(19) **日本国特許庁(JP)** 

# (12) 特 許 公 報(B2)

(11)特許番号

特許第3659783号 (P3659783)

(45) 発行日 平成17年6月15日(2005.6.15)

(24) 登録日 平成17年3月25日(2005.3.25)

(51) Int.Cl. 'FI

HO5B 33/14 HO5B 33/14 B

CO9K 11/06 CO9K 11/06 61 O

HO5B 33/22 HO5B 33/22 D

請求項の数 6 (全 25 頁)

(21) 出願番号 特願平9-343159

(22) 出願日 平成9年12月12日(1997.12.12)

(65) 公開番号 特開平11-176575

(43) 公開日 平成11年7月2日 (1999.7.2) 審査請求日 平成15年5月19日 (2003.5.19) |(73)特許権者 000005887

三井化学株式会社

東京都港区東新橋一丁目5番2号

||(72)発明者 中塚 正勝

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地

三井化学株式会社内

(72) 発明者 北本 典子

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地

三井化学株式会社内

審査官 渡辺 陽子

最終頁に続く

10

20

#### (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】

一対の電極間に、ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン誘導体を少なくとも 1 種含有する層を少なくとも一層挟持してなる有機 電界発光素子。

## 【請求項2】

ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン 誘導体を含有する層が、発光層である請求項1記載の有機電界発光素子。

#### 【請求項3】

ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン 誘導体を含有する層が、さらに、発光性有機金属錯体を含有することを特徴とする請求項 1または2記載の有機電界発光素子。

## 【請求項4】

一対の電極間に、さらに、正孔注入輸送層を有する請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の有機 電界発光素子。

### 【請求項5】

一対の電極間に、さらに、電子注入輸送層を有する請求項1~4のいずれかに記載の有機 電界発光素子。

#### 【請求項6】

ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン

誘導体が、一般式(1)(化1)で表される化合物である請求項1~5のいずれかに記載の有機電界発光素子。

### 【化1】

$$X_{18}$$
  $X_{19}$   $X_{20}$   $X_{21}$   $X_{22}$   $X_{23}$   $X_{24}$   $X_{25}$   $X_{26}$   $X_{1}$   $X_{2}$   $X_{3}$   $X_{16}$   $X_{15}$   $X_{14}$   $X_{13}$   $X_{12}$   $X_{11}$   $X_{10}$   $X_{9}$   $X_{8}$   $X_{7}$   $X_{6}$   $X_{5}$   $X_{10}$ 

〔式中、 $X_1 \sim X_{26}$ は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基、あるいは - COOR基(基中、Rは水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表す)を表す〕

### 【発明の詳細な説明】

[0001]

### 【発明の属する技術分野】

本発明は、有機電界発光素子に関する。

[0002]

### 【従来の技術】

従来、無機電界発光素子は、例えば、バックライトなどのパネル型光源として使用されてきたが、該発光素子を駆動させるには、交流の高電圧が必要である。最近になり、発光材料に有機材料を用いた有機電界発光素子(有機エレクトロルミネッセンス素子:有機EL素子)が開発された〔Appl. Phys. Lett., 51、913(1987)〕。有機電界発光素子は、蛍光性有機化合物を含む薄膜を、陽極と陰極間に挟持された構造を有し、該薄膜に電子および正孔(ホール)を注入して、再結合させることにより励起子(エキシトン)を生成させ、この励起子が失活する際に放出される光を利用して発光する素子である。有機電界発光素子は、数V~数十V程度の直流の低電圧で、発光が可能であり、また蛍光性有機化合物の種類を選択することにより、種々の色(例えば、赤色、青色、緑色)の発光が可能である。このような特徴を有する有機電界発光素子は、種々の発光素子、表示素子等への応用が期待されている。しかしながら、一般に、発光輝度が低く、実用上充分ではない。

### [0003]

発光輝度を向上させる方法として、発光層として、例えば、トリス(8・キノリノラート)アルミニウムをホスト化合物、クマリン誘導体、ピラン誘導体をゲスト化合物(ドーパント)として用いた有機電界発光素子が提案されている〔J. Appl. Phys., 65 3610(1989)〕。また、発光層として、例えば、ビス(2・メチル・8・キノリノラート)(4・フェニルフェノラート)アルミニウムをホスト化合物、アクリドン誘導体(例えば、N・メチル・2・メトキシアクリドン)をゲスト化合物として用いた有機電界発光素子が提案されている(特開平8・67873号公報)。

しかしながら、これらの発光素子も充分な発光輝度を有しているとは言い難い。現在では、一層高輝度に発光する有機電界発光素子が望まれている。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は、発光効率に優れ、高輝度に発光する有機電界発光素子を提供することである。

[0005]

【課題を解決するための手段】

40

20

30

本発明者等は、有機電界発光素子に関して鋭意検討した結果、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、

1 一対の電極間に、ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン誘導体を少なくとも 1 種含有する層を少なくとも一層挟持してなる有機電界発光素子、

2 ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン誘導体を含有する層が、発光層である前記 1 記載の有機電界発光素子、

3 ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン誘導体を含有する層が、さらに、発光性有機金属錯体を含有することを特徴とする前記 1 または 2 記載の有機電界発光素子、

4 一対の電極間に、さらに、正孔注入輸送層を有する前記 1 ~ 3 のいずれかに記載の有機電界発光素子、

5 一対の電極間に、さらに、電子注入輸送層を有する前記 1 ~ 4 のいずれかに記載の有機電界発光素子、

6 ジアセナフト [1,2-k:1',2'-k']-s-インダセノ [1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン誘導体が、一般式(1)(化2)で表される化合物である前記 1 ~ 5 のいずれかに記載の有機電界発光素子、に関するものである。

[0006]

【化2】

 $X_{18}$   $X_{19}$   $X_{20}$   $X_{21}$   $X_{22}$   $X_{23}$   $X_{24}$   $X_{25}$   $X_{26}$   $X_1$   $X_2$   $X_3$   $X_{16}$   $X_{15}$   $X_{14}$   $X_{13}$   $X_{12}$   $X_{11}$   $X_{10}$   $X_9$   $X_8$   $X_7$   $X_6$   $X_5$   $X_8$ 

〔式中、 $X_1 \sim X_{26}$ は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基、あるいは - COOR基(基中、Rは水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表す)を表す〕

[0007]

【発明の実施の形態】

以下、本発明に関して詳細に説明する。

本発明の有機電界発光素子は、一対の電極間に、ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン誘導体を少なくとも 1 種含有する層を少なくとも一層挟持してなるものである。

本発明に係るジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフ 40ルオランテン誘導体(以下、本発明に係る化合物 A と略記する)としては、好ましくは、一般式(1)(化3)で表される化合物である。

[ 0 0 0 8 ]

【化3】

20

30

20

30

40

50

$$X_{18}$$
  $X_{19}$   $X_{20}$   $X_{21}$   $X_{22}$   $X_{23}$   $X_{24}$   $X_{25}$   $X_{26}$   $X_{1}$   $X_{2}$   $X_{3}$   $X_{16}$   $X_{15}$   $X_{14}$   $X_{13}$   $X_{12}$   $X_{11}$   $X_{10}$   $X_{9}$   $X_{8}$   $X_{7}$   $X_{6}$   $X_{5}$   $X_{15}$ 

〔式中、 $X_1 \sim X_{26}$ は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基、あるいは - COOR基(基中、Rは水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表す)を表す〕

#### [0009]

一般式(1)で表される化合物において、 $X_1 \sim X_{26}$ は水素原子、ハロゲン原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、直鎖、分岐または環状のアルコキシ基、置換または未置換のアリール基、あるいは - COOR基(基中、Rは水素原子、直鎖、分岐または環状のアルキル基、置換または未置換のアリール基、あるいは置換または未置換のアラルキル基を表す)を表す。

尚、アリール基とは、例えば、フェニル基、ナフチル基などの炭素環式芳香族基、例えば、フリル基、チエニル基、ピリジル基などの複素環式芳香族基を表す。

### [0010]

一般式(1)における、 $X_1$  ~  $X_{26}$  の具体例としては、例えば、水素原子、ハロゲン原子(例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子)、炭素数 1 ~ 1 6 の直鎖、分岐または環状のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、n - プロピル基、イソプロピル基、n - ブチル基、イソブチル基、sec - ブチル基、tert - ブチル基、n - ペンチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert - ペンチル基、シクロペンチル基、n - ヘキシル基、 3 , 3 - ジメチルブチル基、 2 - エチルブチル基、シクロヘキシル基、n - ヘプチル基、シクロヘキシルメチル基、n - オクチル基、n - オクチル基、n - オクチル基、n - アトラデシル基、n - ヘキサデシル基など)、

#### [0011]

炭素数  $1 \sim 16$  の直鎖、分岐または環状のアルコキシ基(例えば、メトキシ基、エトキシ基、 n - プロポキシ基、イソプロポキシ基、 n - ブトキシ基、、イソプトキシ基、sec - ブトキシ基、 n - ペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、シクロペンチルオキシ基、 n - ヘキシルオキシ基、 n - ジメチルブチルオキシ基、 n - ステルブチルオキシ基、 n - スキャンルオキシ基、 n - アトラデシルオキシ基、 n - スキャデシルオキシ基、 n - スキャデシルオキシ

## [0012]

炭素数 4 ~ 1 6 の置換または未置換のアリール基(例えば、フェニル基、 2 - メチルフェニル基、 3 - メチルフェニル基、 4 - メチルフェニル基、 4 - エチルフェニル基、 4 - n - プロピルフェニル基、 4 - イソプロピルフェニル基、 4 - n - ブチルフェニル基、 4 - tert - ブチルフェニル基、 4 - イソペンチルフェニル基、 4 - tert - ペンチルフェニル基、 4 - n - オクチルフェニル基、 4 - n - オクチルフェニル基、 4 - n - デシルフェニル基、 2 , 3 - ジメチルフェニル基、 2 , 4 - ジメチルフェニル基、 2 , 5 - ジメチルフェニル基、 3 , 4 - ジメチルフェニル基、 5 - インダニル基、 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - 5 - ナフチル基、 1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - 6 - ナフチル基、 2 - メトキシフェニル基、 3 - メトキシフェニル基、 4 - メトキシフェ

20

30

40

50

ニル基、3.エトキシフェニル基、4.エトキシフェニル基、4.n.プロポキシフェニ ル基、4-イソプロポキシフェニル基、4-n-ブトキシフェニル基、4-n-ペンチル オキシフェニル基、4 - n - ヘキシルオキシフェニル基、4 - シクロヘキシルオキシフェ ニル基、 4 · n · ヘプチルオキシフェニル基、 4 · n · オクチルオキシフェニル基、 4 · n - デシルオキシフェニル基、2,3-ジメトキシフェニル基、2,5-ジメトキシフェ ニル基、3,4-ジメトキシフェニル基、2-メトキシ-5-メチルフェニル基、3-メ チル・4・メトキシフェニル基、2・フルオロフェニル基、3・フルオロフェニル基、4 - フルオロフェニル基、2 - クロロフェニル基、3 - クロロフェニル基、4 - クロロフェ ニル基、4‐ブロモフェニル基、4‐トリフルオロメチルフェニル基、3,4‐ジクロロ フェニル基、2-メチル・4-クロロフェニル基、2-クロロ・4-メチルフェニル基、 3 - クロロ - 4 - メチルフェニル基、2 - クロロ - 4 - メトキシフェニル基、4 - フェニ ルフェニル基、3-フェニルフェニル基、4-(4'-メチルフェニル)フェニル基、4 - (4'-メトキシフェニル)フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、4-エト キシ・1・ナフチル基、6・メトキシ・2・ナフチル基、7・エトキシ・2・ナフチル基 、2.フリル基、2.チエニル基、3.チエニル基、2.ピリジル基、3.ピリジル基、 4 - ピリジル基など)、

### [0013]

あるいは・COOR基〔基中、Rは水素原子、炭素数1~16の直鎖、分岐または環状の アルキル基(例えば、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチ ル基、イソプチル基、sec - ブチル基、tert - ブチル基、n - ペンチル基、イソペンチル 基、ネオペンチル基、tert - ペンチル基、シクロペンチル基、 n - ヘキシル基、 3 , 3 -ジメチルブチル基、シクロヘキシル基、n-ヘプチル基、シクロヘキシルメチル基、n-オクチル基、tert - オクチル基、2 - エチルヘキシル基、n - ノニル基、n - デシル基、 n・ドデシル基、n・テトラデシル基、n・ヘキサデシル基など)、炭素数4~16の置 換または未置換のアリール基(例えば、フェニル基、2-メチルフェニル基、3-メチル フェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、4-n-プロピルフェニル 基、 4 - イソプロピルフェニル基、 4 - n - ブチルフェニル基、 4 - tert - ブチルフェニ ル基、 4 - イソペンチルフェニル基、 4 - tert - ペンチルフェニル基、 4 - n - ヘキシル フェニル基、4‐シクロヘキシルフェニル基、4‐n‐オクチルフェニル基、4‐n‐デ シルフェニル基、2,3-ジメチルフェニル基、2,4-ジメチルフェニル基、2,5-ジメチルフェニル基、3,4-ジメチルフェニル基、5-インダニル基、1,2,3,4 - テトラヒドロ - 5 - ナフチル基、1 , 2 , 3 , 4 - テトラヒドロ - 6 - ナフチル基、2 - メトキシフェニル基、3 - メトキシフェニル基、4 - メトキシフェニル基、3 - エトキ シフェニル基、4-エトキシフェニル基、4-n-プロポキシフェニル基、4-イソプロ ポキシフェニル基、4-n-プトキシフェニル基、4-n-ペンチルオキシフェニル基、 4 - n - ヘキシルオキシフェニル基、 4 - シクロヘキシルオキシフェニル基、 4 - n - ヘ プチルオキシフェニル基、4-n-オクチルオキシフェニル基、4-n-デシルオキシフ ェニル基、2,3-ジメトキシフェニル基、2,5-ジメトキシフェニル基、3,4-ジ メトキシフェニル基、2 - メトキシ - 5 - メチルフェニル基、3 - メチル - 4 - メトキシ フェニル基、2-フルオロフェニル基、3-フルオロフェニル基、4-フルオロフェニル 基、2-クロロフェニル基、3-クロロフェニル基、4-クロロフェニル基、4-プロモ フェニル基、4-トリフルオロメチルフェニル基、3,4-ジクロロフェニル基、2-メ チル・4・クロロフェニル基、2・クロロ・4・メチルフェニル基、3・クロロ・4・メ チルフェニル基、2-クロロ・4・メトキシフェニル基、4・フェニルフェニル基、3・ フェニルフェニル基、4-(4'-メチルフェニル)フェニル基、4-(4'-メトキシ フェニル)フェニル基、1・ナフチル基、2・ナフチル基、4・エトキシ・1・ナフチル 基、6-メトキシ-2-ナフチル基、7-エトキシ-2-ナフチル基、2-フリル基、2 - チエニル基、3 - チエニル基、2 - ピリジル基、3 - ピリジル基、4 - ピリジル基など )、炭素数5~16の置換または未置換のアラルキル基(例えば、ベンジル基、フェネチ

ル基、 - メチルベンジル基、 , - ジメチルベンジル基、1 - ナフチルメチル基、2

- ナフチルメチル基、フルフリル基、2 - メチルベンジル基、3 - メチルベンジル基、4 - メチルベンジル基、4 - エチルベンジル基、4 - イソプロピルベンジル基、4 - tert - ブチルベンジル基、4 - n - ヘキシルベンジル基、4 - n - ノニルベンジル基、3 , 4 - ジメチルベンジル基、3 - メトキシベンジル基、4 - メトキシベンジル基、4 - エトキシベンジル基、4 - n - ブトキシベンジル基、4 - フルオロベンジル基、3 - フルオロベンジル基、ジル基、2 - クロロベンジル基、4 - クロロベンジル基など)を表す〕であり、

#### [0014]

より好ましくは、水素原子、フッ素原子、塩素原子、炭素数  $1 \sim 10$ のアルキル基、炭素数  $1 \sim 10$ のアルコキシ基、炭素数  $6 \sim 12$ のアリール基、あるいは - COOR 基(基中、Rは炭素数  $1 \sim 14$ のアルキル基、炭素数  $6 \sim 10$ のアリール基、炭素数  $7 \sim 10$ のアラルキル基)である。

本発明に係る化合物 A としては、一般式(1)において、 $X_7$ 、 $X_{10}$ 、 $X_{13}$ 、 $X_{20}$ 、 $X_{23}$  および  $X_{26}$ が炭素数 1 ~ 1 0 のアルキル基、炭素数 6 ~ 1 0 の炭素環式芳香族基、あるいは・COOR基(基中、R は炭素数 1 ~ 1 2 のアルキル基)であり、その他が水素原子である化合物が特に好ましい。

#### [0015]

本発明に係る化合物Aの具体例としては、例えば、以下の化合物を挙げることができるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

・例示化合物

番号

- 1 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン
- 2. 3 クロロジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd: 5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 3. 3,13-ジクロロジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s-インダセノ[1,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 4. 3 メチルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd: 5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 5 . 7 , 2 6 ジメチルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1 ,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1 ,2-k:1']-s- インダー
- 6. 7,13,20,26-テトラエチルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k'] -s
   インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 7. 7,13,20,26-テトラ-n-プチルジアセナフト[1,2-k:1', 2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 8. 7,13,20,26-テトラ-n-ヘキシルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 9 . 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 ヘキサメチルジアセナフト[1,2 -k
- :1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 10. 7,10,13,20,23,26-ヘキサエチルジアセナフト[1,2
- -k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 1 1 . 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 ヘキサイソプロピルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 12. 7,10,13,20,23,26-ヘキサ-n-ヘキシルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 13. 7,10,13,20,23,26-ヘキサ-n-デシルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
- 1 4 . 1 0 , 2 3 ジエチル 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 テトラ n ブチルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd '] ジフルオランテン15 . 3 エトキシジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-c

d:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン

50

40

10

```
16. 2,15-ジ-n-プトキシジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2
,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
17. 3,16-ジメトキシジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ
[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
[0016]
18. 10,23-ジフェニルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-c
d:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
19. 10,23-ジ(4'-エチルフェニル)ジアセナフト[1,2-k:1',2'
-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
2 0 . 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラフェニルジアセナフト[1,2-k:1',2'
                                                     -k 10
']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
2 1 . 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラ ( 4 ' - メチルフェニル ) ジアセナフト [1,2-k:1
',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
2 2 . 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラ ( 4 ' - tert - ブチルフェニル ) ジアセナフト [1
,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
23. 7,13,20,26-テトラ(3',4'-ジメチルフェニル)ジアセナフト
[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
2 4 . 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラ ( 4 ' - メトキシフェニル ) ジアセナフト [1,2-k
:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c',d']ジフルオランテン
25. 7,13,20,26-テトラ(3'-クロロフェニル)ジアセナフト[1,2-k:1
                                                          20
',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
2 6 . 7 , 1 0 , 2 3 , 2 6 - テトラフェニルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k
']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
27. 7,26-ジエチル-13,20-ジ(4'-メチルフェニル)ジアセナフト[1
,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c',d']ジフルオランテン
28. 7,10,13,20,23,26-ヘキサフェニルジアセナフト[1
,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
29. 10,23-ジフェニル-7,13,20,26-テトラ(4'-メトキシフェ
ニル) ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2 ,3-cd:5,6,7-c'd']
ジフルオランテン
                                                          30
30. 10,23-ジフェニル-7,13,20,26-テトラ(4'-クロロフェニ
ル)ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3 -cd:5,6,7-c'd'] ジ
フルオランテン
3 1 . 1 0 , 2 3 - ジ ( 3 ' - メチルフェニル ) - 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラ ( 4
'-tert-ブチルフェニル)ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k ']-s- インダセノ[1
,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
32. 10,23-ジ(4'-メトキシフェニル)-7,13,20,26-テトラ(
4 '- エチルフェニル)ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s - インダセノ[1,2,3
-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
3 3 . 1 0 , 2 3 - ジフェニル - 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラメチルジアセナフト[1
                                                          40
,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン
34. 10,23-ジ(4'-エチルフェニル)-7,13,20,26-テトラ-n
- ブチルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1 ,2,3-cd:5,6,7-c'd'
] ジフルオランテン
3 5 . 1 0 , 2 3 - ジエチル - 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラ ( 4 ' - メチルフェニル
)ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-c d:5,6,7-c'd'] ジフ
ルオランテン
36. 10,23-ジ-n-プチル-7,13,20,26-テトラフェニルジアセナ
```

フト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c' d'] ジフルオランテ

ン

37. 10,23-ジ-n-オクチル-7,13,20,26-テトラ(3'-エチル フェニル)ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ [1,2,3-cd:5,6,7-c' d'1 ジフルオランテン [0017] 3 8 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c',d ' | ジフルオランテン-10,23-ジカルボン酸-ジエチルエステル39. ジアセナフ ト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' 1 ジフルオランテン - 10,23-ジカルボン酸-ジ-n-ペンチルエステル 40. ジアセナフト[1.2-k:1'.2'-k']-s- インダセノ[1.2.3-cd:5.6.7-c'd' )ジフルオランテン・10,23・ジカルボン酸・ジ・n・ヘプチルエステル 10 ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' 1 ジフルオランテン・7,13,20,26-テトラカルボン酸-テトラエチルエステル 4 2 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン - 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラカルボン酸 - テトライソプロピルエ ステル 43. ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン-7,13,20,26-テトラカルボン酸-テトラ-n-ペンチル エステル 4 4 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン-7,10,13,20,23,26-ヘキサカルボン酸-ヘキサメ 20 チルエステル 45. ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン - 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 - ヘキサカルボン酸 - ヘキサイ ソプロピルエステル 4 6 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' | ジフルオランテン-7,10,13,20,23,26-ヘキサカルボン酸-ヘキサシ クロヘキシルエステル 47. ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン - 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 - ヘキサカルボン酸 - ヘキサ n - オクチルエステル 30 4 8 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン-7,10,13,20,23,26-ヘキサカルボン酸-ヘキサn - デシルエステル 4 9 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン - 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 - ヘキサカルボン酸 - ヘキサ n - ドデシルエステル 5 0 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン - 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 - ヘキサカルボン酸 - ヘキサ n - テトラデシルエステル 5 1 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' 40 | ジフルオランテン・7,10,13,20,23,26-ヘキサカルボン酸 5 2 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' | ジフルオランテン-7,10,13,20,23,26-ヘキサカルボン酸-ヘキサフ ェニルエステル 5 3 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd' ] ジフルオランテン - 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 - ヘキサカルボン酸 - ヘキサ ( 4 '- メトキシフェニル) エステル

[0018]

5 4 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'

] ジフルオランテン - 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 - ヘキサカルボン酸 - ヘキサベ 50

ンジルエステル

5 5 . ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 7 , 1 0 , 1 3 , 2 0 , 2 3 , 2 6 - ヘキサカルボン酸 - ヘキサ(4 ' - メチルベンジル) エステル

5 6 . 1 0 , 2 3 - ジエチルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ [1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラカルボン酸 - テトラエチルエステル

57. 10,23 - ジフェニルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 7 , 13 , 20 , 26 - テトラカルボン酸 - テトラ - n - ブチルエステル

5 8 . 1 0 , 2 3 - ジ(4'-エチルフェニル)ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラカルボン酸 - テトラメチルエステル

5 9 . 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラエチルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']
-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 1 0 , 2 3 - ジカルボン酸 -ジエチルエステル

60. 7,13,20,26-テトライソプロピルジアセナフト[1,2-k:1', 2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 10,23-ジカルボン酸 - ジ-n-ブチルエステル

6 1 . 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラ - n - ヘキシルジアセナフト[1,2-k:1 ',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 1 0 , 2 3 - ジカルボン酸 - ジメチルエステル

6 2 . 7 , 1 3 , 2 0 , 2 6 - テトラフェニルジアセナフト[1,2-k:1',2'-k
']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 1 0 , 2 3 - ジカルボン酸
- ジイソプロピルエステル

63. 7,13,20,26-テトラ(4'-メチルフェニル)ジアセナフト[1,2-k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン - 10,23-ジカルボン酸 - ジエチルエステル

## [0019]

本発明に係る化合物 A、例えば、一般式(1)で表される化合物は、其自体公知の方法に従って製造することができる。例えば、Synlett、425 (1996)に記載の方法に従って製造することができる。

すなわち、例えば、一般式(2)(化4)で表される化合物と一般式(3)(化4)で表される化合物とより製造される一般式(4)(化4)で表される化合物を脱水素して製造される一般式(5)(化4)で表される化合物と、一般式(6)(化4)で表される化合物とを反応させることにより製造することができる。

[0020]

【化4】

10

20

$$X_{21}$$
  $X_{22}$   $X_{23}$   $X_{10}$   $X_{12}$   $X_{11}$   $X_{11}$ 

$$X_{24}$$
  $X_{25}$   $X_{26}$   $X_{1}$   $X_{2}$   $X_{3}$   $X_{4}$   $X_{5}$  (3)

$$X_{21}$$
  $X_{22}$   $X_{23}$   $X_{24}$   $X_{25}$   $X_{26}$   $X_{1}$   $X_{2}$   $X_{3}$   $X_{10}$   $X_{9}$   $X_{8}$   $X_{7}$   $X_{6}$   $X_{5}$   $X_{5}$ 

$$X_{21}$$
  $X_{22}$   $X_{23}$   $X_{24}$   $X_{25}$   $X_{26}$   $X_1$   $X_2$   $X_3$   $X_{12}$   $X_{11}$   $X_{10}$   $X_9$   $X_8$   $X_7$   $X_6$   $X_5$   $X_5$ 

$$X_{18}$$
  $X_{19}$   $X_{20}$   $X_{16}$   $X_{15}$   $X_{14}$   $X_{13}$   $X_{15}$   $X_{14}$ 

〔式中、 X<sub>1</sub> ~ X<sub>26</sub>は一般式 (1) と同じ意味を表す〕

### [0021]

有機電界発光素子は、通常、一対の電極間に、少なくとも 1 種の発光成分を含有する発光層を少なくとも一層挟持してなるものである。発光層に使用する化合物の正孔注入および正孔輸送、電子注入および電子輸送の各機能レベルを考慮し、所望に応じて、正孔注入輸送成分を含有する正孔注入輸送層および / または電子注入輸送成分を含有する電子注入輸送層を設けることもできる。

例えば、発光層に使用する化合物の正孔注入機能、正孔輸送機能および / または電子注入機能、電子輸送機能が良好な場合には、発光層が正孔注入輸送層および / または電子注入輸送層を兼ねた型の素子の構成とすることができる。勿論、場合によっては、正孔注入輸送層および電子注入輸送層の両方の層を設けない型の素子(一層型の素子)の構成とすることもできる。

20

30

20

30

40

50

また、正孔注入輸送層、電子注入輸送層および発光層のそれぞれの層は、一層構造であっても多層構造であってもよく、正孔注入輸送層および電子注入輸送層は、それぞれの層において、注入機能を有する層と輸送機能を有する層を別々に設けて構成することもできる

### [0022]

本発明の有機電界発光素子において、本発明に係る化合物 A は、正孔注入輸送成分、発光成分または電子注入輸送成分に用いることが好ましく、発光成分または電子注入輸送成分に用いることがより好ましい。

本発明の有機電界発光素子においては、本発明に係る化合物Aは、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

#### [0023]

本発明の有機電界発光素子の構成としては、特に限定するものではなく、例えば、(A)陽極/正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子(図1)、(B)陽極/正孔注入輸送層/発光層/陰極型素子(図2)、(C)陽極/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子(図3)、(D)陽極/発光層/陰極型素子(図4)などを挙げることができる。さらには、発光層を電子注入輸送層で挟み込んだ型の素子である(E)陽極/正孔注入輸送層/電子注入輸送層/電子注入輸送層/医極型素子(図5)とすることもできる。(D)型の素子構成としては、発光成分を一層形態で一対の電極間に挟持させた型の素子を包含す16のであるが、より好ましくは、例えば、(F)正孔注入輸送成分、発光成分および電子注入輸送成分を混合させた一層形態で一対の電極間に挟持させた型の素子(図6)、(G)正孔注入輸送成分および発光成分を混合させた一層形態で一対の電極間に挟持させた型の素子(図8)である。

#### [0024]

本発明の有機電界発光素子は、これらの素子構成に限るものではなく、それぞれの型の素子において、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層を複数層設けたりすることができる。また、それぞれの型の素子において、正孔注入輸送層と発光層との間に、正孔注入輸送成分と発光成分の混合層および/または発光層と電子注入輸送層との間に、発光成分と電子注入輸送成分の混合層を設けることもできる。

より好ましい有機電界発光素子の構成は、(A)型素子、(B)型素子、(C)型素子、 (E)型素子、(F)型素子、(G)型素子または(H)型素子であり、さらに好ましく は、(A)型素子、(B)型素子、(C)型素子または(F)型素子である。

#### [0025]

本発明の有機電界発光素子としては、例えば、(図1)に示す(A)陽極/正孔注入輸送層/発光層/電子注入輸送層/陰極型素子について説明する。

(図1)において、1は基板、2は陽極、3は正孔注入輸送層、4は発光層、5は電子注入輸送層、6は陰極、7は電源を示す。

#### [0026]

本発明の有機電界発光素子は、基板 1 に支持されていることが好ましく、基板としては、特に限定するものではないが、透明ないし半透明であることが好ましく、例えば、ガラス板、透明プラスチックシート(例えば、ポリエステル、ポリカーボネート、ポリスルフォン、ポリメチルメタクリレート、ポリプロピレン、ポリエチレンなどのシート)、半透明プラスチックシート、石英、透明セラミックスあるいはこれらを組み合わせた複合シートからなるものを挙げることができる。

さらに、基板に、例えば、カラーフィルター膜、色変換膜、誘電体反射膜を組み合わせて 、発光色をコントロールすることもできる。

#### [0027]

陽極 2 としては、比較的仕事関数の大きい金属、合金または電気電導性化合物を電極物質 として使用することが好ましい。

陽極に使用する電極物質としては、例えば、金、白金、銀、銅、コバルト、ニッケル、パ

20

30

40

50

ラジウム、バナジウム、タングステン、酸化錫、酸化亜鉛、ITO(インジウム・ティン・オキサイド)、ポリチオフェン、ポリピロールなどを挙げることができる。これらの電極物質は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

陽極は、これらの電極物質を、例えば、蒸着法、スパッタリング法等の方法により、基板の上に形成することができる。

また、陽極は一層構造であってもよく、あるいは多層構造であってもよい。

陽極のシート電気抵抗は、好ましくは、数百 / 以下、より好ましくは、5~50 / 程度に設定する。

陽極の厚みは、使用する電極物質の材料にもよるが、一般に、 5 ~ 1 0 0 0 n m 程度、より好ましくは、 1 0 ~ 5 0 0 n m 程度に設定する。

### [0028]

正孔注入輸送層 3 は、陽極からの正孔(ホール)の注入を容易にする機能、および注入された正孔を輸送する機能を有する化合物を含有する層である。

正孔注入輸送層は、本発明に係る化合物 A および / または他の正孔注入輸送機能を有する化合物(例えば、フタロシアニン誘導体、トリアリールメタン誘導体、トリアリールアミン誘導体、オキサゾール誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、ピラゾリン誘導体、ポリシラン誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリ・N・ビニルカルバゾール誘導体など)を少なくとも 1 種用いて形成することができる。

尚、正孔注入輸送機能を有する化合物は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用して もよい。

### [0029]

本発明において用いる他の正孔注入輸送機能を有する化合物としては、トリアリールアミ ン誘導体(例えば、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(4"-メチルフェニル)アミ ノ〕ビフェニル、4,4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ 〕ビフェニル、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メトキシフェニル)アミノ 〕ビフェニル、4,4'‐ビス〔N‐フェニル‐N‐(1 "‐ナフチル)アミノ〕ビフェ ニル、3,3'‐ジメチル‐4,4'‐ビス〔N‐フェニル‐N‐(3"‐メチルフェニ ル)アミノ〕ビフェニル、1,1-ビス〔4'-[N,N-ジ(4"-メチルフェニル) アミノl フェニル]シクロヘキサン、9,10-ビス[N-(4'-メチルフェニル)-N - ( 4 " - n - ブチルフェニル) アミノ ) フェナントレン、 3 , 8 - ビス ( N , N - ジ フェニルアミノ) - 6 - フェニルフェナントリジン、 4 - メチル - N,N - ビス〔 4 ", 4 " ' - ビス [ N ' , N ' - ジ ( 4 - メチルフェニル ) アミノ | ビフェニル - 4 - イル ) ア ニリン、N,N'‐ビス〔4‐(ジフェニルアミノ)フェニル〕‐N,N'‐ジフェニル - 1 , 3 - ジアミノベンゼン、N , N ' - ビス〔4 - (ジフェニルアミノ)フェニル〕 -N, N'-ジフェニル-1,4-ジアミノベンゼン、5,5"-ビス[4-(ビス[4-メチルフェニル] アミノ) フェニル〕 - 2 , 2 ' : 5 ' , 2 " - ターチオフェン、1 , 3 , 5 - トリス ( ジフェニルアミノ ) ベンゼン、 4 , 4 ', 4 " - トリス ( N - カルバゾイ ル)トリフェニルアミン、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、 1 , 3 , 5 - トリス〔N - ( 4 ' - ジフェニル アミノフェニル)フェニルアミノ〕ベンゼンなど)、ポリチオフェンおよびその誘導体、 ポリ・N・ビニルカルバゾール誘導体がより好ましい。

本発明に係る化合物 A と他の正孔注入輸送機能を有する化合物を併用する場合、正孔注入輸送層中に占める本発明に係る化合物 A の割合は、好ましくは、 0 . 1 ~ 4 0 重量%程度に調製する。

## [0030]

発光層 4 は、正孔および電子の注入機能、それらの輸送機能、正孔と電子の再結合により励起子を生成させる機能を有する化合物を含有する層である。

発光層は、本発明に係る化合物 A および / または他の発光機能を有する化合物(例えば、アクリドン誘導体、キナクリドン誘導体、多環芳香族化合物〔例えば、ルブレン、アント

ラセン、テトラセン、ピレン、ペリレン、クリセン、デカシクレン、コロネン、テトラフ ェニルシクロペンタジエン、ペンタフェニルシクロペンタジエン、9,10-ジフェニル アントラセン、9,10-ビス(フェニルエチニル)アントラセン、1,4-ビス(9^ - エチニルアントラセニル)ベンゼン、4,4'-ビス(9"-エチニルアントラセニル )ビフェニル〕、トリアリールアミン誘導体〔例えば、正孔注入輸送機能を有する化合物 として前述した化合物を挙げることができる〕、有機金属錯体〔例えば、トリス(8-キ ノリノラート)アルミニウム、ビス(10-ベンゾ[h] キノリノラート)ベリリウム、2 - (2 '-ヒドロキシフェニル)ベンゾオキサゾールの亜鉛塩、2 - (2 '-ヒドロキシ フェニル)ベンゾチアゾールの亜鉛塩、 4 - ヒドロキシアクリジンの亜鉛塩、 3 - ヒドロ キシフラボンの亜鉛塩、5-ヒドロキシフラボンのベリリウム塩、5-ヒドロキシフラボ ンのアルミニウム塩〕、スチルベン誘導体〔例えば、1,1,4,4-テトラフェニル-1,3-ブタジエン、4,4'-ビス(2,2-ジフェニルビニル)ビフェニル)、クマ リン誘導体〔例えば、クマリン1、クマリン6、クマリン7、クマリン30、クマリン1 06、クマリン138、クマリン151、クマリン152、クマリン153、クマリン3 0 7、クマリン311、クマリン314、クマリン334、クマリン338、クマリン3 4 3 、クマリン 5 0 0 〕、ピラン誘導体〔例えば、DCM 1 、DCM 2 〕、オキサゾン誘 導体〔例えば、ナイルレッド〕、ベンゾチアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、 ベンゾイミダゾール誘導体、ピラジン誘導体、ケイ皮酸エステル誘導体、ポリ・N・ビニ ルカルバゾールおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリフェニレンお よびその誘導体、ポリフルオレンおよびその誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその 誘導体、ポリビフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリターフェニレンビニレンおよ びその誘導体、ポリナフチレンビニレンおよびその誘導体、ポリチエニレンビニレンおよ びその誘導体など)を少なくとも1種用いて形成することができる。

#### [0031]

本発明の有機電界発光素子においては、発光層に本発明に係る化合物 A を含有していることが好ましい。

発光層に本発明に係る化合物 A と他の発光機能を有する化合物を併用する場合、発光層中に占める発光層に本発明に係る化合物 A の割合は、好ましくは、0 . 0 1 ~ 9 9 . 9 9 重量%程度、より好ましくは、0 . 0 1 ~ 9 9 . 9 9 重量%程度、さらに好ましくは、0 . 1 ~ 9 9 . 9 重量%程度に調製する。

#### [0032]

本発明において用いる他の発光機能を有する化合物としては、発光性有機金属錯体がより好ましい。例えば、J. App I. Phys., 65、3610 (1989) 、特開平 5 - 2 1 4 3 3 2 号公報に記載のように、発光層をホスト化合物とゲスト化合物(ドーパント)とより構成することもできる。

本発明に係る化合物Aを、ホスト化合物として用いて発光層を形成することができ、さらには、ゲスト化合物として用いて発光層を形成することもできる。

本発明に係る化合物Aを、ゲスト化合物として用いて発光層を形成する場合、ホスト化合物としては、発光性有機金属錯体が好ましい。

この場合、発光性有機金属錯体に対して、本発明に係る化合物 A を、好ましくは、 0 . 0 0 1 ~ 4 0 重量%程度、より好ましくは、 0 . 0 1 ~ 3 0 重量%程度、特に好ましくは、 0 . 1 ~ 1 0 重量%程度使用する。

### [0033]

本発明に係る化合物 A と併用する発光性有機金属錯体としては、特に限定するものではないが、発光性有機アルミニウム錯体が好ましく、置換または未置換の 8 ・キノリノラート配位子を有する発光性有機アルミニウム錯体がより好ましい。好ましい発光性有機金属錯体としては、例えば、一般式(a)~一般式(c)で表される発光性有機アルミニウム錯体を挙げることができる。

 $(Q)_3 - Al$  (a)

(式中、Qは置換または未置換の8-キノリノラート配位子を表す)

30

20

40

30

40

50

 $(Q)_2 - Al - O - L$  (b)

(式中、Qは置換8-キノリノラート配位子を表し、O-Lはフェノラート配位子であり、Lはフェニル部分を含む炭素数6~24の炭化水素基を表す)

 $(Q)_2 - Al - O - Al - (Q)_2$  (c)

(式中、Qは置換8-キノリノラート配位子を表す)

#### [0034]

発光性有機金属錯体の具体例としては、例えば、トリス(8-キノリノラート)アルミニウム、トリス(4-メチル-8-キノリノラート)アルミニウム、トリス(5-メチル-8-キノリノラート)アルミニウム、トリス(3,4-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウム、トリス(4,5-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウム、トリス(4,6-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウム、

UZAC(2-XFW-8-F)UJ=-F)(J=J=-F)PW=J=-DAC(Z-XFW-8-F)UJ=-F)(2-XFW-1)PW=J=-DAC(Z-XFW-8-F)UJ=-F)(3-XFW-1)PW=J=-DAC(Z-XFW-8-F)UJ=-F)(4-XFW-1)PW=J=-DAC(Z-XFW-8-F)UJ=-F)(2-ZFW-1)PW=J=-DAC(Z-XFW-8-F)UJ=-F)(3-ZFW-1)PW=J=-DAC(Z-XFW-8-F)UJ=-F)(3-ZFW-1)PW=J=-DAC(Z-XFW-8-F)UJ=-F)(3-ZFW-1)PW=J=-DAC(Z-XFW-1)PW=J=-PAC(Z-XFW-1)PW=J=-

### [0035]

ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラート)アルミニウム、 ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(2,3-ジメチルフェノラート)アルミニウ ム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(2,6-ジメチルフェノラート)アルミ ニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(3,4-ジメチルフェノラート)ア ルミニウム、ビス(2 - メチル - 8 - キノリノラート)(3 , 5 - ジメチルフェノラート )アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(3,5-ジ-tert-ブチル フェノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(2,6-ジフ ェニルフェノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(2,4 , 6 - トリフェニルフェノラート) アルミニウム、ビス( 2 - メチル - 8 - キノリノラー ト)(2,4,6-トリメチルフェノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キ ノリノラート)(2,4,5,6-テトラメチルフェノラート)アルミニウム、ビス(2 メチル・8・キノリノラート)(1・ナフトラート)アルミニウム、ビス(2・メチル - 8 - キノリノラート)(2 - ナフトラート)アルミニウム、ビス(2,4 - ジメチル -8 - キノリノラート)(2 - フェニルフェノラート)アルミニウム、ビス(2,4 - ジメ チル・8・キノリノラート)(3・フェニルフェノラート)アルミニウム、ビス(2,4 - ジメチル - 8 - キノリノラート) ( 4 - フェニルフェノラート) アルミニウム、ビス ( 2,4-ジメチル-8-キノリノラート)(3,5-ジメチルフェノラート)アルミニウ ム、ビス( 2 , 4 - ジメチル - 8 - キノリノラート ) ( 3 , 5 - ジ - tert - ブチルフェノ ラート)アルミニウム、

### [0036]

ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウム-μ-オキソ-ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウム-μ-オキソ-ビス(2,4-ジメチル-8-キノリノラート)アルミニウム・μ-オキソ-ビス(2-メチル-8-キノリノラート)アルミニウム-μ-オキソ-ビス(2-メチル-4-エチル-8-キノリノラート)アルミニウム・ビス(2-メチル-4-エチル-8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-4-メトキシ-8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラート)アルミニウム・μ-オキソ-ビス(2-メチル-5-シアノ-8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-5-トリフルオロメチル-8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-5-トリフルオロメチル-8-キノリノラート)アルミニウムなどを挙げることができる。勿論、発光性有機金属錯体は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

#### [0037]

電子注入輸送層 5 は、陰極からの電子の注入を容易にする機能、そして注入された電子を輸送する機能を有する化合物を含有する層である。

電子注入輸送層は、本発明に係る化合物 A および / または他の電子注入輸送機能を有する化合物 (例えば、有機金属錯体〔例えば、トリス(8-キノリノラート)アルミニウム、ビス(10-ベンゾ [h] キノリノラート)ベリリウム〕、オキサジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、トリアジン誘導体、ペリレン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、ニトロ置換フルオレノン誘導体、チオピランジオキサイド誘導体など)を少なくとも1種用いて形成することができる。

本発明に係る化合物 A と他の電子注入輸送機能を有する化合物を併用する場合、電子注入輸送層中に占める本発明に係る化合物 A の割合は、好ましくは、 0 . 1 ~ 4 0 重量%程度に調製する。

本発明においては、本発明に係る化合物 A と有機金属錯体〔例えば、前記一般式(a)~一般式(c)で表される化合物〕を併用して、電子注入輸送層を形成することは好ましい

### [0038]

陰極 6 としては、比較的仕事関数の小さい金属、合金または電気電導性化合物を電極物質 として使用することが好ましい。

陰極に使用する電極物質としては、例えば、リチウム、リチウム・インジウム合金、ナトリウム、ナトリウム・カリウム合金、カルシウム、マグネシウム、マグネシウム・銀合金、マグネシウム・インジウム合金、インジウム、ルテニウム、チタニウム、マンガン、イットリウム、アルミニウム、アルミニウム・リチウム合金、アルミニウム・カルシウム合金、アルミニウム・マグネシウム合金、グラファイト薄膜等を挙げることができる。これらの電極物質は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

### [0039]

陰極は、これらの電極物質を、例えば、蒸着法、スパッタリング法、イオン化蒸着法、イオンプレーティング法、クラスターイオンビーム法等の方法により、電子注入輸送層の上に形成することができる。

また、陰極は一層構造であってもよく、あるいは多層構造であってもよい。

尚、陰極のシート電気抵抗は、数百 / 以下に設定するのが好ましい。

陰極の厚みは、使用する電極物質の材料にもよるが、一般に、 5 ~ 1 0 0 0 n m程度、より好ましくは、 1 0 ~ 5 0 0 n m程度に設定する。

尚、有機電界発光素子の発光を効率よく取り出すために、陽極または陰極の少なくとも一方の電極が、透明ないし半透明であることが好ましく、一般に、発光光の透過率が70%以上となるように陽極の材料、厚みを設定することがより好ましい。

### [0040]

また、本発明の有機電界発光素子においては、その少なくとも一層中に、一重項酸素クエンチャーが含有されていてもよい。

一重項酸素クエンチャーとしては、特に限定するものではなく、例えば、ルブレン、ニッケル錯体、ジフェニルイソベンゾフランなどが挙げられ、特に好ましくは、ルブレンである。

一重項酸素クエンチャーが含有されている層としては、特に限定するものではないが、好ましくは、発光層または正孔注入輸送層であり、より好ましくは、正孔注入輸送層である。尚、例えば、正孔注入輸送層に一重項酸素クエンチャーを含有させる場合、正孔注入輸送層中に均一に含有させてもよく、正孔注入輸送層と隣接する層(例えば、発光層、発光機能を有する電子注入輸送層)の近傍に含有させてもよい。

一重項酸素クエンチャーの含有量としては、含有される層(例えば、正孔注入輸送層)を構成する全体量の 0 . 0 1 ~ 5 0 重量%、好ましくは、 0 . 0 5 ~ 3 0 重量%、より好ましくは、 0 . 1 ~ 2 0 重量%である。

## [0041]

20

30

20

30

40

50

正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の形成方法に関しては、特に限定するものではなく、例えば、真空蒸着法、イオン化蒸着法、溶液塗布法(例えば、スピンコート法、キャスト法、ディップコート法、バーコート法、ロールコート法、ラングミュア・プロゼット法など)により薄膜を形成することにより作製することができる。

真空蒸着法により、各層を形成する場合、真空蒸着の条件は、特に限定するものではないが、 $10^{-5}$  Torr程度以下の真空下で、50~400 程度のボート温度(蒸着源温度)、50~300 程度の基板温度で、0.005~50 nm/sec 程度の蒸着速度で実施することが好ましい。

この場合、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層等の各層は、真空下で、連続して形成することにより、諸特性に一層優れた有機電界発光素子を製造することができる。 真空蒸着法により、正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層等の各層を、複数の化合物 を用いて形成する場合、化合物を入れた各ボートを個別に温度制御して、共蒸着すること が好ましい。

## [0042]

溶液塗布法により、各層を形成する場合、各層を形成する成分あるいはその成分とバインダー樹脂等を、溶媒に溶解、または分散させて塗布液とする。

正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の各層に使用しうるバインダー樹脂としては、例えば、ポリ・N・ビニルカルバゾール、ポリアリレート、ポリスチレン、ポリエステル、ポリシロキサン、ポリメチルアクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリエーテル、ポリカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリパラキシレン、ポリエチレン、ポリフェニレンオキサイド、ポリエーテルスルフォン、ポリアニリンおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリフェニレンビニレンおよびその誘導体、ポリフルオレンおよびその誘導体、ポリチエニレンビニレンおよびその誘導体等の高分子化合物が挙げられる。バインダー樹脂は、単独で使用してもよく、あるいは複数併用してもよい。

### [0043]

## [0044]

尚、分散する方法としては、特に限定するものではないが、例えば、ボールミル、サンドミル、ペイントシェーカー、アトライター、ホモジナイザー等を用いて微粒子状に分散することができる。

塗布液の濃度に関しては、特に限定するものではなく、実施する塗布法により、所望の厚みを作製するに適した濃度範囲に設定することができ、一般には、 0 . 1 ~ 5 0 重量%程度、好ましくは、 1 ~ 3 0 重量%程度の溶液濃度である。

尚、バインダー樹脂を使用する場合、その使用量に関しては、特に限定するものではないが、一般には、各層を形成する成分に対して(一層型の素子を形成する場合には、各成分の総量に対して)、5~99重量%程度、好ましくは、10~99重量%程度、より

好ましくは、15~90重量%程度に設定する。

### [0045]

正孔注入輸送層、発光層、電子注入輸送層の膜厚に関しては、特に限定するものではない が、一般に、5 n m ~ 5 μ m 程度に設定することが好ましい。

尚、作製した素子に対し、酸素や水分等との接触を防止する目的で、保護層(封止層)を 設けたり、また素子を、例えば、パラフィン、流動パラフィン、シリコンオイル、フルオ ロカーボン油、ゼオライト含有フルオロカーボン油などの不活性物質中に封入して保護す ることができる。

保護層に使用する材料としては、例えば、有機高分子材料(例えば、フッ素化樹脂、エポ キシ樹脂、シリコーン樹脂、エポキシシリコーン樹脂、ポリスチレン、ポリエステル、ポ リカーボネート、ポリアミド、ポリイミド、ポリアミドイミド、ポリパラキシレン、ポリ エチレン、ポリフェニレンオキサイド)、無機材料(例えば、ダイヤモンド薄膜、アモル ファスシリカ、電気絶縁性ガラス、金属酸化物、金属窒化物、金属炭素化物、金属硫化物 )、さらには光硬化性樹脂などを挙げることができ、保護層に使用する材料は、単独で使 用してもよく、あるいは複数併用してもよい。保護層は、一層構造であってもよく、また 多層構造であってもよい。

### [0046]

また、電極に保護膜として、例えば、金属酸化膜(例えば、酸化アルミニウム膜)、金属 フッ化膜を設けることもできる。

また、例えば、陽極の表面に、例えば、有機リン化合物、ポリシラン、芳香族アミン誘導 体、フタロシアニン誘導体から成る界面層(中間層)を設けることもできる。

さらに、電極、例えば、陽極はその表面を、例えば、酸、アンモニア/過酸化水素、ある いはプラズマで処理して使用することもできる。

#### [0047]

本発明の有機電界発光素子は、一般に、直流駆動型の素子として使用されるが、パルス駆 動型または交流駆動型の素子としても使用することができる。

尚、印加電圧は、一般に、2~30V程度である。

本発明の有機電界発光素子は、例えば、パネル型光源、各種の発光素子、各種の表示素子 、各種の標識、各種のセンサーなどに使用することができる。

## [0048]

### 【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、勿論、本発明はこれらに限定され るものではない。

## 実施例1

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、 エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/ オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3 × 1 0 <sup>-6</sup> Torrに減 圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフェニ ル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度0.2nm/sec で75nmの厚さに蒸着し、正孔 注入輸送層とした。

次いで、その上に、ビス(2-メチル-8-キノリノラート)(4-フェニルフェノラー ト) アルミニウムと7,10,13,20,23,26-ヘキサメチルジアセナフト[1,2 -k:1',2'-k']-s- インダセノ[1,2,3-cd:5,6,7-c'd'] ジフルオランテン(例示化合物番号 9 の化合物)を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 5 0 n m の厚さに共蒸 着(重量比100:0.5)し、発光層とした。

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/sec で50 nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/sec で200nmの厚さに 共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸

20

30

40

着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 1 2 V の直流電圧を印加したところ、 5 5 m A / c m  $^2$  の電流が流れた。輝度 2 4 5 0 c d / m  $^2$  の黄緑色の発光が確認された。

### [0049]

実施例2~11

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号9の化合物を使用する代わりに、例示化合物番号11の化合物(実施例2)、例示化合物番号14の化合物(実施例3)、例示化合物番号28の化合物(実施例4)、例示化合物番号32の化合物(実施例5)、例示化合物番号33の化合物(実施例6)、例示化合物番号34の化合物(実施例7)、例示化合物番号36の化合物(実施例8)、例示化合物番号44の化合物(実施例9)、例示化合物番号56の化合物(実施例10)、例示化合物番号62の化合物(実施例11)を使用した以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。それぞれの素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、黄緑色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第1表(表1)に示した。

## [0050]

比較例1

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号9の化合物を使用せずに、ビス(2・メチル・8・キノリノラート)(4・フェニルフェノラート)アルミニウムだけを用いて、50nmの厚さに蒸着し、発光層とした以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。この素子に、乾燥雰囲気下、12 Vの直流電圧を印加したところ、青色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第1表(表1)に示した。

[0051]

比較例 2

実施例1において、発光層の形成に際して、例示化合物番号9の化合物を使用する代わりに、N-メチル・2・メトキシアクリドンを使用した以外は、実施例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。この素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、青色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を第1表(表1)に示した。

[0052]

【表1】

20

## 第1表

有機電界	輝度	電流密度
発光素子	(cd/ $\mathrm{m}^2$ )	$(mA/cm^2)$
実施例 2	$2\ 4\ 6\ 0$	5 5
実施例3	2 4 3 0	5 2
実施例4	2520	5 5
実施例 5	2 4 6 0	5 6
実施例 6	2540	5 2
実施例7	2510	5 3
実施例8	2320	5 2
実施例 9	2 4 8 0	5 4
実施例10	2520	5 2
実施例11	2530	5 3
比較例1	1170	8 2
比較例 2	1550	7 4

## [0053]

## 実施例12

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、 エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/ オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を 3 × 1 0 <sup>-6</sup> Torrに減 圧した。

まず、ITO透明電極上に、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフェニ ル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 7 5 n m の厚さに蒸着し、正孔 注入輸送層とした。

次いで、その上に、ビス(2・メチル・8・キノリノラート)(2・フェニルフェノラー ト)アルミニウムと例示化合物番号10の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2 nm/sec で50nmの厚さに共蒸着(重量比100:1.0)し、発光層とした。 40 次に、トリス(8 - キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 5 0 nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度0.2nm/sec で200nmの厚さに 共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸 着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、58 m A / c m<sup>2</sup> の電流が流れた。輝度 2 4 5 0 c d / m<sup>2</sup> の黄緑色の発光が確認された。

## [0054]

### 実施例13

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、

10

20

50

エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を3×10<sup>-6</sup>Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極に、4,4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度0.2nm/sec で75nmの厚さに蒸着し、正孔注 入輸送層とした。

次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号30の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/sec で50nmの厚さに共蒸着(重量比100:2.0)し、発光層とした。

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 5 0 n m の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 2 0 0 n m の厚さに 共蒸着(重量比 1 0 : 1 ) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸 着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 12Vの直流電圧を印加したところ、 57 m A  $/cm^2$  の電流が流れた。輝度  $2480cd/m^2$  の黄緑色の発光が確認された。

### [0055]

### 実施例14

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を3×10<sup>-6</sup> Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4 , 4 ' - ビス〔N - フェニル - N - (3 " - メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 7 5 n m の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、ビス(2,4 - ジメチル - 8 - キノリノラート)アルミニウム -  $\mu$  - オキソ - ビス(2,4 - ジメチル - 8 - キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号 4 5 の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 5 0 n m の厚さに共蒸着(重量比 1 0 0 : 4 . 0 ) し、発光層とした。

次に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 5 0 30 n m の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 2 0 0 n m の厚さに 共蒸着(重量比 1 0 : 1 ) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸 着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 1 2 V の直流電圧を印加したところ、 6 0 m A / c m² の電流が流れた。輝度 2 4 6 0 c d / m² の黄緑色の発光が確認された。

#### [0056]

#### 実施例15

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を3×10<sup>-6</sup> Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極上に、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を、蒸着速度0.1nm/sec で30nmの 厚さに蒸着し、第一正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、4 , 4 ' - ビス〔N - フェニル - N - (3 " - メチルフェニル〕アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 4 5 n m の厚さに蒸着し、第二正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号35の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2 nm/sec で50 nmの厚さに共蒸着(重

量比100:1.0)し、発光層とした。

さらにその上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 5 0 n m の厚さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 2 0 0 n m の厚さに 共蒸着(重量比 1 0 : 1 ) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸 着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 1 2 V の直流電圧を印加したところ、 5 8 m A / c m  $^2$  の電流が流れた。輝度 2 8 4 0 c d / m  $^2$  の黄緑色の発光が確認された。

### [0057]

### 実施例16

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を3×10<sup>-6</sup>Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4 , 4 ' - ビス〔N - フェニル - N - (3 " - メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 7 5 n m の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号31の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/sec で50nmの厚さに共蒸着(重量比100:4.0)し、電子注入輸送層を兼ねた発光層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 2 0 0 n m の厚さに 共蒸着(重量比 1 0 : 1 ) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸 着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 14Vの直流電圧を印加したところ、 52 m  $A/cm^2$  の電流が流れた。輝度  $1870cd/m^2$  の黄緑色の発光が確認された。

### [0058]

### 実施例17

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を3×10<sup>-6</sup>Torrに減圧した。

まず、ITO透明電極上に、4 , 4 ' - ビス〔N - フェニル - N - (3 " - メチルフェニル)アミノ〕ビフェニルを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 7 5 n m の厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムと例示化合物番号29の化合物を、異なる蒸着源から、蒸着速度0.2nm/sec で50nmの厚さに共蒸着(重量比100:1.0)し、発光層とした。

次いで、その上に、1,3-ビス〔5'-(p-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール-2'-イル〕ベンゼンを、蒸着速度0.2 nm/sec で50nmの厚 さに蒸着し、電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 2 0 0 n m の厚さに 共蒸着(重量比 1 0 : 1 ) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸 着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 14Vの直流電圧を印加したところ、 48 m  $A/cm^2$  の電流が流れた。輝度  $1930cd/m^2$  の黄緑色の発光が確認された。

## [0059]

#### 実施例18

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/ オゾン洗浄した。 10

20

30

40

次に、ITO透明電極上に、ポリ・N・ビニルカルバゾール(重量平均分子量150000)、1,1,4,4-テトラフェニル・1,3-ブタジエン(青色の発光成分)、例示化合物番号13の化合物、およびDCM1["4-(ジシアノメチレン)-2-メチル・6-(4"-ジメチルアミノスチリル)-4H-ピラン"(オレンジ色の発光成分)〕を、それぞれ重量比100:5:3:2の割合で含有する3重量%ジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、400nmの厚さの発光層を形成した。

次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を  $3 \times 10^{-6}$  Torrに減圧した。

さらに、発光層の上に、3 - (4'-tert-ブチルフェニル) - 4 - フェニル - - 5 - (4"-ビフェニル) - 1 , 2 , 4 - トリアゾールを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 2 0 n m の厚さに蒸着した後、さらにその上に、トリス(8 - キノリノラート) アルミニウムを、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 3 0 n m の厚さに蒸着し電子注入輸送層とした。

さらにその上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 2 0 0 n m の厚さに 共蒸着(重量比 1 0 : 1 ) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸 着槽の減圧状態を保ったまま実施した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、12Vの直流電圧を印加したところ、74mA/cm²の電流が流れた。輝度1370cd/m²の白色の発光が確認された。

### [0060]

#### 実施例19

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した。

次に、ITO透明電極上に、ポリ・N・ビニルカルバゾール(重量平均分子量150000)、1,3・ビス〔5′・(p・tert・ブチルフェニル)・1,3,4・オキサジアゾール・2′・イル〕ベンゼンおよび例示化合物番号49の化合物を、それぞれ重量比100:30:1の割合で含有する3重量%ジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、300nmの厚さの発光層を形成した。

次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を  $3 \times 10^{-6}$  Torrに減圧した。

さらに、発光層の上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0 . 2 n m / sec で 2 0 0 n m の厚さに共蒸着(重量比 1 0 : 1 ) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、 15Vの直流電圧を印加したところ、 76 m A  $/cm^2$  の電流が流れた。輝度  $1320cd/m^2$  の黄緑色の発光が確認された。

## [0061]

### 比較例3

実施例19において、発光層の形成に際して、例示化合物番号49の化合物を使用する代わりに、1,1,4,4-テトラフェニルブタジエンを使用した以外は、実施例19に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、86mA/cm²の電流が流れた。輝度680cd/m²の青色の発光が確認された。

## [0062]

#### 実施例20

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した。

次に、ITO透明電極上に、ポリカーボネート(重量平均分子量50000)、4,4'--ビス[N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ビフェニル、トリス(8-+ノリノラート)アルミニウムおよび例示化合物番号61の化合物を、それぞれ重量比100:40:60:1の割合で含有する3重量%ジクロロエタン溶液を用いて、ディップコート法により、300nmの厚さの発光層を形成した。

20

20

次に、この発光層を有するガラス基板を、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を  $3 \times 10^{-6}$  Torrに減圧した。

さらに、発光層の上に、マグネシウムと銀を、蒸着速度 0 . 2 nm/sec で 2 0 0 nmの厚さに共蒸着(重量比 1 0 : 1) して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。

作製した有機電界発光素子に、乾燥雰囲気下、15Vの直流電圧を印加したところ、66 mA/cm²の電流が流れた。輝度740cd/m²の黄緑色の発光が確認された。

[0063]

## 【発明の効果】

本発明により、発光輝度が優れた有機電界発光素子を提供することが可能になった。

#### 【図面の簡単な説明】

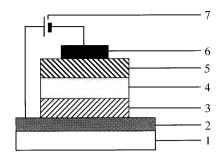
【図1】有機電界発光素子の一例(A)の概略構造図である。

- 【図2】有機電界発光素子の一例(B)の概略構造図である。
- 【図3】有機電界発光素子の一例(C)の概略構造図である。
- 【図4】有機電界発光素子の一例(D)の概略構造図である。
- 【図5】有機電界発光素子の一例(E)の概略構造図である。
- 【図6】有機電界発光素子の一例(F)の概略構造図である。
- 【図7】有機電界発光素子の一例(G)の概略構造図である。
- 【図8】有機電界発光素子の一例(H)の概略構造図である。

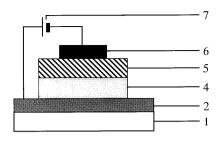
### 【符号の説明】

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 正孔注入輸送層
- 3 a 正孔注入輸送成分
- 4 発光層
- 4 a 発光成分
- 5 電子注入輸送層
- 5 " 電子注入輸送層
- 5 a 電子注入輸送成分
- 6 陰極
- 7 電源 30

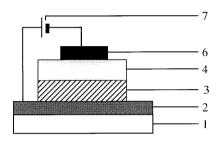
【図1】



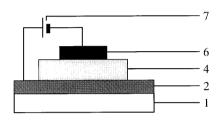
【図3】



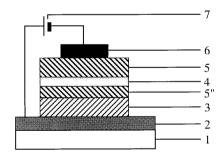
【図2】



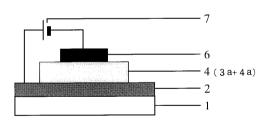
【図4】



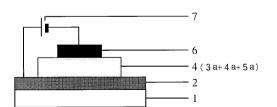
【図5】



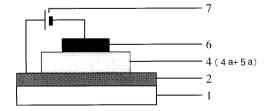
【図7】



【図6】



【図8】



## フロントページの続き

## (56)参考文献 特開平11-242995(JP,A)

特開平11-176573(JP,A)

特開平09-241629(JP,A)

特開平06-204556(JP,A)

特開平10-340785 (JP,A)

特開平06-168445(JP,A)

特開平03-000791(JP,A)

# (58)調査した分野(Int.CI.<sup>7</sup>, DB名)

C09K 11/06

H05B 33/14

H05B 33/22

C07C 13/62