティブマトリクス法での駆動も可能である。また、本発明の有機EL素子から光を取り出す方法としては、陽極側から光を取り出すボトム・エミッションという方法のみならず、陰極側から光を取り出すトップ・エミッションという方法にも適用可能である。これらの方法や技術は、城戸淳二著、「有機ELのすべて」、日本実業出版社 (2003年発行) に記載されている。

【0113】

本発明の有機EL素子のフルカラー化方式の主な方式としては、3色塗り分け方式、色変換方式、カラーフィルター方式が挙げられる。3色塗り分け方式では、シャドウマスクを使った蒸着法や、インクジェット法や印刷法が挙げられる。また、特表2002-534782や、S. T. Lee, et al., Proceedings of SID'02, p. 784 (2002)に記載されているレーザー熱転写法 (Laser Induced Thermal Imaging、LITI法ともいわれる) も用いることができる。色変換方式では、青色発光の発光層を使って、蛍光色素を分散した色変換 (CCM) 層を通して、青色より長波長の緑色と赤色に変換する方法である。カラーフィルター方式では、白色発光の有機EL素子を使って、液晶用カラーフィルターを通して3原色の光を取り出す方法であるが、これら3原色に加えて、一部白色光をそのまま取り出して発光に利用することで、素子全体の発光効率をあげることもできる。

40

50

【0114】

さらに、本発明の有機EL素子は、マイクロキャビティ構造を採用しても構わない。これは、有機EL素子は、発光層が陽極と陰極との間に挟持された構造であり、発光した光は陽極と陰極との間で多重干渉を生じるが、陽極及び陰極の反射率、透過率などの光学的な特性と、これらに挟持された有機層の膜厚とを適当に選ぶことにより、多重干渉効果を積極的に利用し、素子より取り出される発光波長を制御するという技術である。これにより、発光色度を改善することも可能となる。この多重干渉効果のメカニズムについては、J. Yamada等によるAM-LCD Digest of Technical Papers, OD-2, p. 77~80 (2002)に記載されている。

【0115】

以上述べたように、本発明の有機EL素子用材料を用いた有機EL素子は、低い駆動電圧で長時間の青色発光を得ることが可能である。故に、本有機EL素子は、壁掛けテレビ等のフラットパネルディスプレイや各種の平面発光体として、さらには、複写機やプリンター等の光源、液晶ディスプレイや計器類等の光源、表示板、標識灯等への応用が考えられる。

【実施例】

【0116】

まず、本発明の合成例を説明するが、本発明はこれら合成例になんら限定されるものではない。

【0117】

合成例 1

化合物(1)の合成方法

【0118】

3ッコフラスコ中、1-ブロモピレン2.81g(0.01mol)、ジフェニルアミン2.0g(0.012mol)を脱水トルエン50mlに溶解させ、トリ(tert-ブチル)ホスフィン0.1g、酢酸パラジウム(、銅粉0.1g、炭酸カリウム1.26g、ニトロベンゼン20mlをフラスコ中、0.01g、tert-ブトキシドナトリウム1.2gを加え、窒素ガス下、5時間加熱還流した。その後、反応液にトルエン100mlとメタノール(300ml)中に注入し、有機層を分離し、硫酸マグネシウムで乾燥させ、ロータリーエバポレーターにより濃縮した。さらに、シリカゲルによるクロマトグラフィーにより分離精製し、化合物(1)の粗生成物を1.25g得た。得られた生成物を、トルエン再結晶、および昇華により精製を行った。

【0119】

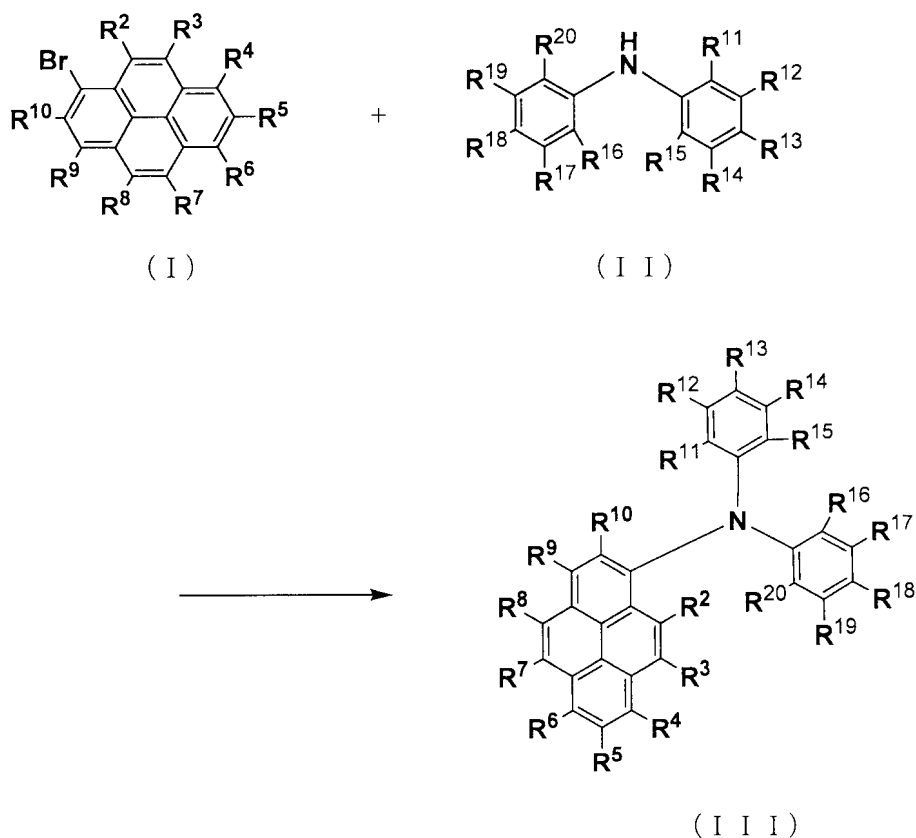
合成例 2~60

以下に示す反応式1~反応式3を組み合わせて、表1中の化合物を合成した。

【0120】

反応式(1)

【化 6】



10

20

【 0 1 2 1 】

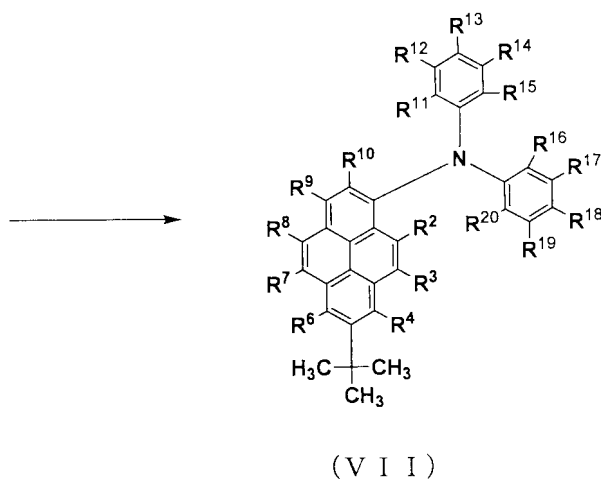
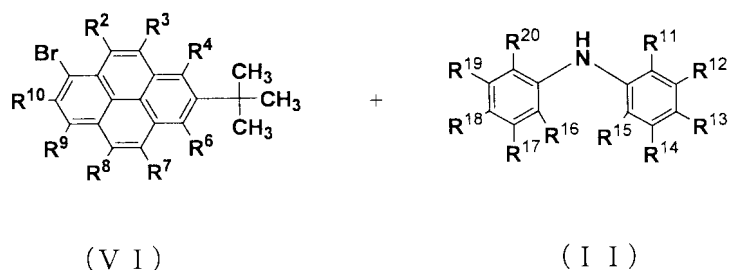
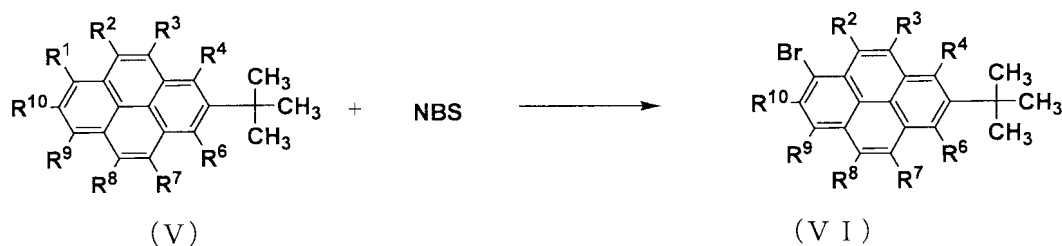
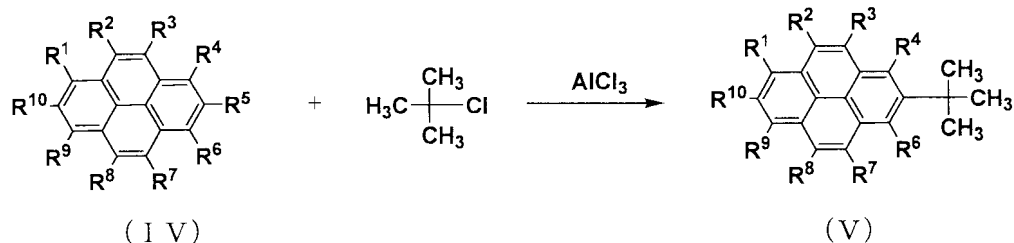
反応式(1)中、 $R^2 \sim R^{10}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換の1価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の1価の芳香族複素環基、または、置換シリル基を表し、 $R^{11} \sim R^{15}$ 、 $R^{16} \sim R^{20}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換の1価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の1価の芳香族複素環基、置換シリル基、または、置換アミノ基を表す。合成方法としては、1-ブロモピレン誘導体(I)1当量に対して、ジ置換アミン誘導体(II)を1.2当量用いる以外は、実施例1と同様の操作で本発明の化合物(III)を得ることができる。

30

【 0 1 2 2 】

反応式 (2)

【化 7】



【 0 1 2 3 】

反応式 (2) 中、 $R^2 \sim R^{10}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族複素環基、または、置換シリル基を表し、 $R^{11} \sim R^{15}$ 、 $R^{16} \sim R^{20}$ は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族複素環基、置換シリル基、または、置換アミノ基を表す。

【 0 1 2 4 】

合成方法としては、ジクロロメタン溶媒中、 -20°C にて、ピレン誘導体 (I V) 1 当

10

20

30

40

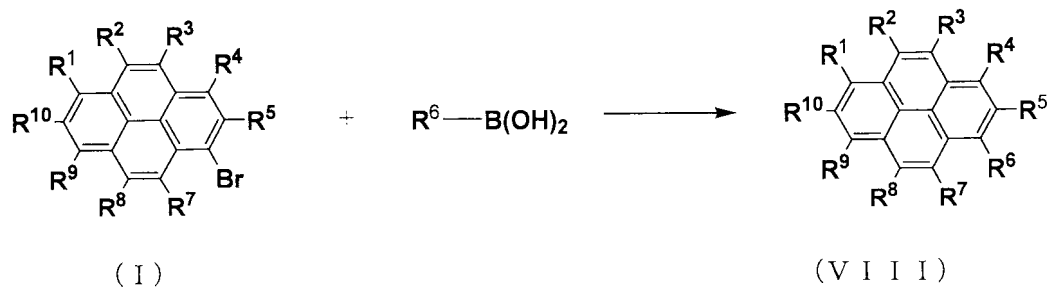
50

量に対して、当モルのtert-ブチルクロライドと塩化アルミニウムを反応させ、ピレン誘導体（V）を合成する。次に、このピレン誘導体（V）をジクロロメタン-メタノール溶媒に溶解させ、その中へNBSをジクロロメタンに溶解させた溶液を滴下し、5時間室温で攪拌することにより、モノプロモ化されたピレン誘導体（VI）を得た。このモノプロモ化されたピレン誘導体（VI）1当量に対して、ジ置換アミン誘導体（II）を1.2当量用いることにより、実施例1と同様の操作で本発明の化合物（VII）を得ることができる。

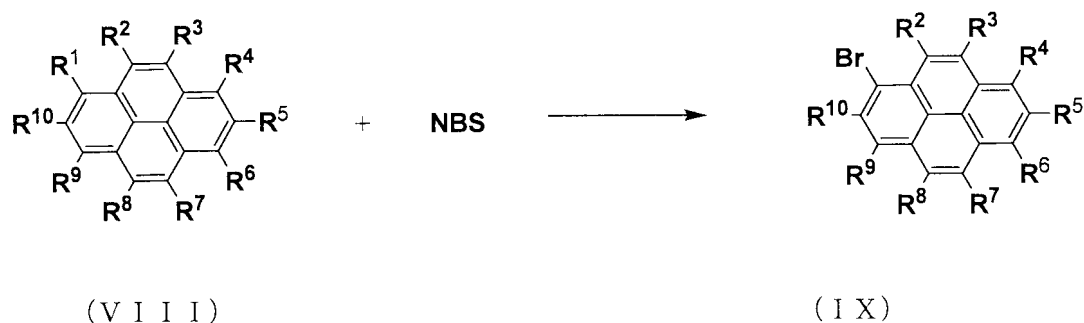
【0125】

反応式3

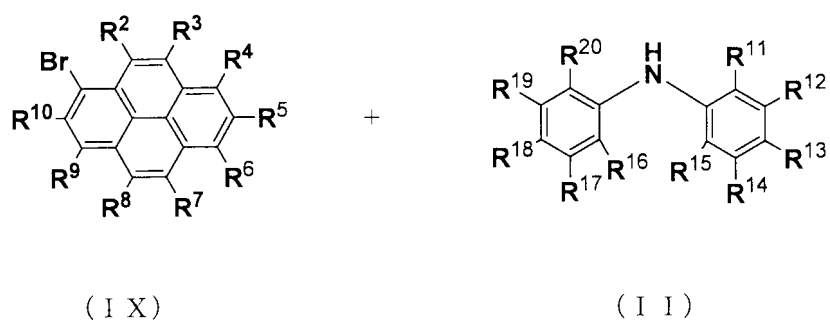
【化 8】



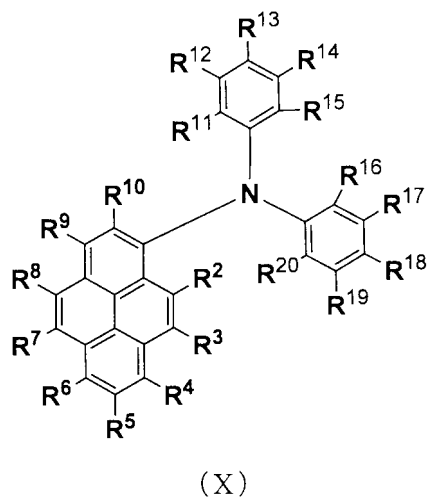
10



20



30



40

【0126】

反応式(3)中、R²～R¹⁰は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換の1価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の1価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の1価の芳香族複素環基、または、置換シリル基を表し、R¹¹～R¹⁵、R¹⁶～R²⁰は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、置換もしくは未置換の1価の脂肪族炭化水素基、置換もしくは未置換

50

の 1 価の芳香族炭化水素基、置換もしくは未置換の 1 価の脂肪族複素環基、置換もしくは未置換の 1 価の芳香族複素環基、置換シリル基、または、置換アミノ基を表す。

【0127】

合成方法としては、1-ブロモピレン誘導体 (I) に対して、鈴木カップリング法により、置換基 R^6 を導入し、ピレン誘導体 (V I I I) を合成する。次に、このピレン誘導体 (V I I I) をジクロロメタンに溶解させ、その中へ N B S をジクロロメタンに溶解させた溶液を滴下し、5 時間室温で攪拌することにより、モノブロモ化されたピレン誘導体 (I X) を得た。このモノブロモ化されたピレン誘導体 (I X) 1 当量に対して、ジ置換アミン誘導体 (I I) を 1.2 当量用いることにより、実施例 1 と同様の操作で本発明の化合物 (X) を得ることができる。

10

【0128】

以上の反応式 (1) ~ 反応式 (3) を組み合わせて得られた本発明の化合物の構造については、合成例 1 と同様、マススペクトル、 ^1H -NMR、 ^{13}C -NMR によって同定した。合成した化合物のマススペクトルの測定結果を表 8 に示す。尚、化合物番号は本明細書中の表 1 に記載したものと同一である。

【0129】

【表 8】

表 8

合成例	化合物	マススペクトル 実測値	理論値
1	(1)	369.105	369.457
2	(2)	445.124	445.553
3	(3)	521.259	521.649
4	(4)	521.832	521.649
5	(5)	521.721	521.649
6	(6)	521.765	521.649
7	(7)	521.229	521.649
8	(8)	411.165	411.537
9	(9)	453.352	453.617
10	(10)	425.415	425.563
11	(11)	397.698	397.510
12	(12)	577.890	577.755
13	(13)	633.561	633.862
14	(14)	397.369	397.510
15	(15)	605.552	605.809
16	(16)	637.685	637.958
17	(17)	513.290	513.819
18	(18)	429.456	429.569
19	(19)	461.369	461.640
20	(20)	585.852	585.779
21	(21)	553.485	553.648
22	(22)	609.752	609.754
23	(23)	641.452	641.885
24	(24)	694.157	694.064
25	(25)	569.691	569.926
26	(26)	577.566	577.755
27	(27)	579.470	579.732
28	(28)	595.752	595.806
29	(29)	453.451	453.617
30	(30)	475.894	475.622
31	(31)	525.697	525.681
32	(32)	461.410	461.544
33	(33)	561.690	561.559
34	(34)	629.384	629.557
35	(35)	461.560	461.544
36	(36)	613.680	613.872
37	(37)	621.660	621.766
38	(38)	545.854	545.670
39	(39)	595.689	595.729
40	(40)	545.540	545.670
41	(41)	504.220	504.460
42	(42)	729.760	729.947
43	(43)	707.921	707.899
44	(44)	601.650	601.777
45	(45)	525.450	525.681

10

20

30

40

50

【0130】

【表8】

46	(46)	619.490	619.751
47	(47)	535.780	535.676
48	(48)	545.320	545.670
49	(49)	595.630	595.729
50	(50)	587.890	587.750
51	(51)	495.600	495.612
52	(52)	495.598	495.612
53	(53)	521.635	521.649
54	(54)	419.567	419.516
55	(55)	419.571	419.516
56	(56)	469.556	469.575
57	(57)	545.662	545.670
58	(58)	519.645	519.633
59	(59)	546.669	546.670
60	(60)	546.689	546.670

10

【0131】

20

以下、本発明の化合物を有機EL素子用材料として用いた有機EL素子について下記実施例により説明するが、本発明は下記実施例に限定されるものではない。実施例においては、特に断りのない限り、混合比は全て重量比を示す。蒸着（真空蒸着）は 10^{-6} Torrの真空中にて、基板の加熱や冷却といった温度制御はしない条件下で行った。また、素子の発光特性は、発光素子面積 $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ の有機EL素子を用いて特性を測定した。

【0132】

実施例1

洗浄したITO電極付きガラス板上に、表4のHTM4を真空蒸着して膜厚 60 nm の正孔注入層を得た。次いで、本発明の表1中の化合物(1)を真空蒸着して膜厚 20 nm の発光層を得た。さらに、トリス(8-ヒドロキシキノリノ)アルミニウム錯体(Alq3)を真空蒸着して膜厚 20 nm の電子注入層を作成し、その上に、まずフッ化リチウムを 1 nm 、次いでアルミニウム(Al)を 150 nm 蒸着して電極を形成し、有機EL素子を得た。この素子を 6 V に駆動させた際の色度は、 $\text{CIE}(x, y) = (0.14, 0.11)$ の青色発光であった。この素子を発光輝度 $500\text{ (cd/m}^2\text{)}$ で室温にて定電流駆動したときの輝度半減寿命を測定した。また、電流密度 12.5 mA/cm^2 で駆動させた時の初期輝度、および 80°C の環境で 100 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表9に示す。

30

【0133】

実施例2～26

化合物(1)のかわりに、表1中に示す化合物を用いて発光層を作成した以外は実施例1と同様に素子を作成した。この素子を発光輝度 $500\text{ (cd/m}^2\text{)}$ で室温にて定電流駆動したときの輝度半減寿命を測定した。また、電流密度 15 mA/cm^2 で駆動させた時の初期輝度、および 80°C の環境で 100 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表9に示す。

40

【0134】

比較例1

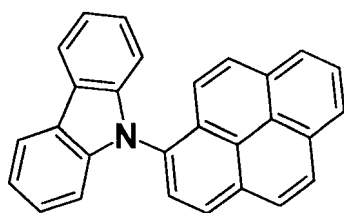
以下に示す化合物(A)を用いて発光層を作成した以外は実施例1と同様に素子を作成した。この素子を 6 V に駆動させた際の色度は、 $\text{CIE}(x, y) = (0.08, 0.03)$ の青色発光であった。この素子を発光輝度 $500\text{ (cd/m}^2\text{)}$ で室温にて定電流駆動したときの輝度と半減寿命を測定した。また、電流密度 12.5 mA/cm^2 で駆動さ

50

せた時の初期輝度、および 80 °C の環境で 100 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 9 に示す。

【0135】

【化 9】



化合物 (A)

【0136】

【表 9】

表 9

実施例	表 1 の 化合物	輝度半減寿命 (h r)	電流密度 12.5 mA/cm ²	
			初期輝度 (cd/m ²)	80℃、100時間後 の輝度 (cd/m ²)
1	(1)	>1000	450	400
2	(2)	>1000	460	430
3	(3)	>1000	560	520
4	(4)	>1000	650	580
5	(7)	>1000	660	560
6	(9)	>1000	560	510
7	(12)	>1000	460	430
8	(14)	>1000	540	500
9	(16)	>1000	550	490
10	(18)	>1000	590	520
11	(20)	>1000	620	550
12	(22)	>1000	450	330
13	(26)	>1000	670	610
14	(29)	>1000	610	540
15	(30)	>1000	600	560
16	(32)	>1000	570	530
17	(34)	>1000	680	610
18	(35)	>1000	580	550
19	(36)	>1000	550	560
20	(37)	>1000	570	510
21	(40)	>1000	680	610
22	(42)	>1000	620	530
23	(44)	>1000	610	530
24	(46)	>1000	490	450
25	(48)	>1000	480	420
26	(50)	>1000	670	610
比較例 1	(A)	260	170	50

【0137】

表 9 から明らかなように、本発明の有機 EL 素子用材料を用いた素子はいずれも、比較例 1 で作成した素子よりも、長寿命で且つ、高い輝度が得られた。

【0138】

実施例 27

ITO 電極付きガラス板上に、表 3 の HIM3 を真空蒸着して膜厚 70 nm の正孔注入層を得た。次に、表 1 の化合物 (2) と表 2 の化合物 (H-45) とを 5 : 95 の組成比で共蒸着して膜厚 40 nm の発光層を形成した。さらに Alq3 を蒸着して膜厚 20 nm の電子注入層を形成した。その上に、酸化リチウム (Li₂O) を 1 nm、さらに Al

を100nm蒸着によって陰極を形成して有機EL素子を得た。この素子を、直流10Vで駆動させた際の外部量子効率 η_{ext} は4.5%を示した。また、発光輝度500 (cd/m²)で定電流駆動したときの輝度半減寿命を測定した。また、電流密度13.5 mA/cm²で駆動させた時の初期輝度、および80℃の環境で100時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表10に示す。

【0139】

実施例28～52

表1の化合物と表2の化合物とを5:95の組成比で共蒸着して膜厚40nmの発光層を形成した代わりに、表1の化合物と表2の化合物を用いた以外は、実施例27と同様に素子を作成した。これらの素子は、直流電圧10Vでの外部量子効率 η_{ext} がいずれも4%以上を示した。また、発光輝度500 (cd/m²)で定電流駆動したときの輝度半減寿命を測定した。また、電流密度12.5 mA/cm²で駆動させた時の初期輝度、および80℃の環境で100時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表10に示す。

10

【0140】

比較例2

表1の化合物(2)の代わりに、化合物(A)を用いた以外は実施例27と同様に素子を作成した。電流密度12.5 mA/cm²で駆動させた時の初期輝度、および80℃の環境で100時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表10に示す。

【0141】

【表 10】

表 10

実施例	表 1 の 化合物	表 2 の 化合物	電流密度 12.5 mA/cm ²	
			初期輝度 (cd/m ²)	80℃、100時間後の 輝度 (cd/m ²)
27	(2)	H-45	720	680
28	(2)	H-2	700	650
29	(3)	H-4	660	590
30	(4)	H-6	640	590
31	(5)	H-7	630	600
32	(8)	H-8	710	680
33	(10)	H-9	730	680
34	(13)	H-11	720	650
35	(15)	H-15	690	650
36	(16)	H-18	730	710
37	(18)	H-22	600	550
38	(19)	H-24	650	620
39	(22)	H-28	650	600
40	(23)	H-29	650	590
41	(24)	H-34	590	540
42	(28)	H-33	630	560
43	(31)	H-37	640	590
44	(33)	H-43	560	510
45	(36)	H-44	530	490
46	(37)	H-46	510	460
47	(39)	H-47	580	530
48	(40)	H-48	590	460
49	(42)	H-49	500	450
50	(46)	H-50	540	490
51	(48)	H-48	530	500
52	(50)	H-46	550	500
53	(51)	H-44	580	520
54	(52)	H-45	590	530
55	(53)	H-46	630	610
56	(54)	H-47	670	590
57	(56)	H-48	610	560
58	(58)	H-46	630	590
59	(60)	H-46	660	610
比較例 2	(A)	H-46	200	120

10

20

30

40

50

【0142】

表10から明らかなように、本発明の有機EL素子用材料を用いた素子はいずれも、比較例2で作成した素子よりも、長寿命で且つ、高い輝度が得られた。

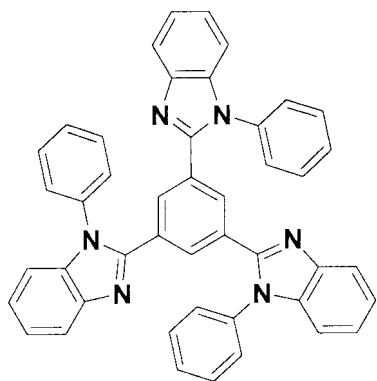
【0143】

実施例60

ITO電極付きガラス板上に、表3のHIM3を真空蒸着して膜厚70nmの正孔注入層を得た。次に、表1の化合物(4)と表2の化合物(H-46)とを3:97の組成比で共蒸着して膜厚40nmの発光層を形成した。さらに化合物(B)を蒸着して膜厚20nmの電子注入層を形成した。その上に、酸化リチウム(Li₂O)を1nm、さらにAlを100nm蒸着によって陰極を形成して有機EL素子を得た。この素子を、直流10Vで駆動させた際の外部量子効率 η_{ext} は4.6%を示した。また、発光輝度500(cd/m²)で定電流駆動したときの輝度半減寿命を測定した。また、電流密度13.5mA/cm²で駆動させた時の初期輝度、および80℃の環境で100時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表11に示す。

【0144】

【化10】



化合物(B)

【0145】

実施例61～79

表1の化合物と表2の化合物とを3:97の組成比で共蒸着して膜厚40nmの発光層を形成した代わりに、表1の化合物と表2の化合物を用いた以外は、実施例60と同様に素子を作成した。これらの素子は、直流電圧10Vでの外部量子効率 η_{ext} がいずれも4%以上を示した。また、電流密度12.5mA/cm²で駆動させた時の初期輝度、および80℃の環境で100時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表11に示す。

【0146】

【表 1 1】

表 1 1

実施例	表 1 の化合物	表 2 の化合物	電流密度 12.5 mA/cm ²	
			初期輝度 (cd/m ²)	80℃、100時間後の 輝度 (cd/m ²)
60	(4)	H-46	760	670
61	(2)	H-2	770	670
62	(3)	H-4	690	620
63	(4)	H-6	680	570
64	(5)	H-7	650	580
65	(8)	H-8	770	690
66	(10)	H-9	750	680
67	(13)	H-11	780	700
68	(15)	H-15	790	620
69	(16)	H-18	740	680
70	(18)	H-22	710	650
71	(19)	H-24	720	670
72	(22)	H-28	750	650
73	(51)	H-44	790	720
74	(52)	H-45	740	680
75	(53)	H-46	710	650
76	(56)	H-47	730	660
77	(57)	H-48	750	700
78	(58)	H-49	720	680
79	(60)	H-50	770	710

10

20

30

【0147】

表 1 1 から明らかなように、本発明の有機 EL 素子用材料を用いた素子はいずれも、長寿命で且つ、高い輝度が得られた。

【0148】

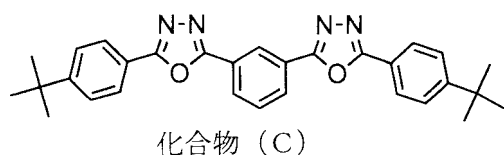
実施例 80

洗浄した ITO 電極付きガラス板上に、PEDOT/PSS (ポリ(3,4-エチレンジオキシ)-2,5-チオフェン/ポリスチレンスルホン酸、Bayer 社製 BAYTRON P VP CH8000) をスピンコート法にて製膜し、膜厚 40 nm の正孔注入層を得た。次いで、PVK (ポリビニルカルbazol) を 60% および、表 1 の化合物 (27) を 3% および電子輸送材料 (化合物 (C)) 37% を 2.0 wt% の濃度でトルエンに溶解させ、スピンコーティング法により 70 nm の膜厚の発光層を得た。さらにその上に、Ca を 20 nm 蒸着した後、Al を 200 nm 蒸着して電極を形成して有機 EL 素子を得た。この素子について通電試験を行ったところ、最大発光輝度 750 cd/m² の青色発光が得られた。

40

【0149】

【化 1 1】



【0 1 5 0】

実施例 8 1 ～ 9 3

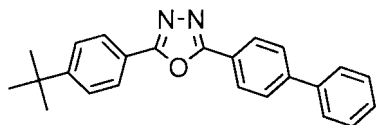
10

洗浄した I T O 電極付きガラス板上に、P E D O T / P S S (ポリ(3, 4-エチレンジオキシ)-2, 5-チオフェン/ポリスチレンスルホン酸、B a y e r 社製 B A Y T R O N P V P C H 8 0 0 0) をスピコート法にて製膜し、膜厚 4 0 n m の正孔注入層を得た。次いで、P V K (ポリビニルカルバゾール) を 6 0 % および、表 1 の化合物と表 2 の化合物を 3 : 9 7 の割合で混合した発光材料を 3 %、および電子輸送材料(化合物 (D)) 3 7 % を 2 . 0 w t % の濃度でトルエンに溶解させ、スピコーティング法により 7 0 n m の膜厚の発光層を得た。さらにその上に、C a を 2 0 n m 蒸着した後、A l を 2 0 0 n m 蒸着して電極を形成して有機 E L 素子を得た。この素子について通電試験を行ったところ、最大発光輝度 6 4 0 c d / m² の青色発光が得られた。電流密度 1 2 . 5 m A / c m² で駆動させた時の初期輝度、および 4 0 °C の環境で 1 0 0 時間連続駆動させた後の輝度を測定した。結果を表 1 2 に示す。

20

【0 1 5 1】

【化 1 2】



30

【0 1 5 2】

【表 1 2】

表 1 2

実施例	表 1 の 化合物	表 2 の 化合物	電流密度 12.5 mA/cm ²	
			初期輝度 (cd/m ²)	80℃、100時間後の 輝度 (cd/m ²)
80	(2)	H-3	560	470
81	(4)	H-6	570	470
82	(8)	H-8	490	420
83	(9)	H-12	560	470
84	(12)	H-14	530	440
85	(15)	H-23	580	510
86	(26)	H-25	610	580
87	(36)	H-31	530	460
88	(37)	H-43	560	500
89	(42)	H-44	750	640
90	(45)	H-46	710	650
91	(47)	H-47	620	560
92	(49)	H-48	710	600
93	(50)	H-49	700	650

10

20

【0153】

表 1 2 から明らかなように、本発明の有機 EL 素子用材料を用いた素子はいずれも、長寿命で且つ、高い輝度が得られた。

【0154】

以上のように、本発明の有機 EL 素子用材料を用いることにより、高い性能の EL 素子が作成できる。比較化合物に対して格段に高い性能が発揮されることは明らかであり、有機 EL 素子の高い発光効率、低駆動電圧化、長寿命化、高色純度な青色発光が達成できる。

。

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 7 F 7/10 (2006.01)	C 0 7 C 211/61	
C 0 7 D 213/38 (2006.01)	C 0 7 C 217/94	
	C 0 7 C 323/35	
	C 0 7 F 7/10	C
	C 0 7 D 213/38	

Fターム(参考) 4C055 AA01 BA02 BA08 BA27 BB04 BB10 CA01 DA01 EA01 FA01
FA15
4H006 AA01 AA03 AB92 BU48 TA04
4H049 VN01 VP02 VQ35 VR24 VU29

专利名称(译)	用于有机电致发光器件的材料及其用途		
公开(公告)号	JP2011084717A	公开(公告)日	2011-04-28
申请号	JP2010102810	申请日	2010-04-28
[标]申请(专利权)人(译)	东洋油墨制造株式会社		
申请(专利权)人(译)	东洋インキ制造株式会社		
[标]发明人	玉野美智子 早川純平		
发明人	玉野 美智子 早川 純平		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50 C07C211/61 C07C217/94 C07C323/35 C07F7/10 C07D213/38		
FI分类号	C09K11/06.620 C09K11/06.645 C09K11/06.660 H05B33/14.B C09K11/06.690 C07C211/61 C07C217/94 C07C323/35 C07F7/10.C C07D213/38		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/BB03 3K107/BB04 3K107/BB06 3K107/CC04 3K107/CC07 3K107/CC12 3K107/CC21 3K107/CC24 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/DD70 3K107/GG06 4C055/AA01 4C055/BA02 4C055/BA08 4C055/BA27 4C055/BB04 4C055/BB10 4C055/CA01 4C055/DA01 4C055/EA01 4C055/FA01 4C055/FA15 4H006/AA01 4H006/AA03 4H006/AB92 4H006/BU48 4H006/TA04 4H049/VN01 4H049/VP02 4H049/VQ35 4H049/VR24 4H049/VU29		
优先权	2009216977 2009-09-18 JP		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

解决的问题：提供一种具有二芳基取代的氨基的pyr化合物，其具有诸如低电压驱动和长寿命的优异特性，并且具有高玻璃化转变温度（T_g）。下式表示的化合物。（式中，R₂～R₁₀表示氢原子或取代基，R₁是特定的被二芳基取代的氨基。）[选择图]无

