

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5352304号
(P5352304)

(45) 発行日 平成25年11月27日(2013.11.27)

(24) 登録日 平成25年8月30日(2013.8.30)

(51) Int.Cl.		F I	
C07D 209/86	(2006.01)	C O 7 D 209/86	C S P
C09K 11/06	(2006.01)	C O 9 K 11/06	6 4 5
H01L 51/50	(2006.01)	H O 5 B 33/14	B

請求項の数 11 (全 51 頁)

(21) 出願番号	特願2009-74655 (P2009-74655)	(73) 特許権者	000153878
(22) 出願日	平成21年3月25日 (2009.3.25)		株式会社半導体エネルギー研究所
(65) 公開番号	特開2009-298770 (P2009-298770A)		神奈川県厚木市長谷398番地
(43) 公開日	平成21年12月24日 (2009.12.24)	(72) 発明者	川上 祥子
審査請求日	平成23年12月19日 (2011.12.19)		神奈川県厚木市長谷398番地 株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2008-95796 (P2008-95796)		半導体エネルギー研究所内
(32) 優先日	平成20年4月2日 (2008.4.2)	(72) 発明者	鈴木 恒徳
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		神奈川県厚木市長谷398番地 株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2008-129410 (P2008-129410)		半導体エネルギー研究所内
(32) 優先日	平成20年5月16日 (2008.5.16)	(72) 発明者	大澤 信晴
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		神奈川県厚木市長谷398番地 株式会社
			半導体エネルギー研究所内
		(72) 発明者	下垣 智子
			神奈川県厚木市長谷398番地 株式会社
			半導体エネルギー研究所内

最終頁に続く

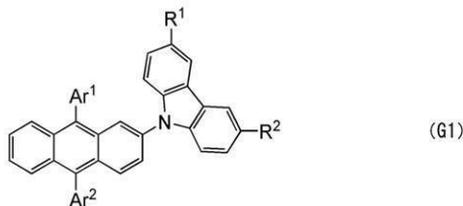
(54) 【発明の名称】 アントラセン誘導体、発光材料、発光素子用材料、塗布用組成物、発光素子、及び発光装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

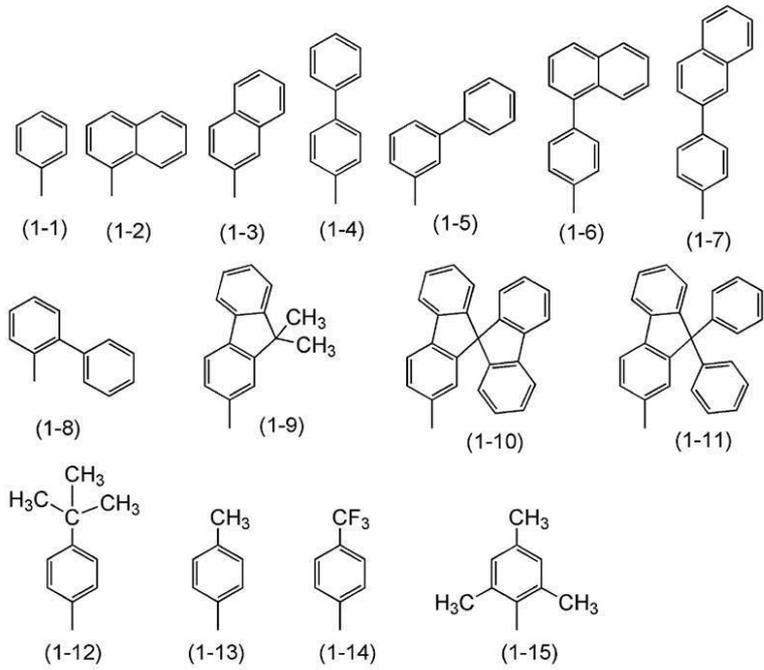
下記一般式(G1)で表されるアントラセン誘導体。

【化1】



(但し、式中 Ar¹、Ar² はそれぞれ独立に、下記構造式(1-1)乃至(1-15)で表される置換基のいずれか一を表し、また、R¹、R² はそれぞれ独立に、水素又は下記構造式(2-1)乃至(2-25)で表される置換基のいずれか一を表す。)

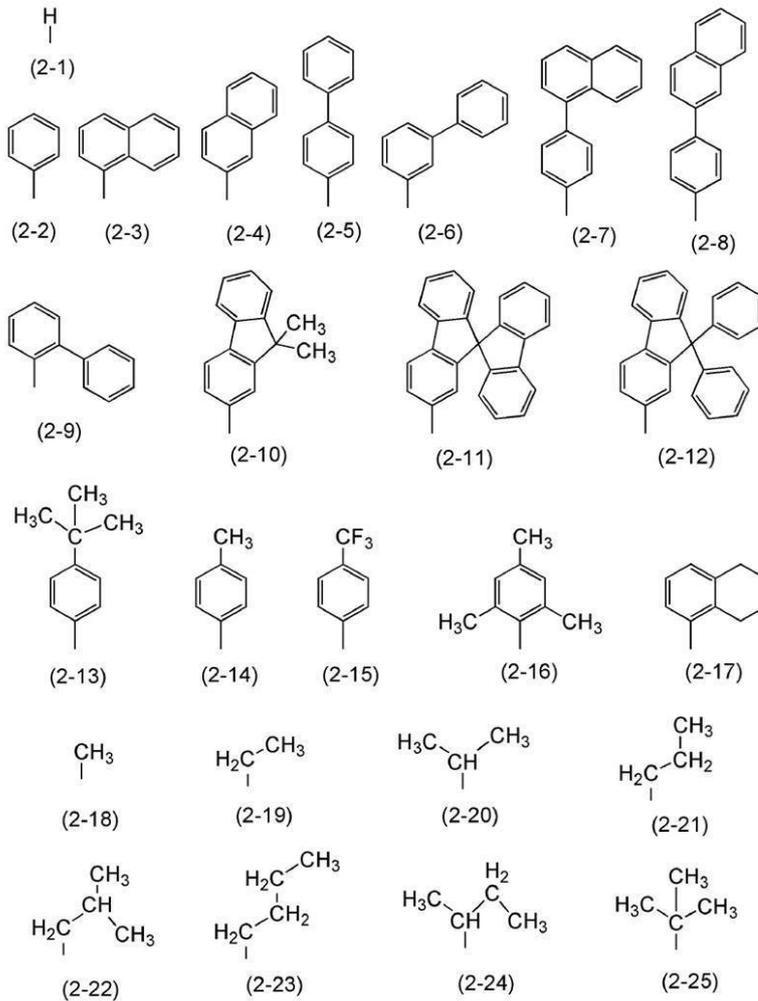
【化 2】



10

20

【化 3】



30

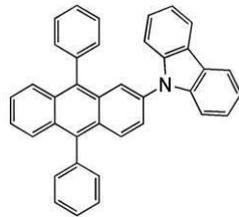
40

50

【請求項 2】

下記構造式(1)で表されるアントラセン誘導体。

【化 4】



(1)

10

【請求項 3】

請求項 1 又は請求項 2 に記載のアントラセン誘導体を用いた発光材料。

【請求項 4】

請求項 1 又は請求項 2 に記載のアントラセン誘導体を用いた発光素子用材料。

【請求項 5】

請求項 1 又は請求項 2 に記載のアントラセン誘導体と溶剤とを含む塗布用組成物。

【請求項 6】

請求項 1 又は請求項 2 に記載のアントラセン誘導体を用いた発光素子。

20

【請求項 7】

請求項 1 又は請求項 2 に記載のアントラセン誘導体を発光層に用いた発光素子。

【請求項 8】

請求項 1 又は請求項 2 に記載のアントラセン誘導体を発光層のホスト材料として用いた発光素子。

【請求項 9】

請求項 1 又は請求項 2 に記載のアントラセン誘導体を発光中心材料として用いた発光素子。

【請求項 10】

請求項 5 に記載の塗布用組成物を用いて作製された発光素子。

30

【請求項 11】

請求項 6 乃至請求項 10 に記載の発光素子と、前記発光素子を制御する手段とを備えた発光装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、アントラセン誘導体に関する。また、当該アントラセン誘導体を用いた発光材料、発光素子用材料、塗布用組成物、発光素子、発光装置及び電子機器に関する。

【背景技術】

【0002】

40

薄型軽量、高速応答性、低消費電力などのメリットから、次世代の表示装置として有機化合物を発光物質とする発光素子(有機 EL 素子)を用いた表示装置の開発が加速している。開発には様々な障害があったものの、ここにきて有機 EL テレビの市販も開始される程にまで技術は進歩してきている。

【0003】

有機 EL 素子は電極間に発光層を挟んで電圧を印加することにより、電極から注入された電子およびホールが再結合して発光物質が励起状態となり、その励起状態が基底状態に戻る際に発光する。発光物質が発する光の波長はその発光物質特有のものであり、異なる種類の有機化合物を発光物質として用いることによって、様々な波長すなわち様々な色の発光を呈する発光素子を得ることができる。

50

【 0 0 0 4 】

ディスプレイなど、画像を表示することを念頭においた表示装置の場合、フルカラーの映像を再現するためには、少なくとも赤、緑、青の3色の光を得ることが必要になる。これには、広い波長範囲に発光スペクトルを有する光を発する発光素子とカラーフィルタを組み合わせる方法、目的の色より波長の短い光を発する発光素子と色変換層を組み合わせる方法、目的とする波長の光を発する発光素子を用いる方法などがある。これら3つの方法の中では最後の直接目的の色を得る方法が、エネルギー的にはロスが少なく好ましい構成であると言える。

【 0 0 0 5 】

前述の市販が開始された有機ELテレビもこの方法を採用しているが、実際はそれに加えてカラーフィルタを用いている上、発光素子にマイクロキャビティ構造を採用し色純度を向上させている。多くのメリットを有する有機ELテレビであるが、次世代のテレビとしては高品質な画像を提供することが当然のように期待され、その期待に応える為には適切な発光色を呈する発光素子を得ることが必須なのである。

10

【 0 0 0 6 】

発光物質が発する光は、その物質固有のものであることを先に述べた。有機ELテレビの備える多くの色純度向上の為の対策が意味するのは、良好な色の発光を呈しつつ、寿命や消費電力などその他の重要な要素を満たす発光素子を得ることが非常に困難であるということである。さらに、寿命や消費電力など、発光素子の重要な性能は、発光を呈する物質のみに依存する訳ではない。発光層以外の層や、素子構造、そして、発光物質とホストとの相性なども大きく影響する。そのため、この分野の成熟をみるためには多くの種類の発光素子用材料が必要となることに間違いはない。そのため、様々な分子構造を有する発光素子用材料が提案されている（例えば特許文献1参照）。

20

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 7 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 0 7 - 1 5 9 3 3 号 公 報

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 8 】

ところで、現状開発されている発光素子では、赤～緑の光を発する発光素子の特性と比較して、青の光を発する発光素子の特性が悪く、問題となっている。これは、青の光を発する為には大きなエネルギーギャップを有する発光物質が必要であり、その発光物質を分散するホストや発光層における発光領域に隣接した輸送層に用いる物質にはさらに大きなエネルギーギャップが必要であることが一因となっている。

30

【 0 0 0 9 】

そこで、本発明の一態様では、広いエネルギーギャップを有する新規アントラセン誘導体を提供することを課題とする。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 0 】

本発明者らは、鋭意研究を重ねた結果、広いバンドギャップを有し、発光素子の材料として好適に用いることが出来る物質として、9, 10 - ジアリールアントラセンの2位のみカルbazil基が結合したアントラセン誘導体を合成することができた。

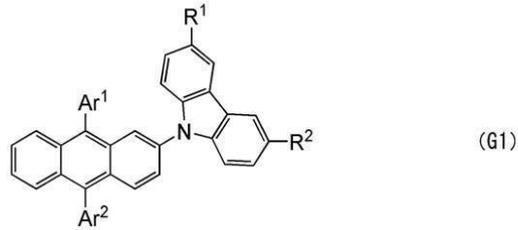
40

【 0 0 1 1 】

すなわち、本発明のアントラセン誘導体は、下記一般式 (G 1) で表されるアントラセン誘導体である。

【 0 0 1 2 】

【化1】



【0013】

但し、式中 Ar^1 、 Ar^2 はそれぞれ独立に、環を形成する炭素数が6乃至13のアリール基の中から選ばれるいずれか一を表し、 R^1 、 R^2 はそれぞれ独立に、水素、炭素数1乃至4のアルキル基及び環を形成する炭素数が6乃至13のアリール基の中から選ばれるいずれか一を表す。また、 Ar^1 、 Ar^2 、 R^1 、 R^2 は置換基を有していても良く、2つの置換基がお互いに結合して環を形成していても良い。

10

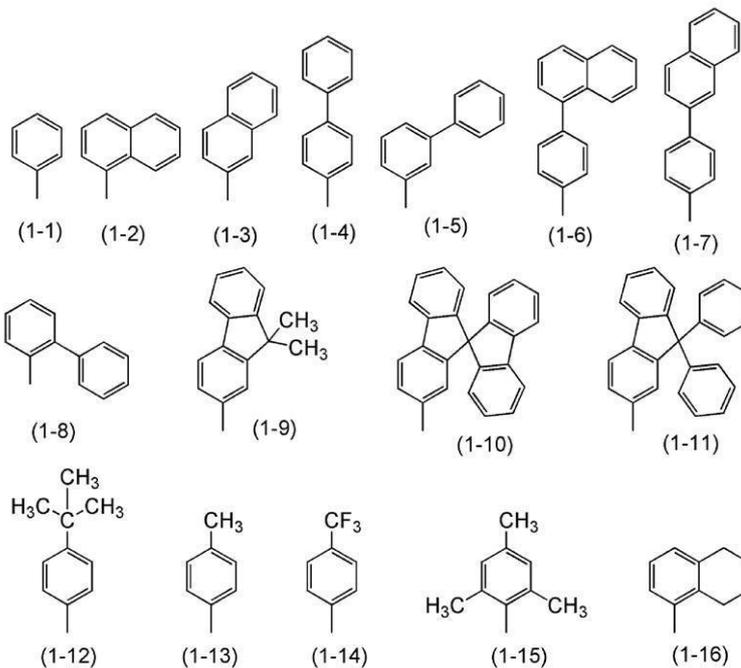
【0014】

式中 Ar^1 、 Ar^2 としては、具体的には下記構造式(1-1)乃至(1-16)で表される基が挙げられる。なお、 Ar^1 、 Ar^2 は各々異なる基であってもよいし、同じ基であっても良い。

【0015】

【化2】

20



30

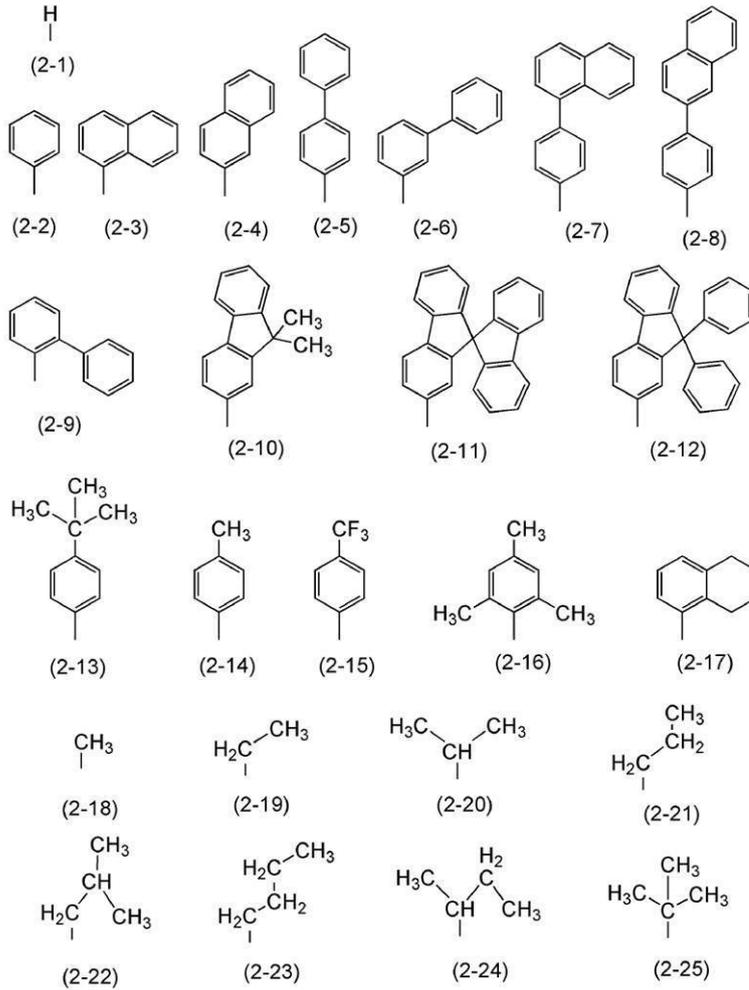
【0016】

また、式中 R^1 、 R^2 としては、具体的には下記構造式(2-1)乃至(2-25)で表される基が挙げられる。なお、 R^1 、 R^2 は各々異なる基であっても良い。

40

【0017】

【化 3】



10

20

【発明の効果】

【0018】

上記構成を有する本発明の一態様のアントラセン誘導体は広いバンドギャップを有する新規なアントラセン誘導体である。

【図面の簡単な説明】

【0019】

【図1】発光素子の概念図。

【図2】有機半導体素子の概念図。

【図3】アクティブマトリクス型発光装置の概念図。

【図4】パッシブマトリクス型発光装置の概念図。

【図5】湿式法を用いた発光素子の作製方法を表す図。

【図6】液滴吐出装置の例を表す図。

【図7】電子機器を表す図。

【図8】電子機器を表す図。

【図9】照明装置を表す図。

【図10】照明装置を表す図。

【図11】実施例2で作製した発光素子の概念図。

【図12】実施例1で作製した2 Cz PAの¹H NMRチャート。

【図13】実施例1で作製した2 Cz PAのトルエン溶液中の吸収スペクトル。

【図14】実施例1で作製した2 Cz PAのトルエン溶液中の発光スペクトル。

【図15】実施例1で作製した2 Cz PAのジオキサン溶液中の吸収スペクトル。

【図16】実施例1で作製した2 Cz PAのジオキサン溶液中の発光スペクトル。

30

40

50

- 【図17】実施例1で作製した薄膜状態の2 Cz PAの吸収スペクトル。
- 【図18】実施例1で作製した薄膜状態の2 Cz PAの発光スペクトル。
- 【図19】実施例1で作製した2 Cz PAのサイクリックボルタンメトリ測定結果。
- 【図20】実施例2で作製した発光素子の電流密度 - 輝度特性。
- 【図21】実施例2で作製した発光素子の電圧 - 輝度特性。
- 【図22】実施例2で作製した発光素子の輝度 - 電流効率特性。
- 【図23】実施例2で作製した発光素子の発光スペクトル。
- 【図24】実施例2で作製した発光素子の輝度劣化曲線。
- 【図25】実施例3で作製した発光素子の電流密度 - 輝度特性。
- 【図26】実施例3で作製した発光素子の電圧 - 輝度特性。 10
- 【図27】実施例3で作製した発光素子の輝度 - 電流効率特性。
- 【図28】実施例3で作製した発光素子の発光スペクトル。
- 【図29】実施例3で作製した発光素子の輝度劣化曲線。
- 【図30】実施例4で作製した発光素子の電流密度 - 輝度特性。
- 【図31】実施例4で作製した発光素子の電圧 - 輝度特性。
- 【図32】実施例4で作製した発光素子の輝度 - 電流効率特性。
- 【図33】実施例4で作製した発光素子の発光スペクトル。
- 【図34】実施例4で作製した発光素子の輝度劣化曲線。
- 【図35】実施例5で作製した発光素子の電流密度 - 輝度特性。
- 【図36】実施例5で作製した発光素子の電圧 - 輝度特性。 20
- 【図37】実施例5で作製した発光素子の輝度 - 電流効率特性。
- 【図38】実施例5で作製した発光素子の発光スペクトル。
- 【図39】実施例5で作製した発光素子の輝度劣化曲線。
- 【図40】実施例6で作製した発光素子の素子構造。
- 【図41】実施例6で作製した発光素子の電流密度 - 輝度特性。
- 【図42】実施例6で作製した発光素子の電圧 - 輝度特性。
- 【図43】実施例6で作製した発光素子の輝度 - 電流効率特性。
- 【図44】実施例6で作製した発光素子の輝度劣化曲線。
- 【図45】9 - [9 , 10 - ビス(2 - ビフェニル) - 2 - アントリル] - 9 H - カルバゾール (略称: 2 Cz B Ph A) のトルエン溶液の吸収スペクトルを示す図。 30
- 【図46】9 - [9 , 10 - ビス(2 - ビフェニル) - 2 - アントリル] - 9 H - カルバゾール (略称: 2 Cz B Ph A) の薄膜の吸収スペクトルを示す図。
- 【図47】9 - [9 , 10 - ビス(2 - ビフェニル) - 2 - アントリル] - 9 H - カルバゾール (略称: 2 Cz B Ph A) のトルエン溶液の発光スペクトルを示す図。
- 【図48】9 - [9 , 10 - ビス(2 - ビフェニル) - 2 - アントリル] - 9 H - カルバゾール (略称: 2 Cz B Ph A) の薄膜の発光スペクトルを示す図。
- 【図49】9 - [9 , 10 - ビス(2 - ビフェニル) - 2 - アントリル] - 9 H - カルバゾール (略称: 2 Cz B Ph A) のCV測定結果を示す図。
- 【図50】9 - [9 , 10 - ビス(2 - ビフェニル) - 2 - アントリル] - 9 H - カルバゾール (略称: 2 Cz B Ph A) のCV測定結果を示す図。 40

【発明を実施するための形態】

【0020】

以下、本発明の実施の形態について説明する。但し、本発明は多くの異なる態様で実施することが可能であり、本発明の趣旨及びその範囲から逸脱することなくその形態及び詳細を様々に変更し得ることは当業者であれば容易に理解される。従って、本実施の形態の記載内容に限定して解釈されるものではない。

【0021】

(実施の形態1)

本発明のアントラセン誘導体は9, 10 - ジアリアルアントラセンの2位にカルバゾール基が結合した分子構造を有するアントラセン誘導体である。なお、カルバゾール基は3 50

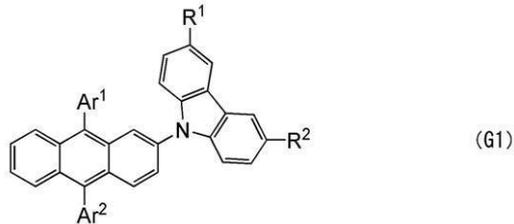
位と6位に置換基を有していても良い。このような構成を有する本実施の形態におけるアントラセン誘導体は、大きなエネルギーギャップを有し、青色の発光を呈する発光素子の発光素子用材料として非常に好適に用いることができる。

【0022】

上記のような本実施の形態に係るアントラセン誘導体は下記一般式(G1)でも表すことができる。

【0023】

【化4】



10

【0024】

但し、式中Ar¹、Ar²はそれぞれ独立に、環を形成する炭素数が6乃至13のアリール基、の中から選ばれるいずれか一を表す。具体的には、フェニル基、ナフチル基、フルオレニル基等が挙げられる。なお、Ar¹、Ar²はさらに置換基を有していても良く、その場合、当該置換基としては、炭素数1乃至4のアルキル基又は環を形成する炭素数が6乃至13のアリール基が挙げられる。具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、フェニル基、ナフチル基またはフルオレニル基等である。Ar¹、Ar²が有する置換基は1つであっても、複数であっても良く、また、2つの置換基が互いに結合して環を形成していても良い。例えば、2位でアントラセンに結合しているフルオレニル基の9位の炭素が2つのフェニル基を有し、その2つのフェニル基が互いに結合してスピロ環構造を形成している場合がこれに当たる。

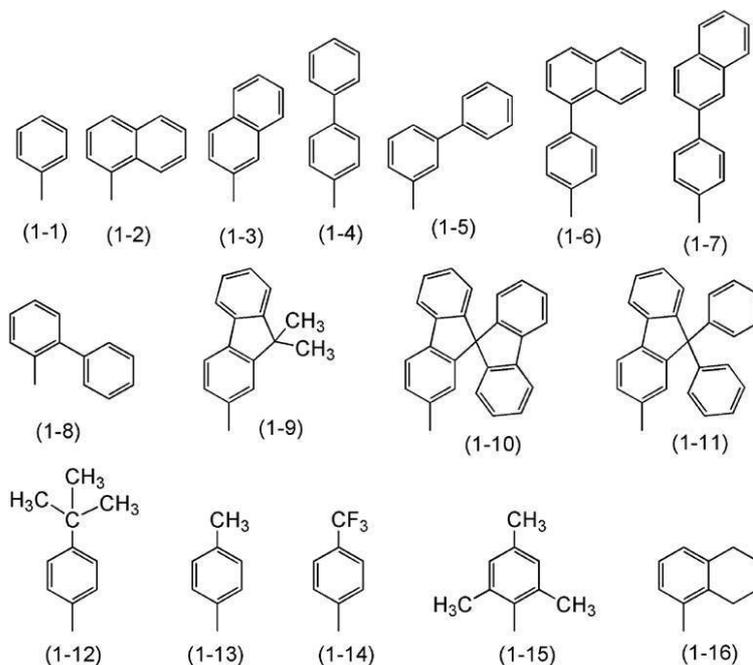
20

【0025】

以下構造式(1-1)乃至(1-16)に、Ar¹、Ar²で表される基の具体例を挙げる。

【0026】

【化5】



40

【0027】

50

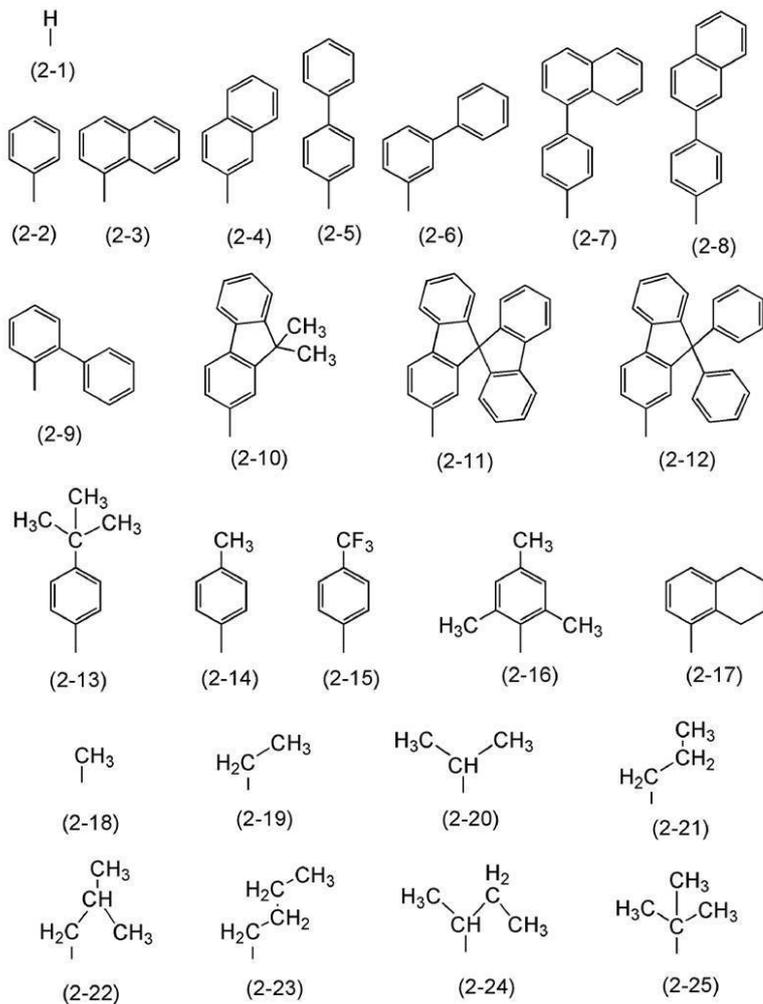
また、式中 R^1 、 R^2 はそれぞれ独立に、水素、炭素数 1 乃至 4 のアルキル基及び環を形成する炭素数が 6 乃至 13 のアリール基の中から選ばれるいずれか一を表す。具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、フェニル基、ナフチル基またはフルオレニル基等である。 R^1 、 R^2 が有する置換基は 1 つであっても、複数であっても良く、また、2 つ以上の置換基が互いに結合して環を形成していても良い。さらに、一つの炭素が 2 つ以上の置換基を有していても良く、その置換基同士が互いに結合していても良い。例えば、2 位でアントラセンに結合しているフルオレニル基の 9 位の炭素が 2 つのフェニル基を有し、その 2 つのフェニル基が互いに結合してスピロ環構造を形成している場合がこれに当たる。

【0028】

以下構造式 (2-1) 乃至 (2-25) に、 R^1 、 R^2 で表される基の具体例を挙げる。

【0029】

【化6】



【0030】

一般式 (G1) で表されるアントラセン誘導体の具体例としては、以下に示す構造式 (1) 乃至 (40) で表されるアントラセン誘導体を例示することができる。但し、本発明はこれに限定されない。

【0031】

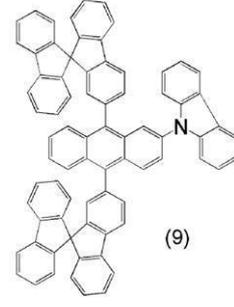
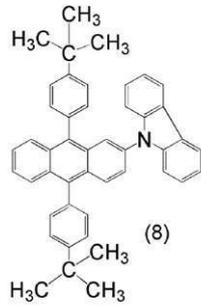
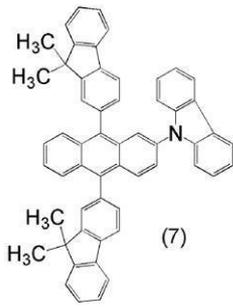
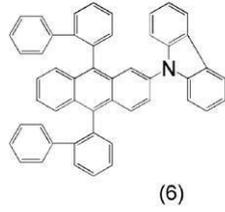
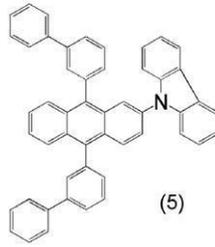
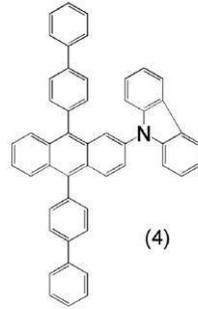
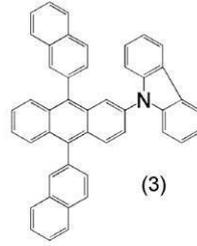
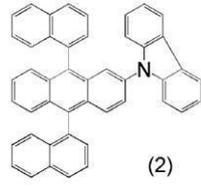
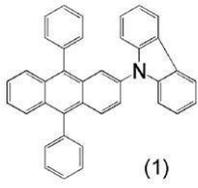
10

20

30

40

【化7】

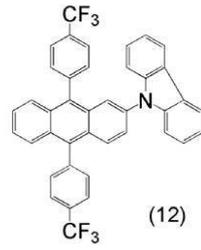
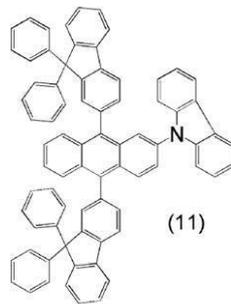
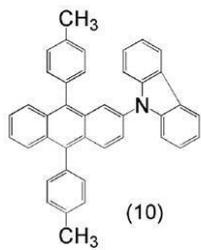


10

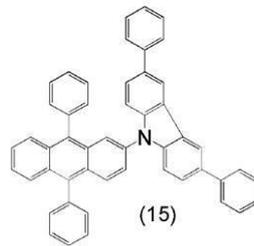
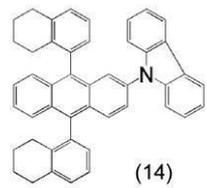
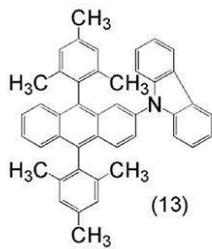
20

【0032】

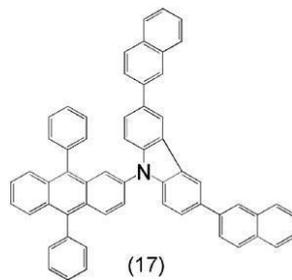
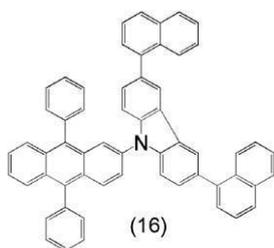
【化8】



30



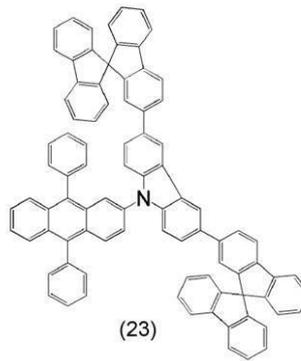
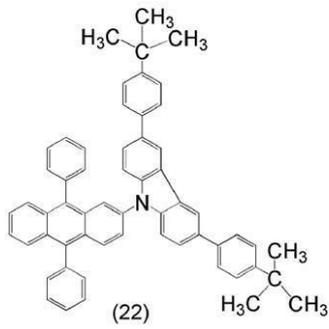
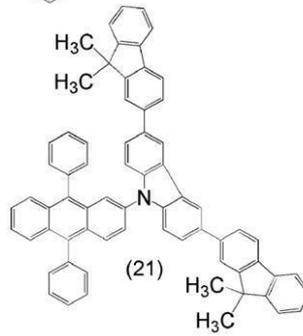
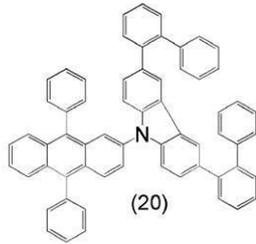
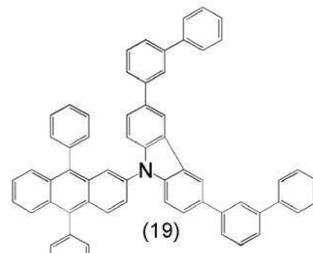
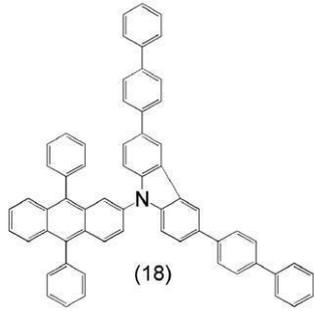
40



【0033】

50

【化9】



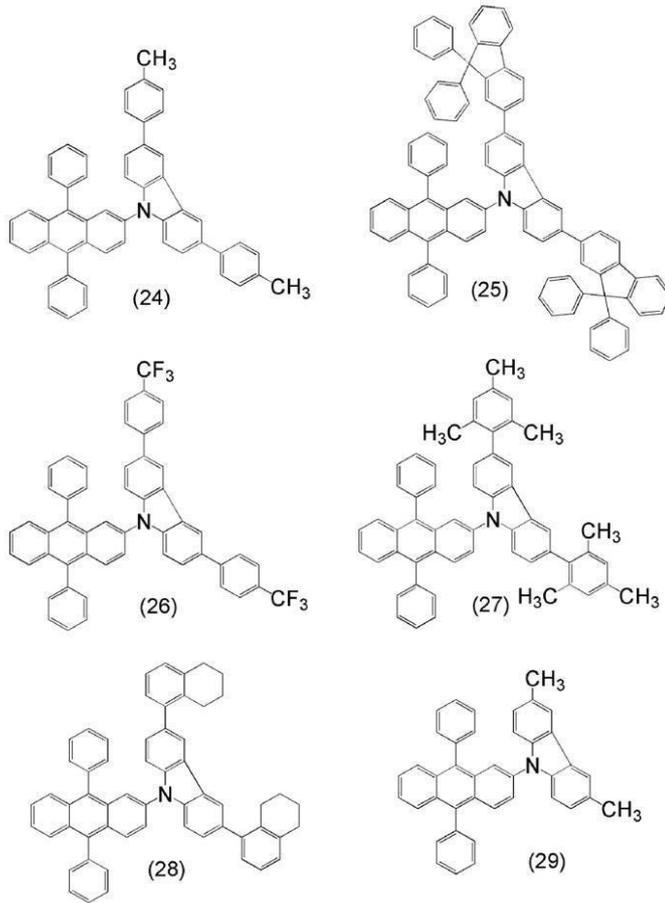
【0034】

10

20

30

【化10】

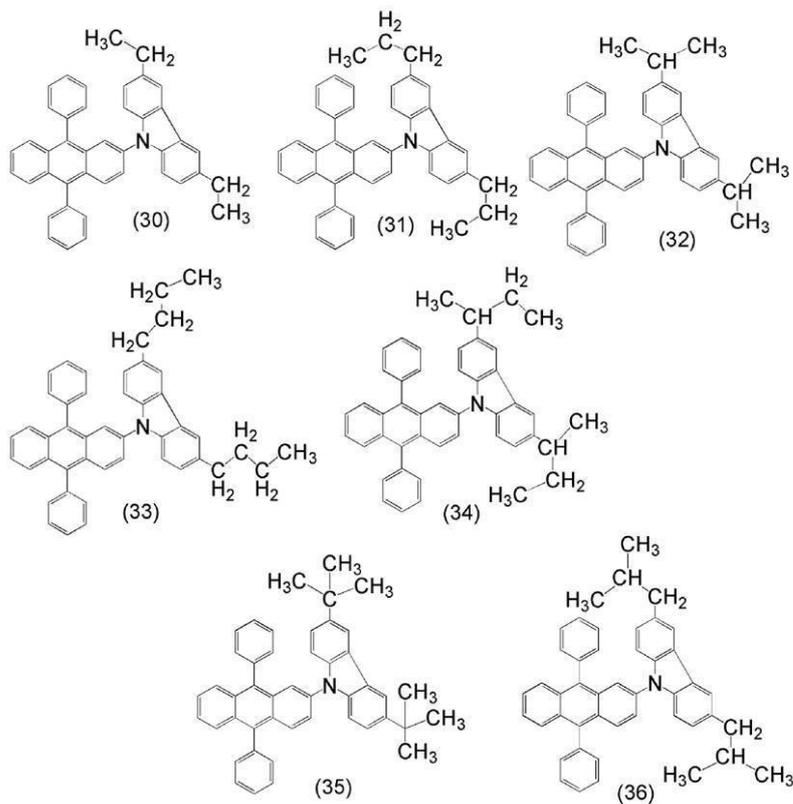


10

20

【0035】

【化11】



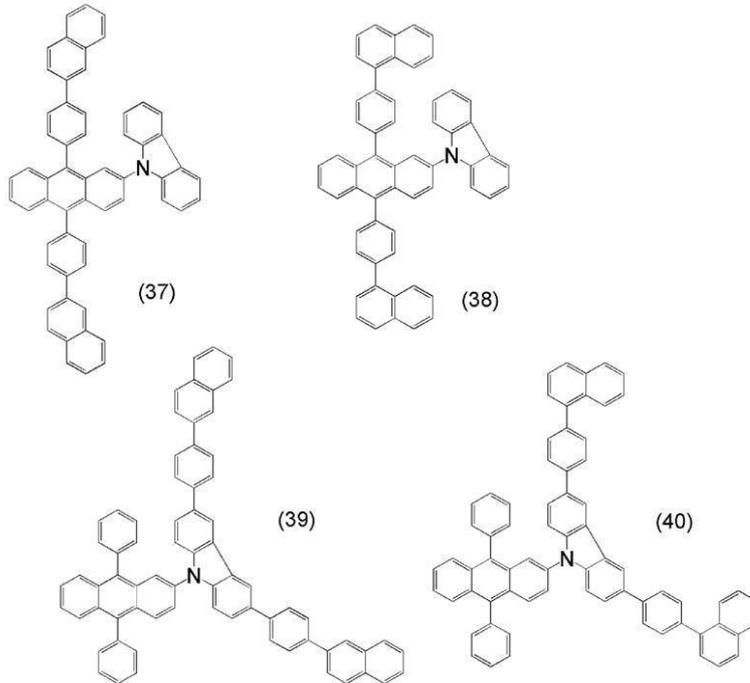
30

40

【0036】

50

【化 1 2】



10

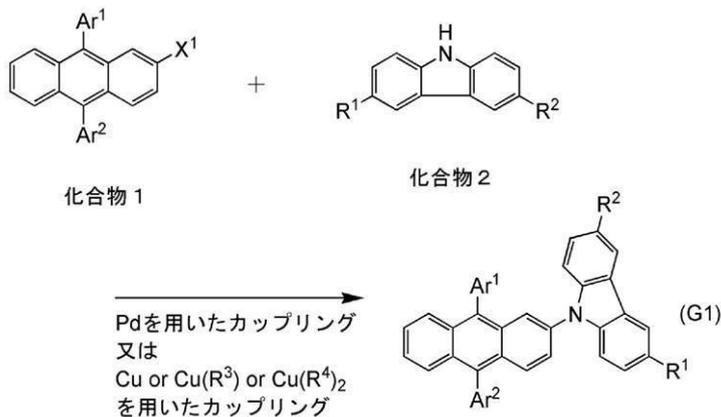
20

【 0 0 3 7】

続いて、本実施の形態のアントラセン誘導体の合成方法について説明する。該アントラセン誘導体の合成スキームを以下に示す。

【 0 0 3 8】

【化 1 3】



30

【 0 0 3 9】

上記一般式 (G1) で表される本実施の形態におけるアントラセン誘導体は、2 - ハロゲン化 - 9, 10 - ジアリアルアントラセン (化合物 1) と、9H - カルバゾール誘導体 (化合物 2) とを、パラジウム触媒を用いたハートウィック・ブッフバルト反応、または、銅や銅化合物を用いたウルマン反応により塩基存在下にてカップリングすることを得ることができる。

40

【 0 0 4 0】

上記反応式において、 Ar^1 、 Ar^2 はそれぞれ独立に、環を形成する炭素数が 6 乃至 13 のアリアル基の中から選ばれるいずれか一を表し、 R^1 、 R^2 はそれぞれ独立に、水素、炭素数 1 乃至 4 のアルキル基及び環を形成する炭素数が 6 乃至 13 のアリアル基の中から選ばれるいずれか一を表す。 Ar^1 、 Ar^2 、 R^1 、 R^2 は置換基を有していても良く、2 つ以上の置換基が互いに結合して環を形成していても良い。また、一つの炭素から 2 つ以上の置換基を有していても良く、その二つの置換基が互いに結合して、スピロ環構

50

造を形成していても良い。X¹ はハロゲン基を表し、ヨウ素、臭素、塩素のいずれかーを表す。

【0041】

上記反応式において、ハートウィック・ブッフバルト反応を行う場合、用いることができるパラジウム触媒としては、ビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウム(0)、酢酸パラジウム(II)等が挙げられるが、用いることができる触媒はこれらに限られるものではない。上記反応式において、用いることができるパラジウム触媒の配位子としては、トリ(tert-ブチル)ホスフィンや、トリ(n-ヘキシル)ホスフィンや、トリ(シクロヘキシル)ホスフィン等が挙げられる。用いることができる配位子はこれらに限られるものではない。

10

【0042】

また、上記反応式において、用いることができる塩基としては、ナトリウム tert-ブトキシド等の有機塩基や、炭酸カリウム等の無機塩基等が挙げられるが、用いることができる塩基はこれらに限られるものではない。

【0043】

また、上記反応式において、用いることができる溶媒としては、トルエン、キシレン、ベンゼン、テトラヒドロフラン等が挙げられる。ただし、用いることができる溶媒はこれらに限られるものではない。

【0044】

上記反応式においてウルマン反応を行う場合について説明する。上記反応式においてR³とR⁴は、ハロゲンやアセチル基等を表し、ハロゲンとしては塩素、臭素、ヨウ素が挙げられる。また、R³がヨウ素であるヨウ化銅(I)、又はR⁴がアセチル基である酢酸銅(II)が好ましい。反応に用いられる銅化合物はこれらに限られるものではない。また、銅化合物の他に銅を用いることができる。

20

【0045】

上記反応式において、用いることができる塩基としては、炭酸カリウム等の無機塩基が挙げられる。用いることができる塩基はこれらに限られるものではない。上記反応式において、用いることができる溶媒としては、1,3-ジメチル-3,4,5,6-テトラヒドロ-2(1H)ピリミジノン(DMPU)、トルエン、キシレン、ベンゼン等が挙げられる。用いることができる溶媒はこれらに限られるものではない。ウルマン反応では、反応温度が100以上の方がより短時間かつ高収率で目的物が得られるため、沸点の高いDMPU、キシレン、トルエンを用いることが好ましい。また、反応温度は150以上より高い温度が更に好ましいため、より好ましくはDMPUを用いる。又、ウルマン反応においては溶媒を用いなくても良く、その場合、反応温度は基質の融点よりも高い温度が好ましい。

30

【0046】

以上のようにして、本実施の形態におけるアントラセン誘導体を合成することができる。

【0047】

以上のような本実施の形態におけるアントラセン誘導体は、大きなエネルギーギャップを有し、青色の発光を呈する発光素子の、発光中心材料や、ホスト材料、また、キャリア輸送材料として非常に好適に用いることができる。

40

【0048】

(実施の形態2)

湿式法は、薄膜の形成材料を溶媒に溶解し、その液状の組成物を被形成領域に付着させ、溶媒を除去し固化させることによって薄膜として形成することを特徴とする方法である。この特徴から、湿式法は材料の利用効率が高い、基板の大型化に対応しやすい等の多くのメリットを有し、生産性向上、低コスト化に大きな威力を発する。しかし、発光素子に用いられる多くの低分子化合物は湿式法によって成膜すると膜質が悪く、真空蒸着法で成膜した膜と同様の使用法で用いることが困難である。また、適当な溶媒に不溶若しくは溶

50

けにくい事も多い。このため、低分子化合物の湿式法での成膜はあまり行われていないのが現状である。

【0049】

ところが、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体は、蒸着法によって膜質の良い膜を形成することができる上、適当な溶媒に可溶であり、スピコートや液滴吐出法などの湿式法によっても良好な膜を成膜することができる。

【0050】

そこで、本実施の形態では、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体を用いた塗布用組成物、及び当該組成物を用いた湿式法による成膜について詳しく説明する。

【0051】

湿式法による成膜は、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体及び溶媒を含む組成物を塗布することによって行う。

【0052】

溶媒としては種々の溶媒を用いることができる。例えば、トルエン、キシレン、メトキシベンゼン（アニソール）、ドデシルベンゼンのような芳香環（例えばベンゼン環）を有する溶媒に溶解させることができる。あるいはドデシルベンゼンとテトラリンとの混合溶媒のように、複数種の溶媒からなる混合溶媒にも溶解させることができる。また、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体は、ジエチルエーテル、酢酸エチル、ジオキサソ、メトキシエタノール、ジメチルスルホキシド（DMSO）、ジメチルホルムアミド（DMF）、クロロホルムなど芳香環を有さない有機溶媒にも溶解させることが可能である。

【0053】

また、当該組成物には、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体の他に別の有機材料が含まれていてもよい。他の有機材料としては、常温で、固体状態である芳香族化合物、もしくはヘテロ芳香族化合物が挙げられる。有機材料としては、低分子化合物や高分子化合物を用いることができる。また、当該組成物に含まれる実施の形態1に記載のアントラセン誘導体以外の有機化合物として低分子化合物を用いる場合には、溶媒への溶解性を高める置換基を有している低分子化合物（中分子化合物と呼んでもよい）を用いることが好ましい。

【0054】

また、当該組成物には成膜した膜の性質を向上させるためのバインダーが含まれていてもよい。バインダーとしては、電気的に不活性な高分子化合物を用いることが好ましい。具体的には、ポリメチルメタクリレート（略称：PMMA）や、ポリイミドなどを用いることができる。

【0055】

当該組成物を用いた成膜方法としては、スピコート法、ロールコート法、スプレー法、キャスト法、ディップ法、液滴吐出（噴出）法（インクジェット法）、ディスペンサ法、各種印刷法（スクリーン（孔版）印刷、オフセット（平版）印刷、凸版印刷やグラビア（凹版）印刷など所望なパターンで形成される方法）などを用いることができる。なお、液状の組成物を用いて成膜が可能な方法であれば上記に限定されず、本発明の組成物を用いて膜を形成することができる。なお、本明細書において湿式法により形成される膜は、その形成条件によっては非常に薄膜である場合があり、一部非連続的な島状構造であるなど、膜として形態を保っていないものも含むものとする。

【0056】

湿式法は、大気圧下で行うことができるため、真空装置などにかかる設備を軽減することができる。さらに、真空装置を用いずとも良いことから、真空チャンバーの大きさに処理基板の大きさが制限されず、基板の大型化にも対応できる。また、プロセス温度の側面から見ると、組成物中の溶媒を除去する程度の温度の加熱処理が必要なだけであるので、高い加熱処理では分解や変質、変形が生じてしまう基板、材料も用いることができる。

【0057】

また、流動性を有する液状の組成物を用いて形成するために、材料の混合が容易であり

10

20

30

40

50

、例えば組成物に複数のドーパントを添加することによって、得られる発光色を制御することができる。また、被形成領域に対する被覆性もよい。

【0058】

また、所望のパターンに組成物を吐出できる液滴吐出法や、組成物を所望のパターンに転写、または描写できる印刷法などは、選択的に薄膜を形成することができるので、材料のロスを防ぎ有効利用することができるため、生産コストを低減することができる。さらに、フォトリソグラフィ工程による薄膜の形状加工が不要となるため、工程が簡略化し、生産性が向上するという効果もある。

【0059】

本実施の形態のアントラセン誘導体を溶媒に溶解した組成物を用いて湿式法により作製した薄膜は、膜に欠陥等のない良好な膜質とすることができる。従ってそのような組成物及び薄膜を用いて信頼性の高い発光素子（デバイス）を作製することができる。

10

【0060】

本実施の形態は湿式法を用いて薄膜及び発光素子を作製するため、材料の利用効率がよく、大型の真空装置などの高価な設備を軽減することができるため、低コスト化、高生産性を達成することができる。従って、高信頼性の発光装置および電子機器も低コストで生産性よく得ることができる。

【0061】

（実施の形態3）

実施の形態1に記載のアントラセン誘導体を用いた発光素子の一態様について図1（A）を用いて以下に説明する。

20

【0062】

本実施の形態における発光素子は、一对の電極間に複数の層を有する。本形態において、発光素子は、第1の電極102と、第2の電極104と、第1の電極102と第2の電極との間に設けられたEL層103とから構成されている。なお、本形態では第1の電極102は陽極として機能し、第2の電極104は陰極として機能するものとして、以下説明をする。つまり、第1の電極102の方が第2の電極104よりも電位が高くなるように、第1の電極102と第2の電極104に電圧を印加したときに、発光が得られる構成となっている。

【0063】

基板101は発光素子の支持体として用いられる。基板101としては、例えばガラス、またはプラスチックなどを用いることができる。なお、発光素子の支持体として機能するものであれば、これら以外のものでもよい。

30

【0064】

第1の電極102としては、仕事関数の大きい（具体的には4.0eV以上）金属、合金、導電性化合物、およびこれらの混合物などを用いることが好ましい。具体的には、例えば、酸化インジウム - 酸化スズ（ITO：Indium Tin Oxide）、ケイ素若しくは酸化ケイ素を含有した酸化インジウム - 酸化スズ、酸化インジウム - 酸化亜鉛（IZO：Indium Zinc Oxide）、酸化タングステン及び酸化亜鉛を含有した酸化インジウム（IWZO）等が挙げられる。これらの導電性金属酸化物膜は、通常スパッタにより成膜されるが、ゾル - ゲル法などを応用して作製しても構わない。例えば、酸化インジウム - 酸化亜鉛（IZO）は、酸化インジウムに対し1～20wt%の酸化亜鉛を加えたターゲットを用いてスパッタリング法により形成することができる。また、酸化タングステン及び酸化亜鉛を含有した酸化インジウム（IWZO）は、酸化インジウムに対し酸化タングステンを0.5～5wt%、酸化亜鉛を0.1～1wt%含有したターゲットを用いてスパッタリング法により形成することができる。この他、金（Au）、白金（Pt）、ニッケル（Ni）、タングステン（W）、クロム（Cr）、モリブデン（Mo）、鉄（Fe）、コバルト（Co）、銅（Cu）、パラジウム（Pd）、または金属材料の窒化物（例えば、窒化チタン）等が挙げられる。

40

【0065】

50

EL層103の積層構造については特に限定されず、電子輸送性の高い物質を含む層または正孔輸送性の高い物質を含む層、電子注入性の高い物質を含む層、正孔注入性の高い物質を含む層、バイポーラ性（電子及び正孔の輸送性の高い物質）の物質を含む層等と、実施の形態1で示した本発明のアントラセン誘導体を含む層を適宜組み合わせる構成すればよい。例えば、正孔注入層、正孔輸送層、発光層、電子輸送層、電子注入層等を適宜組み合わせる構成することができる。本実施の形態では、EL層103が、第1の電極102の上に順に積層した正孔注入層111、正孔輸送層112、発光層113、電子輸送層114を有する構成について説明する。各層を構成する材料について以下に具体的に示す。

【0066】

正孔注入層111は、正孔注入性の高い物質を含む層である。モリブデン酸化物やバナジウム酸化物、ルテニウム酸化物、タングステン酸化物、マンガン酸化物等を用いることができる。この他、フタロシアニン（略称：H₂Pc）や銅フタロシアニン（CuPC）等のフタロシアニン系の化合物、4,4'-ビス[N-(4-ジフェニルアミノフェニル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル（略称：DPAB）、4,4'-ビス(N-{4-[N-(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ]フェニル}-N-フェニルアミノ)ビフェニル（略称：DNTPD）等の芳香族アミン化合物、或いはポリ(エチレンジオキシチオフェン)/ポリ(スチレンスルホン酸)(PEDOT/PSS)等の高分子等によっても正孔注入層111を形成することができる。

【0067】

また、正孔注入層111として、正孔輸送性の高い物質にアクセプター性物質を含有させた複合材料を用いることができる。なお、正孔輸送性の高い物質にアクセプター性物質を含有させたものを用いることにより、電極の仕事関数に依らず電極を形成する材料を選ぶことができる。つまり、第1の電極102として仕事関数の大きい材料だけでなく、仕事関数の小さい材料を用いることができる。アクセプター性物質としては、7,7,8,8-テトラシアノ-2,3,5,6-テトラフルオロキノジメタン（略称：F₄-TCNQ）、クロラニル等を挙げることができる。また、遷移金属酸化物を挙げることができる。また元素周期表における第4族乃至第8族に属する金属の酸化物を挙げることができる。具体的には、酸化バナジウム、酸化ニオブ、酸化タンタル、酸化クロム、酸化モリブデン、酸化タングステン、酸化マンガン、酸化レニウムは電子受容性が高いため好ましい。中でも特に、酸化モリブデンは大気中でも安定であり、吸湿性が低く、扱いやすいため好ましい。

【0068】

複合材料に用いる正孔輸送性の高い物質としては、芳香族アミン化合物、カルバゾール誘導体、芳香族炭化水素、高分子化合物（オリゴマー、 dendリマー、ポリマー等）など、種々の化合物を用いることができる。なお、複合材料に用いる有機化合物としては、正孔輸送性の高い有機化合物であることが好ましい。具体的には、 $10^{-6} \text{ cm}^2 / \text{Vs}$ 以上の正孔移動度を有する物質であることが好ましい。但し、電子よりも正孔の輸送性の高い物質であれば、これら以外のものを用いてもよい。以下では、複合材料に用いることのできる有機化合物を具体的に列挙する。

【0069】

例えば、芳香族アミン化合物としては、N,N'-ジ(p-トリル)-N,N'-ジフェニル-p-フェニレンジアミン（略称：DTDPPA）、4,4'-ビス[N-(4-ジフェニルアミノフェニル)-N-フェニルアミノ]ビフェニル（略称：DPAB）、4,4'-ビス(N-{4-[N-(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ]フェニル}-N-フェニルアミノ)ビフェニル（略称：DNTPD）、1,3,5-トリス[N-(4-ジフェニルアミノフェニル)-N-フェニルアミノ]ベンゼン（略称：DPA3B）等を挙げることができる。

【0070】

複合材料に用いることのできるカルバゾール誘導体としては、具体的には、3-[N-

10

20

30

40

50

(9 - フェニルカルバゾール - 3 - イル) - N - フェニルアミノ] - 9 - フェニルカルバゾール (略称 : PCzPCA1)、3, 6 - ビス [N - (9 - フェニルカルバゾール - 3 - イル) - N - フェニルアミノ] - 9 - フェニルカルバゾール (略称 : PCzPCA2)、3 - [N - (1 - ナフチル) - N - (9 - フェニルカルバゾール - 3 - イル) アミノ] - 9 - フェニルカルバゾール (略称 : PCzPCN1) 等を挙げることができる。

【 0071 】

また、複合材料に用いることのできるカルバゾール誘導体としては、他に、4, 4' - ジ (N - カルバゾリル) ビフェニル (略称 : CBP)、1, 3, 5 - トリス [4 - (N - カルバゾリル) フェニル] ベンゼン (略称 : TCPB)、9 - [4 - (10 - フェニル - 9 - アントリル) フェニル] - 9H - カルバゾール (略称 : CzPA)、1, 4 - ビス [4 - (N - カルバゾリル) フェニル] - 2, 3, 5, 6 - テトラフェニルベンゼン等を用いることができる。

10

【 0072 】

また、複合材料に用いることのできる芳香族炭化水素としては、例えば、2 - tert - ブチル - 9, 10 - ジ (2 - ナフチル) アントラセン (略称 : t - BuDNA)、2 - tert - ブチル - 9, 10 - ジ (1 - ナフチル) アントラセン、9, 10 - ビス (3, 5 - ジフェニルフェニル) アントラセン (略称 : DPPA)、2 - tert - ブチル - 9, 10 - ビス (4 - フェニルフェニル) アントラセン (略称 : t - BuDBA)、9, 10 - ジ (2 - ナフチル) アントラセン (略称 : DNA)、9, 10 - ジフェニルアントラセン (略称 : DPAnth)、2 - tert - ブチルアントラセン (略称 : t - BuAnth)、9, 10 - ビス (4 - メチル - 1 - ナフチル) アントラセン (略称 : DMNA)、2 - tert - ブチル - 9, 10 - ビス [2 - (1 - ナフチル) フェニル] アントラセン、9, 10 - ビス [2 - (1 - ナフチル) フェニル] アントラセン、2, 3, 6, 7 - テトラメチル - 9, 10 - ジ (1 - ナフチル) アントラセン、2, 3, 6, 7 - テトラメチル - 9, 10 - ジ (2 - ナフチル) アントラセン、9, 9' - ビアントリル、10, 10' - ジフェニル - 9, 9' - ビアントリル、10, 10' - ビス (2 - フェニルフェニル) - 9, 9' - ビアントリル、10, 10' - ビス [(2, 3, 4, 5, 6 - ペンタフェニル) フェニル] - 9, 9' - ビアントリル、アントラセン、テトラセン、ルブレン、ペリレン、2, 5, 8, 11 - テトラ (tert - ブチル) ペリレン等が挙げられる。また、この他、ペンタセン、コロネン等も用いることができる。このように、 1×10^{-6} cm² / Vs 以上の正孔移動度を有し、炭素数 14 ~ 42 である芳香族炭化水素を用いることがより好ましい。

20

30

【 0073 】

なお、複合材料に用いることのできる芳香族炭化水素は、ビニル骨格を有していてもよい。ビニル基を有している芳香族炭化水素としては、例えば、4, 4' - ビス (2, 2 - ジフェニルビニル) ビフェニル (略称 : DPVBi)、9, 10 - ビス [4 - (2, 2 - ジフェニルビニル) フェニル] アントラセン (略称 : DPVPA) 等が挙げられる。

【 0074 】

また、ポリ (N - ビニルカルバゾール) (略称 : PVK) やポリ (4 - ビニルトリフェニルアミン) (略称 : PVTPA)、ポリ [N - (4 - { N' - [4 - (4 - ジフェニルアミノ) フェニル] フェニル - N' - フェニルアミノ } フェニル) メタクリルアミド] (略称 : PTPDMA) ポリ [N, N' - ビス (4 - プチルフェニル) - N, N' - ビス (フェニル) ベンジジン] (略称 : Poly - TPD) 等の高分子化合物を用いることもできる。

40

【 0075 】

正孔輸送層 112 は、正孔輸送性の高い物質を含む層である。正孔輸送性の高い物質としては、例えば、4, 4' - ビス [N - (1 - ナフチル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル (略称 : NPB) や N, N' - ビス (3 - メチルフェニル) - N, N' - ジフェニル - [1, 1' - ビフェニル] - 4, 4' - ジアミン (略称 : TPD)、4, 4', 4'' - トリス (N, N - ジフェニルアミノ) トリフェニルアミン (略称 : TDATA)、4,

50

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 (略称 : M T D A T A)、4, 4' - ビス [N - (スピロ - 9, 9' - ビフルオレン - 2 - イル) - N - フェニルアミノ] ビフェニル (略称 : B S P B) などの芳香族アミン化合物等を用いることができる。ここに述べた物質は、主に $10^{-6} \text{ cm}^2 / \text{Vs}$ 以上の正孔移動度を有する物質である。但し、電子よりも正孔の輸送性の高い物質であれば、これら以外のものを用いてもよい。なお、正孔輸送性の高い物質を含む層は、単層のものだけでなく、上記物質からなる層が二層以上積層したものとしてもよい。

【 0 0 7 6 】

また、正孔輸送層 1 1 2 として、ポリ (N - ビニルカルバゾール) (略称 : P V K) やポリ (4 - ビニルトリフェニルアミン) (略称 : P V T P A) 等の高分子化合物を用いることもできる。

10

【 0 0 7 7 】

なお、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を正孔輸送層として用いても良い。

【 0 0 7 8 】

発光層 1 1 3 は、発光性の物質を含む層である。本実施の形態では、発光層 1 1 3 は実施の形態 1 で示したアントラセン誘導体を主構成成分として含む層である。本発明のアントラセン誘導体は、青色の発光を示すため、発光性物質として発光素子に好適に用いることができる。

【 0 0 7 9 】

電子輸送層 1 1 4 は、電子輸送性の高い物質を含む層である。例えば、トリス (8 - キノリノラト) アルミニウム (略称 : A l q)、トリス (4 - メチル - 8 - キノリノラト) アルミニウム (略称 : A l m q ₃)、ビス (1 0 - ヒドロキシベンゾ [h] キノリナト) ベリリウム (略称 : B e B q ₂)、ビス (2 - メチル - 8 - キノリノラト) (4 - フェニルフェノラト) アルミニウム (略称 : B A l q) など、キノリン骨格またはベンゾキノリン骨格を有する金属錯体等からなる層である。また、この他ビス [2 - (2 - ヒドロキシフェニル) ベンゾオキサゾラト] 亜鉛 (略称 : Z n (B O X) ₂)、ビス [2 - (2 - ヒドロキシフェニル) ベンゾチアゾラト] 亜鉛 (略称 : Z n (B T Z) ₂) などのオキサゾール系、チアゾール系配位子を有する金属錯体なども用いることができる。さらに、金属錯体以外にも、2 - (4 - ビフェニリル) - 5 - (4 - tert - ブチルフェニル) - 1, 3, 4 - オキサジアゾール (略称 : P B D) や、1, 3 - ビス [5 - (p - tert -

20

30

【 0 0 8 0 】

なお、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を電子輸送層の材料として用いても良い。

40

【 0 0 8 1 】

また、電子輸送層は、単層のものだけでなく、上記物質からなる層が二層以上積層したものとしてもよい。

【 0 0 8 2 】

また、電子輸送層 1 1 4 と発光層 1 1 3 との間に電子キャリアの移動を制御する層を設けても良い。これは上述したような電子輸送性の高い材料に、電子トラップ性の高い物質を少量添加した層であって、電子キャリアの移動を抑制することによって、キャリアバランスを調節することが可能となる。このような構成は、発光層を電子が突き抜けてしまうことにより発生する問題 (例えば素子寿命の低下) の抑制に大きな効果を発揮する。

【 0 0 8 3 】

50

また、第2の電極104に接して電子注入層115を設けてもよい。電子注入層としては、フッ化リチウム(LiF)、フッ化セシウム(CsF)、フッ化カルシウム(CaF₂)等のようなアルカリ金属又はアルカリ土類金属又はそれらの化合物を用いることができる。例えば、電子輸送性を有する物質からなる層中にアルカリ金属又はアルカリ土類金属又はそれらの化合物を含有させたもの、例えばAlq中にマグネシウム(Mg)を含有させたもの等を用いることができる。なお、電子注入層として、電子輸送性を有する物質からなる層中にアルカリ金属又はアルカリ土類金属を含有させたものを用いることは、第2の電極104からの電子注入が効率良く行われるためより好ましい構成である。

【0084】

第2の電極104を形成する物質としては、仕事関数の小さい(具体的には3.8eV以下)金属、合金、電気伝導性化合物、およびこれらの混合物などを用いることができる。このような陰極材料の具体例としては、元素周期表の第1族または第2族に属する元素、すなわちリチウム(Li)やセシウム(Cs)等のアルカリ金属、およびマグネシウム(Mg)、カルシウム(Ca)、ストロンチウム(Sr)等のアルカリ土類金属、およびこれらを含む合金(MgAg、AlLi)、ユウロピウム(Eu)、イッテルビウム(Yb)等の希土類金属およびこれらを含む合金等が挙げられる。しかしながら、第2の電極104と電子輸送層との間に、電子注入層を設けることにより、仕事関数の大小に関わらず、Al、Ag、ITO、ケイ素若しくは酸化ケイ素を含有した酸化インジウム-酸化スズ等様々な導電性材料を第2の電極104として用いることができる。これら導電性材料は、スパッタリング法やインクジェット法、スピンコート法等を用いて成膜することが可能である。

【0085】

また、EL層103の形成方法としては、乾式法、湿式法を問わず、種々の方法を用いることができる。例えば、真空蒸着法、インクジェット法またはスピンコート法など用いても構わない。また各電極または各層ごとに異なる成膜方法を用いて形成しても構わない。

【0086】

特に、発光層113は実施の形態1に記載のアントラセン誘導体が、湿式法によっても良好な膜を形成することが可能であることから、湿式法によって形成することも好ましい構成である。湿式法を利用して成膜を行う場合、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体と溶剤とを少なくとも含む組成物を実施の形態2で説明したような方法で塗布し成膜する。湿式法による成膜を用いることによって、材料の利用効率向上などの効果があるため、生産コストを低減することが可能となる。なお、湿式法により成膜する場合は、溶媒を用いるために、膜の被形成面である下層の薄膜がその溶媒によって溶解しにくい材料の組み合わせを用いることが好ましい。

【0087】

電極についても、ゾル-ゲル法や、金属材料のペーストを用いて湿式法で形成してもよい。また、スパッタリング法や真空蒸着法などの乾式法を用いて形成しても良い。

【0088】

以上のような構成を有する本発明の発光素子は、第1の電極102と第2の電極104との間に生じた電位差により電流が流れ、発光性の高い物質を含む層である発光層113において正孔と電子とが再結合し、発光するものである。つまり発光層113に発光領域が形成されるような構成となっている。

【0089】

発光は、第1の電極102または第2の電極104のいずれか一方または両方を通して外部に取り出される。従って、第1の電極102または第2の電極104のいずれか一方または両方は、透光性を有する電極で成る。第1の電極102のみが透光性を有する電極である場合、発光は第1の電極102を通して基板側から取り出される。また、第2の電極104のみが透光性を有する電極である場合、発光は第2の電極104を通して基板と逆側から取り出される。第1の電極102および第2の電極104がいずれも透光性を有

10

20

30

40

50

する電極である場合、発光は第1の電極102および第2の電極104を通過して、基板側および基板と逆側の両方から取り出される。

【0090】

なお、第1の電極102と第2の電極104との間に設けられる層の構成は、上記のものには限定されない。しかし、発光領域と電極やキャリア注入層に用いられる金属とが近接することによって生じる消光が抑制されるように、第1の電極102および第2の電極104から離れた部位に正孔と電子とが再結合する発光領域を設けた構成が好ましい。また、層の積層順もこれに限定されず、基板側から第2の電極、電子注入層、電子輸送層、発光層、正孔輸送層、正孔注入層、第1の電極といった、図1とは反対の順番に積層された積層構造であっても良い。

10

【0091】

また、直接発光層に接する正孔輸送層や電子輸送層、特に発光層113における発光領域に近い方に接するキャリア輸送層は、そのエネルギーギャップが発光層に含まれる本発明のアントラセン誘導体が有するエネルギーギャップより大きいエネルギーギャップを有する物質で構成することが好ましい。

【0092】

本実施の形態においては、ガラス、プラスチックなどからなる基板上に発光素子を作製している。一基板上にこのような発光素子を複数作製することで、パッシブマトリクス型の発光装置を作製することができる。また、ガラス、プラスチックなどからなる基板上に、例えば薄膜トランジスタ(TFT)を形成し、TFTと電氣的に接続された電極上に発光素子を作製してもよい。これにより、TFTによって発光素子の駆動を制御するアクティブマトリクス型の発光装置を作製できる。なお、TFTの構造は、特に限定されない。スタガ型のTFTでもよいし逆スタガ型のTFTでもよい。また、TFTに用いる半導体の結晶性についても特に限定されず、非晶質半導体を用いてもよいし、結晶性半導体を用いてもよい。また、TFT基板に形成される駆動回路についても、N型およびP型のTFTからなるものでもよいし、若しくはN型のTFTまたはP型のTFTのいずれか一方からのみなるものであってもよい。

20

【0093】

本発明のアントラセン誘導体は、エネルギーギャップが大きいため、青色発光として十分に波長の短い、色純度の高い発光素子を得ることができる。

30

【0094】

(実施の形態4)

本実施の形態では、実施の形態2で示した構成と異なる構成の発光素子について説明する。

【0095】

実施の形態2で示した発光層113を、本発明のアントラセン誘導体を他の物質(ホスト材料とも言う)に分散させた構成とすることで、本発明のアントラセン誘導体からの発光を得ることができる。本発明のアントラセン誘導体は青色の発光を示すため、青色の発光を示す発光素子を得ることができる。

【0096】

ここで、本発明のアントラセン誘導体を分散させるホスト材料としては、種々の材料を用いることができ、実施の形態2で述べた正孔輸送の高い物質や電子輸送性の高い物質の他、4,4'-ジ(N-カルバゾリル)-ビフェニル(略称:CBP)や、2,2',2''-(1,3,5-ベンゼントリ-イル)-トリス[1-フェニル-1H-ベンゾイミダゾール](略称:TPBI)、9,10-ジ(2-ナフチル)アントラセン(略称:DNA)、2-tert-ブチル-9,10-ジ(2-ナフチル)アントラセン(略称:t-BuDNA)などが挙げられる。なお、ホスト材料としては、用いる本発明のアントラセン誘導体のエネルギーギャップより大きいエネルギーギャップを有する物質を用いることが好ましい。

40

【0097】

50

なお、発光層 1 1 3 は 2 層以上の複数層でもって構成することもできる。例えば、第 1 の発光層と第 2 の発光層を正孔輸送層側から順に積層して発光層 1 1 3 とする場合、第 1 の発光層のホスト材料として正孔輸送性を有する物質を用い、第 2 の発光層のホスト材料として電子輸送性を有する物質を用いる構成などがある。

【 0 0 9 8 】

本発明のアントラセン誘導体は、エネルギーギャップが大きいため、青色発光として十分に波長の短い、良好な青色の発光を呈する発光素子を得ることができる。

【 0 0 9 9 】

なお、発光層 1 1 3 以外の構成は、実施の形態 2 に示した構成を適宜用いることができる。

10

【 0 1 0 0 】

(実施の形態 5)

本実施の形態では、実施の形態 3 又は実施の形態 4 で示した構成と異なる構成の発光素子について説明する。

【 0 1 0 1 】

実施の形態 3 で示した発光層 1 1 3 を、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体に発光性の物質を分散させた構成とすることで、発光性の物質からの発光を得る構成、即ち、本発明のアントラセン誘導体を発光層 1 1 3 のホスト材料として用いる構成を説明する。

【 0 1 0 2 】

実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体は大きなエネルギーギャップを有するため、他の発光物質も有効に励起、発光させることができ、ホスト材料として好適に用いることができ、当該発光物質に起因した発光を得ることが可能である。

20

【 0 1 0 3 】

このように、本発明のアントラセン誘導体を、発光層において他の発光性物質を分散させるホスト材料として用いる場合、発光性物質に起因した発光色を得ることができる。そのため、所望の色の発光を得ることが容易な発光素子とすることができる。このことから、色純度の高い発光を呈する発光素子を得ることも容易となる。

【 0 1 0 4 】

また、本発明のアントラセン誘導体に起因した発光色と、アントラセン誘導体中に分散されている発光性物質に起因した発光色との混色の発光色を得ることもできる。

30

【 0 1 0 5 】

発光素子は真空蒸着法により形成することができるが、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体が、湿式法によっても良好な膜を形成することが可能であることから、湿式法によって形成することも好ましい構成である。湿式法を利用して成膜を行う場合、実施の形態 2 に記載の組成物を塗布し成膜する。湿式法による成膜を用いることによって、材料の利用効率向上などの効果があるため、生産コストを低減することが可能となる。また、当該組成物が液状であることから、組成物中に他の物質（ここでは発光中心となる発光性物質）を分散させることが容易であり、複数種の発光性物質を分散させることも容易に実現できる。なお、湿式法により成膜する場合は、溶媒を用いるために、被形成面である下層の薄膜がその溶媒によって溶解しにくい材料の組み合わせを用いることが好ましい。

40

【 0 1 0 6 】

ここで、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体もしくは当該アントラセン誘導体と溶剤とを少なくとも含む組成物に分散させる発光性物質としては、種々の材料を用いることができる。具体的には、4 - (ジシアノメチレン) - 2 - メチル - 6 - (p - ジメチルアミノスチリル) - 4 H - ピラン (略称: D C M 1)、4 - (ジシアノメチレン) - 2 - メチル - 6 - (ジユロリジン - 4 - イル - ビニル) - 4 H - ピラン (略称: D C M 2)、N, N - ジメチルキナクリドン (略称: D M Q d)、9, 10 - ジフェニルアントラセン (略称: D P A)、5, 12 - ジフェニルテトラセン (略称: D P T)、クマリン 6、ペリレン、ルブレンなどの蛍光を発光する蛍光発光性物質を用いることができる。また、ビス (2 - フェニルベンゾチアゾラト - N, C²) イリジウム (I I I) アセチルアセト

50

ナート（略称： $\text{Ir}(\text{bt})_2(\text{acac})$ ）、トリス（2-フェニルキノリナト-N, C2'）イリジウム（III）（略称： $\text{Ir}(\text{pq})_3$ ）、ビス（2-フェニルキノリナト-N, C2'）イリジウム（III）アセチルアセトナート（略称： $\text{Ir}(\text{pq})_2(\text{acac})$ ）、ビス[2-(2'-ベンゾ[4,5-]チエニル)ピリジナト-N, C3']イリジウム（III）アセチルアセトナート（略称： $\text{Ir}(\text{btp})_2(\text{acac})$ ）、ビス（1-フェニルイソキノリナト-N, C2'）イリジウム（III）アセチルアセトナート（略称： $\text{Ir}(\text{piq})_2(\text{acac})$ ）、（アセチルアセトナート）ビス[2,3-ビス（4-フルオロフェニル）キノキサリナト]イリジウム（III）（略称： $\text{Ir}(\text{Fdpq})_2(\text{acac})$ ）、2,3,7,8,12,13,17,18-オクタエチル-21H,23H-ポルフィリン白金（I）（略称： PtOEP ）などの燐光を
10
発光する燐光発光性物質を用いることができる。分散させる発光物質として、燐光発光性物質を用いる場合には、燐光性発光物質の発光スペクトルのピークが560nm以上700nm以下であることが好ましい。また、蛍光発光性物質を用いる場合には、発光スペクトルのピークが450nm以上700nm以下であることが好ましい。

【0107】

なお、発光層113以外は、実施の形態3に示した構成を適宜用いることができる。

【0108】

（実施の形態6）

本実施の形態は、複数の発光ユニットを積層した構成の発光素子（以下、積層型素子ともいう）の態様について、図1（B）を参照して説明する。この発光素子は、第1の電極
20
と第2の電極との間に、複数の発光ユニットを有する発光素子である。発光ユニットとしては、実施の形態3乃至実施の形態5で示したEL層103と同様な構成を用いることができる。つまり、実施の形態3乃至実施の形態5で示した発光素子は、1つの発光ユニットを有する発光素子であり、本実施の形態では、複数の発光ユニットを有する発光素子
ということができる。

【0109】

図1（B）において、第1の電極501と第2の電極502との間には、第1の発光ユニット511と第2の発光ユニット512が積層されており、第1の発光ユニット511
30
と第2の発光ユニット512との間には電荷発生層513が設けられている。第1の電極501と第2の電極502はそれぞれ実施の形態3における第1の電極102と第2の電極104に相当し、実施の形態3で説明したものと同様なものを適用することができる。また、第1の発光ユニット511と第2の発光ユニット512は同じ構成であっても異なる構成であってもよい。

【0110】

電荷発生層513には、有機化合物と金属酸化物の複合材料が含まれている。この有機化合物と金属酸化物の複合材料は、実施の形態3で示した複合材料であり、有機化合物とバナジウム酸化物やモリブデン酸化物やタングステン酸化物等の金属酸化物を含む。有機化合物としては、芳香族アミン化合物、カルバゾール誘導体、芳香族炭化水素、高分子化合物（オリゴマー、 dendriマー、ポリマー等）など、種々の化合物を用いることができる。なお、有機化合物としては、正孔輸送性有機化合物として正孔移動度が $10^{-6} \text{cm}^2/\text{Vs}$
40
以上であるものを適用することが好ましい。但し、電子よりも正孔の輸送性の高い物質であれば、これら以外のものを用いてもよい。有機化合物と金属酸化物の複合体は、キャリア注入性、キャリア輸送性に優れているため、低電圧駆動、低電流駆動を実現することができる。

【0111】

なお、電荷発生層513は、有機化合物と金属酸化物の複合材料を含む層と他の材料により構成される層を組み合わせ形成してもよい。例えば、有機化合物と金属酸化物の複合材料を含む層と、電子供与性物質の中から選ばれた一の化合物と電子輸送性の高い化合物とを含む層とを組み合わせ形成してもよい。また、有機化合物と金属酸化物の複合材料を含む層と、透明導電膜とを組み合わせ形成してもよい。
50

【 0 1 1 2 】

いずれにしても、第 1 の発光ユニット 5 1 1 と第 2 の発光ユニット 5 1 2 に挟まれる電荷発生層 5 1 3 は、第 1 の電極 5 0 1 と第 2 の電極 5 0 2 に電圧を印加したときに、一方の発光ユニットに電子を注入し、他方の発光ユニットに正孔を注入するものであれば良い。例えば、図 1 (B) において、第 1 の電極の電位の方が第 2 の電極の電位よりも高くなるように電圧を印加した場合、電荷発生層 5 1 3 は、第 1 の発光ユニット 5 1 1 に電子を注入し、第 2 の発光ユニット 5 1 2 に正孔を注入するものであればよい。

【 0 1 1 3 】

本実施の形態では、2つの発光ユニットを有する発光素子について説明したが、同様に、3つ以上の発光ユニットを積層した発光素子についても、同様に適用することが可能である。本実施の形態に係る発光素子のように、一对の電極間に複数の発光ユニットを電荷発生層で仕切って配置することで、電流密度を低く保ったまま、高輝度領域での長寿命素子を実現できる。また、照明を応用例とした場合は、電極材料の抵抗による電圧降下を小さくできるので、大面積での均一発光が可能となる。また、低電圧駆動が可能で消費電力が低い発光装置を実現することができる。

10

【 0 1 1 4 】

また、それぞれの発光ユニットの発光色を異なるものにするすることで、発光素子全体として、所望の色の発光を得ることができる。例えば、2つの発光ユニットを有する発光素子において、第 1 の発光ユニットの発光色と第 2 の発光ユニットの発光色を補色の関係になるようにすることで、発光素子全体として白色発光する発光素子を得ることも可能である。なお、補色とは、混合すると無彩色になる色同士の関係をいう。つまり、補色の関係にある色を発光する物質から得られた光を混合すると、白色発光を得ることができる。また、3つの発光ユニットを有する発光素子の場合でも同様であり、例えば、第 1 の発光ユニットの発光色が赤色であり、第 2 の発光ユニットの発光色が緑色であり、第 3 の発光ユニットの発光色が青色である場合、発光素子全体としては、白色発光を得ることができる。

20

【 0 1 1 5 】

本実施の形態の発光素子は実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を含むことから、当該アントラセン誘導体が含まれる発光ユニットは良好な青色の光、若しくは発光中心物質由来の光を色純度良く得られるため、発光素子全体としての色の調製が容易となる。

【 0 1 1 6 】

なお、本実施の形態は、他の実施の形態と適宜組み合わせることが可能である。

30

【 0 1 1 7 】

(実施の形態 7)

本実施の形態では、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を有機半導体素子の一種である縦型トランジスタ (S I T) の活性層として用いる形態を例示する。

【 0 1 1 8 】

素子の構造としては、図 2 に示すように、本発明のアントラセン誘導体を含む薄膜状の活性層 1 2 0 2 をソース電極 1 2 0 1 およびドレイン電極 1 2 0 3 で挟み、ゲート電極 1 2 0 4 が活性層 1 2 0 2 に埋め込まれた構造を有する。ゲート電極 1 2 0 4 は、ゲート電圧を印加するための手段に電氣的に接続されており、ソース電極 1 2 0 1 およびドレイン電極 1 2 0 3 は、ソース - ドレイン間の電圧を制御するための手段に電氣的に接続されている。

40

【 0 1 1 9 】

このような素子構造において、ゲート電圧を印加しない状態においてソース - ドレイン間に電圧を印加すると、電流が流れる (O N 状態となる) 。そして、その状態でゲート電圧を印加するとゲート電極 1 2 0 4 周辺に空乏層が発生し、電流が流れなくなる (O F F 状態となる) 。以上の機構により、トランジスタとして動作する。

【 0 1 2 0 】

縦型トランジスタにおいては、発光素子と同様、キャリア輸送性と良好な膜質を兼ね備えた材料が活性層に求められるが、本発明のアントラセン誘導体はその条件を十分に満た

50

しており、有用である。

【0121】

(実施の形態8)

本実施の形態では、本発明のアントラセン誘導体を用いて作製された発光装置について説明する。

【0122】

本実施の形態では、本発明のアントラセン誘導体を用いて作製された発光装置について図3を用いて説明する。なお、図3(A)は、発光装置を示す上面図、図3(B)は図3(A)をA-A'およびB-B'で切断した断面図である。この発光装置は、発光素子の発光を制御するものとして、点線で示された駆動回路部(ソース側駆動回路)601、画素部602、駆動回路部(ゲート側駆動回路)603を含んでいる。また、604は封止基板、605はシール材であり、シール材605で囲まれた内側は、空間607になっている。

10

【0123】

なお、引き回し配線608は駆動回路部601及び駆動回路部603に入力される信号を伝送するための配線であり、外部入力端子となるFPC(フレキシブルプリントサーキット)609からビデオ信号、クロック信号、スタート信号、リセット信号等を受け取る。なお、ここではFPCしか図示されていないが、このFPCにはプリント配線基板(PWB)が取り付けられていても良い。本明細書における発光装置には、発光装置本体だけでなく、それにFPCもしくはPWBが取り付けられた状態をも含むものとする。

20

【0124】

次に、断面構造について図3(B)を用いて説明する。素子基板610上には駆動回路部及び画素部が形成されているが、ここでは、駆動回路部601と、画素部602中の一つの画素が示されている。

【0125】

なお、駆動回路部601はnチャネル型TFT623とpチャネル型TFT624とを組み合わせたCMOS回路が形成される。また、駆動回路は、種々のCMOS回路、PMOS回路もしくはNMOS回路で形成しても良い。また、本実施の形態では、基板上に駆動回路を形成したドライバー体型を示すが、必ずしもその必要はなく、駆動回路を基板上ではなく外部に形成することもできる。

30

【0126】

また、画素部602はスイッチング用TFT611と、電流制御用TFT612とそのドレインに電気的に接続された第1の電極613とを含む複数の画素により形成される。なお、第1の電極613の端部を覆って絶縁物614が形成されている。ここでは、ポジ型の感光性アクリル樹脂膜を用いることにより形成する。

【0127】

また、被覆性を良好なものとするため、絶縁物614の上端部または下端部に曲率を有する曲面が形成されるようにする。例えば、絶縁物614の材料としてポジ型の感光性アクリルを用いた場合、絶縁物614の上端部のみに曲率半径(0.2 μ m~3 μ m)を有する曲面を持たせることが好ましい。また、絶縁物614として、光の照射によってエッチャントに不溶解性となるネガ型、或いは光の照射によってエッチャントに溶解性となるポジ型のいずれも使用することができる。

40

【0128】

第1の電極613上には、EL層616、および第2の電極617がそれぞれ形成されている。ここで、陽極として機能する第1の電極613に用いる材料としては、仕事関数の大きい材料を用いることが望ましい。例えば、ITO膜、またはケイ素を含有したインジウム錫酸化物膜、2~20wt%の酸化亜鉛を含む酸化インジウム膜、窒化チタン膜、クロム膜、タングステン膜、Zn膜、Pt膜などの単層膜の他、窒化チタンとアルミニウムを主成分とする膜との積層、窒化チタン膜とアルミニウムを主成分とする膜と窒化チタン膜との3層構造等を用いることができる。なお、積層構造とすると、配線としての抵抗

50

も低く、良好なオーミックコンタクトがとれ、さらに陽極として機能させることができる。

【0129】

また、EL層616は、蒸着マスクを用いた蒸着法、インクジェット法、スピンコート法等の種々の方法によって形成される。EL層616は、実施の形態1で示した本発明のアントラセン誘導体を含んでいる。また、EL層616を構成する他の材料としては、低分子化合物、または高分子化合物（オリゴマー、 dendrimerを含む）であっても良い。

【0130】

さらに、EL層616上に形成され、陰極として機能する第2の電極617に用いる材料としては、仕事関数の小さい材料（Al、Mg、Li、Ca、またはこれらの合金や化合物、MgAg、MgIn、AlLi、LiF、CaF₂等）を用いることが好ましい。なお、EL層616で生じた光が第2の電極617を透過させる場合には、第2の電極617として、膜厚を薄くした金属薄膜と、透明導電膜（ITO、2~20wt%の酸化亜鉛を含む酸化インジウム、ケイ素を含有したインジウム錫酸化物、酸化亜鉛（ZnO）等）との積層を用いるのが良い。

【0131】

なお、第1の電極613、EL層616、第2の電極617でもって、発光素子が形成されている。当該発光素子は実施の形態3乃至実施の形態6いずれかの構成を有する発光素子である。なお、画素部は複数の発光素子が形成されてなっているが、本実施の形態における発光装置では、実施の形態3乃至実施の形態6で説明した構成を有する発光素子と、それ以外の構成を有する発光素子の両方が含まれていても良い。

【0132】

さらにシール材605で封止基板604を素子基板610と貼り合わせることにより、素子基板610、封止基板604、およびシール材605で囲まれた空間607に発光素子618が備えられた構造になっている。なお、空間607には、充填材が充填されており、不活性気体（窒素やアルゴン等）が充填される場合の他、シール材605で充填される場合もある。

【0133】

なお、シール材605にはエポキシ系樹脂を用いるのが好ましい。また、これらの材料はできるだけ水分や酸素を透過しない材料であることが望ましい。また、封止基板604に用いる材料としてガラス基板や石英基板の他、FRP（Fiberglass-Reinforced Plastics）、PVF（ポリビニルフロライド）、ポリエステルまたはアクリル等からなるプラスチック基板を用いることができる。

【0134】

以上のようにして、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体を用いて作製された発光装置を得ることができる。

【0135】

本発明の発光装置は、実施の形態1で示したアントラセン誘導体を用いているため、良好な特性を備えた発光装置を得ることができる。具体的には、実施の形態1で示したアントラセン誘導体はエネルギーギャップが高く、色純度の高い発光、特に良好な青色の発光を得ることができるため、色再現性に優れ、表示品質の高い発光装置を得ることができる。

【0136】

以上のように、本実施の形態では、アクティブマトリクス型の発光装置について説明したが、この他、パッシブマトリクス型の発光装置であってもよい。図4には本発明を適用して作製したパッシブマトリクス型の発光装置の斜視図を示す。なお、図4(A)は、発光装置を示す斜視図、図4(B)は図4(A)をX-Yで切断した断面図である。図4において、基板951上には、電極952と電極956との間にはEL層955が設けられている。電極952の端部は絶縁層953で覆われている。そして、絶縁層953上には隔壁層954が設けられている。隔壁層954の側壁は、基板面に近くなるに伴って、一

10

20

30

40

50

方の側壁と他方の側壁との間隔が狭くなっていくような傾斜を有する。つまり、隔壁層 954 の短辺方向の断面は、台形状であり、底辺（絶縁層 953 の面方向と同様の方向を向き、絶縁層 953 と接する辺）の方が上辺（絶縁層 953 の面方向と同様の方向を向き、絶縁層 953 と接しない辺）よりも短い。このように、隔壁層 954 を設けることで、静電気等に起因した発光素子の不良を防ぐことができる。また、パッシブマトリクス型の発光装置においても、低駆動電圧で動作する本発明の発光素子を含むことによって、低消費電力で駆動させることができる。

【0137】

（実施の形態 9）

本実施の形態では、湿式法として液滴吐出法を用いて実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を含む膜を形成する方法を発光素子における EL 層を形成する場合を例に説明する。なお、本実施の形態における成膜方法は、発光素子における EL 層の作製方法に限定されず、実施の形態 2 に記載の組成物（実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体と溶剤とを少なくとも含む組成物）を用いた成膜全てに応用することができる。

【0138】

図 5 及び図 6 を用いて説明する。図 5 (A) 乃至 (D) は図 3 又は図 4 に示す発光装置の発光素子部分の作製工程である。

【0139】

図 5 (A) において、絶縁層 619 上に第 1 の電極 613 が形成され、第 1 の電極 613 の一部を覆うように絶縁物 614 が形成されている。絶縁物 614 の開口である第 1 の電極 613 の露出部に、液滴吐出装置 630 より液滴 631 を吐出し、組成物を含む層 632 を形成する。液滴 631 は、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体及び溶媒を含む組成物であり、第 1 の電極 613 上に付着する（図 5 (B) 参照。）。組成物を含む層 632 より溶媒を除去し、固化することによって実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を含む層 636 を形成する（図 5 (C) 参照。）。溶媒の除去は、乾燥によって行ってもよいし、加熱工程を加えてもよい。また、組成物の吐出工程は減圧下で行ってもよい。実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を含む層 636 上に第 2 の電極 617 を形成し、発光素子 618 を作製する（図 5 (D) 参照。）。このように実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を含む層 636 を液滴吐出法で行うと、選択的に形成領域に組成物を吐出することができるため、材料のロス削減することができる。また、形状を加工するためのフォトリソグラフィ工程なども必要ないために工程も簡略化することができ、低コスト化が達成できる。なお、第 1 の電極 613 と実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を含む層 636 との間、又は実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体を含む層 636 と第 2 の電極 617 との間もしくはその両方に、液滴吐出法、又は蒸着法などにより他の機能層が設けられても良い。

【0140】

本実施の形態で行う液滴吐出手段とは、組成物の吐出口を有するノズルや、1 つ又は複数のノズルを具備したヘッド等の液滴を吐出する手段を有するものの総称とする。

【0141】

液滴吐出法に用いる液滴吐出装置の一態様を図 6 に示す。液滴吐出手段 1403 の個々のヘッド 1405、ヘッド 1412 は制御手段 1407 に接続され、それがコンピュータ 1410 で制御することにより予めプログラミングされたパターンに描画することができる。描画するタイミングは、例えば、基板 1400 上に形成されたマーカー 1411 を基準に行えば良い。或いは、基板 1400 の縁を基準にして基準点を確定させても良い。これを撮像手段 1404 で検出し、画像処理手段 1409 にてデジタル信号に変換したものをコンピュータ 1410 で認識して制御信号を発生させて制御手段 1407 に送る。撮像手段 1404 としては、電荷結合素子 (CCD) や相補型金属酸化物半導体 (CMOS) を利用したイメージセンサなどを用いることができる。基板 1400 上に形成されるべきパターンの情報は記憶媒体 1408 に格納されたものであり、この情報を基にして制御手段 1407 に制御信号を送り、液滴吐出手段 1403 の個々のヘッド 1405、ヘッド 1

10

20

30

40

50

4 1 2を個別に制御することができる。吐出する材料は、材料供給源 1 4 1 3、材料供給源 1 4 1 4より配管を通してヘッド 1 4 0 5、ヘッド 1 4 1 2にそれぞれ供給される。

【 0 1 4 2 】

ヘッド 1 4 0 5内部は、点線 1 4 0 6が示すように液状の材料を充填する空間と、吐出口であるノズルを有する構造となっている。図示しないが、ヘッド 1 4 1 2もヘッド 1 4 0 5と同様な内部構造を有する。ヘッド 1 4 0 5とヘッド 1 4 1 2のノズルを異なるサイズで設けると、異なる材料を異なる幅で同時に描画することができる。一つのヘッドで、複数種の発光材料などをそれぞれ吐出し、描画することができ、広領域に描画する場合は、スループットを向上させるため複数のノズルより同材料を同時に吐出し、描画することができる。大型基板を用いる場合、ヘッド 1 4 0 5、ヘッド 1 4 1 2は基板上を、矢印の方向に自在に走査し、描画する領域を自由に設定することができ、同じパターンを一枚の基板に複数描画することができる。

10

【 0 1 4 3 】

また、組成物を吐出する工程は、減圧下で行ってもよい。吐出時に基板を加熱しておいてもよい。組成物を吐出後、乾燥と焼成の一方又は両方の工程を行う。乾燥と焼成の工程は、両工程とも加熱処理の工程であるが、その目的、温度と時間が異なるものである。乾燥の工程、焼成の工程は、常圧下又は減圧下で、レーザ光の照射や瞬間熱アニール、加熱炉などにより行う。なお、この加熱処理を行うタイミング、加熱処理の回数は特に限定されない。乾燥と焼成の工程を良好に行うためには、そのときの温度は、基板の材質及び組成物の性質に依存する。

20

【 0 1 4 4 】

(実施の形態 1 0)

本実施の形態では、実施の形態 8に示す発光装置をその一部に含む本発明の電子機器について説明する。本発明の電子機器は、実施の形態 1に示したアントラセン誘導体を含み、その結果、色再現性に優れ、表示品質の高い表示部を有する電子機器とすることが可能である。

【 0 1 4 5 】

実施の形態 1に記載のアントラセン誘導体を用いて作製された発光素子を有する電子機器として、ビデオカメラ、デジタルカメラ、ゴーグル型ディスプレイ、ナビゲーションシステム、音響再生装置(カーオーディオ、オーディオコンポ等)、コンピュータ、ゲーム機器、携帯情報端末(モバイルコンピュータ、携帯電話、携帯型ゲーム機または電子書籍等)、記録媒体を備えた画像再生装置(具体的には Digital Versatile Disc (DVD)等の記録媒体を再生し、その画像を表示しうる表示装置を備えた装置)などが挙げられる。これらの電子機器の具体例を図 7に示す。

30

【 0 1 4 6 】

図 7 (A)はテレビ装置であり、筐体 9 1 0 1、支持台 9 1 0 2、表示部 9 1 0 3、スピーカー部 9 1 0 4、ビデオ入力端子 9 1 0 5等を含む。このテレビ装置において、表示部 9 1 0 3は、実施の形態 3乃至実施の形態 6いずれかで説明したものと同様の発光素子をマトリクス状に配列して構成されている。当該発光素子は、良好な色の発光を呈することが可能な発光素子である。そのため、当該発光素子で構成される表示部 9 1 0 3を有するテレビ装置は色再現性に優れ、表示品質の高いテレビ装置とすることが可能である。

40

【 0 1 4 7 】

図 7 (B)は本発明に係るコンピュータであり、本体 9 2 0 1、筐体 9 2 0 2、表示部 9 2 0 3、キーボード 9 2 0 4、外部接続ポート 9 2 0 5、ポインティングデバイス 9 2 0 6等を含む。このコンピュータにおいて、表示部 9 2 0 3は、実施の形態 3乃至実施の形態 6いずれかで説明したものと同様の発光素子をマトリクス状に配列して構成されている。当該発光素子は、良好な色の発光を呈することが可能な発光素子である。そのため、当該発光素子で構成される表示部 9 2 0 3を有するこのコンピュータは色再現性に優れ、表示品質の高いコンピュータとすることが可能である。

【 0 1 4 8 】

50

図7(C)は本発明に係る携帯電話であり、本体9401、筐体9402、表示部9403、音声入力部9404、音声出力部9405、操作キー9406、外部接続ポート9407、アンテナ9408等を含む。この携帯電話において、表示部9403は、実施の形態3乃至実施の形態6いずれかで説明したものと同様の発光素子をマトリクス状に配列して構成されている。当該発光素子は、良好な色の発光を呈することが可能な発光素子である。そのため、当該発光素子で構成される表示部9403を有するこの携帯電話は色再現性に優れ、表示品質の高い携帯電話とすることが可能である。

【0149】

図7(D)は本発明に係るカメラであり、本体9501、表示部9502、筐体9503、外部接続ポート9504、リモコン受信部9505、受像部9506、バッテリー9507、音声入力部9508、操作キー9509、接眼部9510等を含む。このカメラにおいて、表示部9502は、実施の形態3乃至実施の形態6いずれかで説明したものと同様の発光素子をマトリクス状に配列して構成されている。当該発光素子は、良好な色の発光を呈することが可能な発光素子である。そのため、当該発光素子で構成される表示部9502を有するこのカメラは色再現性に優れ、表示品質の高いカメラとすることが可能である。

【0150】

以上の様に、実施の形態8に記載の発光装置の適用範囲は極めて広く、この発光装置をあらゆる分野の電子機器に適用することが可能である。実施の形態1に記載のアントラセン誘導体を用いることにより、色再現性に優れた高品質な表示を提供することが可能な表示部を有する電子機器を得ることができる。

【0151】

また、実施の形態8に記載の発光装置は、照明装置として用いることもできる。実施の形態8に記載の発光装置を照明装置として用いる一態様を、図8を用いて説明する。

【0152】

図8は、実施の形態8に記載の発光装置をバックライトとして用いた液晶表示装置の一例である。図8に示した液晶表示装置は、筐体901、液晶層902、バックライトユニット903、筐体904を有し、液晶層902は、ドライバIC905と接続されている。また、バックライトユニット903は、実施の形態8に記載の発光装置が用いられおり、端子906により、電流が供給されている。

【0153】

実施の形態8に記載の発光装置を液晶表示装置のバックライトとして用いることにより、消費電力の低減されたバックライトが得られる。また、実施の形態8に記載の発光装置は、面発光の照明装置であり大面積化も可能であるため、バックライトの大面積化が可能であり、液晶表示装置の大面積化も可能になる。さらに、実施の形態8に記載の発光装置は薄型であるため、表示装置の薄型化も可能となる。

【0154】

図9は、実施の形態8に記載の発光装置を、照明装置である電気スタンドとして用いた例である。図9に示す電気スタンドは、筐体2001と、光源2002を有し、光源2002として、実施の形態8に記載の発光装置が用いられている。

【0155】

図10は、実施の形態8に記載の発光装置を、室内の照明装置3001として用いた例である。実施の形態8に記載の発光装置は大面積化が可能であるため、大面積の照明装置として用いることができる。また、実施の形態8に記載の発光装置は、薄型であるため、薄型化した照明装置として用いることが可能となる。このように、実施の形態8に記載の発光装置を、室内の照明装置3001として用いた部屋に、図7(A)で説明したような、本発明に係るテレビ装置3002を設置して公共放送や映画を鑑賞することもできる。

【実施例1】

【0156】

本実施例では実施の形態1に構造式(1)として示したアントラセン誘導体である、9

10

20

30

40

50

- (9 , 10 - ジフェニル - 2 - アントリル) - 9 H - カルバゾール (略称 : 2 C z P A) の合成方法について説明する。

【 0 1 5 7 】

まず、原料である 2 - ブロモ - 9 , 10 - ジフェニルアントラセンの合成方法について説明する。

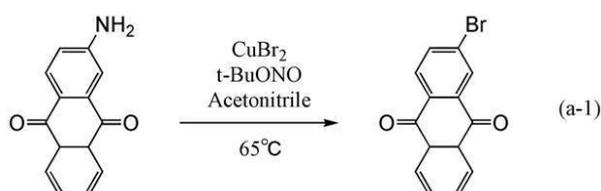
【 0 1 5 8 】

< ステップ 1 : 2 - ブロモ - 9 , 10 - アントラキノンの合成 >

46 g (206 mmol) の臭化銅 (II)、500 mL のアセトニトリルを 1 L 三口フラスコへ入れ、17.3 g (168 mmol) の亜硝酸 tert - ブチルを加えた。この混合物を 65 で加熱しながら、25 g (111 mmol) の 2 - アミノ - 9 , 10 - アントラキノンを加えた。この混合物を同温度で 6 時間攪拌した。攪拌後、この反応溶液を約 500 mL の塩酸 (3.0 mol / L) 中に注ぎ、この混合物を 3 時間攪拌した。攪拌後、混合物中の析出物を濾過し、得られた濾物を水とエタノールで洗浄した。洗浄後、濾物をトルエンに溶かし、この溶液をフロリジール (和光純薬工業株式会社、カタログ番号 : 540 - 00135)、セライト (和光純薬工業株式会社、カタログ番号 : 531 - 16855)、アルミナを通して吸引ろ過した。得られた濾液を濃縮して得た固体を、クロロホルム / ヘキサンにより再結晶したところ目的物の 2 - ブロモ - 9 , 10 - アントラキノンを淡黄色粉末状固体として 18.6 g、収率 58 % で得た。ステップ 1 の合成スキームを (a - 1) に示す。

【 0 1 5 9 】

【 化 1 4 】



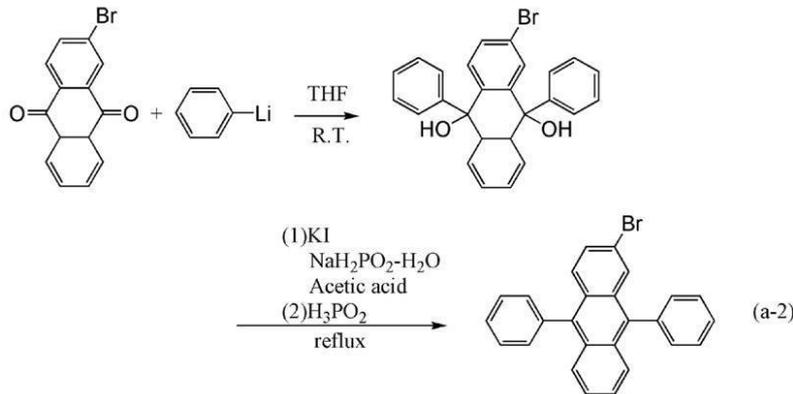
【 0 1 6 0 】

< ステップ 2 : 2 - ブロモ - 9 , 10 - ジフェニルアントラセンの合成 >

ステップ 1 で合成した 4.90 g (17.0 mmol) の 2 - ブロモ - 9 , 10 - アントラキノンを、300 mL の三口フラスコへ入れ、フラスコ内を窒素置換してから、フラスコへ 100 mL のテトラヒドロフラン (THF) を加えた。この溶液へ、17.8 mL (37.3 mmol) のフェニルリチウムを滴下して加え、滴下終了後、この溶液を室温で 15 時間攪拌した。攪拌後、この溶液を水で洗浄し、水層を酢酸エチルで抽出した。抽出溶液と有機層を合わせて硫酸マグネシウムで乾燥した。乾燥後、この混合物を自然ろ過し、得られたる液を濃縮したところ、2 - ブロモ - 9 , 10 - ジフェニルアントラセン - 9 , 10 - ジオールを得た。得られた 2 - ブロモ - 9 , 10 - ジフェニルアントラセン - 9 , 10 - ジオール全てと、5.06 g (30.5 mmol) のヨウ化カリウムと、9.70 g (91.5 mmol) のホスフィン酸ナトリウム一水和物と、50 mL の氷酢酸を 500 mL の三口フラスコへ入れ、この混合物を 120 で 2 時間攪拌した。攪拌後、この混合物へ 30 mL の 50 % ホスフィン酸を加え、さらに 120 で 1 時間攪拌した。攪拌後、この溶液を水で洗浄し、水層を酢酸エチルで抽出した。抽出溶液と有機層を合わせて硫酸マグネシウムで乾燥した。この混合物を自然ろ過し、得られたる液を濃縮したところ、淡黄色固体を得た。得られた固体をトルエンに溶かし、この溶液をセライト (和光純薬工業株式会社、カタログ番号 : 531 - 16855)、フロリジール (和光純薬工業株式会社、カタログ番号 : 540 - 00135)、アルミナを通して吸引ろ過した。得られたる液を濃縮して得た固体を、クロロホルム / ヘキサンにより再結晶したところ目的物である 2 - ブロモ - 9 , 10 - ジフェニルアントラセンの淡黄色粉末状固体を 5.1 g、収率 74 % で得た。ステップ 2 の合成スキームを (a - 2) に示す。

【 0 1 6 1 】

【化15】



10

【0162】

以上のように、原料である2-ブロモ-9,10-ジフェニルアントラセンを合成することができた。続いて、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である9-(9,10-ジフェニル-2-アントリル)-9H-カルバゾール(2CzPA)の合成方法について説明する。

【0163】

<ステップ3: 9-(9,10-ジフェニル-2-アントリル)-9H-カルバゾール(略称: 2CzPA)の合成>

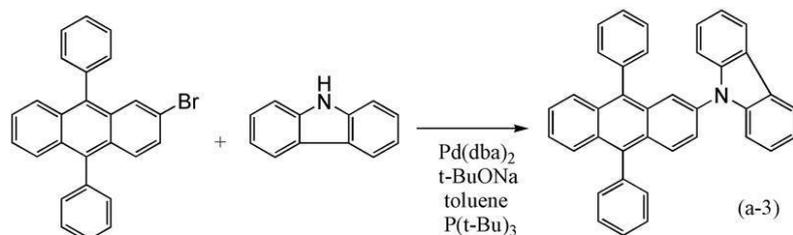
20

ステップ2で合成した、1.5g(3.7mmol)の2-ブロモ-9,10-ジフェニルアントラセンと、610mg(3.7mmol)の9H-カルバゾールと、1.5g(16mmol)のナトリウム tert-ブトキシドを100mLの三口フラスコへ入れ、フラスコ内を窒素置換した。この混合物へ、20mLのトルエンと、0.10mLのトリ(tert-ブチル)ホスフィン(10wt%ヘキサン溶液)を加えた。この混合物を、減圧下で攪拌しながら脱気し、脱気後、58mg(0.10mmol)のビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウム(0)を加えた。この混合物を、110℃で5時間還流した。還流後、この混合物を室温までさまして、約20mLのトルエンを加えてから、アルミナ、セライト(和光純薬工業株式会社、カタログ番号: 531-16855)、フロリジール(和光純薬工業株式会社、カタログ番号: 540-00135)を通してろ過した。得られたろ液を濃縮したところ、淡褐色油状物を得た。この油状物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒は、ヘキサン:トルエン=6:4の混合溶媒)により精製し、得られた淡黄色固体をエタノールにより再結晶したところ、淡黄色粉末状固体を1.7g、収率93%で得た。得られた淡黄色粉末状固体1.6gを圧力8.7Pa、アルゴンガスを流量3.0mL/minで流しながら、230℃で加熱し昇華精製を行った(トレインサブレーション法)。昇華精製後、淡黄色固体を1.5g回収率93%で得た。ステップ3の合成スキームを(a-3)に示す。

30

【0164】

【化16】



40

【0165】

得られた淡黄色粉末状固体を核磁気共鳴法(NMR)によって¹H NMRを測定し、この淡黄色粉末状固体が目的物である9-(9,10-ジフェニル-2-アントリル)-9H-カルバゾール(略称: 2CzPA)であることを確認した。以下に測定データを示

50

す。

【0166】

^1H NMR (CDCl₃, 300 MHz): = 7.37 - 7.44 (m, 8H)、7.51 - 7.66 (m, 11H)、7.73 - 7.76 (m, 2H)、7.88 (d, J = 1.8 Hz, 1H)、7.91 (d, J = 9.3 Hz, 1H)、8.11 (d, J = 7.8 Hz, 2H)

【0167】

また、図12(A)、(B)に ^1H NMRチャートを示す。図12(B)は図12(A)における7.0 ppm ~ 8.5 ppmの範囲を拡大して表したチャートである。

【0168】

得られた2CzPAの熱重量測定 - 示差熱分析 (TG-DTA: Thermogravimetry - Differential Thermal Analysis)を行った。測定には高真空差動型示差熱天秤 (ブルカー・エイエックスエス株式会社製、TG-DTA 2410SA)を用いた。常圧、昇温速度10 /min、窒素気流下 (流速200 mL/min)の条件で測定したところ、重量と温度の関係 (熱重量測定) から、5%重量減少温度は379であった。

【0169】

また、2CzPAのトルエン溶液の吸収スペクトルを図13、発光スペクトルを図14に、ジオキサソ溶液の吸収スペクトルを図15、発光スペクトルを図16に示す。測定には紫外可視分光光度計 (日本分光株式会社製、V550型)を用いた。溶液は石英セルに入れ、石英とトルエン溶液についてはトルエンの吸収スペクトルを、ジオキサソ溶液についてはジオキサソの吸収スペクトルを差し引いた吸収スペクトルを図示した。図13乃至図16において横軸は波長 (nm)、縦軸は強度 (任意単位)を表す。図13からトルエン溶液の場合では283 nm、339 nm、376 nm及び412 nm付近に、図15からジオキサソ溶液の場合では212 nm、238 nm、259 nm、338 nm及び375 nm付近に吸収が見られた。また、最大発光波長は図14からトルエン溶液の場合では440 nm (励起波長370 nm)、図16からジオキサソ溶液の場合では441 nm (励起波長370 nm)であることがわかった。一方、特許文献1に記載の9-10-ジフェニルアントラセン-2,6-ジイル-9,9'-ビ(9H-カルバゾール) (化合物(1))はジオキサソ溶液に置いて最大発光波長は456 nmである。従って、本発明の2CzPAの方が特許文献1に記載の化合物(1)よりも短波長な発光を示すことが明らかとなった。このことから、アントラセンの2位のみカルバゾール誘導体が9位で1つ結合した化合物の発光は、同じカルバゾール誘導体骨格をアントラセンの2位と6位に二つ置換した化合物の発光よりも短波長で、良好な青色を示すことが明らかとなった。

【0170】

また、2CzPAの薄膜の吸収スペクトルを図17に、2CzPAの薄膜の発光スペクトルを図18に示す。測定には紫外可視分光光度計 (日本分光株式会社製、V550型)を用いた。石英基板に蒸着してサンプルを作製し、石英の吸収スペクトルを差し引いた吸収スペクトルを図示した。図17において横軸は波長 (nm)、縦軸は吸収強度 (任意単位)を表す。また、図18において横軸は波長 (nm)、縦軸は発光強度 (任意単位)を表す。薄膜の場合では263 nm、343 nm、379 nm及び410 nm付近に吸収が見られた。また、最大発光波長は薄膜の場合では454 nm (励起波長410 nm)であった。

【0171】

このように、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である2CzPAは、溶液、薄膜共に十分に波長の短い良好な青色の発光を呈することがわかった。

【0172】

また、2CzPAの酸化反応特性および還元反応特性を測定した。酸化反応特性および還元反応特性は、サイクリックボルタンメトリ (CV) 測定によって調べた。なお測定には、電気化学アナライザー (ピー・エー・エス (株) 製、型番: ALSモデル600A)

10

20

30

40

50

を用いた。

【0173】

C V測定における溶液は、溶媒として脱水N,N-ジメチルホルムアミド(DMF)(Sigma-Aldrich社製、99.8%、カタログ番号; 22705-6)を用い、支持電解質である過塩素酸テトラ-n-ブチルアンモニウム($n\text{-Bu}_4\text{NClO}_4$)(株)東京化成製、カタログ番号; T0836)を100mmol/Lの濃度となるように溶解させ、さらに測定対象を1mmol/Lの濃度となるように溶解させて調製した。また、作用電極としては白金電極(ビー・イー・エス(株)製、PTE白金電極)を、補助電極としては白金電極(ビー・イー・エス(株)製、VC-3用Ptカウンター電極(5cm))を、参照電極としてはAg/Ag⁺電極(ビー・イー・エス(株)製、RE 5非水溶媒系参照電極)をそれぞれ用いた。なお、測定は室温で行った。なお、C V測定のスキャン速度は0.1V/sに統一した。

10

【0174】

2CzPAの還元反応特性については、参照電極に対する作用電極の電位を-1.0Vから-2.5Vまで変化させた後、-2.5Vから-1.0Vまで変化させる走査を1サイクルとし、100サイクル測定した。酸化反応特性については、同様に0Vから1.5Vまで変化させた後、1.5Vから0Vまで変化させる操作を1サイクルとし、100サイクル測定した。

【0175】

図19(A)に2CzPAの酸化側のC V測定結果を、図19(B)に還元側のC V測定結果をそれぞれ示す。図19において、横軸は参照電極に対する作用電極の電位(V)を表し、縦軸は作用電極と補助電極との間に流れた電流値(μA)を表す。

20

【0176】

図19(A)から、0.9V(vs. Ag/Ag⁺)付近に酸化を示す電流が、図19(B)から-2.16V(vs. Ag/Ag⁺)付近に還元を示す電流が観測された。

【0177】

C V測定において、100サイクルもの走査を繰り返しているにもかかわらず、2CzPAは酸化反応及び還元反応におけるC V曲線のピーク位置に大きな変化が見られず、ピーク強度も酸化側でイニシャルの81%、還元側で89%の強度を保っていた。これにより2CzPAは、中性状態から酸化状態への酸化反応と酸化状態から中性状態への還元の繰り返し及び中性状態から還元状態への還元反応と還元状態から中性状態への酸化の繰り返しに対して安定な物質であることがわかった。

30

【0178】

また、薄膜状態の2CzPAを大気中にて光電子分光法(理研計器社製、AC-2)で測定した結果、HOMO準位は-5.68eVであった。図17の吸収スペクトルのTaucプロットから吸収端は2.86eVであった。従って、2CzPAの固体状態のエネルギーギャップは2.86eVと見積もられ、このことは2CzPAのLUMO準位が-2.82eVであることを意味する。このように、2CzPAは固体状態でも2.86eVの広いエネルギーギャップを有している事がわかった。

【実施例2】

40

【0179】

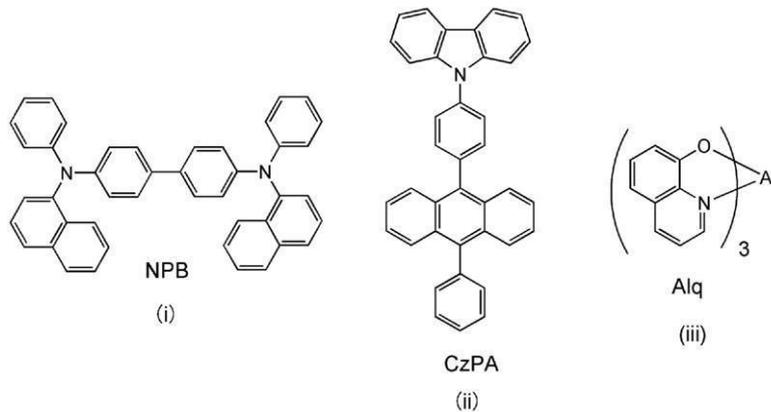
本実施例では実施の形態1に記載のアントラセン誘導体を発光中心物質として用いた発光素子について説明する。

【0180】

なお、本実施例で用いた有機化合物(2CzPAを除く)の分子構造を下記構造式(i)、(ii)、(iii)に示す。素子構造は図11(A)に示した。

【0181】

【化 17】



10

【0182】

発光素子 1 の作製

まず、陽極として機能する第 1 の電極 102 として 110 nm の膜厚でケイ素を含むインジウム錫酸化物 (ITO) が成膜されたガラス基板 101 を用意した。ITO 表面は、周辺をポリイミド膜で覆い、電極面積を 2 mm × 2 mm とした。この基板 101 上に発光素子を形成するための前処理として、基板表面を水で洗浄し、200 °C で 1 時間焼成した後、UV オゾン処理を 370 秒行った。その後、 10^{-4} Pa 程度まで内部が減圧された真空蒸着装置に基板 101 を導入し、真空蒸着装置内の加熱室において 170 °C で 30 分間の真空焼成を行った後、基板 101 を 30 分程度放冷した。

20

【0183】

次に、ITO が形成された面が下方となるように、基板を真空蒸着装置内に設けられたホルダーに固定した。

【0184】

真空装置内を 10^{-4} Pa に減圧した後、上記構造式 (i) で表される 4,4'-ビス [N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ] ビフェニル (略称: NPB) と酸化モリブデン (VI) とを、NPB : 酸化モリブデン (VI) = 4 : 1 (質量比) となるように共蒸着することにより、正孔注入層 111 を形成した。膜厚は 50 nm とした。なお、共蒸着とは、異なる複数の物質をそれぞれ異なる蒸発源から同時に蒸発させる蒸着法である。次に、NPB を 10 nm 蒸着することにより、正孔輸送層 112 を形成した。

30

【0185】

さらに正孔輸送層 112 上に、上記構造式 (ii) で表される 9-[4-(10-フェニル-9-アントリル)フェニル]-9H-カルバゾール (略称: CzPA) と実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体である 9-(9,10-ジフェニル-2-アントリル)-9H-カルバゾール (略称: 2CzPA) を CzPA : 2CzPA = 1 : 0.2 (質量比) となるように共蒸着することによって発光層 113 を形成した。膜厚は 30 nm とした。

【0186】

次に、上記構造式 (iii) で表されるトリス(8-キノリノラト)アルミニウム (III) (略称: Alq) を 10 nm 蒸着することにより、電子輸送層 114 を形成した。さらに電子輸送層 114 上に、Alq とフッ化リチウムを Alq : フッ化リチウム = 1 : 0.01 (質量比) となるように共蒸着することによって電子注入層 115 を形成した。膜厚は 20 nm とした。最後に、陰極として機能する第 2 の電極 104 としてアルミニウムを 200 nm 成膜し、発光素子 1 を完成させた。上述した蒸着過程においては、蒸着は全て抵抗加熱法を用いた。

40

【0187】

発光素子 1 の動作特性

以上により得られた発光素子 1 を、窒素雰囲気中のグローブボックス内において、発光素子

50

が大気に曝されないように封止する作業を行った後、この発光素子の動作特性について測定を行った。なお、測定は室温（25 に保たれた雰囲気）で行った。

【0188】

発光素子の電流密度 - 輝度特性を図20、電圧 - 輝度特性を図21、輝度 - 電流効率特性を図22に示す。

【0189】

このように、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である2CzPAは発光素子1の発光材料として、問題なく動作することがわかった。

【0190】

また、作製した発光素子1に1mAの電流を流したときの発光スペクトルを図23に示す。図23からわかるように、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である2CzPAはエネルギーギャップが大きい物質であることから、2CzPAを発光中心物質として用いた本実施例の発光素子からは、447nmにピークを有する良好な青色の発光を得ることができた。発光素子1は、輝度1010cd/m²のときのCIE色度座標は(x = 0.16、y = 0.13)であり、非常に良好な青色発光を示した。また、輝度1010cd/m²のときの電流効率は2.0cd/Aであり、外部量子効率は1.8%であった。また、輝度1010cd/m²のときの電圧は6.8V、電流密度は、51.2mA/cm²であり、パワー効率は0.9lm/Wであった。

10

【0191】

次に、初期輝度を1000cd/m²に設定し、電流密度一定の条件でこの素子を駆動したところ、図24のような輝度劣化曲線が得られた。なお、図24において、横軸は時間、縦軸は初期輝度を100とした場合の相対輝度(%)を表している。

20

【実施例3】

【0192】

本実施例では実施例2で説明した発光素子とは異なる構成の発光素子、すなわち、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体を、発光中心物質を分散する宿主材料として用いた発光素子について説明する。

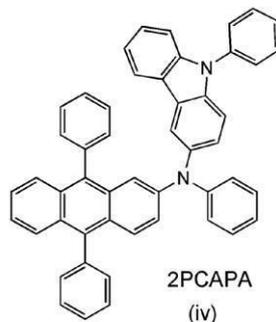
【0193】

本実施例で用いた有機化合物の分子構造を下記構造式(iv)に示す。なお、2CzPA及び実施例1で用いた物質については省略した。素子構造は図11(A)に示す。

30

【0194】

【化18】



40

【0195】

発光素子2の作製

正孔輸送層112を形成するまでは、実施例1と同様に作製した。

【0196】

続いて、正孔輸送層112上に、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である2CzPAと上記構造式(iv)で表されるN-(9,10-ジフェニル-2-アントリル)-N-フェニル-9-フェニル-9H-カルバゾール-3-アミン(略称2PCAPA)、を2CzPA:2PCAPA=1:0.05(質量比)となるように共蒸着することによって発光層113を形成した。膜厚は40nmとした。

50

【0197】

次に、Alqを30nm蒸着することにより、電子輸送層114を形成した。さらに電子輸送層114上に、フッ化リチウムを1nm蒸着することによって電子注入層115を形成した。最後に、陰極として機能する第2の電極104としてアルミニウムを200nm成膜し、発光素子2を完成させた。上述した蒸着過程においては、蒸着は全て抵抗加熱法を用いた。

【0198】

発光素子2の動作特性

以上により得られた発光素子2を、窒素雰囲気グローブボックス内において、発光素子が大気に曝されないように封止する作業を行った後、この発光素子の動作特性について測定を行った。なお、測定は室温(25℃に保たれた雰囲気)で行った。

10

【0199】

発光素子の電流密度-輝度特性を図25、電圧-輝度特性を図26、輝度-電流効率特性を図27に示す。

【0200】

このように、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である2CzPAは発光素子2において発光中心材料を分散するホスト材料として、問題なく動作することがわかった。

【0201】

また、作製した発光素子に1mAの電流を流したときの発光スペクトルを図28に示す。図28からわかるように、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である2CzPAはエネルギーギャップが大きい物質であることから、発光中心物質である2PCAPAを有効に励起し、2PCAPA由来の517nmに発光ピークを有する緑色の光を与えることができた。発光素子2は、輝度3030cd/m²のときのCIE色度座標は(x=0.29、y=0.62)であり、良好な緑色発光であった。また、輝度3030cd/m²のときの電流効率は13.7cd/Aであり、高い効率を示した。また、輝度3030cd/m²のときの電圧は7.0V、電流密度は、22.1mA/cm²であり、パワー効率は6.1lm/Wであった。

20

【0202】

次に、初期輝度を1000cd/m²に設定し、電流密度一定の条件でこの素子を駆動したところ、図29のような輝度劣化曲線が得られた。なお、図29において、横軸は時間、縦軸は初期輝度を100とした場合の相対輝度(%)を表している。

30

【0203】

図29より、本実施例の発光素子の輝度半減期は10000時間程度であると見積もられ、本実施例の発光素子は駆動時間に対する劣化の割合が小さい、寿命の長い発光素子であることがわかった。

【実施例4】

【0204】

本実施例では実施例2及び実施例3で説明した発光素子とは異なる構成の発光素子、すなわち、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体を、発光中心物質を分散するホスト材料として用い、発光層と電子輸送層との間に電子キャリアの移動を抑制する層116を有する発光素子について説明する。

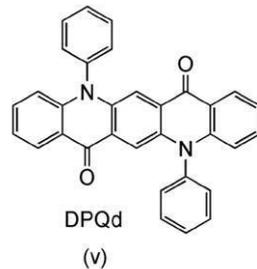
40

【0205】

本実施例で用いた有機化合物の分子構造を下記構造式(v)に示す。なお、2CzPA、実施例2で用いた物質及び実施例3で用いた物質については省略した。素子構造は図11(B)に示す。

【0206】

【化 1 9】



【 0 2 0 7 】

発光素子 3 の作製

正孔輸送層 1 1 2 を形成するまでは、実施例 1 と同様に作製した。

【 0 2 0 8 】

続いて、正孔輸送層 1 1 2 上に、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体である 2 CzPA と 2 PCAPA、を 2 CzPA : 2 PCAPA = 1 : 0.05 (質量比) となるように共蒸着することによって発光層 1 1 3 を形成した。膜厚は 30 nm とした。

【 0 2 0 9 】

次に、電子キャリアの移動を抑制する層 1 1 6 として Alq と上記構造式 (v) で表される N, N'-ジフェニルキナクリドン (略称: DPQd) を Alq : DPQd = 1 : 0.005 (質量比) となるように共蒸着し (10 nm)、その後、電子輸送層 1 1 4 として Alq を 30 nm 蒸着した。さらに電子輸送層 1 1 4 上に、フッ化リチウムを 1 nm 蒸着することによって電子注入層 1 1 5 を形成し、最後に、陰極として機能する第 2 の電極 1 0 4 としてアルミニウムを 200 nm 成膜して発光素子 3 を完成させた。上述した蒸着過程においては、蒸着は全て抵抗加熱法を用いた。

【 0 2 1 0 】

発光素子 3 の動作特性

以上により得られた発光素子 3 を、窒素雰囲気グローブボックス内において、発光素子が大気に曝されないように封止する作業を行った後、この発光素子の動作特性について測定を行った。なお、測定は室温 (25 °C に保たれた雰囲気) で行った。

【 0 2 1 1 】

発光素子 3 の電流密度 - 輝度特性を図 3 0、電圧 - 輝度特性を図 3 1、輝度 - 電流効率特性を図 3 2 に、1 mA の電流を流したときの発光スペクトルを図 3 3 に示す。

【 0 2 1 2 】

このように、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体である 2 CzPA は、本実施例におけるような素子構造を有する発光素子 3 においても発光中心材料を分散するとして、問題なく動作することがわかった。また、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体である 2 CzPA はエネルギーギャップが大きい物質であることから、緑色領域の光を発する物質である 2 PCAPA を有効に励起し発光させることができることがわかる。なお、本実施例の発光素子 3 における発光のピークは、526 nm であった。なお、実施例 2 の発光素子 1 とのスペクトルの違いは、電子輸送層に含まれる DPQd が発光したことによると思われる。発光素子 3 は、輝度 2790 cd/m² のときの CIE 色度座標は (x = 0.30、y = 0.62) であり、良好な緑色発光を示した。また、輝度 2790 cd/m² のときの電流効率は 13.1 cd/A であった。また、輝度 2790 cd/m² のときの電圧は 7.0 V、電流密度は、21.3 mA/cm² であり、パワー効率は 5.9 lm/W であった。

【 0 2 1 3 】

次に、初期輝度を 1000 cd/m² に設定し、電流密度一定の条件でこの素子を駆動したところ、図 3 4 のような輝度劣化曲線が得られた。なお、図 3 4 において、横軸は時間、縦軸は初期輝度を 100 とした場合の相対輝度 (%) を表している。

【 0 2 1 4 】

10

20

30

40

50

図34より、本実施例の発光素子の輝度半減期は10000時間程度であると見積もられ、本実施例の発光素子は駆動時間に対する劣化の割合が小さい、寿命の長い発光素子であることがわかった。

【実施例5】

【0215】

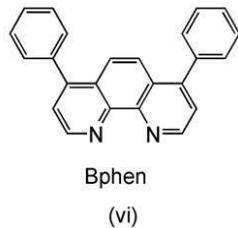
本実施例では実施例4と同様の発光素子(但し電子輸送層の材料が異なる)、すなわち、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体を、発光中心物質を分散するホスト材料として用い、発光層と電子輸送層との間に電子キャリアの移動を制御する層を有する発光素子について説明する。

【0216】

本実施例で用いた有機化合物の分子構造を下記構造式(vi)に示す。なお、2CzPA及び実施例2乃至実施例4で用いた物質については省略した。素子構造は図11(B)に示す。

【0217】

【化20】



【0218】

発光素子4の作製

発光層113を形成するまでは、実施例1と同様に作製した。

【0219】

続いて、電子キャリアの移動を抑制する層116としてAlqとDPQdをAlq:DPQd=1:0.005(質量比)となるように共蒸着し(10nm)、その後、電子輸送層114として上記構造式(v)で表されるバソフェナントロリン(略称:Bphen)を30nm蒸着した。さらに電子輸送層114上に、フッ化リチウムを1nm蒸着することによって電子注入層115を形成し、最後に、陰極として機能する第2の電極104としてアルミニウムを200nm成膜して発光素子を完成させた。上述した蒸着過程においては、蒸着は全て抵抗加熱法を用いた。

【0220】

発光素子4の動作特性

以上により得られた発光素子4を、窒素雰囲気グローブボックス内において、発光素子が大気に曝されないように封止する作業を行った後、この発光素子の動作特性について測定を行った。なお、測定は室温(25℃に保たれた雰囲気)で行った。

【0221】

発光素子4の電流密度-輝度特性を図35、電圧-輝度特性を図36、輝度-電流効率特性を図37に、1mAの電流を流したときの発光スペクトルを図38に示す。

【0222】

このように、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である2CzPAは、本実施例におけるような素子構造を有する発光素子4においても発光中心材料を分散するホスト材料として、問題なく動作することがわかった。また、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体である2CzPAはエネルギーギャップが大きい物質であることから、緑色領域の光を発する物質である2PCAPAを有効に励起し発光させることができることがわかる。なお、本実施例の発光素子4における発光のピークは、518nmであった。発光素子4は、輝度2660cd/m²のときのCIE色度座標は(x=0.30、y=0.61)であり、良好な緑色発光を示した。また、輝度2660cd/m²のときの電流効率は

10

20

30

40

50

14.4 cd/Aであり、高い効率を示した。また、輝度2660 cd/m²ときの電圧は4.8 V、電流密度は、18.5 mA/cm²であり、パワー効率は9.4 lm/Wであり、駆動電圧が低く、高いパワー効率を示した。

【0223】

次に、初期輝度を5000 cd/m²に設定し、電流密度一定の条件でこの素子を駆動したところ、図39のような輝度劣化曲線が得られた。なお、図39において、横軸は時間、縦軸は初期輝度を100とした場合の相対輝度(%)を表している。

【0224】

図39より、本実施例の発光素子4は駆動時間に対する劣化の割合が小さい、寿命の長い発光素子であることがわかった。

【実施例6】

【0225】

実施例では、実施の形態1に記載のアントラセン誘導体及び溶媒を有する組成物を用いて湿式法により薄膜を形成した。

【0226】

アントラセン誘導体として実施の形態1に構造式(1)として示したアントラセン誘導体である9-(9,10-ジフェニル-2-アントリル)-9H-カルバゾール(略称:2CzPA)、溶媒としてトルエンを用いた例を示す。

【0227】

トルエン15mlに2CzPA150mgを混合し溶解させた溶液濃度10g/Lの組成物を作製した。その組成物を、ガラス基板に1000rpmで60秒スピコートし、100で1時間大気中で焼成を行い、薄膜を形成した。得られた膜は透明であり、ムラのない均一な膜を形成することができることを確認した。

【0228】

(比較例)

比較例として9,10-ジフェニルアントラセン(略称:DPAnth)を溶媒トルエンに溶解し組成物を形成し、湿式法により薄膜を形成した例を示す。

【0229】

トルエン15mlにDPAnth150mgを混合し溶解させた溶液濃度10g/Lの組成物を作製した。その組成物を、ガラス基板に1000rpmで60秒スピコートし、100で1時間大気中で焼成を行い、薄膜を形成した。得られた膜は白濁した不均一な膜であった。

【0230】

以上のことから、本発明のアントラセン誘導体、及び溶媒を有する組成物を用いて湿式法により、均一で良好な膜質を有する薄膜が形成できることが確認できた。

【実施例7】

【0231】

本実施例では、本発明の組成物、および該組成物を用いた発光素子の作製について例示する。素子構造は図40に示した。

【0232】

まず、本実施例における発光素子の正孔輸送層を形成するための組成物(溶液A)の形成方法について説明する。PEDOT:PSS(BAYTRON PAI4083 LVW 142)原液に対して、2-メトキシエタノールを体積比3:2の割合で混合し、均一になるまで攪拌して組成物Aを得た。

【0233】

発光素子5の作製

【0234】

110nmの膜厚でインジウム錫珪素酸化物(ITSO)が成膜されたガラス基板150を用意した。なお、ITSOは発光素子の陽極151である。この基板の上に発光素子を形成するための前処理として、まず、水と2-メトキシエタノールとを3:2の体積比で

10

20

30

40

50

混合した混合液を I T S O 上に滴下し、スピコートした。スピコートは、まず 3 0 0 r p m の回転数で 3 秒間、ついで 2 0 0 0 r p m の回転数で 2 0 秒間行った。

【 0 2 3 5 】

つぎに、前処理を行った I T S O 上に溶液 A を滴下し、まず 3 0 0 r p m の回転数で 3 秒間、2 0 0 0 r p m の回転数で 6 0 秒間、ついで 3 0 0 0 r p m の回転数で 1 0 秒間スピコートを行った。端子部上の組成物 A のスピコート膜を、エタノールを用いて除去し、ロータリーポンプで減圧しながら 1 1 0 に設定した真空オープン内で 1 時間加熱乾燥をすることで、膜厚 5 0 n m の P E D O T / P S S 膜を第 1 の層 1 5 2 として形成した。

【 0 2 3 6 】

発光物質を有する層となる第 2 の層 1 5 3 を形成する為の溶液として、2 C z P A を 0 . 1 5 g 、 2 P C A P A を 0 . 0 3 1 g はかりとったサンプル瓶に、低水分濃度 (< 0 . 1 p p m) 低酸素濃度 (~ 1 0 p p m) の環境で脱水トルエン (関東化学製) 1 5 m L を加え、蓋をしめて 1 5 時間攪拌を行い組成物 E を作製した。

【 0 2 3 7 】

第 1 の層 1 5 2 を形成した基板の上に、低水分濃度 (< 0 . 1 p p m) 低酸素濃度 (~ 1 0 p p m) の環境下で組成物 E を滴下し、3 0 0 r p m の回転数で 3 秒間、1 0 0 0 r p m の回転数で 6 0 秒間、2 5 0 0 r p m の回転数で 1 0 秒間スピコートを行った。端子部上の組成物 E のスピコート膜を、トルエンを用いて除去し、ロータリーポンプで減圧しながら 1 1 0 に設定した真空オープン内で 1 時間加熱乾燥をすることで、第 2 の層 1 5 3 を形成した。その後 $1 0^{-4}$ P a に減圧した真空蒸着装置内で膜形成面が下側に向くように基板を設置し、トリス (8 - キノリノラト) アルミニウム (略称 : A l q) 膜を 1 0 n m 、バソフェナントロリン (略称 : B P h e n) 膜を 2 0 n m 成膜して電子輸送層 1 5 4 を形成した。さらにフッ化リチウム膜を 1 n m 成膜して電子注入層 1 5 5 、アルミニウム膜を 2 0 0 n m 成膜して陰極 1 5 6 を形成し、発光素子 5 を作製した。

【 0 2 3 8 】

以上により得られた発光素子 5 を、窒素雰囲気グローブボックス内において、発光素子が大気に曝されないように封止する作業を行った後、この発光素子の動作特性について測定を行った。なお、測定は室温 (2 5 に保たれた雰囲気) で行った。

【 0 2 3 9 】

発光素子の電流密度 - 輝度特性を図 4 1 、電圧 - 輝度特性を図 4 2 、輝度 - 電流効率特性を図 4 3 に示す。

【 0 2 4 0 】

このように、実施の形態 1 に記載のアントラセン誘導体である 2 C z P A は、湿式法により作製した発光素子 5 においても発光素子として問題なく動作することがわかった。

【 0 2 4 1 】

次に、初期輝度を $1 0 0 0 \text{ c d / m}^2$ に設定し、電流密度一定の条件でこの素子を駆動したところ、図 4 4 のような輝度劣化曲線が得られた。なお、図 4 4 において、横軸は時間、縦軸は初期輝度を 1 0 0 とした場合の相対輝度 (%) を表している。

【 0 2 4 2 】

図 4 4 より、本実施例の発光素子 5 は湿式法により作製された発光素子としては良好な寿命を有する発光素子であることがわかった。

【 実施例 8 】

【 0 2 4 3 】

本実施例では、実施の形態 1 の構造式 (6) で表される 9 - [9 , 1 0 - ビス (2 - ピフェニル) - 2 - アントリル] - 9 H - カルバゾール (略称 : 2 C z B P h A) の合成方法を記載する。

【 0 2 4 4 】

[ステップ 1] 9 - [9 , 1 0 - ビス (2 - ピフェニル) - 2 - アントリル] - 9 H - カルバゾール (略称 : 2 C z B P h A) の合成

2 C z B P h A の合成スキームを (H - 1) に示す。

10

20

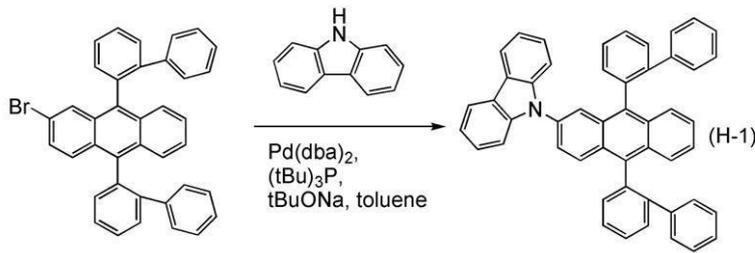
30

40

50

【 0 2 4 5 】

【 化 2 1 】



10

【 0 2 4 6 】

2.0 g (3.5 mmol) の国際公開第 2007/125934 号パンフレットに従って合成した 2-ブロモ-9,10-ビス(2-ビフェニル)アントラセンと、0.60 g (3.5 mmol) の 9H-カルバゾールと、2.0 g (21 mmol) のナトリウム tert-ブトキシドを 100 mL 三口フラスコへ入れ、フラスコ内を窒素置換した。この混合物へ 30 mL のトルエンと 0.1 mL のトリ(tert-ブチル)ホスフィン 10% ヘキサン溶液を加えた。この混合物を減圧しながら攪拌することで脱気した。脱気後、混合物へ 20 mg (0.035 mmol) のビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウム(0)を加えてから、この混合物を 100 で 3 時間攪拌した。攪拌後、析出した固体を吸引濾過により回収した。得られた固体をトルエンにとかしてからの溶液を、水、飽和食塩水の順に洗浄し、有機層を硫酸マグネシウムにより乾燥した。この混合物を自然濾過し、得られたろ液を濃縮したところ固体得た。この固体をトルエンに溶かしてから、フロリジル(和光純薬工業株式会社、カタログ番号: 540-00135)、セライト(和光純薬工業株式会社、カタログ番号: 531-16855)、アルミナを通して吸引ろ過し、得られたろ液を濃縮した。得られた固体をジクロロメタン/ヘキサンにより再結晶したところ、目的物の淡黄色粉末状固体を 2.0 g、収率 83% で得た。

20

【 0 2 4 7 】

2 Cz B P h A 500 mg をトレインサブレーション法により昇華精製をした。昇華精製は、圧力 200 Pa において、アルゴンガスを 15.0 mL/min で流しながら、材料を 350 で加熱して行った。昇華精製後、2 Cz B P h A を 450 mg 回収し、回収率は 90% であった。

30

【 0 2 4 8 】

また、示差走査熱量測定装置(DSC、パーキンエルマー社製、Pyris 1)を用いて、2 Cz B P h A の熱物性を測定し、結晶化温度(Tg) 102 を得た。

【 0 2 4 9 】

また、2 Cz B P h A のトルエン溶液の吸収スペクトルを図 45 に示す。また、2 Cz B P h A の薄膜の吸収スペクトルを図 46 に示す。測定には紫外可視分光光度計(日本分光株式会社製、V550 型)を用いた。溶液は石英セルに入れ、薄膜は石英基板に蒸着してサンプルを作製し、溶液のスペクトルは石英セルにトルエンのみを入れて測定した吸収スペクトルを、薄膜のスペクトルは石英基板の吸収スペクトルを差し引いた吸収スペクトルを図 45 および図 46 に示した。図 45 および図 46 において横軸は波長(nm)、縦軸は吸収強度(任意単位)を表す。トルエン溶液の場合では 341、379、406 nm 付近に吸収が見られ、薄膜の場合では 411 nm 付近に吸収が見られた。また、2 Cz B P h A のトルエン溶液(励起波長 330 nm)の発光スペクトルを図 47 に示す。また、2 Cz B P h A の薄膜(励起波長 411 nm)の発光スペクトルを図 48 に示す。図 47 および図 48 において横軸は波長(nm)、縦軸は発光強度(任意単位)を表す。最大発光波長はトルエン溶液の場合では 441、460 nm(励起波長 330 nm)、薄膜の場合で 451 nm(励起波長 411 nm)であった。

40

【 0 2 5 0 】

また、薄膜状態の 2 Cz B P h A を大気中にて光電子分光装置(理研計器社製、AC-2

50

)で測定した結果、HOMO準位は -5.57 eV であった。さらに、図46の2CzBP h Aの薄膜の吸収スペクトルのデータを用い、直接遷移を仮定したTaucプロットから吸収端を求め、その吸収端を光学的エネルギーギャップとして見積もったところ、そのエネルギーギャップは 2.82 eV であった。HOMO準位の値と、エネルギーギャップから、LUMO準位を見積もったところ -2.75 eV であった。

【0251】

また、2CzBP h Aの酸化還元反応特性を測定した。酸化還元反応特性は、サイクリックボルタンメトリ(CV)測定によって調べた。なお測定には、電気化学アナライザー(ビー・エー・エス(株)製、型番:ALSモデル600A)を用いた。

【0252】

CV測定における溶液は、溶媒として脱水ジメチルホルムアミド(DMF)((株)アルドリッチ製、99.8%、カタログ番号;22705-6)を用い、支持電解質である過塩素酸テトラ-n-ブチルアンモニウム($n\text{-Bu}_4\text{NClO}_4$)((株)東京化成製、カタログ番号;T0836)を 100 mmol/L の濃度となるように溶解させ、さらに測定対象を 1 mmol/L の濃度となるように溶解させて調製した。また、作用電極としては白金電極(ビー・エー・エス(株)製、PTE白金電極)を、補助電極としては白金電極(ビー・エー・エス(株)製、VC-3用Ptカウンター電極(5cm))を、参照電極としてはAg/Ag⁺電極(ビー・エー・エス(株)製、RE5非水溶媒系参照電極)をそれぞれ用いた。なお、測定は室温で行った。

【0253】

2CzBP h Aの酸化反応特性については次のようにして調べた。基準電極に対する作用電極の電位を -0.03 V から 1.20 V まで変化させた後、 1.20 V から -0.03 V まで変化させる走査を1サイクルとし、100サイクル測定した。なお、CV測定のスキャン速度は 0.1 V/s に設定した。

【0254】

2CzBP h Aの還元反応特性については次のようにして調べた。基準電極に対する作用電極の電位を -0.41 V から -2.30 V まで変化させた後、 -2.30 V から -0.41 V まで変化させる走査を1サイクルとし、100サイクル測定した。なお、CV測定のスキャン速度は 0.1 V/s に設定した。

【0255】

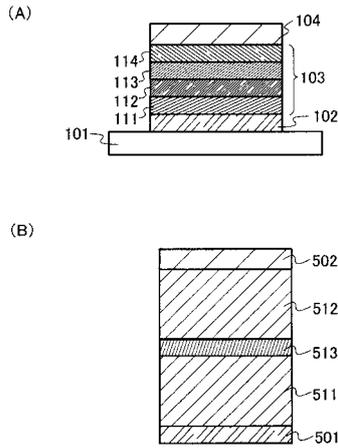
図49に2CzBP h Aの酸化側のCV測定結果を、図50に還元側のCV測定結果を示す。図49及び図50において、横軸は基準電極に対する作用電極の電位(V)を表し、縦軸は作用電極と補助電極との間に流れた電流値(μA)を表す。図49から、 $+0.96\text{ V}$ 付近(vs. Ag/Ag⁺電極)に酸化を示す電流が観測された。図50から、 -2.08 V 付近(vs. Ag/Ag⁺電極)に還元を示す電流が観測された。

10

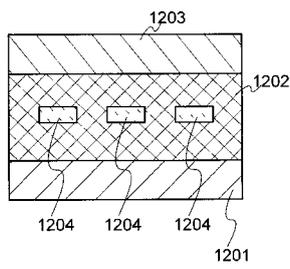
20

30

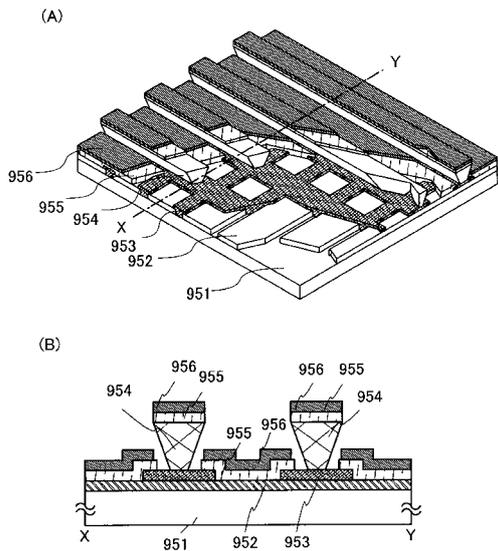
【図1】



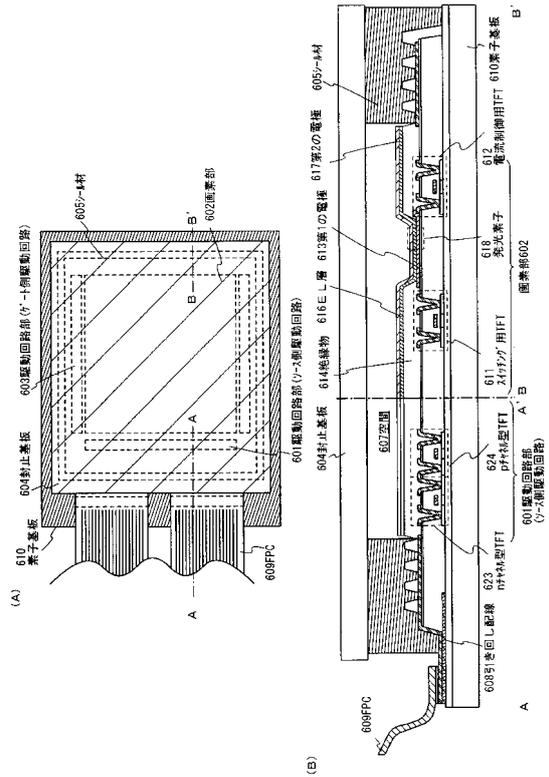
【図2】



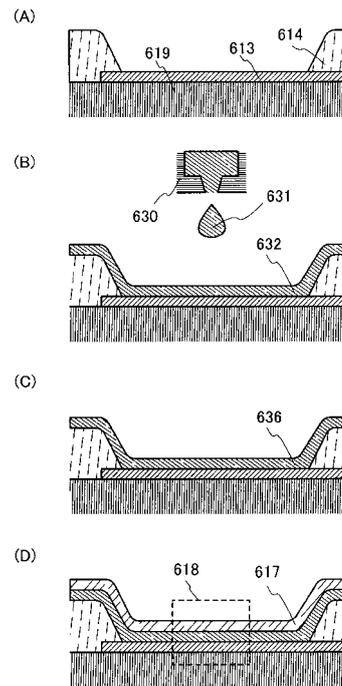
【図4】



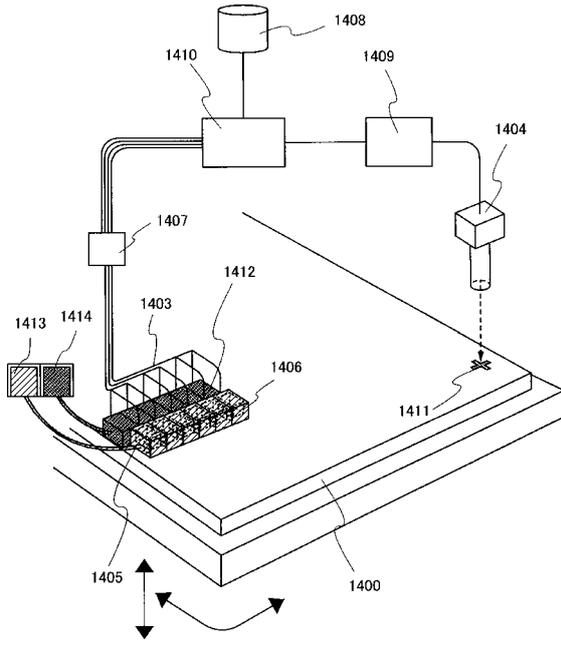
【図3】



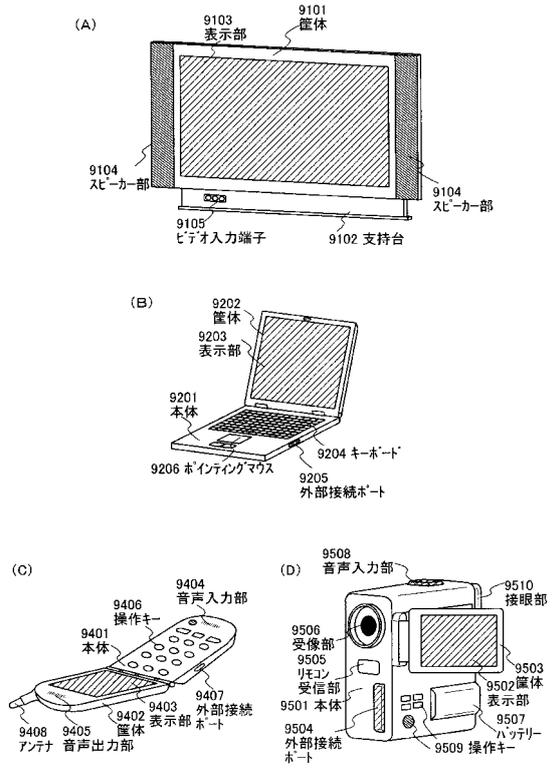
【図5】



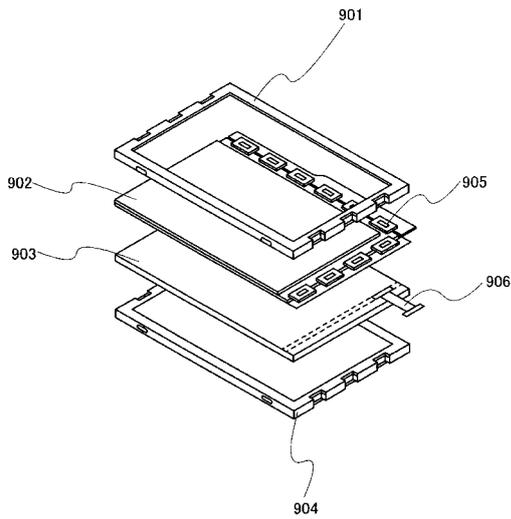
【図6】



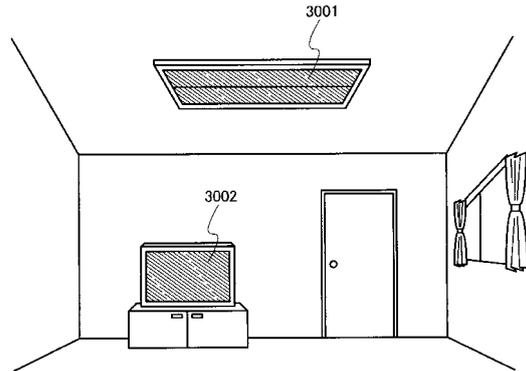
【図7】



【図8】



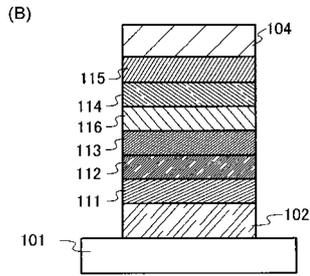
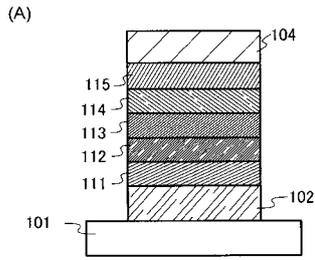
【図10】



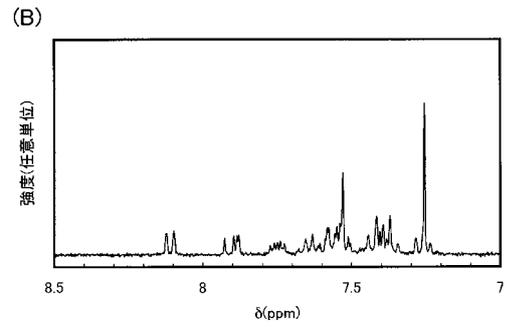
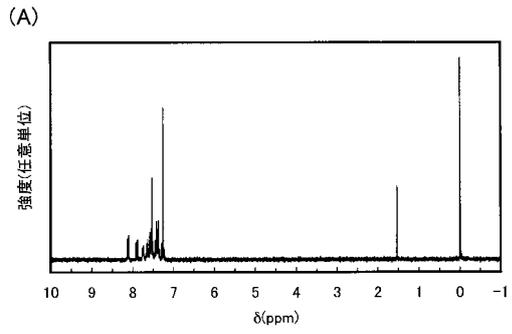
【図9】



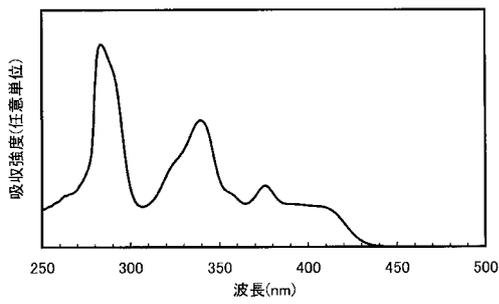
【 図 1 1 】



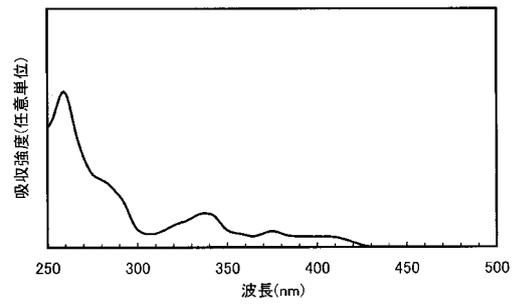
【 図 1 2 】



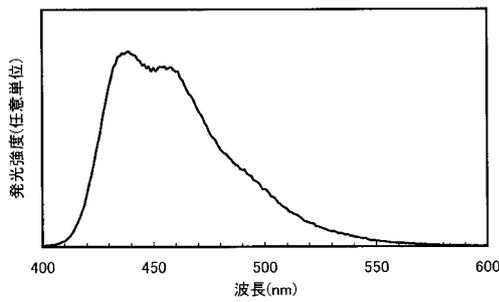
【 図 1 3 】



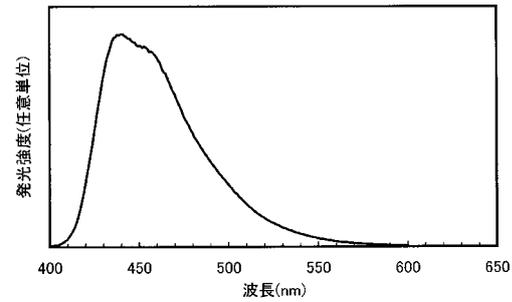
【 図 1 5 】



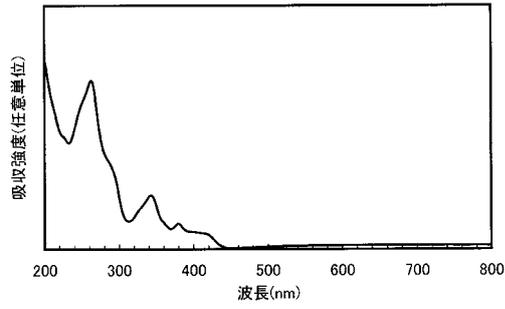
【 図 1 4 】



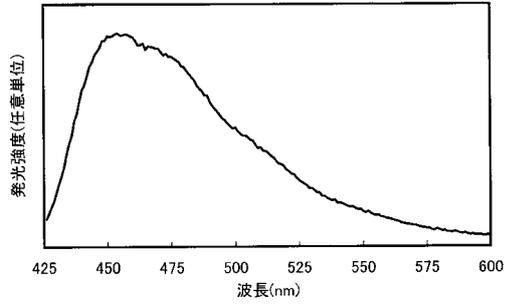
【 図 1 6 】



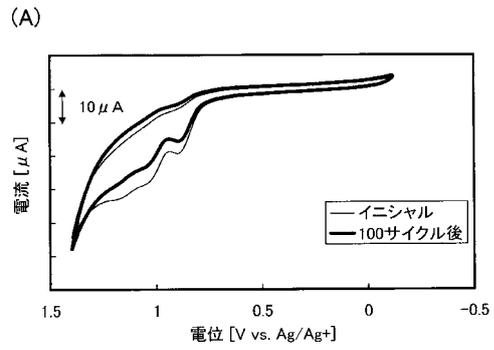
【図 17】



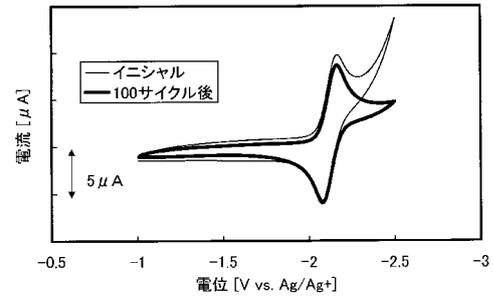
【図 18】



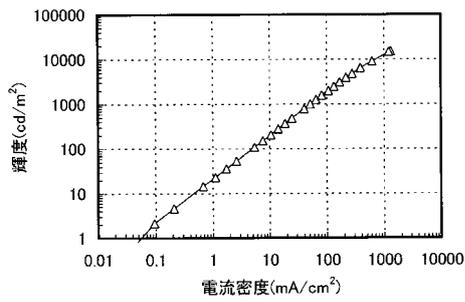
【図 19】



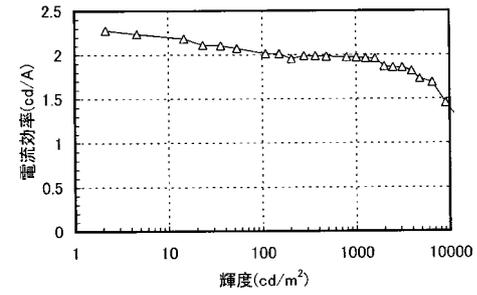
(B)



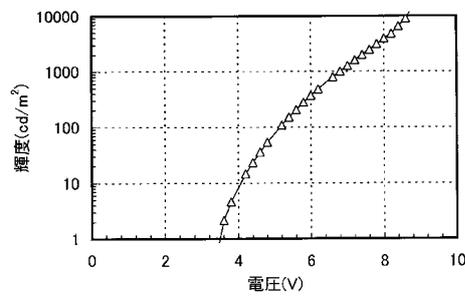
【図 20】



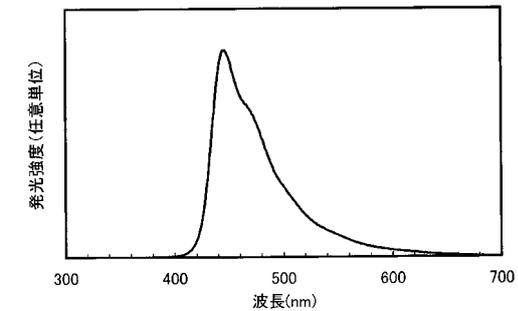
【図 22】



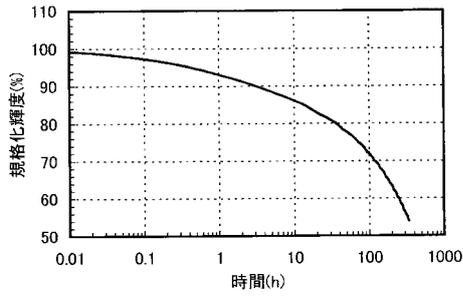
【図 21】



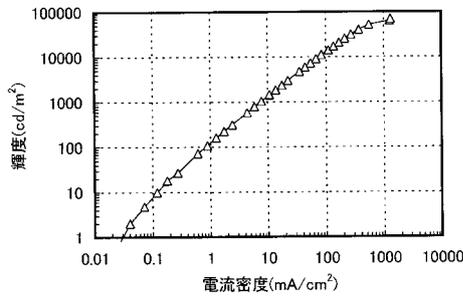
【図 23】



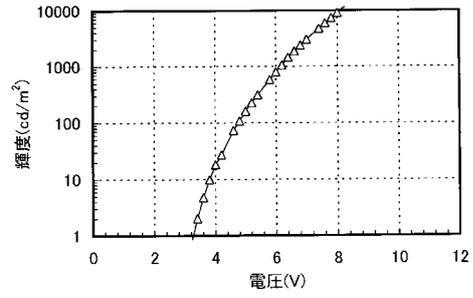
【 図 2 4 】



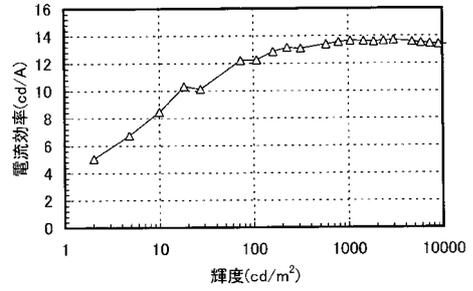
【 図 2 5 】



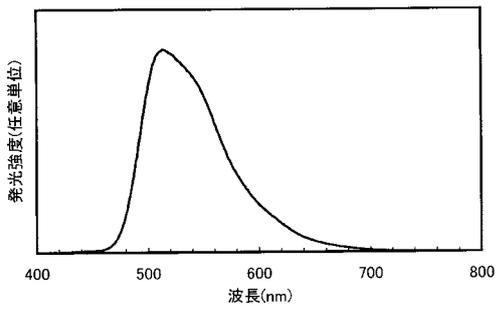
【 図 2 6 】



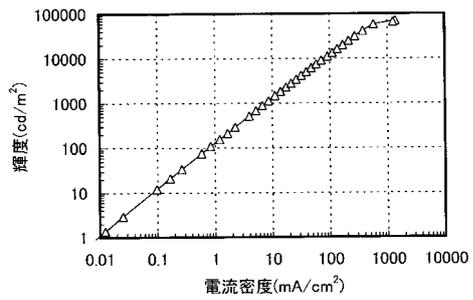
【 図 2 7 】



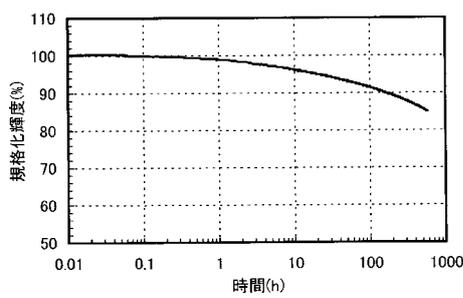
【 図 2 8 】



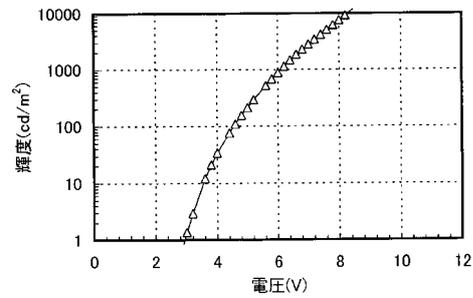
【 図 3 0 】



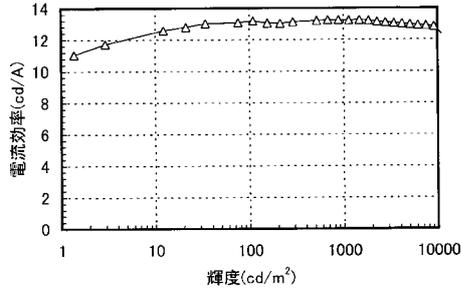
【 図 2 9 】



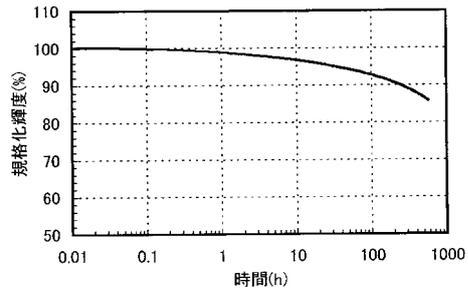
【 図 3 1 】



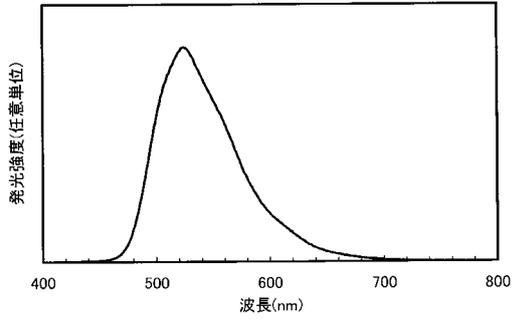
【 図 3 2 】



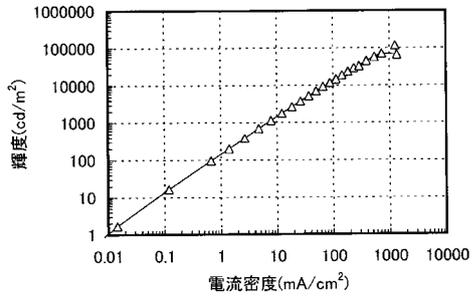
【 図 3 4 】



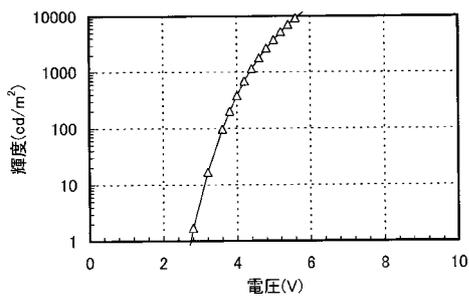
【 図 3 3 】



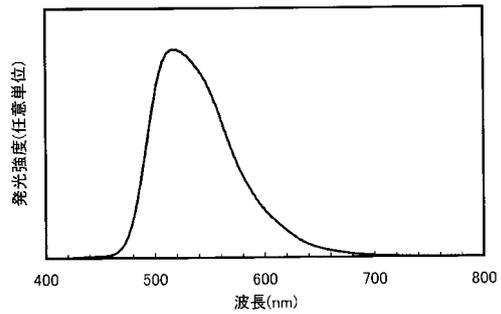
【 図 3 5 】



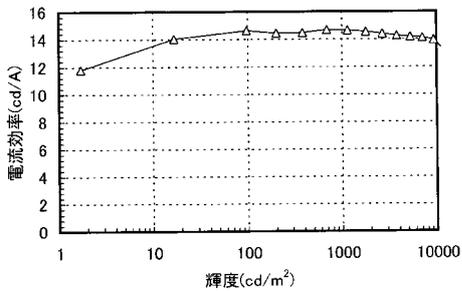
【 図 3 6 】



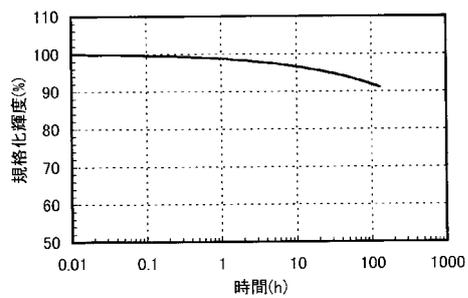
【 図 3 8 】



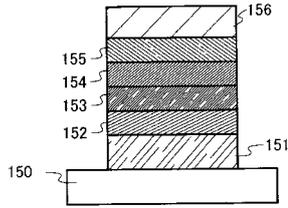
【 図 3 7 】



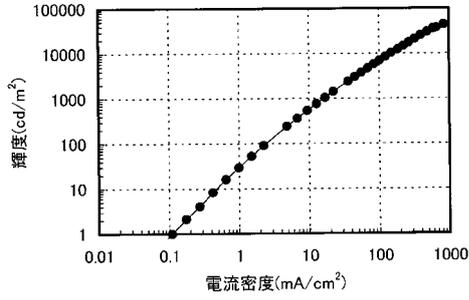
【 図 3 9 】



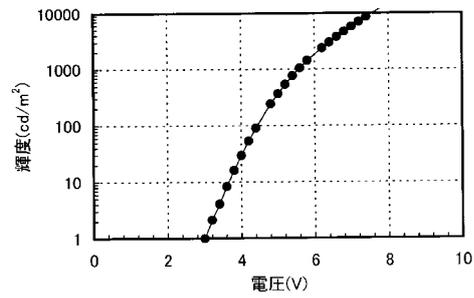
【 図 4 0 】



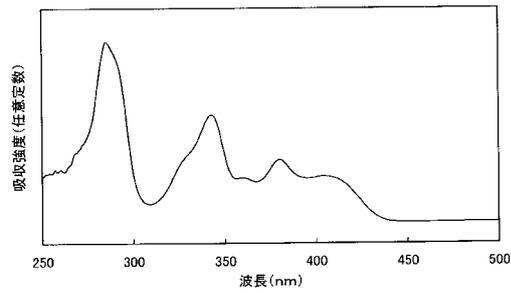
【 図 4 1 】



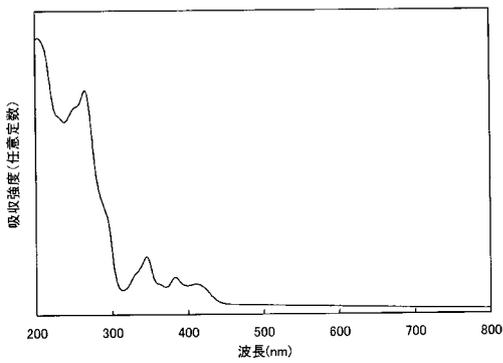
【 図 4 2 】



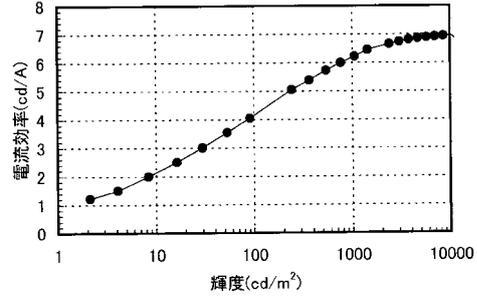
【 図 4 5 】



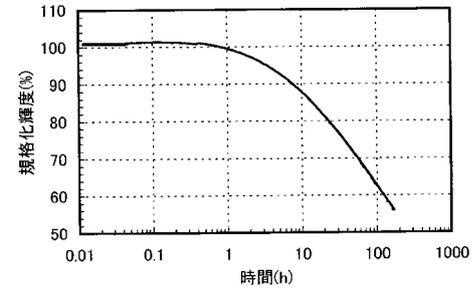
【 図 4 6 】



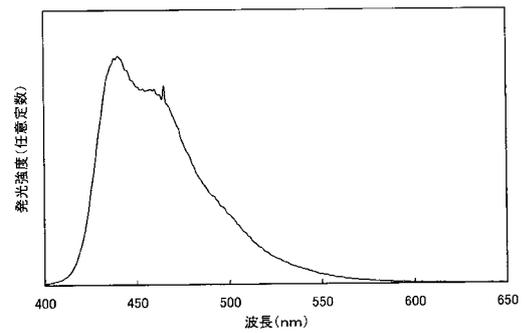
【 図 4 3 】



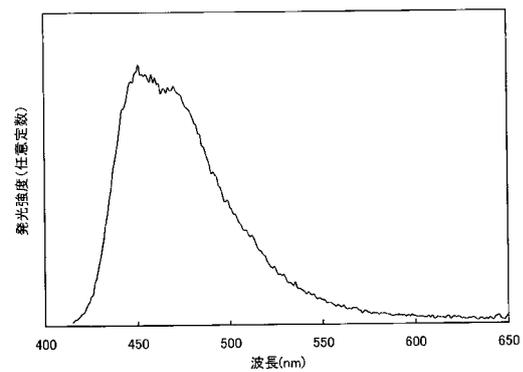
【 図 4 4 】



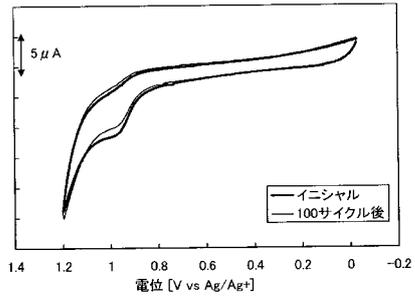
【 図 4 7 】



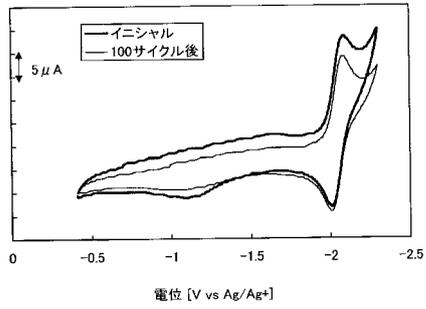
【 図 4 8 】



【図49】



【図50】



フロントページの続き

(72)発明者 瀬尾 哲史

神奈川県厚木市長谷398番地 株式会社半導体エネルギー研究所内

審査官 小川 由美

(56)参考文献 国際公開第2007/061181(WO, A1)

国際公開第2007/102683(WO, A1)

特開2009-299049(JP, A)

特表2012-522041(JP, A)

米国特許出願公開第2008/0122344(US, A1)

米国特許出願公開第2010/0019663(US, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07D

C09K 11/06

H01L 51/50

CAplus/REGISTRY(STN)