

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4351935号
(P4351935)

(45) 発行日 平成21年10月28日(2009.10.28)

(24) 登録日 平成21年7月31日(2009.7.31)

(51) Int.Cl.

F I

H O 1 L 51/50 (2006.01)
C O 9 K 11/06 (2006.01)

H O 5 B 33/14 B
C O 9 K 11/06 6 1 0
C O 9 K 11/06 6 3 5
C O 9 K 11/06 6 4 0
C O 9 K 11/06 6 4 5

請求項の数 6 (全 28 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-66780 (P2004-66780)
(22) 出願日 平成16年3月10日(2004.3.10)
(65) 公開番号 特開2005-259412 (P2005-259412A)
(43) 公開日 平成17年9月22日(2005.9.22)
審査請求日 平成18年5月25日(2006.5.25)

(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
(74) 代理人 100115107
弁理士 高松 猛
(74) 代理人 100132986
弁理士 矢澤 清純
(72) 発明者 小笠原 淳
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
(72) 発明者 三島 雅之
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

審査官 天野 宏樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機電界発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

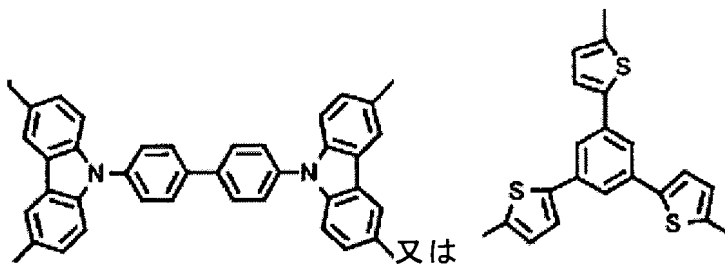
【請求項1】

一对の電極間に、発光層を含む少なくとも一層の有機層を有する有機電界発光素子であって、発光層に下記一般式(1)で表される化合物を少なくとも1種及び発光材料を少なくとも1種含むことを特徴とする有機電界発光素子。

一般式(1) : $L - (Ar^1)_m$

一般式(1)中、 Ar^1 は下記一般式(2)で表される基を表し、Lは、

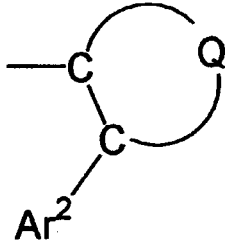
【化101】



を表し、mは3以上の整数を表す。

【化 1 0 2】

一般式(2)



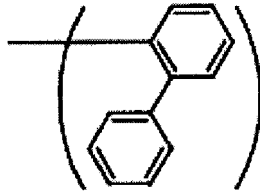
一般式(2)中、Qはアリール環またはヘテロアリール環を形成するための残基を表し、Ar²はアリール基またはヘテロアリール基を表す。

【請求項 2】

一般式(2)で表される基が、下記一般式(3)で表されることを特徴とする請求項1に記載の有機電界発光素子。

【化 1 0 3】

一般式(3)



【請求項 3】

発光材料が、りん光発光材料であることを特徴とする請求項1又は2に記載の有機電界発光素子。

【請求項 4】

発光層中に、発光材料、一般式(1)で表される化合物、及び正孔注入輸送性化合物を含むことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の有機電界発光素子。

【請求項 5】

発光層中に、発光材料、一般式(1)で表される化合物、及び電子注入輸送性化合物を含むことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の有機電界発光素子。

【請求項 6】

電子注入輸送性化合物が、金属錯体、又は窒素原子を少なくとも2つ含むヘテロ環化合物であることを特徴とする請求項5に記載の有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電気エネルギーを光に変換して発光できる有機電界発光素子に関する。

【背景技術】

【0002】

有機電界発光素子(以下、発光素子、有機EL素子とも称する。)の素子耐久性を悪化させる大きな原因の一つとして有機材料の結晶化の問題が挙げられる。素子中に用いられる有機材料の結晶性が高いと、長時間の保存により、あるいは素子駆動中の発熱により、素子中の該有機材料が結晶化してしまい、その結果、素子の短絡など素子破壊の原因となる問題が生じる。

【0003】

特許文献1には、下記で述べる本発明の一般式(1)で表される化合物に包含される化合物を有する有機電界発光素子が記載されているが、発光材料としてりん光発光材料を用

10

20

30

40

50

いること、及び一般式(1)で表される化合物をホスト材料として使用すること(他の発光材料との併用)等については記載も示唆もない。さらに本発明の一般式(1)に含まれるLが3個以上の芳香族炭化水素基、3個以上の芳香族複素環基、3個以上のチオフェン構造を含む基、または3個以上のカルバゾール構造を含む基についても記載も示唆もない。

【特許文献1】特開2001-196183号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明の目的は、有機EL素子に用いられる材料の結晶化を抑制し、発光特性、素子駆動耐久性、および保存安定性が良好な有機電界発光素子を提供することである。

10

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明者らは、有機EL素子に用いられる材料の結晶化を効果的に低減させる方法を見出すべく鋭意検討を行ったところ、発光層に下記一般式(1)で表される化合物を存在させることにより、発光材料の結晶化の問題が改善され、これを用いて作成した素子の素子耐久性が大きく改善されることを見出した。

さらに、上記発光素子の発光層中に、正孔輸送・注入を担う化合物、あるいは電子注入・輸送を担う化合物を含む発光素子においてはさらに耐久性が向上することを見出した。

即ち、本発明によれば、下記構成の有機電界発光素子が提供され、本発明の上記目的が達成される。

20

【0006】

(1) 一對の電極間に、発光層を含む少なくとも一層の有機層を有する有機電界発光素子であって、発光層に下記一般式(1)で表される化合物を少なくとも1種及び発光材料を少なくとも1種含むことを特徴とする有機電界発光素子。

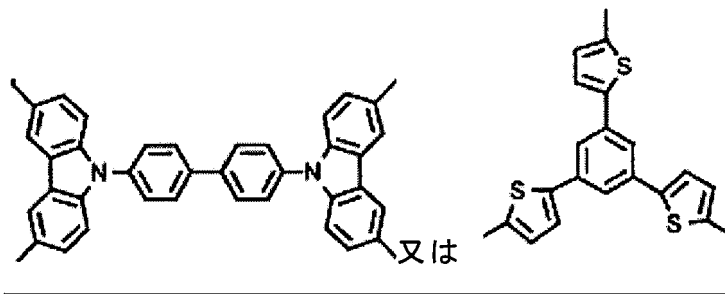
【0007】

一般式(1) : $L - (Ar^1)_m$

【0008】

一般式(1)中、 Ar^1 は下記一般式(2)で表される基を表し、Lは、

【化104】



30

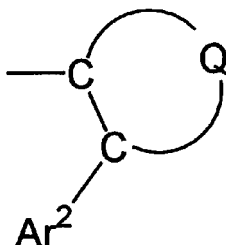
を表し、mは3以上の整数を表す。

【0009】

40

【化3】

一般式(2)



50

【0010】

一般式(2)中、Qはアリール環またはヘテロアリール環を形成するための残基を表し、Ar²はアリール基またはヘテロアリール基を表す。

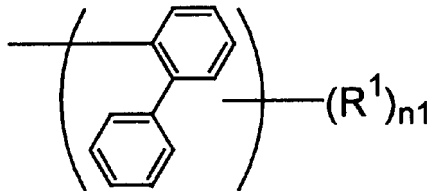
【0011】

(2)一般式(2)で表される基が、下記一般式(3)で表されことを特徴とする上記(1)に記載の有機電界発光素子。

【0012】

【化4】

一般式(3)



10

【0013】

一般式(3)中、R¹は置換基を表し、n₁は0以上9以下の整数を表す。n₁が2以上の場合、R¹は互いに同じでも異なってもよい。

【0014】

(3)発光材料が、りん光発光材料であることを特徴とする上記(1)又は(2)に記載の有機電界発光素子。

20

(4)発光層中に、発光材料、一般式(1)で表される化合物、及び正孔注入輸送性化合物を含むことを特徴とする上記(1)~(3)のいずれかに記載の有機電界発光素子。

(5)発光層中に、発光材料、一般式(1)で表される化合物、及び電子注入輸送性化合物を含むことを特徴とする上記(1)~(3)のいずれかに記載の有機電界発光素子。

(6)電子注入輸送性化合物が、金属錯体、又は窒素原子を少なくとも2つ含むヘテロ環化合物であることを特徴とする上記(5)に記載の有機電界発光素子。

【発明の効果】

【0015】

本発明の有機電界発光素子は、発光特性、素子の駆動耐久性、および保存安定性に優れる。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

本発明の有機電界発光素子は、一对の電極間に、発光層を含む少なくとも一層の有機層を有する有機電界発光素子(以下、単に「発光素子」とも称することがある)であって、下記一般式(1)で表される化合物を少なくとも1種及び発光材料を少なくとも1種含む。

【0017】

一般式(1): L - (Ar¹)_m

40

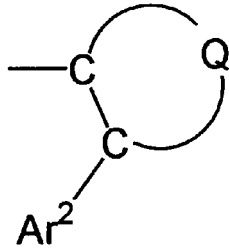
【0018】

一般式(1)中、Ar¹は下記一般式(2)で表される基を表し、Lは3価以上の連結基を表し、mは3以上の整数を表す。

【0019】

【化5】

一般式(2)



10

【0020】

一般式(2)中、Qはアリール環またはヘテロアリール環を形成するための残基を表し、 Ar^2 はアリール基またはヘテロアリール基を表す。

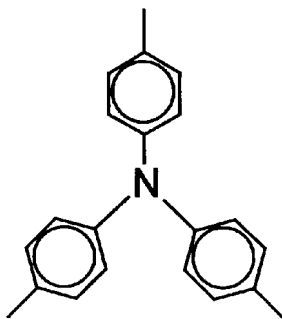
【0021】

一般式(1)について詳細に説明する。

一般式(1)に含まれるLは3価以上の連結基を表す。ただし、Lは下記の連結基の場合を除く。

【0022】

【化6】



20

【0023】

Lで表される好ましい連結基は、B、C、N、O、Si、P、S、Geなどで形成される連結基であり、さらに好ましくは3価以上の芳香族炭化水素環を含む基、3価以上の芳香族複素環を含む基、3価以上のチオフェン構造を含む基、または3価以上のカルバゾール構造を含む基であり、最も好ましくは3価以上の芳香族炭化水素基、3価以上の複素芳香族環基、3価以上のチオフェン構造を含む基、または3価以上のカルバゾール構造を含む基である。

30

【0024】

Lで表される連結基は置換基を有してもよい。置換基としては、例えばアルキル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~10)が挙げられる。置換基としては、アルキル基を含め以下の置換基群Aから選ぶことが可能である。

40

【0025】

(置換基群A)

アルキル基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~20、特に好ましくは炭素数1~10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。)、アルケニル基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~10であり、例えばビニル、アリル、2-ブテニル、3-ペンテニルなどが挙げられる。)、アルキニル基(好ましくは炭素数2~30、より好ましくは炭素数2~20、特に好ましくは炭素数2~10であり、例えばプロパルギル、3-ペンチニルなどが挙げられる。)、アリール基(好ましくは炭

50

素数 6 ~ 30、より好ましくは炭素数 6 ~ 20、特に好ましくは炭素数 6 ~ 12 であり、例えばフェニル、p-メチルフェニル、ナフチル、アントラニルなどが挙げられる。)、アミノ基(好ましくは炭素数 0 ~ 30、より好ましくは炭素数 0 ~ 20、特に好ましくは炭素数 0 ~ 10 であり、例えばアミノ、メチルアミノ、ジメチルアミノ、ジエチルアミノ、ジベンジルアミノ、ジフェニルアミノ、ジトリルアミノなどが挙げられる。)、アルコキシ基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 10 であり、例えばメトキシ、エトキシ、ブトキシ、2-エチルヘキシロキシなどが挙げられる。)、アリーロキシ基(好ましくは炭素数 6 ~ 30、より好ましくは炭素数 6 ~ 20、特に好ましくは炭素数 6 ~ 12 であり、例えばフェニルオキシ、1-ナフチルオキシ、2-ナフチルオキシなどが挙げられる。)、ヘテロアリーロキシ基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばピリジルオキシ、ピラジルオキシ、ピリミジルオキシ、キノリルオキシなどが挙げられる。)、アシル基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばアセチル、ベンゾイル、ホルミル、ピバロイルなどが挙げられる。)、アルコキシカルボニル基(好ましくは炭素数 2 ~ 30、より好ましくは炭素数 2 ~ 20、特に好ましくは炭素数 2 ~ 12 であり、例えばメトキシカルボニル、エトキシカルボニルなどが挙げられる。)、アリーロキシカルボニル基(好ましくは炭素数 7 ~ 30、より好ましくは炭素数 7 ~ 20、特に好ましくは炭素数 7 ~ 12 であり、例えばフェニルオキシカルボニルなどが挙げられる。)、アシルオキシ基(好ましくは炭素数 2 ~ 30、より好ましくは炭素数 2 ~ 20、特に好ましくは炭素数 2 ~ 10 であり、例えばアセトキシ、ベンゾイルオキシなどが挙げられる。)、アシルアミノ基(好ましくは炭素数 2 ~ 30、より好ましくは炭素数 2 ~ 20、特に好ましくは炭素数 2 ~ 10 であり、例えばアセチルアミノ、ベンゾイルアミノなどが挙げられる。)、アルコキシカルボニルアミノ基(好ましくは炭素数 2 ~ 30、より好ましくは炭素数 2 ~ 20、特に好ましくは炭素数 2 ~ 12 であり、例えばメトキシカルボニルアミノなどが挙げられる。)、アリーロキシカルボニルアミノ基(好ましくは炭素数 7 ~ 30、より好ましくは炭素数 7 ~ 20、特に好ましくは炭素数 7 ~ 12 であり、例えばフェニルオキシカルボニルアミノなどが挙げられる。)、スルホニルアミノ基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばメタン
スルホニルアミノ、ベンゼンスルホニルアミノなどが挙げられる。)、スルファモイル基(好ましくは炭素数 0 ~ 30、より好ましくは炭素数 0 ~ 20、特に好ましくは炭素数 0 ~ 12 であり、例えばスルファモイル、メチルスルファモイル、ジメチルスルファモイル、フェニルスルファモイルなどが挙げられる。)、カルバモイル基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばカルバモイル、メチルカルバモイル、ジエチルカルバモイル、フェニルカルバモイルなどが挙げられる。)、アルキルチオ基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばメチルチオ、エチルチオなどが挙げられる。)、アリーロチオ基(好ましくは炭素数 6 ~ 30、より好ましくは炭素数 6 ~ 20、特に好ましくは炭素数 6 ~ 12 であり、例えばフェニルチオなどが挙げられる。)、ヘテロアリーロチオ基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばピリジルチオ、2-ベンズイミゾリルチオ、2-ベンズオキサゾリルチオ、2-ベンズチアゾリルチオなどが挙げられる。)、スルホニル基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばメシル、トシルなどが挙げられる。)、スルフィニル基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばメタン
スルフィニル、ベンゼンスルフィニルなどが挙げられる。)、ウレイド基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばウレイド、メチルウレイド、フェニルウレイドなどが挙げられる。)、リン酸アミド基(好ましくは炭素数 1 ~ 30、より好ましくは炭素数 1 ~ 20、特に好ましくは炭素数 1 ~ 12 であり、例えばジエチルリン酸アミド、フェニル

10

20

30

40

50

リン酸アミドなどが挙げられる。)、ヒドロキシ基、メルカプト基、ハロゲン原子(例えばフッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子)、シアノ基、スルホ基、カルボキシ基、ニトロ基、ヒドロキサム酸基、スルフィノ基、ヒドラジノ基、イミノ基、ヘテロ環基(好ましくは炭素数1~30、より好ましくは炭素数1~12であり、なかでも、ヘテロアリアル基が好ましい。ヘテロ原子としては、例えば窒素原子、酸素原子、硫黄原子が挙げられる。具体的な基としては例えばイミダゾリル、ピリジル、キノリル、フリル、チエニル、ピペリジル、モルホリノ、ベンズオキサゾリル、ベンズイミダゾリル、ベンズチアゾリル、カルバゾリル、アゼピニルなどが挙げられる。)、シリル基(好ましくは炭素数3~40、より好ましくは炭素数3~30、特に好ましくは炭素数3~24であり、例えばトリメチルシリル、トリフェニルシリルなどが挙げられる。)などが挙げられる。

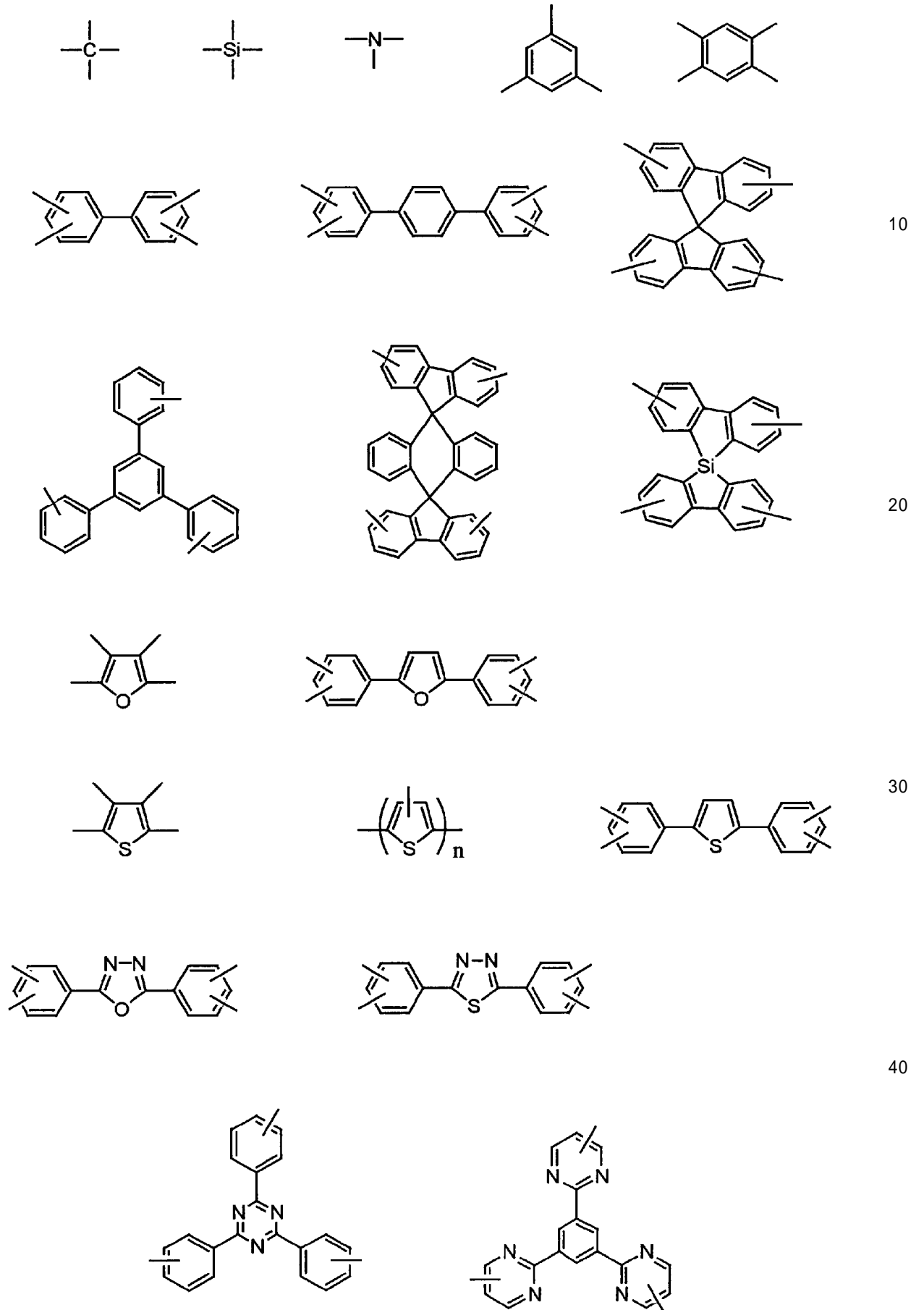
10

【0026】

Lで表される連結基の具体例としては、例えば以下のものが挙げられるが、本発明はこれらに限定されない。下記の連結基中、結合手の全てに前記一般式(1)中の $A r^1$ が結合していてもよいが、これに限定されるわけではなく、少なくとも3つの結合手に結合していればよい。この場合 $A r^1$ の結合しない結合手には、水素原子や通常の置換基(好ましくは上記置換基群Aから選ばれる基)が結合していてもよい。

【0027】

【化7】



10

20

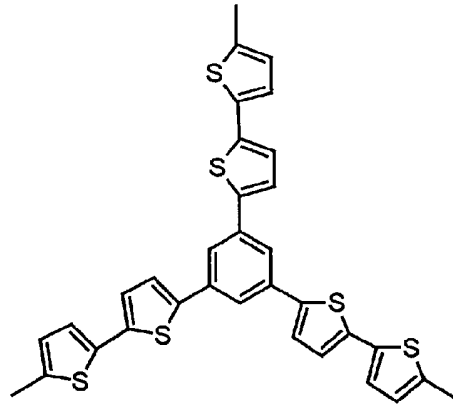
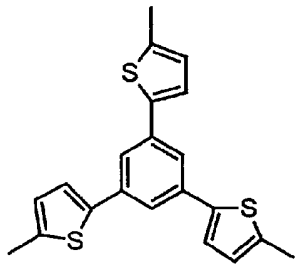
30

40

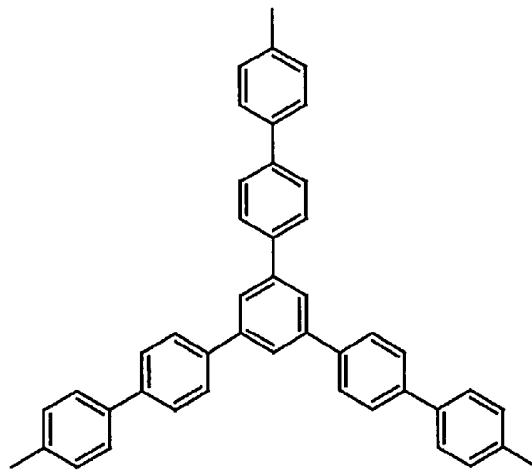
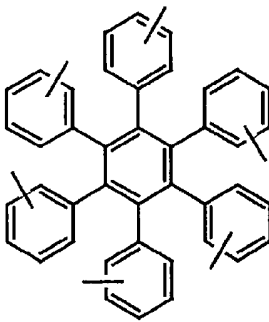
【0028】

50

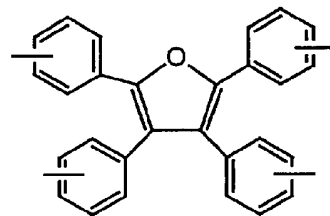
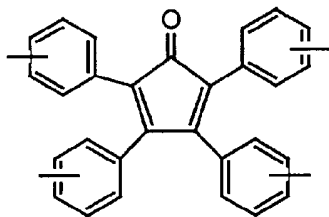
【化 8】



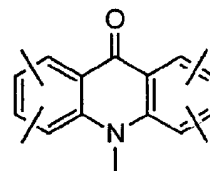
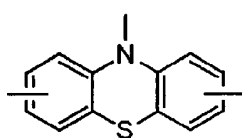
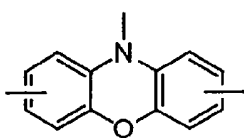
10



20



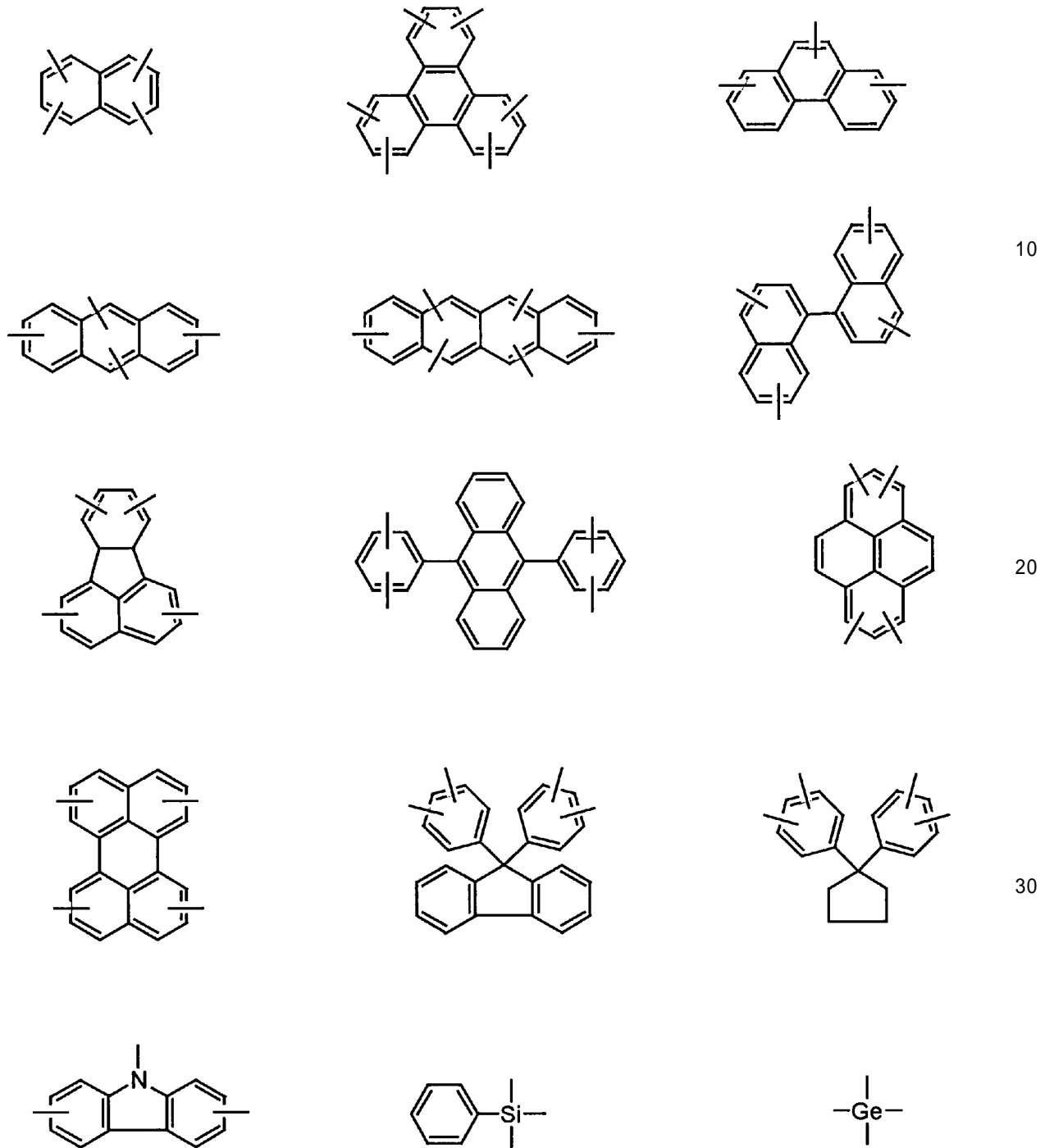
30



40

【 0 0 2 9 】

【化9】



【0030】

一般式(1)に含まれる Ar^1 は一般式(2)で表される基を表し、 m は3以上の整数を表す。 m は好ましくは3以上6以下であり、さらに好ましくは3または4である。

【0031】

一般式(2)で表される基について説明する。

一般式(2)に含まれる Q はアリール環またはヘテロアリール環を形成するための残基を表す。ここで、 Q を含んで形成されるアリール環またはヘテロアリール環としては、好ましくはベンゼン環、ナフタレン環、アントラセン環、ピリジン環、ピリミジン環、ピロール環、カルバゾール環であり、さらに好ましくはベンゼン環、ピリジン環であり、最も好ましくはベンゼン環である。

【0032】

10

20

30

40

50

Qは置換基を有してもよい。置換基の例は前記置換基群Aと同じであり、好ましくはアルキル基、アリール基、ヘテロアリール基であり、より好ましくはアリール基、ヘテロアリール基である。

【0033】

$A r^2$ はアリール基またはヘテロアリール基を表し、より好ましくは単環、2環、および3環のアリール基またはヘテロアリール基であり、さらに好ましくは単環、2環、および3環のアリール基または含窒素ヘテロアリール基であり、特に好ましくはフェニル基、ピリジル基、ピリミジル基、カルバゾリル基であり、最も好ましくはフェニル基である。

$A r^2$ は置換基を有してもよく、置換基の例は前記置換基群Aと同じであり、好ましくはアルキル基、アリール基、ヘテロアリール基であり、より好ましくはアリール基、ヘテロアリール基である。

10

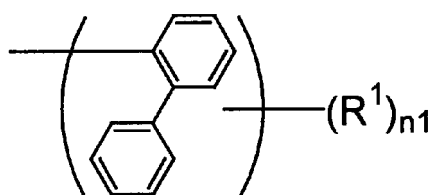
【0034】

一般式(2)で表される基は、好ましくは下記一般式(3)で表される基である。

【0035】

【化10】

一般式(3)



20

【0036】

一般式(3)に含まれる R^1 は、置換基を表す。置換基の例は、前記置換基群Aと同じであり、好ましくはアルキル基、アリール基、ヘテロアリール基であり、より好ましくはアリール基、ヘテロアリール基であり、さらに好ましくはフェニル基、ピリジル基、カルバゾリル基であり、最も好ましくはフェニル基である。

【0037】

n_1 は0以上9以下の整数を表す。 n_1 が2以上の場合、 R^1 は互いに同じでも、異なっても良い。 n_1 は好ましくは0以上5以下であり、さらに好ましくは0以上3以下であり、最も好ましくは0である。

30

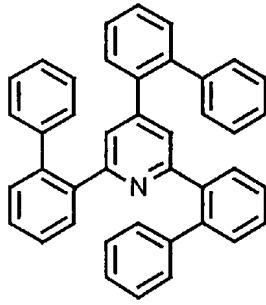
【0038】

以下に、一般式(1)の化合物例を示すが、本発明はこれらに限定されない。

【0039】

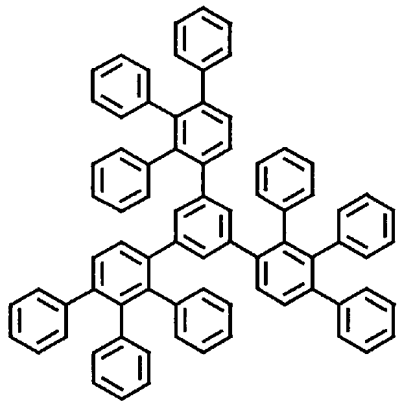
【化 1 2】

(1-5)



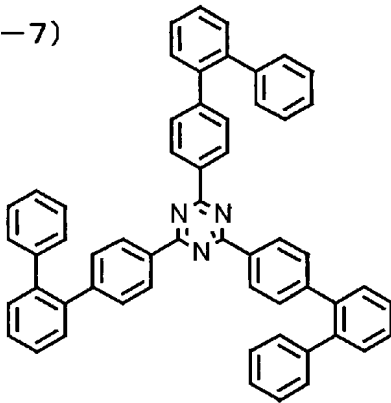
10

(1-6)



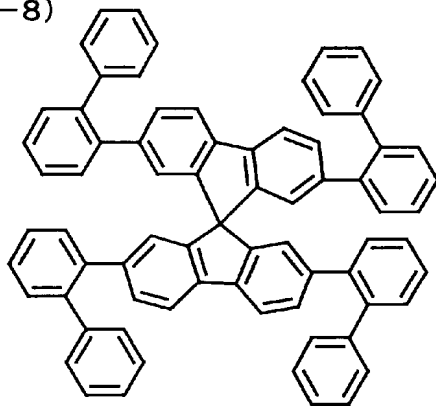
20

(1-7)



30

(1-8)



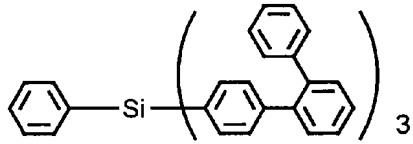
40

【 0 0 4 1 】

50

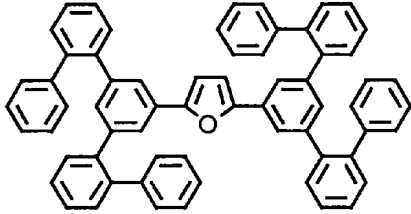
【化 1 3】

(1-9)



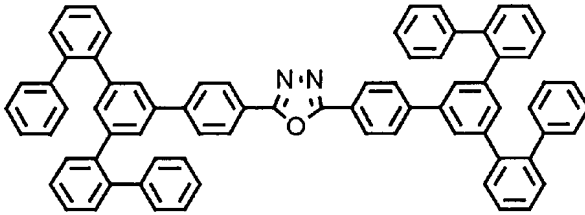
(1-10)

10



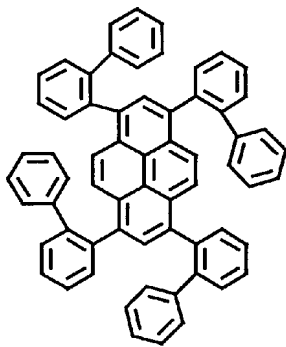
(1-11)

20



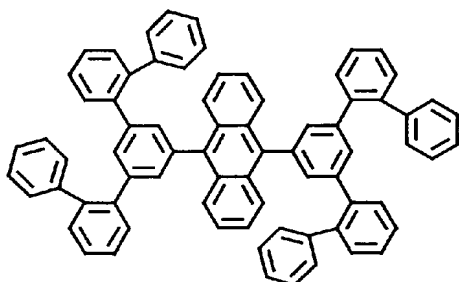
(1-12)

30



(1-13)

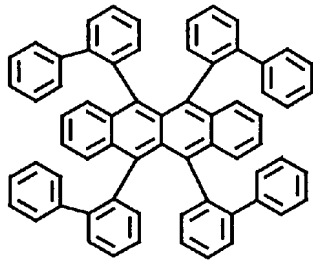
40



【 0 0 4 2 】

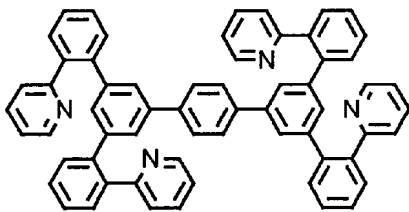
【化 1 4】

(1-14)



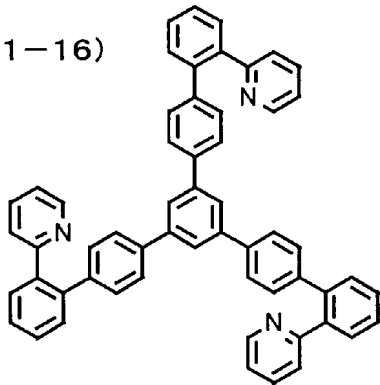
10

(1-15)



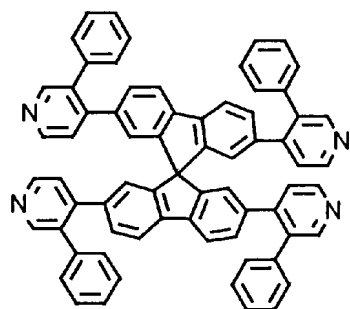
20

(1-16)



30

(1-17)

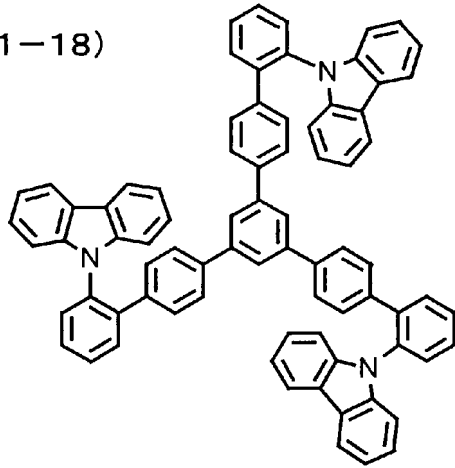


40

【 0 0 4 3 】

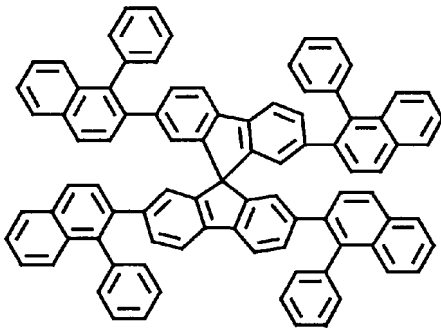
【化 1 5】

(1-18)



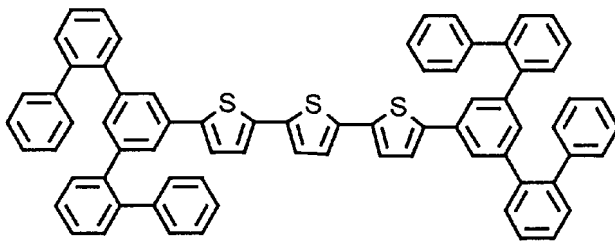
10

(1-19)



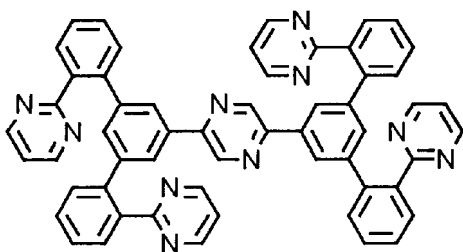
20

(1-20)



30

(1-21)



40

【 0 0 4 4 】

以下、本発明の発光素子の構成などについて詳細に説明する。

50

本発明の発光素子は、りん光発光を利用するものであること、すなわち発光材料がりん光発光材料であることが、発光効率の点から、好ましい。

りん光発光材料としては特に限定しないが、遷移金属錯体が好ましい。遷移金属錯体の中心金属としては特に限定されないが、イリジウム、白金、レニウム、ルテニウムが好ましく、イリジウム、白金がより好ましく、イリジウムが更に好ましい。また、遷移金属錯体としては、オルトメタル化錯体が好ましい。オルトメタル化錯体 (orthometalated Complexes) とは、例えば「有機金属化学 - 基礎と応用 - 」 p 150, 232 裳華房社 山本明夫著 1982年発行および「Photochemistry and Photophysics of Coordination Compounds」 p71-p77, p135-p146 Springer-Verlag社 H.Yersin著 1987年発行等に記載されている化合物群の総称である。

10

【0045】

本発明に用いられるりん光発光材料は、好ましくは20%でのりん光量子収率が70%以上、より好ましくは80%以上、さらに好ましくは85%以上の材料である。

【0046】

本発明の発光素子は、色純度の観点から、発光スペクトルの半値幅は100nm以下が好ましく、90nm以下がより好ましく、80nm以下がさらに好ましく、70nm以下が特に好ましい。

【0047】

なお、本発明の発光素子としては、りん光発光材料の励起子エネルギーによって他の発光材料が励起され、実質的にこれが発光する素子も含む。

20

【0048】

本発明の発光素子は、発光層中に前記一般式(1)で表される化合物が含まれることが好ましい。この場合には、一般式(1)で表される化合物は、ホスト材料として機能させることが好ましい。ここで、ホスト材料とは、その励起状態から、発光材料へエネルギー移動を起こし、その結果、発光材料を発光させる機能を有する材料のことである。

さらに、発光層中には、一般式(1)で表される化合物とともに正孔注入・輸送性化合物(A)あるいは電子注入・輸送性化合物(B)を含むことが好ましい。

【0049】

発光層中に含有される正孔注入・輸送性化合物(A)とは、発光層中において正孔の注入・輸送の役割を担う化合物の意であり、その化合物を発光層に添加することにより、正孔の注入または輸送が促進される化合物、換言すればIp値(イオン化ポテンシャル)が正孔注入・輸送に適した値(例えば下記値)にある化合物である。

30

【0050】

発光層中に正孔注入・輸送性化合物(A)が含まれている場合、発光層中への正孔の注入が容易になることで駆動電圧を下げることができ、これによって高い電界を印加することに由来する材料の分解を抑えることができる。また化合物(A)が正孔輸送を担うため、一般式(1)で表される化合物に正孔が注入されることで起こる材料の分解を抑制することができる。

【0051】

正孔注入・輸送性化合物(A)のIp値(イオン化ポテンシャル)は、5.0eV以上6.1eV以下であることが好ましく、5.1eV以上6.0eV以下がより好ましく、5.2eV以上5.9eV以下であることがさらに好ましい。

40

【0052】

発光層中に前記一般式(1)で表される化合物とともに正孔注入・輸送性化合物(A)が含まれている場合、発光層中のこれら化合物の濃度の割合は、一般式(1)で表される化合物が95質量部以下10質量部以上、正孔注入・輸送性化合物(A)が5質量部以上90質量部以下であることが好ましく、一般式(1)で表される化合物が90質量部以下15質量部以上、正孔注入・輸送性化合物(A)が10質量部以上85質量部以下であることがより好ましく、一般式(1)で表される化合物が90質量部以下20質量部以上、正孔を注入・輸送する化合物(A)が10質量部以上80質量部以下であることがさらに

50

好ましい。このとき発光材料は、前記一般式(1)で表される化合物に対して、0.01質量部以上30質量部以下が好ましく、1質量部以上15質量部以下がより好ましく、3質量部以上10質量部以下がさらに好ましい。

【0053】

正孔注入・輸送性化合物(A)としては、好ましくはトリアリールアミン誘導体、炭化水素系芳香族誘導体(例えばベンゼン誘導体、アントラセン誘導体、ピレン誘導体など)、ピロール誘導体(例えばピロール誘導体、インドール誘導体、カルバゾール誘導体など)、アゼピン誘導体(例えばベンズアゼピン誘導体など)が挙げられ、より好ましくはピロール誘導体が挙げられる。

【0054】

発光層中に含有される電子注入・輸送性化合物(B)とは、発光層中において電子の注入・輸送の役割を担う化合物の意であり、その化合物を発光層に添加することにより、電子の注入または輸送が促進される化合物、換言すればE_a値(電子親和力)が電子注入・輸送に適した値(例えば下記値)にある化合物である。

【0055】

発光層中に電子注入・輸送性化合物(B)が含まれている場合、発光層中への電子の注入が容易になることで駆動電圧を下げることができ、これによって高い電界を印加することに由来する材料の分解を抑えることができる。また化合物(B)が電子輸送を担うため、一般式(1)で表される化合物に電子が注入されることで起こる材料の分解を抑制することができる。

【0056】

電子注入・輸送性化合物(B)のE_a値(電子親和力)は、2.0eV以上3.5eV以下であることが好ましく、2.3eV以上3.4eV以下がより好ましく、2.5eV以上3.3eV以下であることがさらに好ましい。

【0057】

発光層中に前記一般式(1)で表される化合物とともに電子注入・輸送性化合物(B)が含まれている場合、発光層中のこれら化合物の濃度の割合は、一般式(1)で表される化合物が95質量部以下10質量部以上、電子注入・輸送性化合物(B)が5質量部以上90質量部以下であることが好ましく、一般式(1)で表される化合物が90質量部以下15質量部以上、電子注入・輸送性化合物(B)が10質量部以上85質量部以下であることがより好ましく、一般式(1)で表される化合物が90質量部以下20質量部以上、電子注入・輸送性化合物(B)が10質量部以上80質量部以下であることがさらに好ましい。このとき発光材料は、前記一般式(1)で表される化合物に対して、0.01質量部以上30質量部以下が好ましく、1質量部以上15質量部以下がより好ましく、3質量部以上10質量部以下がさらに好ましい。

【0058】

電子注入・輸送性化合物(B)としては、好ましくは金属錯体(例えばアルミニウム錯体、亜鉛錯体など、8-ヒドロキシキノリノール誘導体(例えば2-メチル-8-ヒドロキシキノリノールなど)を配位子にする錯体は好ましくない)、含窒素ヘテロ環化合物(例えば、アゾール誘導体、ピリジン誘導体、トリアジン誘導体など)、有機ケイ素化合物(例えばシロール誘導体など)であり、より好ましくは窒素原子を少なくとも2つ含むヘテロ環化合物、及び金属錯体であり、さらに好ましくは窒素原子を少なくとも2つ含むヘテロ環化合物である。特に好ましくは下記一般式(4)で表される化合物である。また、特開2002-100476号公報に記載の一般式(A-III)、(A-IV)、(A-V)、(A)、(A-a)、(A-b)、(A-c)、(B-II)、(B-III)、(B-iV)、(B-V)、(B-VI)、(B-VII)、(B-VIII)、及び、(B-IX)で表される化合物、及び、特開2000-302754号公報に記載の一般式(1)~(4)で表される化合物も好適に使用することができる(好ましい範囲は特開2002-100476号公報及び特開2000-302754号公報に記載の通りである)。

10

20

30

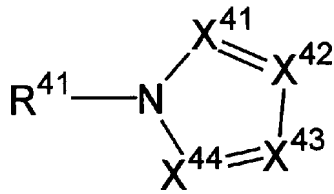
40

50

【 0 0 5 9 】

【 化 1 6 】

一般式(4)



10

【 0 0 6 0 】

上記一般式(4)について説明する

R⁴¹は水素原子または置換基を表す。R⁴¹が表す置換基としては、前記の置換基群Aに挙げられている置換基が例示される。好ましい置換基は、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基であり、アリール基、ヘテロアリール基がより好ましく、アリール基がさらに好ましい。

【 0 0 6 1 】

X⁴¹、X⁴²、X⁴³、X⁴⁴は、それぞれ窒素原子、置換又は無置換の炭素原子を表す。X⁴¹、X⁴²、X⁴³、X⁴⁴の少なくとも一つは窒素原子である。炭素原子上の置換基としては、前記R⁴¹で説明した基が挙げられ、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基が好ましい。

20

【 0 0 6 2 】

X⁴¹が置換又は無置換の炭素原子であり、X⁴²が窒素原子であり、X⁴³、X⁴⁴がそれぞれ置換炭素原子であることが好ましい。また、X⁴³、X⁴⁴上の置換基が結合し、芳香環を形成することが好ましい。

【 0 0 6 3 】

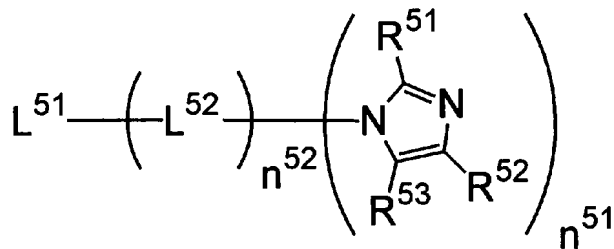
一般式(4)で表される化合物の好ましい形態は、下記一般式(5)または下記一般式(6)で表される化合物であり、より好ましい形態は、下記一般式(6)で表される化合物である。

【 0 0 6 4 】

30

【 化 1 7 】

一般式(5)

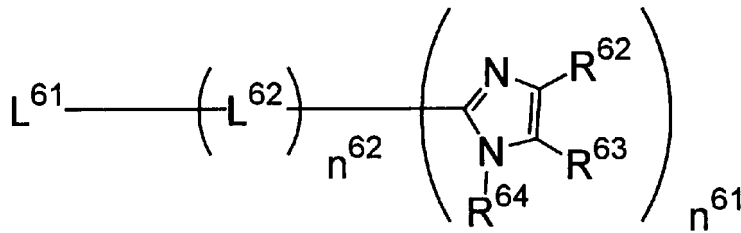


40

【 0 0 6 5 】

【化 1 8】

一般式(6)



10

【0066】

一般式(5)について説明する。

R^{51} 、 R^{52} 、 R^{53} はそれぞれ水素原子または置換基を表す。置換基としては例えば前記 R^{41} で説明した基が挙げられる。

【0067】

R^{51} はアルキル基、アリアル基、ヘテロアリアル基が好ましく、アルキル基、アリアル基がより好ましく、アルキル基がさらに好ましい。

【0068】

R^{52} 、 R^{53} は、それぞれアルキル基、アリアル基、ヘテロアリアル基、両者が結合して芳香環を形成する基が好ましく、より好ましくは両者が結合して芳香環を形成する基である。

20

【0069】

L^{51} は連結基を表す。連結基がポリアルキレン、ポリエステルなどのポリマー主鎖であってもよい(例えばポリビニルイミダゾール誘導体を形成してもよい)。 L^{51} は好ましくはアリーレン連結基、ヘテロアリーレン連結基、アルキレン連結基、アルキレンポリマー主鎖であり、より好ましくはアリーレン連結基、ヘテロアリーレン連結基であり、さらに好ましくは、含窒素ヘテロアリーレン連結基である。

【0070】

n^{51} は2以上の整数を表す。 n^{51} が2以上の場合、複数の含窒素ヘテロ環基は同じであっても異なってもよい。 L^{51} がポリマー主鎖で無い場合、 n^{51} は2~6が好ましく、3, 4がより好ましい。 L^{51} がポリマー主鎖の場合、 n^{51} はポリマー主鎖の繰り返し単位に相当する値になる(例えばビニルイミダゾールの100量体の場合、 n^{51} は100となる)。

30

【0071】

L^{52} は2個の連結基を表す。 L^{52} はアルキレン基、アリーレン基、ヘテロアリーレン基、酸素連結基、カルボニル連結基、アミノ連結基が好ましく、アルキレン基、アリーレン基がより好ましい。

【0072】

n^{52} は0以上の整数を表す。 n^{52} が複数の場合、複数の L^{52} は同じであっても異なってもよい。 L^{51} がポリマー主鎖で無い場合、 n^{52} は0~6が好ましく、0~3がより好ましく、0、1が最も好ましい。 L^{51} がポリマー主鎖の場合、 n^{52} はポリマー主鎖の繰り返し単位に相当する値になる(例えばビニルイミダゾールの100量体の場合、 n^{52} は100となる)。

40

【0073】

一般式(6)について説明する。 R^{62} 、 R^{63} はそれぞれ水素原子または置換基を表す。

置換基としては例えば前記 R^{41} で説明した基が挙げられる。

【0074】

R^{62} 、 R^{63} は、それぞれアルキル基、アリアル基、ヘテロアリーレン基、両者が結合して芳香環を形成する基が好ましく、より好ましくは両者が結合して芳香環を形成する基で

50

あり、さらに好ましくは結合して含窒素芳香環を形成する基である。

【0075】

R⁶⁴は水素原子または置換基を表す。置換基としては、例えば、前記R⁴¹で説明した基が挙げられる。R⁶⁴はアルキル基、アリール基、ヘテロアリーレン基が好ましく、アリール基、ヘテロアリーレン基がより好ましく、アリール基がさらに好ましい。

【0076】

L⁶¹は連結基を表す。連結基がポリアルキレン、ポリエステルなどのポリマー主鎖であっても良い(例えばポリビニルイミダゾール誘導体を形成しても良い)。L⁶¹は好ましくはアリーレン連結基、ヘテロアリーレン連結基、アルキレン連結基、アルキレンポリマー主鎖であり、より好ましくはアリーレン連結基、ヘテロアリーレン連結基であり、さらに好ましくは、アリーレン連結基である。

10

【0077】

L⁶²、n⁶¹、n⁶²は、それぞれ前記L⁵²、n⁵¹、n⁵²と同義であり、好ましい範囲も同じである。

【0078】

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。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。

【0079】

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、転写法が好ましい。

20

【0080】

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少なくとも一層の有機化合物膜を形成した素子であり、発光層のほか有機層として正孔注入層、正孔輸送層、電子注入層、電子輸送層などを有してもよく、さらに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。

本発明の発光素子の具体的な層構成としては、陽極/正孔輸送層/発光層/電子輸送層/陰極、陽極/正孔輸送層/発光層/電子輸送層/陰極、陽極/正孔輸送層/発光層/電子輸送層/電子注入層/陰極、陽極/正孔注入層/正孔輸送層/発光層/電子輸送層/陰極、陽極/正孔注入層/正孔輸送層/発光層/電子輸送層/電子注入層/陰極等が挙げられるがこれらに限定されるものではない。

30

【0081】

本発明の発光素子は、陰極と発光層の間にイオン化ポテンシャル5.9 eV以上(より好ましくは6.0 eV以上)の化合物を含有する層を用いるのが好ましく、イオン化ポテンシャル5.9 eV以上の電子輸送層を用いるのがより好ましい。

【0082】

本発明の発光素子で用いられる基材は、特に限定されないが、イットリウム安定化ジルコニア、ガラス等の無機材料、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステルや、ポリエチレン、ポリカーボネート、ポリエーテルスルホン、ポリアリレート、アリルジグリコールカーボネート、ポリイミド、ポリシクロオレフィン、ノルボルネン樹脂、ポリ(クロロトリフルオロエチレン)、テフロン、ポリテトラフルオロエチレン-ポリエチレン共重合体等の高分子量材料であってもよい。

40

【0083】

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4 eV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

50

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。

【0084】

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、電子ビーム法、スパッタリング法、抵抗加熱蒸着法、化学反応法（ゾルーゲル法など）、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。

【0085】

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等）及びそのフッ化物または酸化物、アルカリ土類金属（例えばMg、Ca等）及びそのフッ化物または酸化物、金、銀、鉛、アルミニウム、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4eV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。例えば、アルミニウム/フッ化リチウム、アルミニウム/酸化リチウムの積層構造が好ましい。陰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～1μmである。

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 / 以下が好ましい。

【0086】

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、例えばベンゾオキサゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾチアゾール、スチリルベンゼン、ポリフェニル、ジフェニルブタジエン、テトラフェニルブタジエン、ナフタルイミド、クマリン、ペリレ

ン、ペリノン、オキサジアゾール、アルダジン、ピラリジン、シクロペンタジエン、ビスチリルアントラセン、キナクリドン、ピロロピリジン、チアジアゾロピリジン、シクロペンタジエン、スチリルアミン、芳香族ジメチリジン化合物、8-キノリノールの金属錯体や希土類錯体に代表される各種金属錯体、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、有機シラン、イリジウムトリスフェニルピリジン錯体、及び白金ポルフィリン錯体に代表される遷移金属錯体、並びにこれら錯体の誘導体等が挙げられる。ただし、発光層の材料の少なくとも一つはりん光発光材料である。

【0087】

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。

10

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）、インクジェット法、印刷法、LB法、転写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。

【0088】

発光層は、単一化合物で形成されてもよいし、複数の化合物で形成されてもよい。また、発光層は一つであっても複数であってもよく、それぞれの層が異なる発光色で発光して、例えば、白色を発光してもよい。単一の発光層から白色を発光しても良い。発光層が複数の場合は、それぞれの発光層は単一材料で形成されていてもよいし、複数の化合物で形成されていてもよい。

20

【0089】

本発明の発光素子の発光層は複数の発光層からなる積層構造を有していてもよい。積層数は2層以上50層以下が好ましく、4層以上30層以下がより好ましく、6層以上20層以下がさらに好ましい。積層を構成する各層の膜厚は特に限定されないが、0.2 nm以上20 nm以下が好ましく、0.4 nm以上15 nm以下がより好ましく、0.5 nm以上10 nm以下がさらに好ましく、1 nm以上5 nm以下が特に好ましい

【0090】

また、本発明の発光素子の発光層は複数のドメイン構造（ホスト材料、発光材料などの材料、およびその混合物からなる微小領域）を有していてもよい。発光層中には、同一材料からなるドメイン構造が複数あってもよいし、異なる材料からなる複数のドメイン構造があってもよい。各ドメインの径は、0.2 nm以上10 nm以下が好ましく、0.3 nm以上5 nm以下がより好ましく、0.5 nm以上3 nm以下がさらに好ましく、0.7 nm以上2 nm以下が特に好ましい。

30

【0091】

正孔注入層、正孔輸送層の材料は、陽極から正孔を注入する機能、正孔を輸送する機能、陰極から注入された電子を障壁する機能のいずれか有しているものであればよい。その具体例としては、カルバゾール、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、イミダゾール、ポリアリーールアルカン、ピラゾリン、ピラゾロン、フェニレンジアミン、アリーールアミン、アミノ置換カルコン、スチリルアントラセン、フルオレノン、ヒドラゾン、スチルベン、シラザン、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合物、芳香族ジメチリジン系化合物、ポルフィリン系化合物、ポリシラン系化合物、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、アニリン系共重合体、チオフェンオリゴマー、ポリチオフェン等の導電性高分子オリゴマー、有機シラン誘導体、カーボン膜、本発明の化合物、及びそれらの誘導体等が挙げられる。正孔注入層、正孔輸送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。正孔注入層、正孔輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。

40

正孔注入層、正孔輸送層の形成方法としては、真空蒸着法やLB法、前記正孔注入輸送

50

材料を溶媒に溶解または分散させてコーティングする方法（スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など）、インクジェット法、印刷法、転写法が用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、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。

【0092】

電子注入層、電子輸送層の材料は、陰極から電子を注入する機能、電子を輸送する機能、陽極から注入された正孔を障壁する機能のいずれかが有しているものであればよい。その具体例としては、トリアゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、イミダゾール、フルオレノン、アントラキノジメタン、アントロン、ジフェニルキノン、チオピランジオキシド、カルボジイミド、フルオレニリデンメタン、ジスチリルピラジン、ナフタレン、ペリレン等の芳香環テトラカルボン酸無水物、フタロシアニン、8-キノリノールの金属錯体やメタルフタロシアニン、ベンゾオキサゾールやベンゾチアゾールを配位子とする金属錯体に代表される各種金属錯体、有機シラン、本発明の化合物、及びそれらの誘導体等が挙げられる。電子注入層、電子輸送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。電子注入層、電子輸送層は上述した材料の1種または2種以上からなる単層構造であってもよいし、同一組成または異種組成の複数層からなる多層構造であってもよい。

電子注入層、電子輸送層の形成方法としては、真空蒸着法やLB法、前記電子注入輸送材料を溶媒に溶解または分散させてコーティングする方法（スピンコート法、キャスト法、ディップコート法など）、インクジェット法、印刷法、転写法などが用いられる。コーティング法の場合、樹脂成分と共に溶解または分散することができ、樹脂成分としては例えば、正孔注入輸送層の場合に例示したものが適用できる。

【0093】

保護層の材料としては水分や酸素等の素子劣化を促進するものが素子内に入ることを抑止する機能を有しているものであればよい。その具体例としては、In、Sn、Pb、Au、Cu、Ag、Al、Ti、Ni等の金属、MgO、SiO、SiO₂、Al₂O₃、GeO、NiO、CaO、BaO、Fe₂O₃、Y₂O₃、TiO₂等の金属酸化物、MgF₂、LiF、AlF₃、CaF₂等の金属フッ化物、SiN_x、SiO_xN_yなどの窒化物、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。

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（分子線エピタキシー）法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法（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、印刷法、転写法を適用できる。

【0094】

本発明の発光素子は、種々の公知の工夫により、光取り出し効率を向上させることができる。例えば、基板表面形状を加工する（例えば微細な凹凸パターンを形成する）、基板・ITO層・有機層の屈折率を制御する、基板・ITO層・有機層の膜厚を制御すること等により、光の取り出し効率を向上させ、外部量子効率を向上させることが可能である。

10

20

30

40

50

【 0 0 9 5 】

本発明の発光素子は、陽極側から発光を取り出す、いわゆる、トップエミッション方式であってもよい。

【実施例】

【 0 0 9 6 】

以下に本発明を実施例に基づき具体的に説明するが、本発明はこれらに実施例に限定されない。

【 0 0 9 7 】

(実施例 1)

本実施例は化合物の結晶性を評価するために行った。

まず洗浄したガラス基板を蒸着装置に入れ、これに下記表 1 に記載の評価する化合物を 100 nm 蒸着した。これをホットプレート上で 85℃ に加熱し、目視にて蒸着膜の様子を観測した。化合物が結晶化した場合、蒸着膜に白濁が観測される。

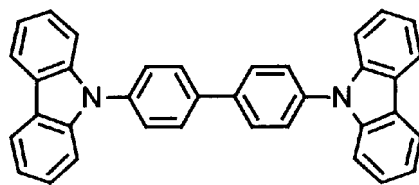
【 0 0 9 8 】

【表 1】

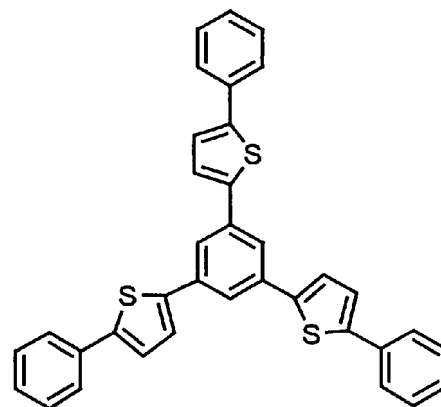
化合物	結果
CBP(比較例)	加熱開始後19時間で白濁
化合物(1-1)(本発明)	加熱開始後3日以上白濁なし
化合物A(比較例)	蒸着直後に白濁
化合物(1-2)(本発明)	加熱開始後3日以上白濁なし

【 0 0 9 9 】

【化 1 9】



CBP



化合物A

【 0 1 0 0 】

表 1 の結果から明らかなように、本発明の一般式 (1) の化合物例として記載される化合物 (1 - 1) 及び (1 - 2) は結晶化による白濁が 3 日以上観測されず、結晶化が著しく低減されていることが明らかである。

【 0 1 0 1 】

(実施例 2)

洗浄した ITO 基板を蒸着装置に入れ、まず正孔注入材料として銅フタロシアニンを 100 nm 蒸着し、この上に正孔輸送材料として - N P D (N , N ' - ジフェニル - N , N

10

20

30

40

50

’ - ジ (- ナフチル) - ベンジジン) を 30 nm 蒸着した。この上に上記化合物 (1 - 1) と下記構造イリジウム錯体の化合物 a を 20 対 1 の比率 (質量比) で 30 nm の厚さに共蒸着し (発光層) 、この上に下記構造のアルミニウム錯体 B A l q を 10 nm (ブロック層) 、さらにこの上に下記構造のアルミニウム錯体 A l q₃ を 40 nm 蒸着した (電子輸送層) 。

この有機薄膜上にパターニングしたマスク (発光面積が 4 mm × 5 mm となるマスク) を設置し、蒸着装置内でフッ化リチウムを約 1 nm 蒸着し、この上にアルミニウムを膜厚約 200 nm 蒸着して発光素子を作製した。東陽テクニカ製ソースメジャーユニット 2400 型を用いて、直流定電圧を発光素子に印加し発光させ、その輝度をトプコン社の輝度計 B M - 8 、発光波長を浜松フォトンクス社製スペクトルアナライザー P M A - 11 を用いて測定した。

10

その結果、色度値 (0 . 66 , 0 . 33) の赤色発光が得られ、素子の外部量子効率は 7 . 1 % であった。

また本素子の素子耐久性評価を初期輝度 300 cd / m²、電流値一定にて行くと輝度半減時間約 1200 時間である。

【 0102 】

(実施例 3)

化合物 (1 - 1) の代わりに、化合物 (1 - 1) と下記構造の化合物 b (電子注入・輸送材料) を用い (質量比 1 対 1) 、実施例 2 と同様に素子を作製評価した。その結果、色度値 (0 . 66 , 0 . 32) の赤色発光が得られ、素子の外部量子効率は 8 . 1 % であっ

20

た。本素子の素子耐久性評価を初期輝度 300 cd / m²、電流値一定にて行くと輝度半減時間は約 1600 時間である。

【 0103 】

(比較例 1)

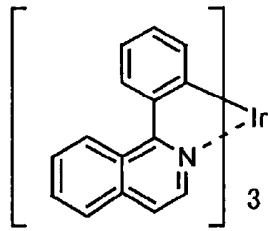
化合物 (1 - 1) の代わりに、下記構造の化合物 C B P を用い、実施例 2 と同様に素子作製評価した。その結果、色度値 (0 . 65 , 0 . 32) の赤色発光が得られ、素子の外部量子効率は 6 . 0 % であった。

本素子の素子耐久性評価を初期輝度 300 cd / m²、電流値一定にて行くと輝度半減時間は約 800 時間である。

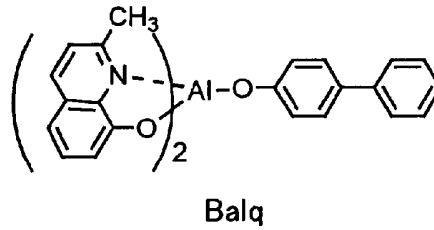
30

【 0104 】

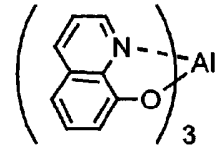
【化20】



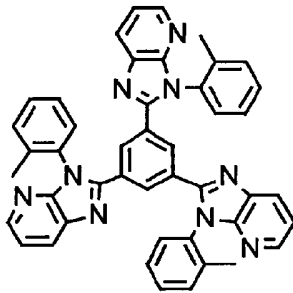
化合物a



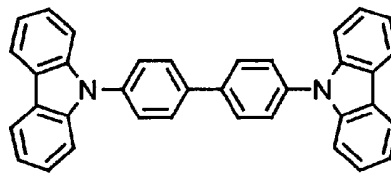
Balq

Alq₃

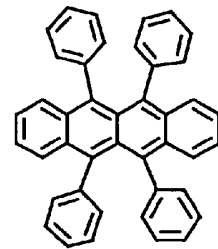
10



化合物b



CBP



化合物c

20

【0105】

(実施例4)

洗浄したITO基板を蒸着装置に入れ、まず正孔注入材料として銅フタロシアニンを10nm蒸着し、この上に正孔輸送材料として-NPD(N,N'-ジフェニル-N,N'-ジ(-ナフチル)-ベンジジン)を40nm蒸着した。この上に上記化合物(1-2)と上記構造の化合物c(発光材料)を50対1の比率(質量比)で40nmの厚さに共蒸着し(発光層)、この上にAlq₃を20nm蒸着した(電子輸送層)。

30

この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、蒸着装置内でフッ化リチウムを約1nm蒸着し、この上にアルミニウムを膜厚約200nm蒸着して素子を作製した。このようにして作成したEL素子を実施例1と同様の方法で発光させ、輝度、発光波長を測定した。

その結果、色度(0.42, 0.54)の橙色発光が得られ、素子の外部量子効率1.6%であった。

本素子の素子耐久性評価を初期輝度2000cd/m²、電流値一定にて行くと輝度半減期は約2000時間である。

【0106】

(実施例5)

化合物(1-2)の代わりに、化合物(1-2)と化合物Alq₃(質量比1対1)を用い、実施例4と同様に素子作製評価した。その結果、色度値(0.43, 0.54)の赤色発光が得られ、素子の外部量子効率は2.1%であった。

40

本素子の素子耐久性評価を初期輝度2000cd/m²、電流値一定にて行くと輝度半減時間は約2600時間である。

【0107】

同様に、他の本発明の化合物を用いても、高効率発光素子を作製することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

C 0 9 K 11/06 6 5 5

C 0 9 K 11/06 6 6 0

H 0 5 B 33/22 B

(56)参考文献 特開2000-344691(JP,A)
特開2003-206278(JP,A)
特開2005-126431(JP,A)
特開2005-220080(JP,A)
特開2005-294250(JP,A)
特表2006-528836(JP,A)
特開2005-294248(JP,A)
特開2005-294249(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 0 9 K 1 1 / 0 6

H 0 5 B 3 3

C A / R E G I S T R Y (S T N)