

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4048525号
(P4048525)

(45) 発行日 平成20年2月20日(2008.2.20)

(24) 登録日 平成19年12月7日(2007.12.7)

(51) Int. Cl.	F 1	
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/14	B
C07D 209/08 (2006.01)	C07D 209/08	
C07F 7/10 (2006.01)	C07F 7/10	S
C09K 11/06 (2006.01)	C09K 11/06	640
C07D 207/325 (2006.01)	C09K 11/06	645

請求項の数 5 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-384693 (P2001-384693)	(73) 特許権者	306037311 富士フイルム株式会社 東京都港区西麻布2丁目26番30号
(22) 出願日	平成13年12月18日(2001.12.18)	(74) 代理人	100115107 弁理士 高松 猛
(65) 公開番号	特開2002-305084 (P2002-305084A)	(74) 代理人	100132986 弁理士 矢澤 清純
(43) 公開日	平成14年10月18日(2002.10.18)	(72) 発明者	新居 一巳 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写 真フイルム株式会社内
審査請求日	平成16年3月9日(2004.3.9)	審査官	松田 憲之
(31) 優先権主張番号	特願2000-392895 (P2000-392895)		
(32) 優先日	平成12年12月25日(2000.12.25)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 新規インドール誘導体およびそれを利用した発光素子

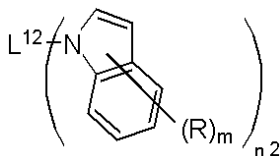
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

基板上に設けた一対の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層が下記一般式(II)で表される部分構造を有する化合物を含有することを特徴とする発光素子。

一般式(II)

【化1】

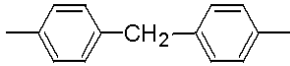


(式中、 L^{12} がメタ位で連結したフェニレン基、ベンゼンとメチレンの組み合わせからなる連結基、 n^2 は2ないし6の整数を表す。Rは炭素数1から20のアルキル基、炭素数6から20のアリール基、または炭素数2から20のヘテロアリール基を表し、mは0から6の整数を表す。)

【請求項2】

前記一般式(II)において、 L^{12} が下記の基：

【化 2】



であることを特徴とする請求項 1 に記載の発光素子。

【請求項 3】

前記発光層にりん光発光性化合物を含有することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の発光素子。

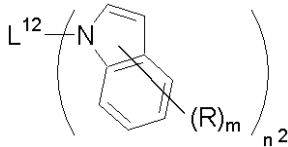
【請求項 4】

下記一般式 (I I) で表されることを特徴とする化合物。

一般式 (I I)

10

【化 3】



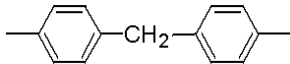
(式中、 L^{12} がメタ位で連結したフェニレン基、ベンゼンとメチレンの組み合わせからなる連結基、 n^2 は 2 ないし 6 の整数を表す。 R は炭素数 1 から 20 のアルキル基、炭素数 6 から 20 のアリール基、または炭素数 2 から 20 のヘテロアリール基を表し、 m は 0 から 6 の整数を表す。)

【請求項 5】

20

前記一般式 (II) において、 L^{12} が下記の基 :

【化 4】



であることを特徴とする請求項 4 に記載の化合物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、バックライト、フラットパネルディスプレイ、照明光源、表示素子、電子写真、有機半導体レーザー、記録光源、露光光源、読み取り光源、標識、看板、光通信デバイスなどの分野に利用可能な発光素子に関するものである。

30

【0002】

【従来の技術】

今日、研究開発が行われている種々の発光素子の中で、有機電界発光 (EL) 素子は、低電圧駆動で高輝度の発光が得られることから、近年活発な研究開発が行われている。一般に有機 EL 素子は、発光層及び該層を挟んだ一対の対向電極から構成されており、陰極から注入された電子と陽極から注入されたホールが発光層において再結合し、生成した励起子からの発光を利用するものである。

現在、低電圧で高輝度に発光する有機 EL 素子は Tang らによって示された積層構造を有するものであり (アプライド フィジックス レターズ、51 巻、913 頁、1987 年)。この素子は電子輸送兼発光材料とホール輸送材料を積層させることにより高輝度の緑色発光を得ており、6 ~ 7 V の直流電圧で輝度は数千 cd/m^2 に達している。しかしながら実用的な素子考えた場合、更なる高輝度化、高効率発光素子の開発が望まれている。

40

【0003】

最近、更なる高効率発光素子を得るための手段として種々の遷移金属錯体を発光材料として用いた発光素子が研究されており、特に高効率に発光するもとしてイリジウムのオルトメタル化錯体 ($Ir(ppy)_3$: tris-orthoiridated complex with 2-phenylpyridine) を発光材料として用いた発光素子が報告された (アプライド フィジックス レターズ、75 巻、4 ページ、1999 年)。

50

この素子の外部量子効率 η_{ext} は8.3%であり、従来より限界といわれていた外部量子効率5%を凌駕している。しかし、緑色発光素子に限定されているため、フルカラーディスプレイや白色発光素子に応用する場合にはその他の色でも高効率に発光する素子の開発が求められていた。

一方、有機発光素子において高輝度発光を実現しているものは有機物質を真空蒸着によって積層している素子であるが、製造工程の簡略化、加工性、大面積化等の観点から塗布方式による素子作製が望ましい。しかしながら、従来の塗布方式で作製した素子では発光輝度、発光効率の点で蒸着方式で作製した素子に劣っており、高輝度、高効率発光化が大きな課題となっていた。

【0004】

10

【発明が解決しようとする課題】

本発明の第一の目的は高輝度、高効率の発光が可能で、繰り返し使用時、高温下での安定性に優れ均質面状発光が可能な発光素子材料および発光素子の提供にある。

本発明の第二の目的は高効率かつ良好な色純度で青色発光可能な発光素子材料および発光素子の提供である。

本発明の第三の目的は高い量子収率を有する遷移金属錯体をドープすることにより、高効率、高輝度発光可能なホスト材料の提供にある。

本発明の第四の目的は塗布方式で作成しても高輝度、高効率発光可能な発光素子材料及びそれを用いた発光素子の提供にある。

【0005】

20

【課題を解決するための手段】

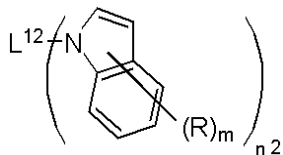
本発明は下記(1)~(5)により達成された。

(1) 基板上に設けた一对の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層が下記一般式(II)で表される部分構造を有する化合物を含有することを特徴とする発光素子。

一般式(II)

【0006】

【化3】



30

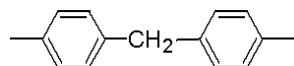
【0007】

(式中、 L^{12} がメタ位で連結したフェニレン基、ベンゼンとメチレンの組み合わせからなる連結基、 n^2 は2ないし6の整数を表す。Rは炭素数1から20のアルキル基、炭素数6から20のアリール基、または炭素数2から20のヘテロアリール基を表し、mは0から6の整数を表す。)

(2) 前記一般式(II)において、 L^{12} が下記の基：

【化2】

40



であることを特徴とする(1)に記載の発光素子。

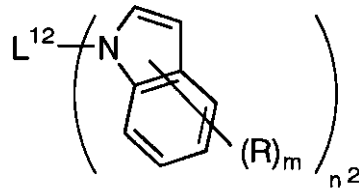
(3) 前記発光層にりん光発光性化合物を含有することを特徴とする(1)または(2)に記載の発光素子。

(4) 下記一般式(III)で表されることを特徴とする化合物。

一般式(III)

【0008】

【化4】



【0009】

(式中、 L^{12} はメタ位で連結したフェニレン基、ベンゼンとメチレンの組み合わせからなる連結基、 n^2 は2ないし6の整数を表す。Rは炭素数1から20のアルキル基、炭素数6から20のアリール基、または炭素数2から20のヘテロアリール基を表し、mは0から6の整数を表す。)

10

(5) ホスト材料として(1)の一般式(II)で表される部分構造を有する化合物であることを特徴とする発光素子。

(6) 発光層に遷移金属錯体を含有することを特徴とする(1)ないし(3)のいずれかに記載の発光素子。

(7) (6)記載の遷移金属錯体が三重項励起状態からの遷移による発光を生じること

を特徴とする発光素子。
(8) 発光層が高分子化合物を含有することを特徴とする(1)ないし(3)のいずれかに記載の発光素子。

20

【0010】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明の発光素子は、陽極及び陰極の両電極間に発光層を含む複数の有機化合物層を形成した素子であり、発光層の他にホール注入層、ホール輸送層、電子注入層、電子輸送層、保護層などを有しても良く、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであっても良い。

【0011】

本発明の発光素子は発光極大波長 max が500nm以下の青色領域に有するものであり、色純度の観点から max は好ましくは495nm以下、より好ましくは490nm以下である。

30

本発明の発光素子は外部量子収率が5%以上、好ましくは7%以上、より好ましくは10%以上であり、理想的には100%である。尚、ここで、外部量子効率とは、以下の式により算出される値をいう。発光素子の外部量子効率の算出方法としては、発光輝度、発光スペクトル、比視感度曲線および電流密度から算出する方法と、電流密度および発光した全フォトン数から算出する方法とがある。

外部量子効率(%) = (発光した全フォトン数 / 発光素子に注入された電子数) × 100

【0012】

本発明では基板上に設けた一对の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発光素子において、該有機化合物層でのホスト材料の単層膜が3.6eV以上5.2eV以下のエネルギーギャップを有し、かつ該ホスト材料のイオン化ポテンシャルが5.4~6.3eVであることが好ましく、より好ましくは5.8~6.3eVである。該イオン化ポテンシャルの該範囲をはずれると素子の発光効率は低下する。エネルギーギャップ(バンドギャップ)はOno等の方法(J. Phys. Soc. Jpn., 58(1989)1895)に従い、単層蒸着膜もしくはポリカーボネートにホスト材料を分散した膜の光吸収により求めた。また、イオン化ポテンシャルは光電子分光装置(理研計器製: AC-1)を用い膜状態のイオン化ポテンシャルを測定した。

40

【0013】

本発明の態様は基板上に設けた一对の電極間に発光層を含む有機化合物層を形成した発

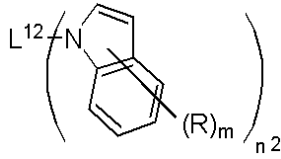
50

光素子において、該有機化合物層が下記一般式(11)で表される部分構造を有する化合物を含有することを特徴とする発光素子。

一般式(11)

【0014】

【化5】



10

【0015】

式中、 L^{11} はメタ位で連結したフェニレン基、ベンゼンとメチレンの組み合わせからなる連結基、 n^2 は2ないし6の整数を表す。Rは炭素数1から20のアルキル基、炭素数6から20のアリール基、または炭素数2から20のヘテロアリール基を表し、mは0から6の整数を表す。

【0016】

一般式(11)において、Rが炭素数1から20のアルキル基を表すとき、好ましくは炭素数1~12、特に好ましくは炭素数1~8であり、例えばメチル、エチル、*iso*-プロピル、*tert*-ブチル、*n*-オクチル、*n*-デシル、*n*-ヘキサデシル、シクロプロピル、シクロペンチル、シクロヘキシルなどが挙げられる。一般式(11)において、Rが炭素数6から20のアリール基を表すとき、好ましくは炭素数6~12であり、例えばフェニル、*p*-メチルフェニル、ナフチルなどが挙げられる。

20

【0019】

一般式(11)において、Rが炭素数2から20のヘテロアリール基を表すとき、好ましくは炭素数1~12であり、ヘテロ原子としては、例えば窒素原子、酸素原子、硫黄原子、具体的には例えばチオフェン、フラン、ピロール、イミダゾール、ピラゾール、ピリジン、ピラジン、ピリダジン、トリアゾール、トリアジン、インドール、インダゾール、プリン、チアゾール、チアジアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、キノリン、イソキノリン、フタラジン、ナフチリジン、キノキサリン、キナゾリン、シンノリン、プテリジン、フェナジン、テトラゾール、ベンズイミダゾール、ベンズオキサゾール、ベンズチアゾール、ベンゾトリアゾール、テトラザインデンなどが挙げられる。これらの置換基は更に置換されてもよい。また、置換基が二つ以上ある場合は、同じでも異なってもよい。また、可能な場合には互いに連結して環を形成してもよい。

30

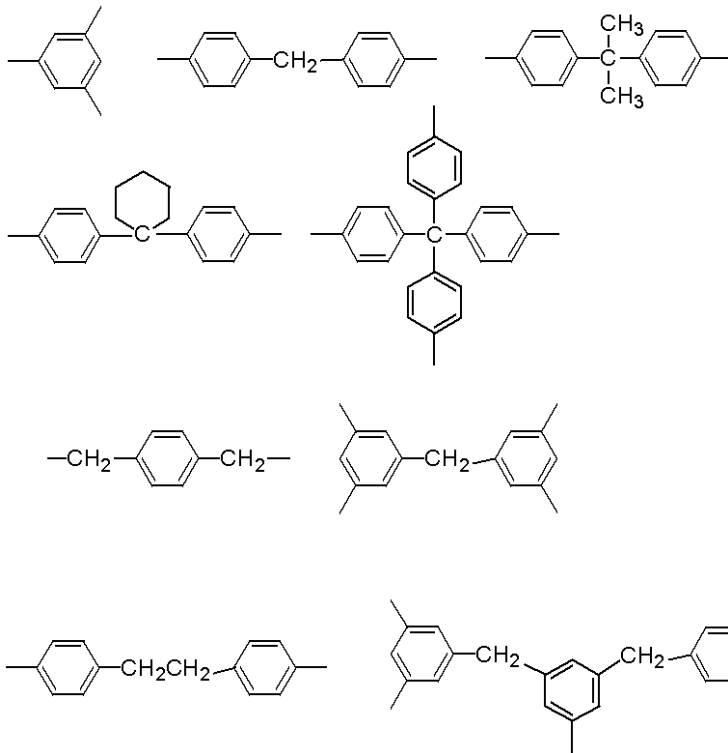
【0022】

L^{11} はメタ位で連結したフェニレン基、ベンゼンとメチレンの組み合わせからなる連結基である。

L^{11} の好ましい具体例としては以下の基が挙げられる。

【0023】

【化6】



10

20

【0025】

また、一般式(II)で表される化合物は低分子量化合物であっても良く、好ましくは一般式(II)のアゾール環単位を2ないし10含む化合物を表す。 n^1 は好ましくは2から10の整数を表し、より好ましくは2から8の整数を表し、更に好ましくは2から6の整数を表す。また、一般式(II)で表される化合物を側鎖とする高分子量化合物(好ましくは質量平均分子量 $1 \times 10^3 \sim 5 \times 10^6$ 、特に好ましくは $5 \times 10^3 \sim 2 \times 10^6$ 、さらに好ましくは $1 \times 10^4 \sim 1 \times 10^6$)もしくは、一般式(II)の骨格を主鎖にもつ高分子量化合物(好ましくは質量平均分子量 $1 \times 10^3 \sim 5 \times 10^6$ 、特に好ましくは $5 \times 10^3 \sim 2 \times 10^6$ 、更に好ましくは $1 \times 10^4 \sim 1 \times 10^6$)であってもよい。高分子量化合物の場合は、ホモポリマーであっても良いし、他のモノマーとの共重合体であっても良い。

30

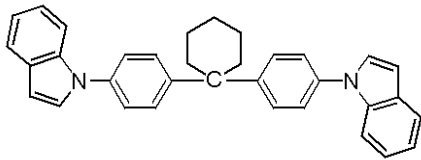
【0028】

以下に一般式(II)で表される化合物の具体例を挙げるが本発明はこれらに限定されるものではない。具体的な化合物例の括弧右下の n 、 p はそれぞれ1以上500以下の整数を意味する。

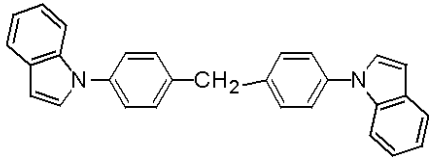
【0029】

【化9】

(H-2)

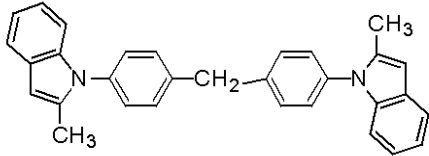


(H-3)

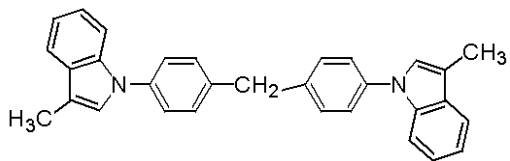


10

(H-4)

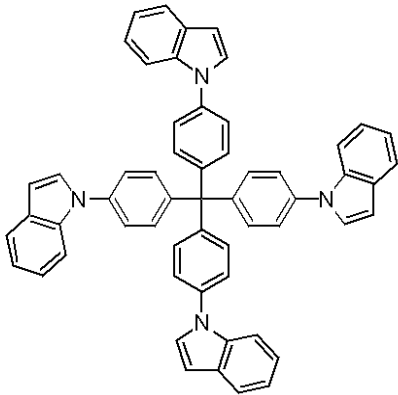


(H-5)



20

(H-6)

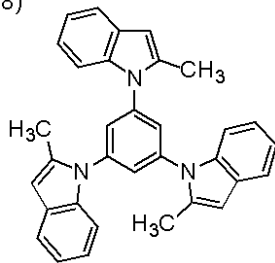


30

【 0 0 3 0 】

【 化 1 0 】

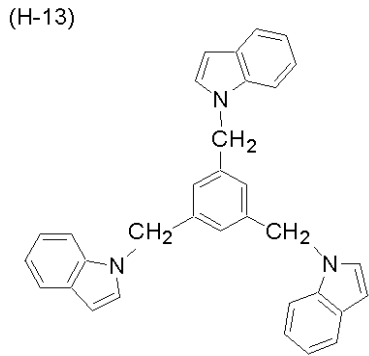
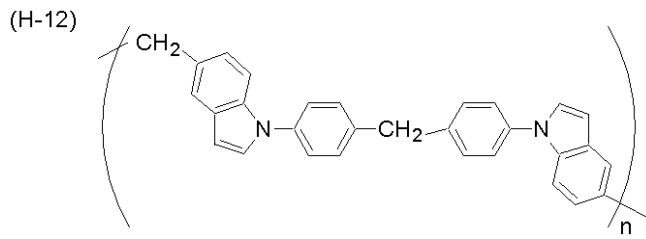
(H-8)



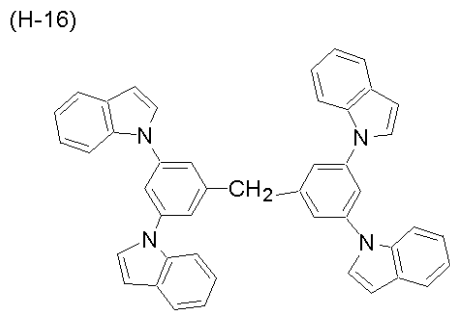
40

【 0 0 3 1 】

【 化 1 1 】



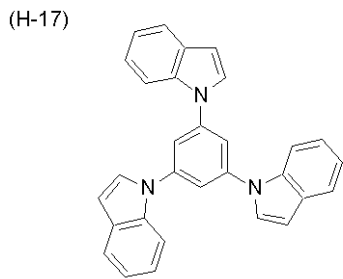
10



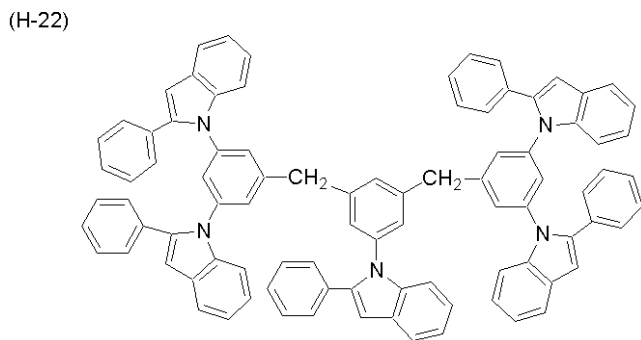
20

【 0 0 3 2 】

【 化 1 2 】



30

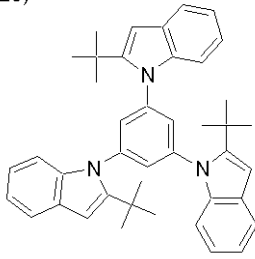


40

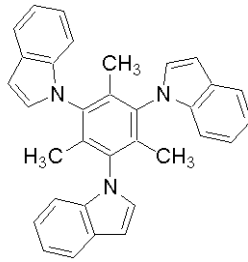
【 0 0 3 4 】

【 化 1 4 】

(H-29)

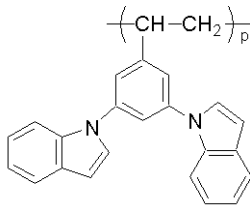


(H-32)

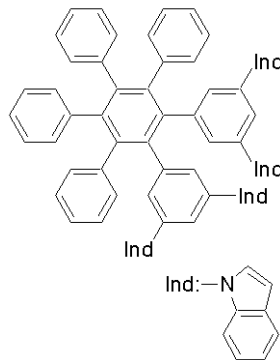


10

(H-36)



(H-38)



20

【 0 0 3 5 】

次に本発明の一般式(1)で表される化合物の合成例の一部を以下に示す。

【 0 0 3 8 】

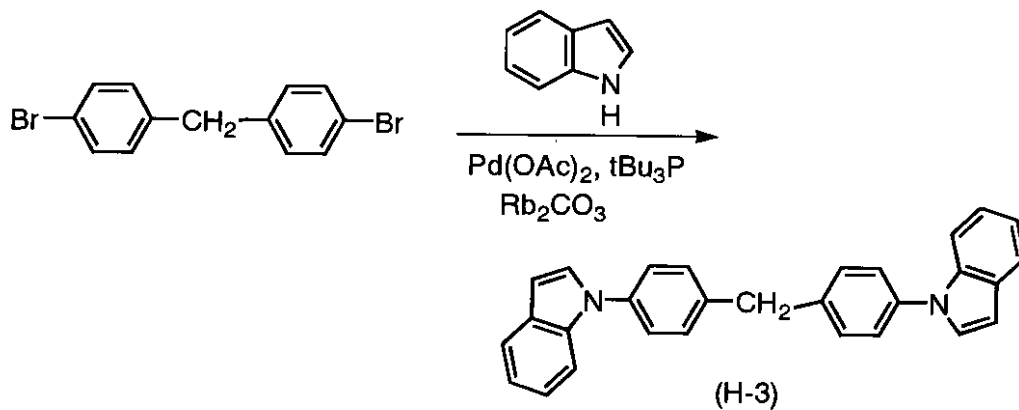
合成例 - 2

例示化合物(H-3)の合成

【 0 0 3 9 】

【 化 1 6 】

30



40

【 0 0 4 0 】

窒素雰囲気下、インドール1.9gをo-キシレン70mlに溶解したものに、炭酸ルビジウム11.1g、酢酸パラジウム0.036g、4,4-ジブロモジフェニルメタン2.6g、t-ブチルホスフィン0.1gを順次添加し120℃で3時間加熱攪拌した。反応終了後、反応液に酢酸エチルを添加し、セライトろ過にて不溶分を除去した。得られた酢酸エチル溶液を水洗、脱水後、濃縮し、得られた結晶をシリカゲルクロマトグラフィーにて精製し、クロロホルム-エタノールで再結晶することにより目的物(H-3)0.92gを得た。

50

(H-3)の融点：110～111

【0041】

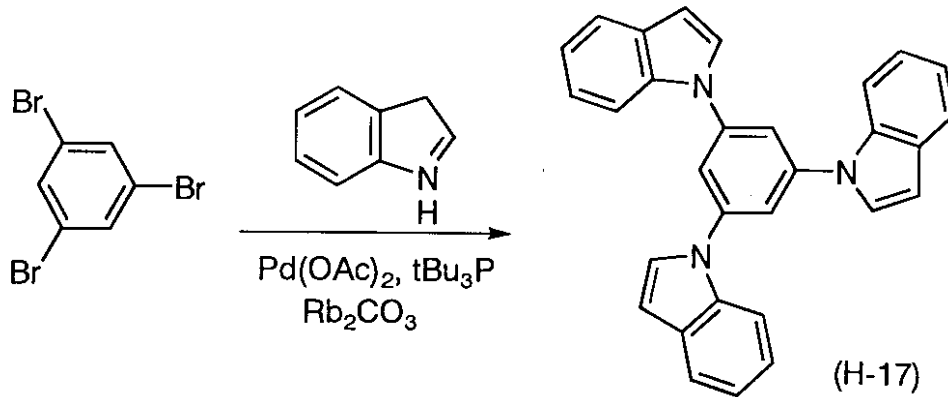
合成例 - 3

例示化合物(H-17)の合成

合成例 - 2と同様の方法で下記スキームに従い例示化合物(H-17)を合成した(m.p.28～232)。

【0042】

【化17】



【0045】

本発明の発光素子に用いる発光材料のうち少なくとも一つは青色領域に励起子からの発光極大を有する化合物であり、発光材料としては例えば遷移金属錯体が挙げられ、好ましくはイリジウム錯体、オスミウム錯体、白金錯体が挙げられ、より好ましくはイリジウム錯体、白金錯体、さらに好ましくはオルトメタル化イリジウム錯体である。

本発明に用いる遷移金属錯体は発光性を有するものが好ましく、発光効率の点で特にりん光発光性化合物が好ましい。りん光発光性化合物とは、三重項励起子から発光する化合物を意味する。りん光発光性化合物は、りん光発光を利用しているため、一重項励起子から得られる蛍光発光を利用したものより発光効率が高い。りん光発光性化合物は、特に限定されることはないが、オルトメタル化金属錯体が好ましく用いられる。

30

遷移金属錯体は、化合物中に遷移金属原子を一つ有しても良いし、また、2つ以上有するいわゆる複核錯体であっても良い。異種の金属原子を同時に含有していても良い。

【0046】

遷移金属錯体中の配位子としては特に限定しないが、Comprehensive Coordination Chemistry G. Wilkinson等著 Pergamon Press社 1987年発行、(Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds) Springer-Verlag社 H. Yersin著 1987年発行(有機金属化学 - 基礎と応用 -) 裳華房社 山本明夫著 1982年発行、等に記載の配位子などが挙げられる。好ましくは、ハロゲン配位子、含窒素ヘテロ環配位子(例えばフェニルピリジン、ベンゾキノリン、キノリノール、ピピリジル、フェナントロリンなど)、ジケトン配位子(例えばアセチルアセトンなど)、カルボン酸配位子(例えば酢酸配位子など、りん配位子(例えばトリフェニルホスフィン系配位子、垂りん酸エステル系配位子など)、一酸化炭素配位子、イソニトリル配位子、シアノ配位子である。

40

遷移金属錯体の配位子の種類は1種類でも良いし、複数の種類があっても良い。錯体中の配位子の数は好ましくは1、2種類である。

【0047】

本発明で用いられるオルトメタル化錯体とは、例えば山本明夫著(有機金属化学 - 基礎と応用 -) p150、232 裳華房社 1982年発行等に記載されている化合物群の総称である。オルトメタル化錯体における中心金属は、上記遷移金属錯体と同様に遷移金属

50

であればいずれも使用可能であるが、本発明では、ロジウム、白金、金、イルジウム、ルテニウム、パラジウム等を好ましく用いることができ、より好ましいのはイリジウムである。前記オルトメタル化金属錯体の具体的な記載および化合物例は、特願2000-254171号の段落番号0152から0180までに記載されている。

【0048】

本発明の発光層は発光材料以外に、高分子化合物、より好ましくは樹脂成分を含有しても良い。該樹脂成分としては例えば、ポリ塩化ビニル、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ポリエステル、ポリスルホン、ポリフェニレンオキシド、ポリブタジエン、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、炭化水素樹脂、ケトン樹脂、フェノキシ樹脂、ポリアミド、エチルセルロース、酢酸ビニル、ABS樹脂、ポリウレタン、メラミン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂などが挙げられる。該発光層の形成方法としてコーティング法(スピコート法、キャスト法、ディップコート法など)を用いた場合、発光材料と高分子化合物(樹脂成分)と共に溶解または分散することができるため、製膜が容易になる。

10

【0049】

本発明の発光素子は本発明の化合物を利用する素子であればシステム、駆動方法、利用形態など特に問わないが、本発明化合物を発光材料と共存させ発光層のホストとして利用するか、発光材料とは共存せずに電荷輸送材料として利用するものが好ましい。代表的な発光素子として有機EL(エレクトロルミネッセンス)素子を挙げることができる。

本発明化合物を発光材料と共存させる場合の本発明化合物の混合比率は発光材料の質量比で0.1~95%、0.1~30%が好ましく、0.1~10%が最も好ましい。

20

本発明の化合物を含有する発光素子の有機層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法、インクジェット法、印刷法、電子写真法などの方法が用いられ、特性面、製造面で抵抗加熱蒸着、コーティング法、転写法が好ましく、また、蒸着時の熱分解回避の点からコーティング法がより好ましい。

本発明の発光素子は陽極、陰極の一对の電極間に発光層を含む複数の有機化合物薄膜を形成した素子であり、発光層のほか正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層、保護層などを有してもよく、またこれらの各層はそれぞれ他の機能を備えたものであってもよい。各層の形成にはそれぞれ種々の材料を用いることができる。

30

【0050】

陽極は正孔注入層、正孔輸送層、発光層などに正孔を供給するものであり、金属、合金、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物などを用いることができ、好ましくは仕事関数が4eV以上の材料である。具体例としては酸化スズ、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化インジウムスズ(ITO)等の導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロム、ニッケル等の金属、さらにこれらの金属と導電性金属酸化物との混合物または積層物、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロールなどの有機導電性材料、およびこれらとITOとの積層物などが挙げられ、好ましくは、導電性金属酸化物であり、特に、生産性、高導電性、透明性等の点からITOが好ましい。陽極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10nm~5μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50nm~1μmであり、更に好ましくは100nm~500nmである。

40

【0051】

陽極は通常、ソーダライムガラス、無アルカリガラス、透明樹脂基板などの上に層形成したものが用いられる。ガラスを用いる場合、その材質については、ガラスからの溶出イオンを少なくするため、無アルカリガラスを用いることが好ましい。また、ソーダライムガラスを用いる場合、シリカなどのバリアコートを施したものを使用することが好ましい。基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分であれば特に制限はないが、ガラスを用いる場合には、通常0.2mm以上、好ましくは0.7mm以上のものを用いる。

陽極の作製には材料によって種々の方法が用いられるが、例えばITOの場合、電子ビー

50

ム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、化学反応法（ゾル-ゲル法など）、酸化インジウムスズの分散物の塗布などの方法で膜形成される。陽極は洗浄その他の処理により、素子の駆動電圧を下げたり、発光効率を高めることも可能である。例えばITOの場合、UV-オゾン処理、プラズマ処理などが効果的である。

【0052】

陰極は電子注入層、電子輸送層、発光層などに電子を供給するものであり、電子注入層、電子輸送層、発光層などの負極と隣接する層との密着性やイオン化ポテンシャル、安定性等を考慮して選ばれる。陰極の材料としては金属、合金、金属ハロゲン化物、金属酸化物、電気伝導性化合物、またはこれらの混合物を用いることができ、具体例としてはアルカリ金属（例えばLi、Na、K、Cs等）及びそのフッ化物、酸化物、アルカリ土類金属（例えばMg、Ca等）及びそのフッ化物、酸化物、金、銀、鉛、アルニウム、ナトリウム-カリウム合金またはそれらの混合金属、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属、インジウム、イッテリビウム等の希土類金属等が挙げられ、好ましくは仕事関数が4 eV以下の材料であり、より好ましくはアルミニウム、リチウム-アルミニウム合金またはそれらの混合金属、マグネシウム-銀合金またはそれらの混合金属等である。陰極は、上記化合物及び混合物の単層構造だけでなく、上記化合物及び混合物を含む積層構造を取ることもできる。陰極の膜厚は材料により適宜選択可能であるが、通常10 nm ~ 5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは50 nm ~ 1 μmであり、更に好ましくは100 nm ~ 1 μmである。

【0053】

陰極の作製には電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、コーティング法などの方法が用いられ、金属を単体で蒸着することも、二成分以上を同時に蒸着することもできる。さらに、複数の金属を同時に蒸着して合金電極を形成することも可能であり、またあらかじめ調整した合金を蒸着させてもよい。

陽極及び陰極のシート抵抗は低い方が好ましく、数百 Ω以下が好ましい。

【0054】

発光層の材料は、電界印加時に陽極または正孔注入層、正孔輸送層から正孔を注入することができると共に陰極または電子注入層、電子輸送層から電子を注入することができる機能や、注入された電荷を移動させる機能、正孔と電子の再結合の場を提供して発光させる機能を有する層を形成することができるものであれば何でもよく、一重項励起子または三重項励起子のいずれから発光するものであっても良い。好ましくは遷移金属錯体、更に好ましくはオルトメタル化金属錯体を含有するものであるが、他の発光材料を併用して用いることもできる。例えばベンゾオキサゾール誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、スチリルベンゼン誘導体、ポリフェニル誘導体、ジフェニルプタジエン誘導体、テトラフェニルプタジエン誘導体、ナフタルイミド誘導体、クマリン誘導体、ペリレン誘導体、ペリノン誘導体、オキサジアゾール誘導体、アルダジン誘導体、ピラリジン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、ビススチリルアントラセン誘導体、キナクリドン誘導体、ピロロピリジン誘導体、チアジアゾロピリジン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、スチリルアミン誘導体、芳香族ジメチリジン化合物、8-キノリノール誘導体の金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体等、ポリチオフェン、ポリフェニレン、ポリフェニレンビニレン等のポリマー化合物等が挙げられる。

【0055】

発光層の膜厚は特に限定されるものではないが、通常1 nm ~ 5 μmの範囲のものが好ましく、より好ましくは5 nm ~ 1 μmであり、更に好ましくは10 nm ~ 500 nmである。

発光層の形成方法は、特に限定されるものではないが、抵抗加熱蒸着、電子ビーム、スパッタリング、分子積層法、コーティング法（スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など）、LB法、インクジェット法、印刷法、転写法、電子写真法などの方法が用いられ、好ましくは抵抗加熱蒸着、コーティング法である。

【0056】

F_2 、 LiF 、 AlF_3 、 CaF_2 等の金属フッ化物、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリイミド、ポリウレア、ポリテトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチレン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロロトリフルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレンとの共重合体、テトラフルオロエチレンと少なくとも1種のコモノマーを含むモノマー混合物を共重合させて得られる共重合体、共重合主鎖に環状構造を有する含フッ素共重合体、吸水率1%以上の吸水性物質、吸水率0.1%以下の防湿性物質等が挙げられる。

【0061】

保護層の形成方法についても特に限定はなく、例えば真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、MBE(分子線エピタキシ)法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合(高周波励起イオンプレーティング法)、プラズマCVD法、レーザーCVD法、熱CVD法、ガスソースCVD法、コーティング法、インクジェット法、印刷法、転写法を適用できる。

10

【0062】

【実施例】

以下に本発明の実施例および比較例を例示して説明するが、本発明はこれらの例により限定されるものではない。

【0063】

比較例1

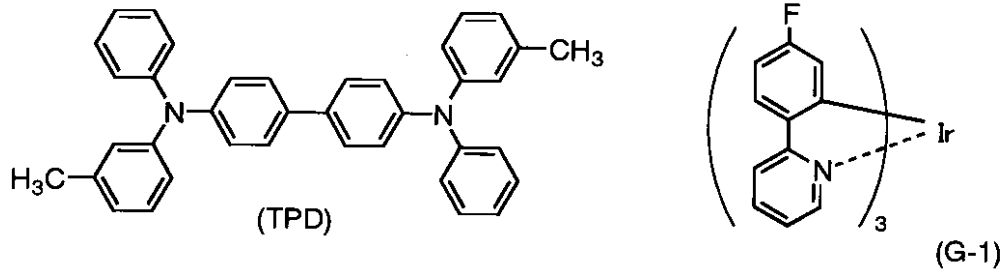
洗浄したITO基板を蒸着装置に入れ、TPD(N,N'-ジフェニル-N,N'-ジ(m-トリル)-ベンジジン)を40nm蒸着し、この上にCBP(ビスカルバゾリルベンジジン)、下記発光材料(G-1)を10:1の比率で24nm共蒸着し、この上に電子輸送材料ETM-1を24nm蒸着した。有機薄膜上にパターニングしたマスク(発光面積が4mm×5mmとなる)を装着し、マグネシウム:銀=10:1を250nm共蒸着した後、銀250nmを蒸着し、EL素子を作製した。東陽テクニカ製ソースメジャーユニット2400を用いて、直流定電圧をEL素子に印加し、発光させ、その輝度をトプコン社の輝度計BM-8、発光波長とCIE色度座標を浜松ホトニクス社製スペクトルアナライザーPMA-11を用いて測定した。その結果、発光極大波長が486nmの発光が得られ、駆動電圧8Vで輝度114cd/m²、外部量子効率6.0%であった。

20

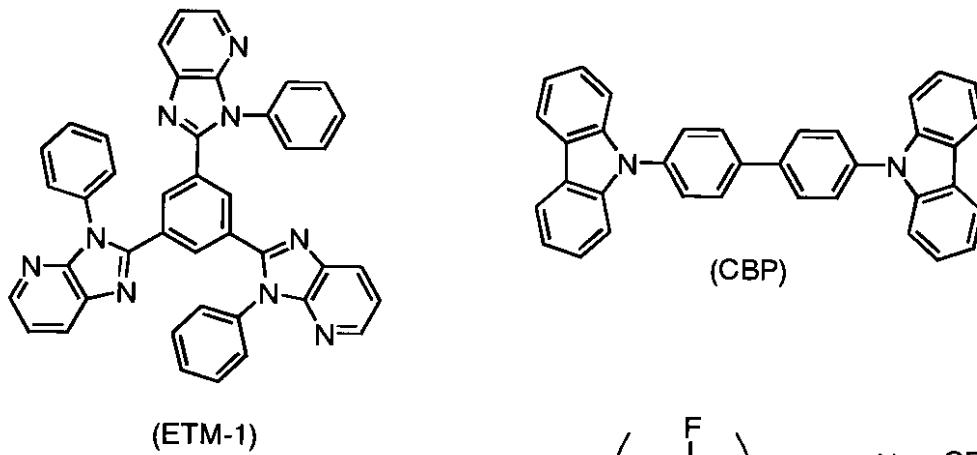
【0064】

【化19】

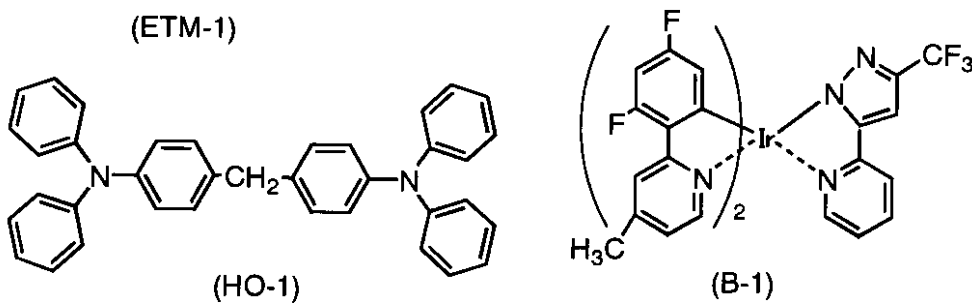
30



10



20



【0065】

30

比較例 2

比較例 1 の素子において、CBP の代わりに BCP (2,9-ジメチル-4,7-ジフェニル-1,10-フェナンスロリン) を用いて比較例 1 と同様に素子を作製し、評価した。その結果、8V で発光は観測できなかった。

【0066】

実施例 1

比較例 1 の素子において、CBP の代わりに例示化合物 (H-3) を用いて比較例 1 と同様に素子を作製し、評価した。その結果、発光極大波長が 487nm の発光が得られ、駆動電圧 8V で輝度 120cd/m²、外部量子効率 10.5% であった。

【0067】

40

比較例 1、比較例 2 および実施例 1 においてホスト材料として用いた CBP、CBP および例示化合物 H-3 の蒸着膜のイオン化ポテンシャル (IP) を光電子分光装置 (理研計器製: AC-1) 測定し、エネルギーギャップを蒸着膜の吸収スペクトルにより測定しその長波端から算出し、その結果を以下に示す。

【0068】

【表 1】

	イオン化ポテンシャル (eV)	エネルギーギャップ (eV)
CBP(比較例-1)	6.10	3.40
BCP(比較例-2)	6.70	3.50
H-3(本発明)	6.13	3.90

【0069】

表1から明らかのように、BCPはCBPより広いエネルギーギャップを有するものの、発光は観測されなかったが、本発明化合物のように広いエネルギーギャップを有しかつイオン化ポテンシャルが5.4~6.3eVを有するものは、青色発光材料のホストとして機能し、高効率発光可能である。

10

【0070】

実施例2

Baytron P (PEDOT-PSS溶液(ポリエチレンジオキシチオフェン-ポリスチレンスルホン酸ドーブ体)/バイエル社製)を洗浄した基板の上にスピコートし(1000rpm, 30sec)、150にて1.5時間、真空乾燥した。有機層の膜厚は70nmであった。その上にポリカーボネート-Z10mg、本発明化合物(H-3)20mg、発光材料(G-1)1mg、PBD(2-(4-ビフェニル)-5-(4-t-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール)6mg、をジクロロエタン2.5gに溶解し、洗浄した基板の上にスピコートした(2000rpm, 30sec)。総有機層の膜厚は170nmであった。有機薄膜上にパターンニングしたマスク(発光面積が4mm×5mmとなるマスク)を設置し、蒸着装置内でマグネシウム:銀=10:1を250nm共蒸着した後、銀250nmを蒸着した。直流定電圧をEL素子に印加し発光させた結果、発光極大波長が485nmの発光が得られ、外部量子効率5.3%(100cd/m²時)であった。

20

【0071】

実施例3

比較例1のTPDの代わりに本発明化合物(H-17)を用い、同様の素子を作成した。そして発光スペクトル及び輝度を測定し、発光効率を算出したところ、駆動電圧8Vで輝度193cd/m²、外部量子効率は7.1%であった。このことから本発明化合物をホール輸送材料として用いると高効率発光が可能であることがわかる。

30

実施例4

実施例1の素子において、TPDの代わりに(HO-1)を、発光材料(G-1)の代わりにより短波長で発光する発光材料(B-1)を用いて実施例1と同様に素子を作製し評価した。その結果、発光極大波長が459nmの発光が得られ、外部量子効率は12.7%であった。このことからわかるように本発明のホストはより短波長な青色発光素子で高効率発光を可能にする。

【0072】

【発明の効果】

本発明により、駆動電圧を一定にした場合、従来と比較して青色領域でより高い効率で発光する発光素子を得ることができた。又、新規なインドール誘導体を得ることができた。

40

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

C 0 9 K 11/06 6 5 0

C 0 9 K 11/06 6 8 0

C 0 9 K 11/06 6 9 0

C 0 7 D 207/325

(56)参考文献 特開平06 - 027695 (JP, A)

特開2000 - 068057 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 51/00-51/56

H01L 27/32

C09K 11/06

CAplus(STN)

REGISTRY(STN)