

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6157125号
(P6157125)

(45) 発行日 平成29年7月5日(2017.7.5)

(24) 登録日 平成29年6月16日(2017.6.16)

(51) Int.Cl.		F I	
H01L	51/50	(2006.01)	H05B 33/14 B
H05B	33/12	(2006.01)	H05B 33/12 E
C07F	15/00	(2006.01)	C07F 15/00 CSPE
C09K	11/06	(2006.01)	C09K 11/06 660
C07C	13/32	(2006.01)	C09K 11/06 690

請求項の数 14 (全 67 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-9524 (P2013-9524)
 (22) 出願日 平成25年1月22日(2013.1.22)
 (65) 公開番号 特開2014-141425 (P2014-141425A)
 (43) 公開日 平成26年8月7日(2014.8.7)
 審査請求日 平成28年1月21日(2016.1.21)

早期審査対象出願

前置審査

(73) 特許権者 000001007
 キヤノン株式会社
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
 (74) 代理人 100126240
 弁理士 阿部 琢磨
 (74) 代理人 100124442
 弁理士 黒岩 創吾
 (72) 発明者 安部 滋幹
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤ
 ノン株式会社内
 (72) 発明者 鎌谷 淳
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤ
 ノン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 イリジウム錯体およびそれを有する有機発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

陽極と陰極と、前記陽極と前記陰極の間に配置される発光層を有し、前記発光層はゲスト分子とホスト分子を有する有機発光素子であって、

前記ゲスト分子は下記一般式[1]で示されるイリジウム錯体であり、

【化1】



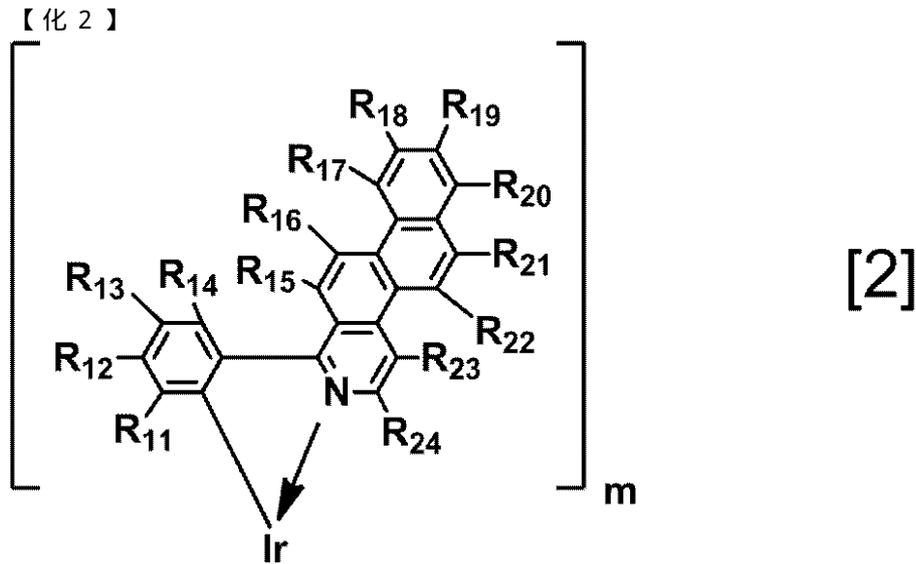
式[1]において、

Irはイリジウムである。

L及びL'は、互いに異なる二座配位子を表し、LとL'のうち少なくともいずれか一方はアルキル基を有する。

mは2であり、nは1である。

IrL_mは、下記一般式[2]で示される。



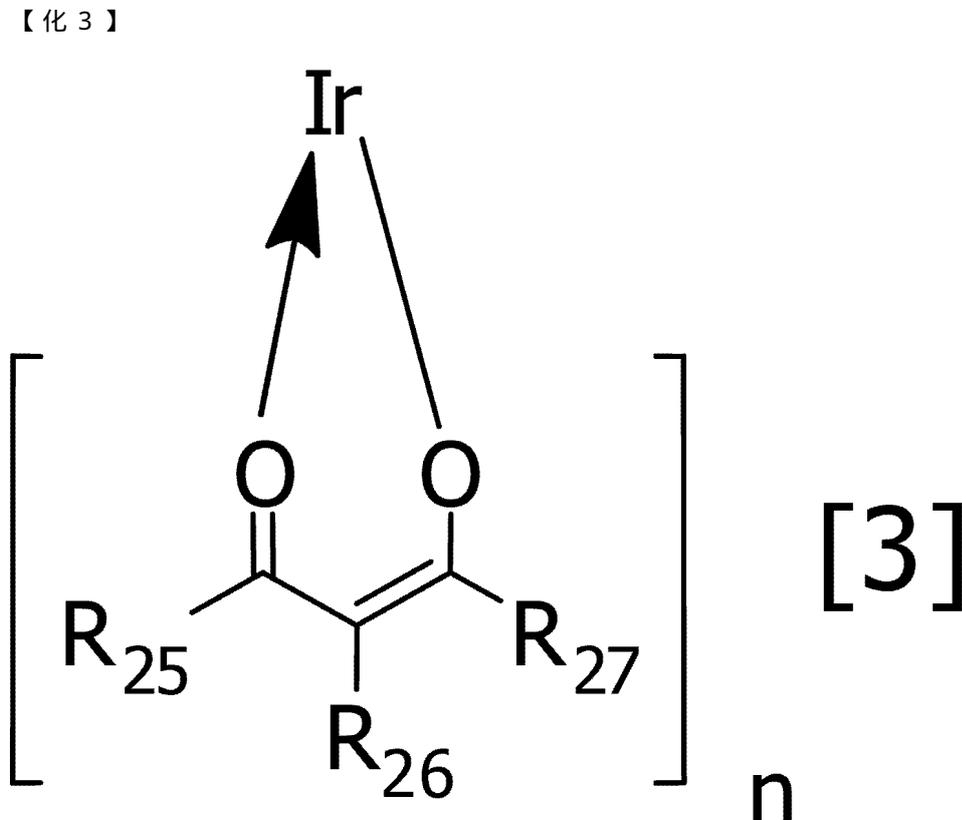
10

式 [2] において、 R_{11} 乃至 R_{14} は水素原子、フッ素原子、置換基を有するか無置換体のアルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基、置換基を有するか無置換体のアリール基、置換基を有するか無置換体の複素環基からそれぞれ独立に選ばれる。

R_{15} 乃至 R_{24} はそれぞれ、水素原子、フッ素原子、置換基を有するか無置換体のアルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基からそれぞれ独立に選ばれる。

20

IrL'_n は下記一般式 [3] である。



30

40

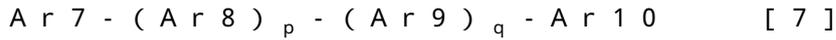
式 [3] において、

R_{25} 乃至 R_{27} は水素原子、アルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基、置換基を有するか無置換体のアリール基、置換基を有するか無置換体の複素環基からそれぞれ独立に選ばれる。

前記ホスト分子は、下記式 [7] で示される有機化合物であることを特徴とする有機発

50

光素子。

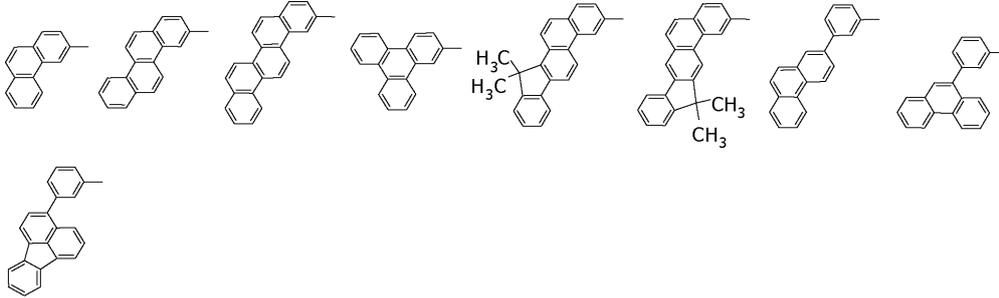


p, q はそれぞれ独立に 0 もしくは 1 のいずれかであり、以下の関係式を満たす。

$$1 \leq p + q \leq 2$$

前記 Ar 7 は、以下の構造式のいずれかから選ばれる。

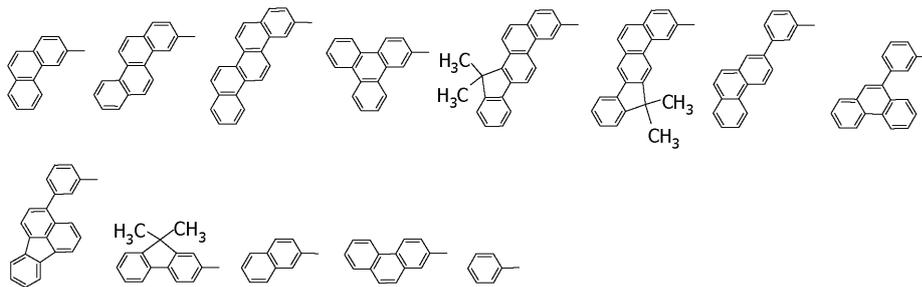
【化 4】



10

前記 Ar 10 は、以下の構造式から選ばれる。

【化 5】



20

前記 Ar 8 および前記 Ar 9 は、置換基を有するか無置換のベンゼン、置換基を有するか無置換のナフタレン、置換基を有するか無置換のフェナンスレン、置換基を有するか無置換のフルオレン、置換基を有するか無置換のトリフェニレン、置換基を有するか無置換のクリセン、置換基を有するか無置換のピセン、置換基を有するか無置換のフルオランテン、置換基を有するか無置換のインデノ [2 , 1 - a] フェナンスレン、置換基を有するか無置換のインデノ [1 , 2 - b] フェナンスレンからそれぞれ独立に選ばれる。ただしフルオレンは 9 位に、インデノ [2 , 1 - a] フェナンスレンは 1 3 位に、インデノ [1 , 2 - b] フェナンスレンは 1 2 位にメチル基を有する。

30

【請求項 2】

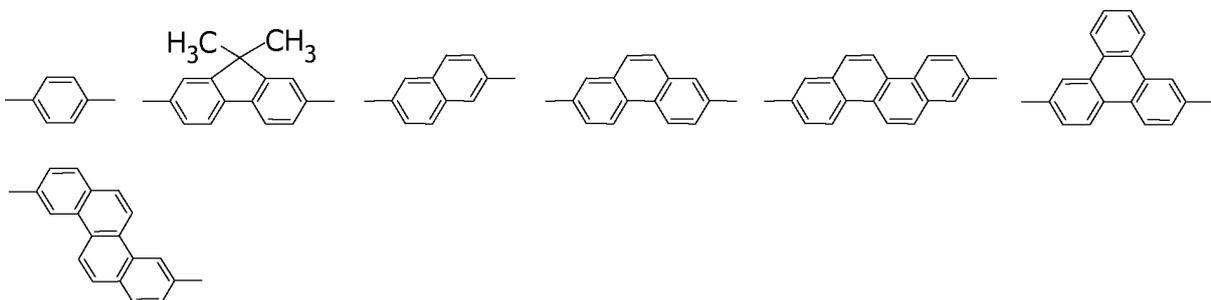
前記 Ar 7 および前記 Ar 10 が互いに異なることを特徴とする請求項 1 に記載の有機発光素子。

【請求項 3】

前記 Ar 8 および前記 Ar 9 が、下記構造式からそれぞれ独立に選ばれることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の有機発光素子。

40

【化 6】



【請求項 4】

50

一般式 [3] における R_{25} および R_{27} がターシャリブチル基であることを特徴とする請求項 1 に記載の有機発光素子。

【請求項 5】

一般式 [3] における R_{25} および R_{27} がメチル基であることを特徴とする請求項 1 に記載の有機発光素子。

【請求項 6】

前記一般式 [2] において、 R_{11} 乃至 R_{24} が水素原子、フッ素原子、炭素原子数 1 乃至 10 のアルキル基からそれぞれ独立に選ばれ、前記一般式 [3] において、 R_{25} 乃至 R_{27} が水素原子、炭素原子数 1 乃至 10 のアルキル基からそれぞれ独立に選ばれる。ただし R_{11} 乃至 R_{27} の少なくとも 1 つは、炭素原子数 1 乃至 10 のアルキル基であることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか一項に記載の有機発光素子。

10

【請求項 7】

前記発光層が別の有機化合物を更に有することを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか一項に記載の有機発光素子。

【請求項 8】

前記別の有機化合物の HOMO 準位が前記炭化水素化合物の HOMO 準位より高いことを特徴とする請求項 7 に記載の有機発光素子。

【請求項 9】

前記別の有機化合物の LUMO 準位が前記炭化水素化合物の LUMO 準位より高いことを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の有機発光素子。

20

【請求項 10】

複数の画素を有し、前記複数の画素が請求項 1 乃至 9 のいずれか一項に記載の有機発光素子と前記有機発光素子に接続された能動素子とを有することを特徴とする表示装置。

【請求項 11】

前記能動素子は電極を有し、前記電極は透明酸化半導体を有することを特徴とする請求項 10 に記載の表示装置。

【請求項 12】

カラーフィルターを有することを特徴とする請求項 10 または 11 に記載の表示装置。

【請求項 13】

感光体ドラムと、前記感光体ドラムを露光する露光光源を有する電子写真方式の画像形成装置であって、

30

前記露光光源は、複数の発光部を有し、

前記複数の発光部は一方向に配置され且つそれぞれが請求項 1 乃至 9 のいずれか一項に記載の有機発光素子と前記有機発光素子に接続された能動素子を有することを特徴とする電子写真方式の画像形成装置。

【請求項 14】

請求項 1 乃至 9 のいずれか一項に記載の有機発光素子と、前記有機発光素子に接続されている AC / DC コンバータ回路と、を有することを特徴とする照明装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

40

【0001】

本発明は新規なイリジウム錯体およびそれを有する有機発光素子に関する。より具体的には配位子のうち一方をナフト [2 , 1 - f] イソキノリン骨格の配位子とし、他方を別の骨格の配位子とするいわゆる異配位子種を有する新規なイリジウム錯体とそれを有する有機発光素子に関する。

【背景技術】

【0002】

有機発光素子は陽極と陰極と、それら両電極間に配置される有機化合物層とを有する素子である。有機発光素子は有機エレクトロルミネッセント素子、有機 EL 素子とも言われている。有機発光素子は、前記各電極から注入させる正孔 (ホール) 及び電子が有機化

50

物層内で再結合することで励起子が生成し、励起子が基底状態に戻る際に光が放出される。有機発光素子の最近の進歩は著しく、駆動電圧が低く、多様な発光波長、高速応答性、薄型、軽量の発光デバイス化が可能である。

【0003】

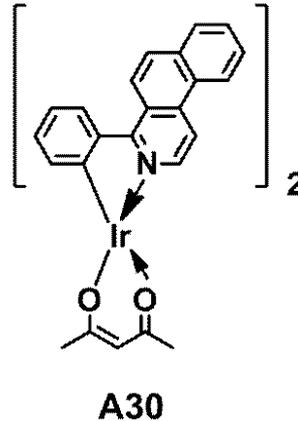
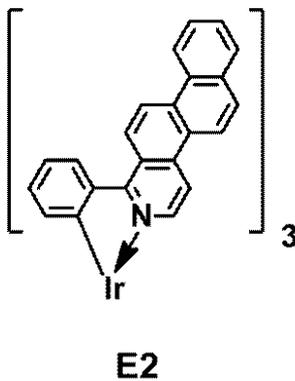
有機発光素子のうち、燐光発光素子は前記有機化合物層中に燐光発光材料を有し、その三重項励起子由来の発光が得られる発光素子である。燐光発光素子の発光効率及び耐久寿命には更なる改善の余地があり、燐光発光材料の発光量子収率の向上と、発光層ホスト材料分子の分子構造劣化の抑制が望まれている。

【0004】

燐光発光素子の発光材料に使用されるナフト[2,1-f]イソキノリン骨格を発光性配位子に有するイリジウム錯体として、例えば以下に示す化合物E2が特許文献1で開示されている。また、ナフト[2,1-f]イソキノリン骨格よりも環の数が一つ少ない骨格を発光性配位子に有し、かつ補助配位子を有するイリジウム錯体として、例えば以下に示す化合物A30が特許文献1で開示されている。

【0005】

【化1】



【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開2009-114137号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、有機発光素子に適した発光波長と高い発光効率を有し、かつハンドリング性の高い新規なイリジウム錯体及びそれを有する高効率且つ駆動耐久性能が向上した有機発光素子を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0008】

よって、本発明は、下記一般式[1]で表わされるゲスト分子と、下記一般式[7]で表わされるホスト分子とを有する有機発光素子を提供する。

【0009】

【化2】



【0010】

式[1]において、

Irはイリジウムである。

L及びL'は、互いに異なる二座配位子を表し、LとL'のうち少なくともいずれか一方

10

20

30

40

50

はアルキル基を有する。

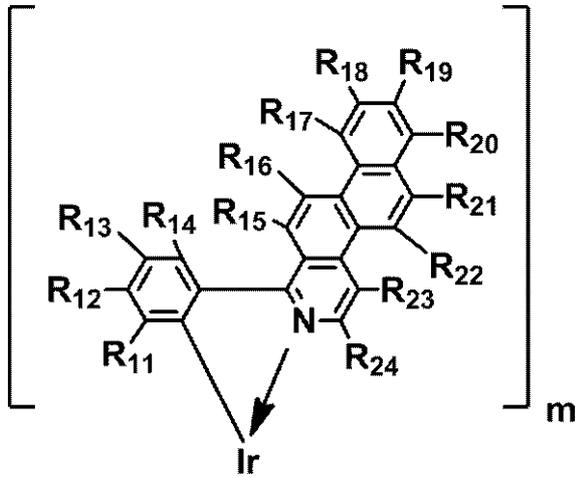
mは2であり、nは1である。

【0011】

IrL_mは、下記一般式[2]で示される。

【0012】

【化3】



10

[2]

【0013】

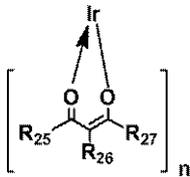
式[2]において、

R₁₁乃至R₁₄は水素原子、フッ素原子、置換基を有するか無置換体のアルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基、置換基を有するか無置換体のアリール基、置換基を有するか無置換体の複素環基からそれぞれ独立に選ばれる。

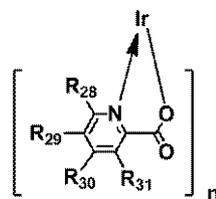
R₁₅乃至R₂₄はそれぞれ、水素原子、フッ素原子、置換基を有するか無置換体のアルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基からそれぞれ独立に選ばれる。

IrL_n'は下記一般式[3]乃至[5]のいずれかである。

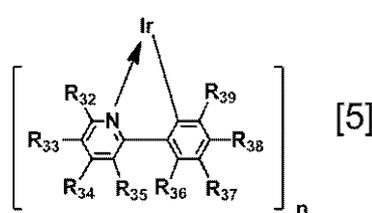
【化1】



[3]



[4]



[5]

30

式[3]乃至[5]において、

R₂₅乃至R₃₉は水素原子、アルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基、置換基を有するか無置換体のアリール基、置換基を有するか無置換体の複素環基からそれぞれ独立に選ばれる。

前記ホスト分子は、一般式[7]で示される有機化合物である。

40

【発明の効果】

【0014】

本発明によれば、有機発光素子に適した発光波長と高い発光効率を有し、かつハンドリング性の高い新規イリジウム錯体及びそれを有する高効率且つ駆動耐久性能が向上した有機発光素子を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】有機発光素子とこの有機発光素子に接続するスイッチング素子とを示す断面模式図である。

【発明を実施するための形態】

50

【0016】

本発明のイリジウム錯体について詳細に説明する。

【0017】

本発明に係るイリジウム錯体は、ナフト[2,1-f]イソキノリン骨格を配位子の一部に有するイリジウム錯体であり具体的には、

下記一般式[1]で示されることを特徴とするイリジウム錯体である。

【0018】

【化4】



10

【0019】

式[1]において、

Irはイリジウムである。

L及びL'は、互いに異なる二座配位子を表し、LとL'のうち少なくともいずれか一方はアルキル基を有する。

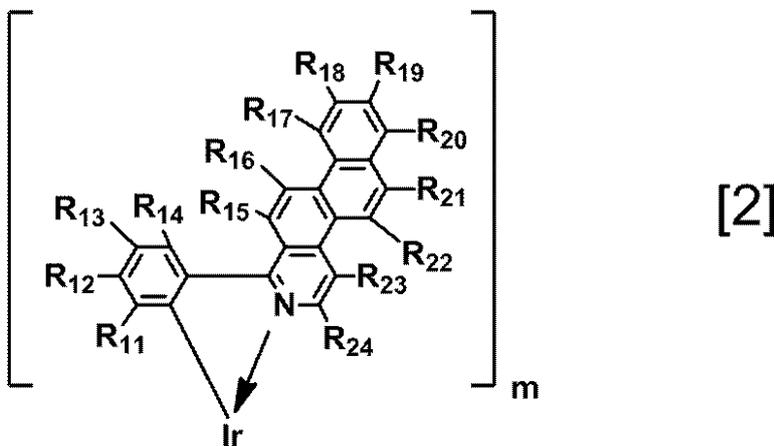
mは2であり、nは1である。

【0020】

IrL_mは、下記一般式[2]で示される。

【0021】

【化5】



【2】

30

【0022】

式[2]において、

R₁₁乃至R₁₄は水素原子、フッ素原子、置換基を有するか無置換体のアルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基、置換基を有するか無置換体のアリール基、置換基を有するか無置換体の複素環基からそれぞれ独立に選ばれる。

R₁₅乃至R₂₄はそれぞれ、水素原子、フッ素原子、置換基を有するか無置換体のアルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基からそれぞれ独立に選ばれる。

L'は一価の二座配位子である。

【0023】

即ちこのイリジウム錯体は、式[2]にその配位子が示されるように、1-フェニルナフト[2,1-f]イソキノリン(以下niqと示す)を骨格とする配位子を有する。そしてこのniq系イリジウム錯体(Ir錯体)は置換基としてアルキル基を有する。

【0024】

そしてイリジウム錯体は、赤色に発光する。

【0025】

本発明に係るイリジウム錯体は、LとL'が、互いに異なる二座配位子であるためこのような配位子を異配位子種と本発明では呼ぶ。

50

【 0 0 2 6 】

以下に式 [2] における R₁₁ 乃至 R₂₄ について説明する。

【 0 0 2 7 】

アルキル基が R₁₁ 乃至 R₂₄ のうち少なくとも1つに該当する場合、それは好ましくは炭素原子数 1 以上 10 以下のアルキル基であり、より好ましくは炭素原子数 1 以上 6 以下のアルキル基である。炭素原子数 1 以上 6 以下のアルキル基は、メチル基、エチル基、n - プロピル基、i - プロピル基、n - ブチル基、i - ブチル基、sec - ブチル基、tert - ブチル基、n - ペンチル基、i - ペンチル基、tert - ペンチル基、ネオペンチル基、n - ヘキシル基、シクロヘキシル基が具体的に挙げられる。このうちメチル基もしくは tert - ブチル基がより好ましい。

10

【 0 0 2 8 】

アルコキシ基が R₁₁ 乃至 R₂₄ のうち少なくとも1つに該当する場合、メトキシ基、エトキシ基、i - プロポキシ基、n - ブトキシ基、tert - ブトキシ基等が具体的に挙げられるが、メトキシ基が好ましい。

【 0 0 2 9 】

置換アミノ基が R₁₁ 乃至 R₂₄ のうち少なくとも1つに該当する場合、N - メチルアミノ基、N - エチルアミノ基、N, N - ジメチルアミノ基、N, N - ジエチルアミノ基、N - メチル - N - エチルアミノ基、N - ベンジルアミノ基、N - メチル - N - ベンジルアミノ基、N, N - ジベンジルアミノ基、アニリノ基、N, N - ジフェニルアミノ基、N, N - ジナフチルアミノ基、N, N - ジフルオレニルアミノ基、N - フェニル - N - トリルアミノ基、N, N - ジトリルアミノ基、N - メチル - N - フェニルアミノ基、N, N - ジアニソリルアミノ基、N - メシチル - N - フェニルアミノ基、N, N - ジメシチルアミノ基、N - フェニル - N - (4 - ターシャリブチルフェニル) アミノ基、N - フェニル - N - (4 - トリフルオロメチルフェニル) アミノ基が具体的に挙げられる。中でも、N, N - ジメチルアミノ基もしくは N, N - ジフェニルアミノ基が好ましい。

20

【 0 0 3 0 】

アリール基が R₁₁ 乃至 R₁₄ のうち少なくとも1つに該当する場合、フェニル基、ナフチル基、フェナントリル基、アントリル基、フルオレニル基、ピフェニレニル基、アセナフチレニル基、クリセニル基、ピレニル基、トリフェニレニル基、ピセニル基、フルオランテニル基、ペリレニル基、ナフタセニル基、ピフェニル基、ターフェニル基が具体的に挙げられる。中でも、フェニル基、ナフチル基、フルオレニル基もしくはピフェニル基が好ましく、フェニル基がより好ましい。

30

【 0 0 3 1 】

複素環基が R₁₁ 乃至 R₁₄ のうち少なくとも1つに該当する場合、チエニル基、ピロリル基、ピラジニル基、ピリジル基、インドリル基、キノリル基、イソキノリル基、ナフチリジニル基、アクリジニル基、フェナントロリニル等、カルバゾリル基、ベンゾ [a] カルバゾリル基、ベンゾ [b] カルバゾリル基、ベンゾ [c] カルバゾリル基、フェナジニル基、フェノキサジニル基、フェノチアジニル基、ベンゾチオフェニル基、ジベンゾチオフェニル基、ベンゾフラニル基、ジベンゾフラニル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基が具体的に挙げられる。

40

【 0 0 3 2 】

R₁₁ 乃至 R₁₄ の少なくとも1つに該当するアリール基あるいは複素環基は、更に置換基を有していてもよい。その置換基に制限はないが、例えばアルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基、シアノ基、トリフルオロメチル基、アリール基および複素環基を挙げることができる。

【 0 0 3 3 】

更に有する置換基がアルキル基である場合、そのアルキル基は具体的には R₁₁ 乃至 R₂₄ で説明したアルキル基の具体例と同様であり、好ましくは炭素原子数 1 以上 10 以下のアルキル基であり、より好ましくは炭素原子数 1 以上 6 以下のアルキル基であり、より好ましくはメチル基、tert - ブチル基である。

50

更に有する置換基がアルコキシ基である場合、そのアルコキシ基は具体的には、 R_{11} 乃至 R_{24} で説明したアルコキシ基の具体例と同様であり、好ましくはメトキシ基である。更に有する置換基が置換アミノ基である場合、その置換アミノ基は具体的には、 R_{11} 乃至 R_{24} で説明した置換アミノ基の具体例と同様であり、好ましくは N, N -ジメチルアミノ基もしくは N, N -ジフェニルアミノ基である。

更に有する置換基がアリール基である場合、そのアリール基は具体的には、 R_{11} 乃至 R_{14} で説明したアリール基の具体例と同様であり、好ましくはフェニル基、ナフチル基、フルオレニル基もしくはビフェニル基であり更に好ましくはフェニル基である。

更に有する置換基が複素芳香族基である場合、その複素環基は具体的には、 R_{11} 乃至 R_{14} で説明した複素環基の具体例と同様である。

10

【0034】

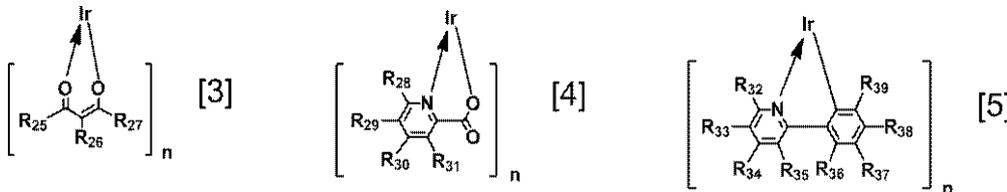
次に、 L' について説明する。部分構造 IrL'_n は、一価の二座配位子 (L') を含む構造である。 L' として、アセチルアセトン、フェニルピリジン、ピコリン酸、オキサレート、サレンを具体例として挙げるができる。

【0035】

IrL'_n はより具体的には下記一般式 [3] 乃至 [5] のいずれかで示すことができ、より好ましくは一般式 [3] である。

【0036】

【化6】



20

【0037】

式 [3] 乃至 [5] において、 R_{25} 乃至 R_{39} は、水素原子、アルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基、置換基を有するか無置換体のアリール基、置換基を有するか無置換体の複素環基からそれぞれ独立に選ばれる。

【0038】

アルキル基が R_{25} 乃至 R_{39} のうち少なくとも1つに該当する場合、そのアルキル基は、 R_{11} 乃至 R_{24} において説明したアルキル基の具体例と同様であり、好ましくは炭素原子数1以上10以下のアルキル基であり、より好ましくは炭素原子数1以上6以下のアルキル基であり、より好ましくはメチル基、*tert*-ブチル基である。

30

【0039】

アルコキシ基が R_{25} 乃至 R_{39} のうち少なくとも1つに該当する場合、そのアルコキシ基は、 R_{11} 乃至 R_{24} において説明したアルコキシ基の具体例と同様であり、メトキシ基であることが好ましい。

【0040】

置換アミノ基が R_{25} 乃至 R_{39} のうち少なくとも1つに該当する場合、その置換アミノ基は、 R_{11} 乃至 R_{24} において説明したアルコキシ基の具体例と同様であり、 N, N -ジメチルアミノ基もしくは N, N -ジフェニルアミノ基であることが好ましい。

40

【0041】

アリール基が R_{25} 乃至 R_{39} のうち少なくとも1つに該当する場合、そのアリール基は、 R_{11} 乃至 R_{14} において説明したアリール基の具体例と同様であり、フェニル基、ナフチル基、フルオレニル基もしくはビフェニル基のいずれかであることが好ましく、より好ましくはフェニル基である。

【0042】

複素環基が R_{25} 乃至 R_{39} のうち少なくとも1つに該当する場合、その複素環基は、 R_{11} 乃至 R_{14} において説明した複素環基の具体例と同様である。

50

【 0 0 4 3 】

R₂₅乃至R₃₉の少なくとも1つに該当するアリアル基あるいは複素環基は、更に置換基を有していてもよい。その置換基に制限はないが、例えばアルキル基、アルコキシ基、置換アミノ基、シアノ基、トリフルオロメチル基、アリアル基および複素環基を挙げることができる。

【 0 0 4 4 】

更に有する置換基がアルキル基である場合、そのアルキル基は具体的には、R₁₁乃至R₃₉で説明したアルキル基の具体例と同様であり、好ましくは炭素原子数1以上10以下のアルキル基であり、より好ましくは炭素原子数1以上6以下のアルキル基であり、より好ましくはメチル基、tert-ブチル基である。

更に有する置換基がアルコキシ基である場合、そのアルコキシ基は具体的には、R₁₁乃至R₃₉で説明したアルコキシ基の具体例と同様であり、好ましくはメトキシ基である。

更に有する置換基が置換アミノ基である場合、その置換アミノ基は具体的には、R₁₁乃至R₃₉で説明した置換アミノ基の具体例と同様であり、好ましくはN,N-ジメチルアミノ基もしくはN,N-ジフェニルアミノ基である。

更に有する置換基がアリアル基である場合、そのアリアル基は具体的には、R₁₁乃至R₁₄で説明した芳香族炭化水素基の具体例と同様であり、フェニル基、ナフチル基、フルオレニル基もしくはビフェニル基が好ましく、より好ましくはフェニル基である。

更に有する置換基が複素環基である場合、その複素環基は、R₁₁乃至R₁₄で表される複素環基の具体例と同様である。

【 0 0 4 5 】

(本発明に係るイリジウム錯体の合成方法)

次に、本実施の形態に係る式[1]で示されるイリジウム錯体の合成方法について説明する。

(I) 配位子となる有機化合物の合成

(II) 有機金属錯体の合成

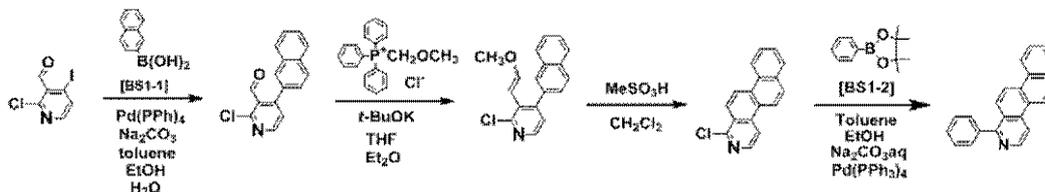
ここで、配位子となる有機化合物は、例えば、合成ルート1乃至2のいずれかの方法により合成することができる。

【 0 0 4 6 】

<合成ルート1>

【 0 0 4 7 】

【化7】

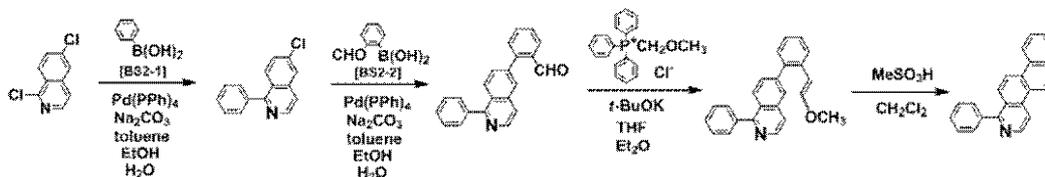


【 0 0 4 8 】

<合成ルート2>

【 0 0 4 9 】

【化8】



【 0 0 5 0 】

合成ルート1乃至2のいずれにおいても、カップリングするボロン酸化合物は、上記合成ルート1乃至2で示される化合物BS1-1乃至BS2-2に限られない。合成ルート1においては、ボロン酸化合物となるBS1-1乃至BS1-2をそれぞれ別のものに代

10

20

30

40

50

えることで、目的の配位子を変えることができる。

【0051】

合成ルート2においては、ボロン酸化合物となるBS2-1乃至BS2-2をそれぞれ別のもの代えることで、目的の配位子を変えることができる。

【0052】

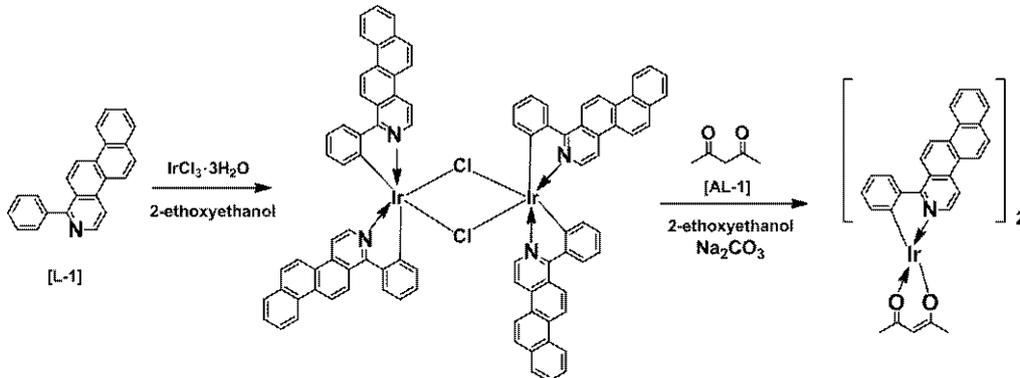
イリジウム錯体は、合成ルート3の方法により得ることができる。

【0053】

<合成ルート3>

【0054】

【化9】



10

20

【0055】

合成ルート3によれば、二種類以上の配位子を有する有機金属錯体を合成することができる。ここで、合成ルート3を示す上記式のうちの発光性配位子であるL-1やあるいは補助配位子となるAL-1を別のもの代えることで、合成する錯体を変えることができる。例えばAL-1をピリジルピリジン誘導体に変える場合、式中の2-エトキシエタノールと炭酸ナトリウムを、エタノールとトリフルオロメタンスルホン酸銀に変えればよい。

【0056】

また本発明に係る化合物を、有機発光素子の製造に用いる場合には、直前の精製に昇華精製を行うことが好ましい。昇華精製は精製効果が大きいので、これにより有機化合物の高純度化が実現する。は、有機化合物の分子量が大きいほど昇華精製には高温が必要であり、この際高温による熱分解などを起こしやすい。したがって有機発光素子に用いられる有機化合物は、過大な加熱なく昇華精製を行うことができるように、分子量が1200以下であることが好ましく、1100以下がより好ましい。

30

【0057】

(本発明に係るナフト[2,1-f]イソキノリン骨格を配位子に有するイリジウム錯体の性質について)

本発明に係るナフト[2,1-f]イソキノリン骨格を配位子に有するイリジウム錯体は、高純度化することができる。というのもヘテロレプティックな錯体である上に立体障害基として、化合物中に1つ以上のアルキル基を有するためである。アルキル基を有しているため有機溶媒に溶解しやすく、カラムクロマトグラフィーや再結晶などの精製により高純度化できる。さらに化合物の対称性が低く、立体障害基を含むために昇華時に分解せずにさらなら高純度化が可能である。そのため得られる有機発光素子に不純物が含まれない。

40

【0058】

立体障害を与えるためのアルキル基とは、例えば、メチル基、ターシャリーブチル基等であり、これにより発光性配位子同士を近接させない効果がある。こうした置換基を導入することで、マトリックスに対して5重量%以上といった高濃度のドーピングであっても発光効率が低下することなく発光することができる。

【0059】

本発明において赤色の光とは、発光ピーク波長が580nm-650nmの範囲にある

50

光であり、610nm - 630nmに発光ピーク波長があると、さらに良好な赤色である。本発明に係るイリジウム錯体は、発光性配位子にナフト[2,1-f]イソキノリン骨格を有しているために、錯体の励起時の双極子モーメントが増大し、振動子強度が向上するために、特許文献1の化合物A-30、即ち4-フェニルベンゾ[f]イソキノリンを発光性配位子としたイリジウム錯体と同等の高いPL量子収率を有する。本発明のイリジウム錯体は高いPL量子収率だけでなく、発光性配位子がナフト[2,1-f]イソキノリン骨格を有しているために、発光ピーク波長を良好な赤色域である610nm - 630nmに有するために、RGB系の有機ELディスプレイ用の発光材料により好ましい。

【0060】

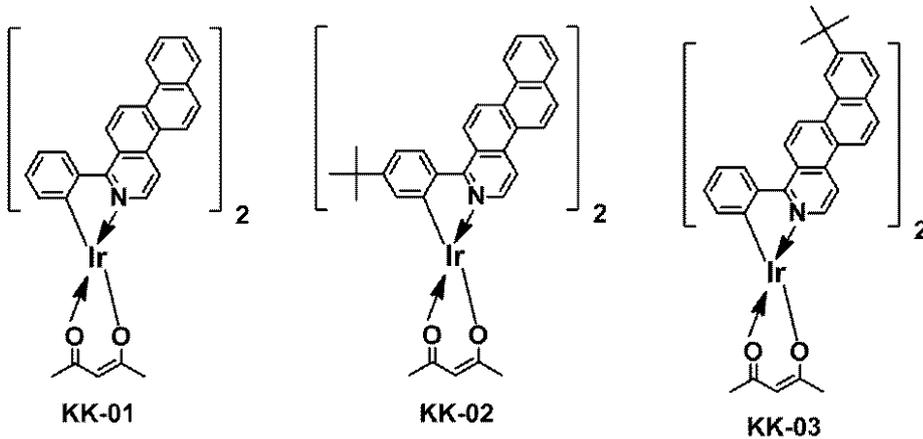
(本発明に係るイリジウム錯体の例示)

10

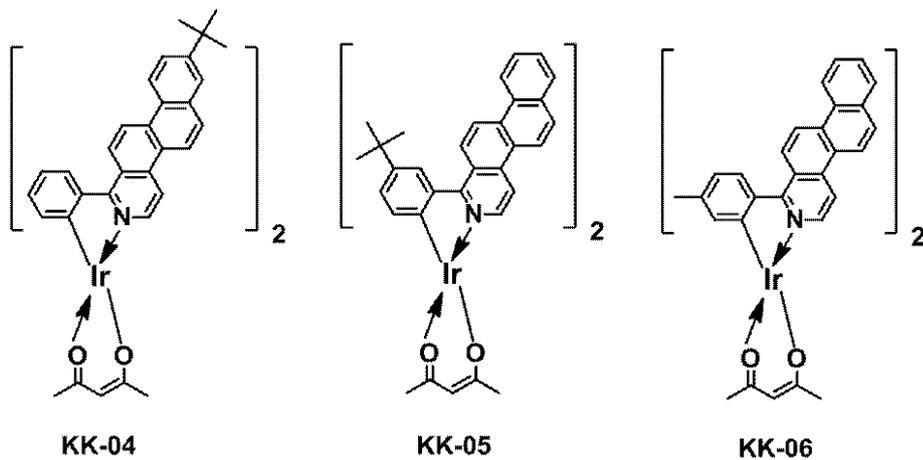
以下、本発明に用いられるイリジウム錯体の具体的な構造式を下記に示す。

【0061】

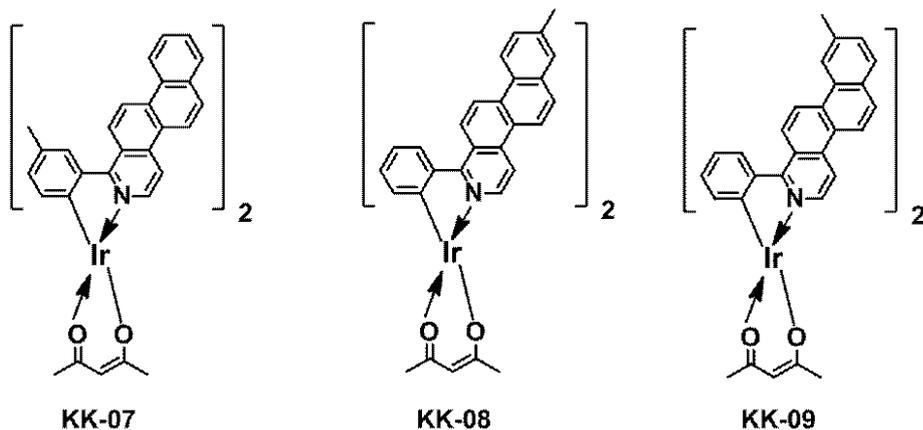
【化10】



20



30

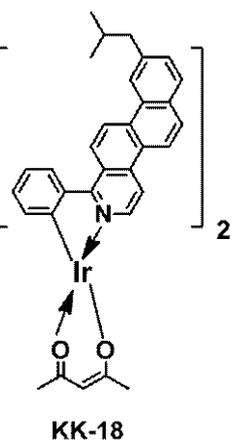
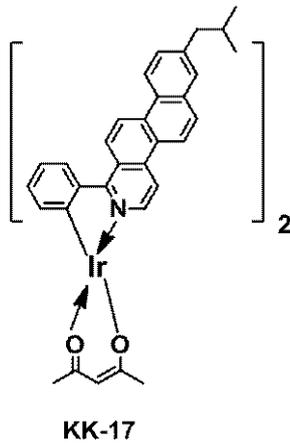
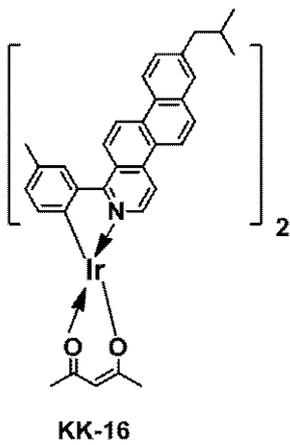
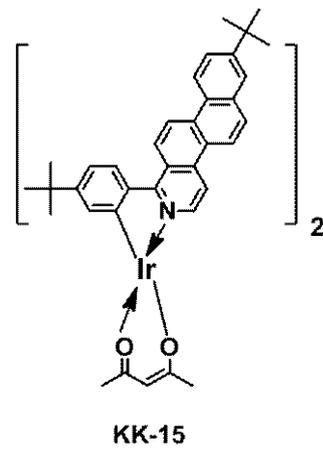
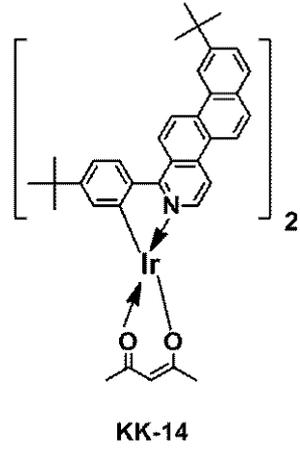
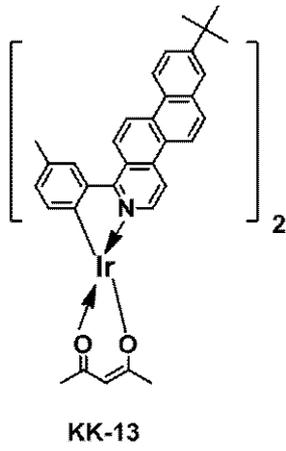
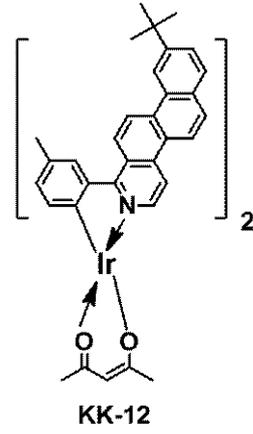
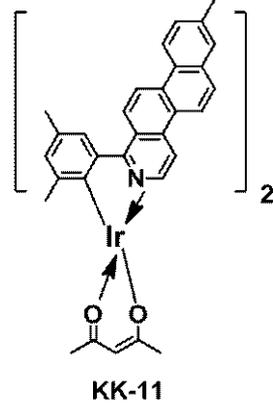
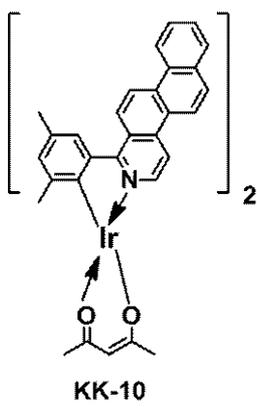


40

【0062】

50

【化 1 1】



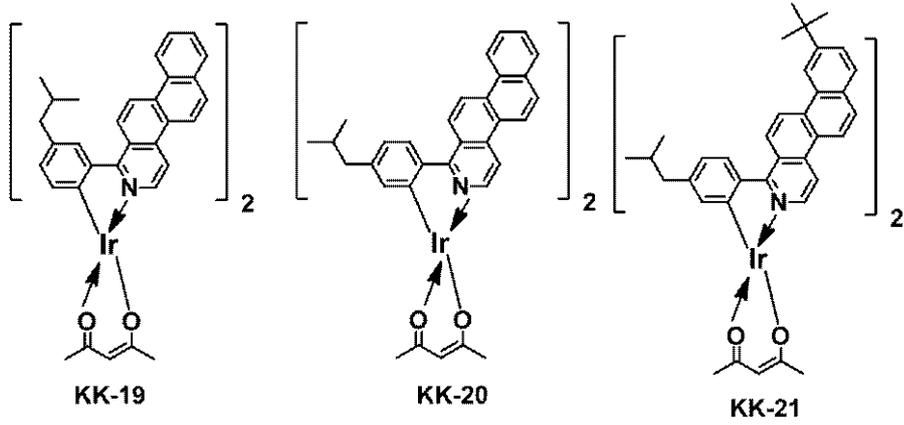
【 0 0 6 3 】

10

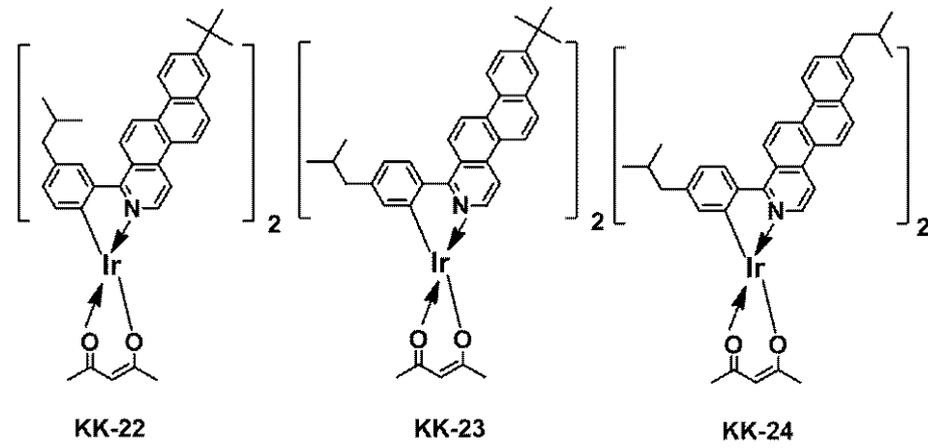
20

30

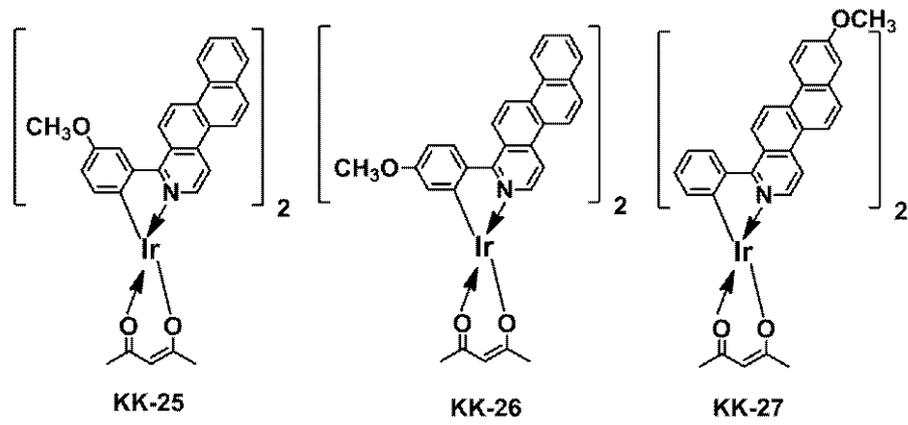
【化 1 2】



10



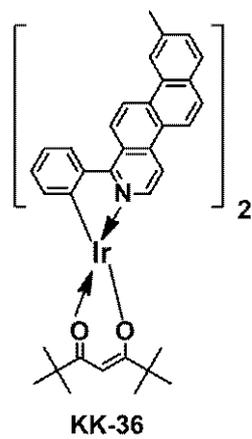
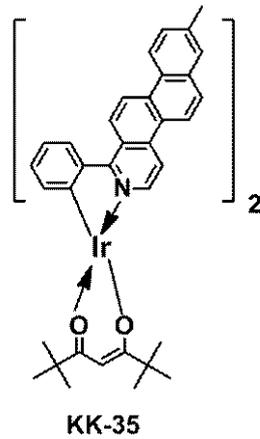
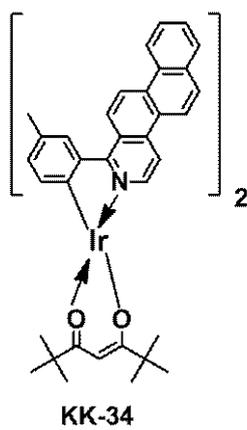
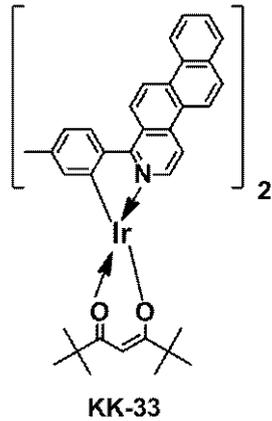
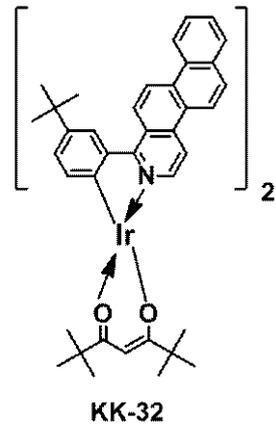
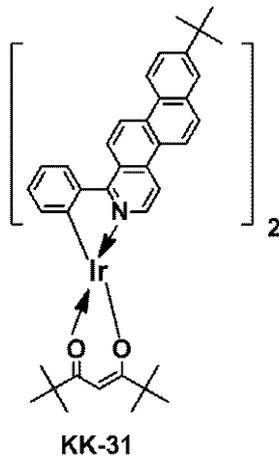
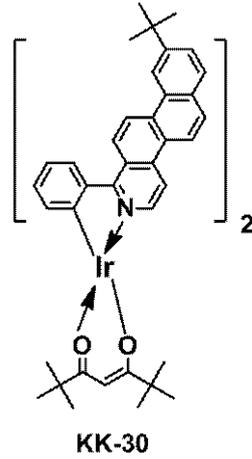
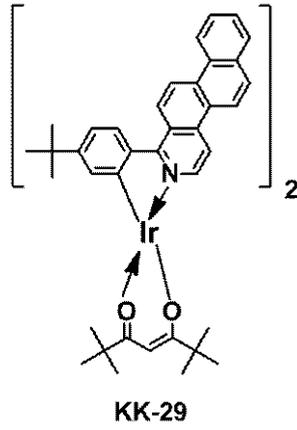
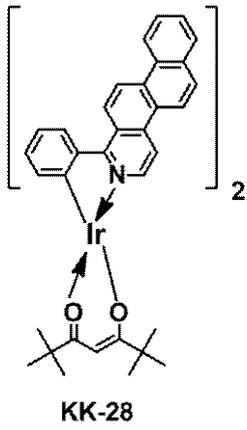
20



30

【 0 0 6 4 】

【化 1 3】



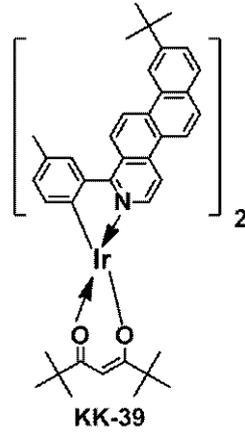
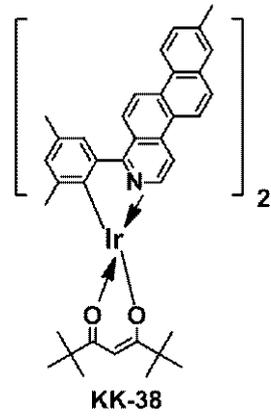
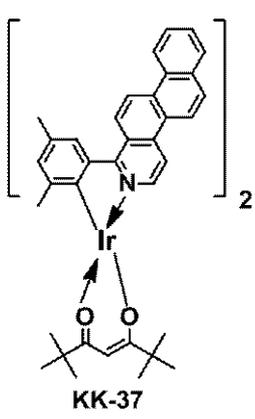
【 0 0 6 5 】

10

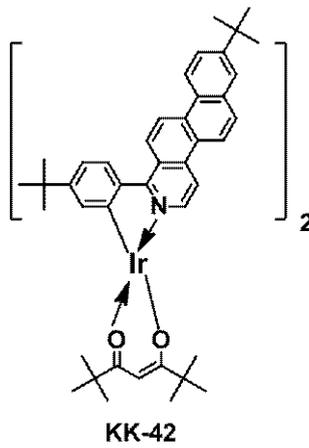
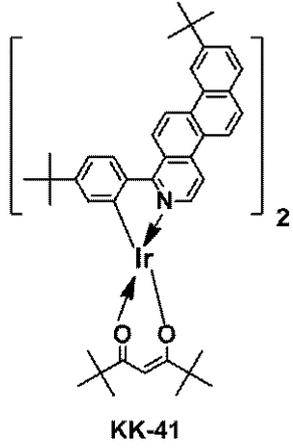
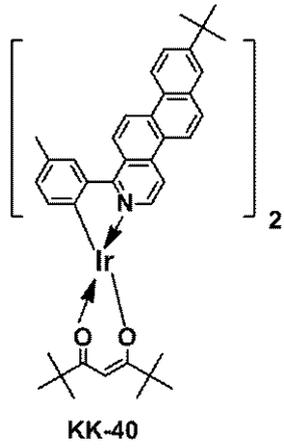
20

30

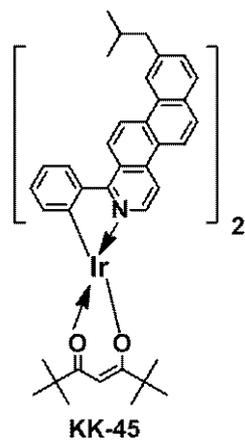
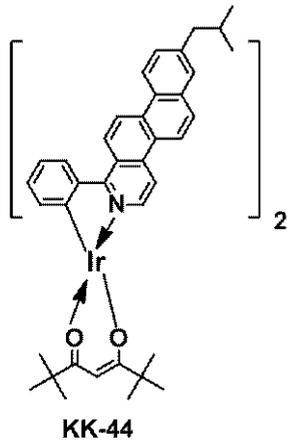
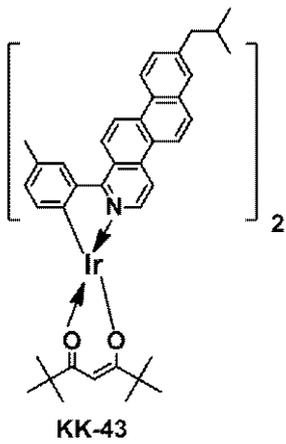
【化 1 4】



10



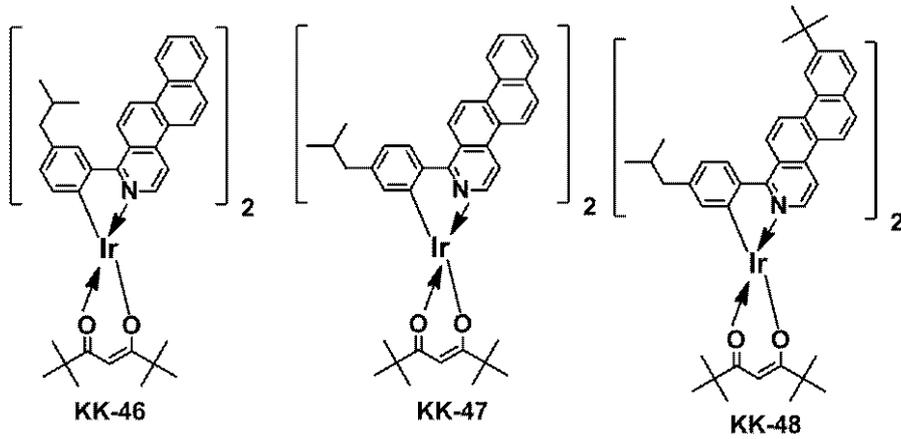
20



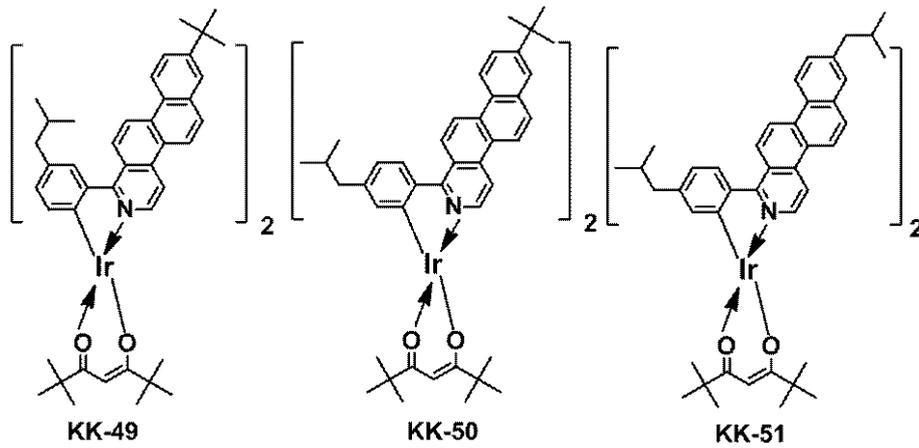
30

【 0 0 6 6 】

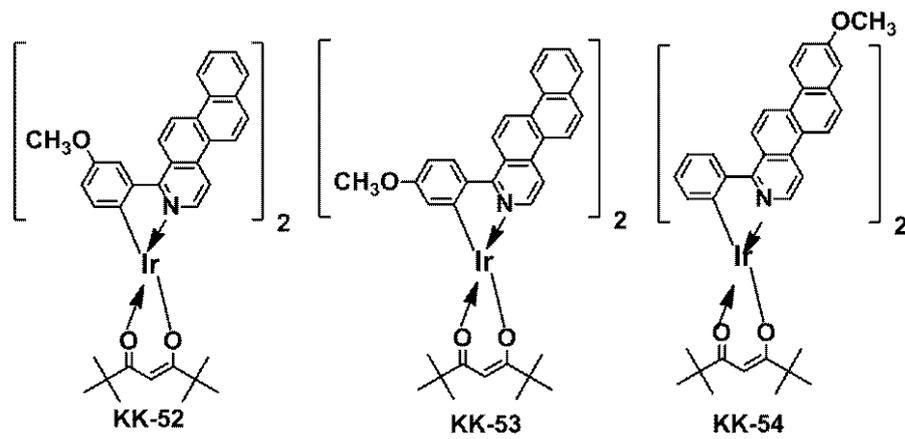
【化 1 5】



10



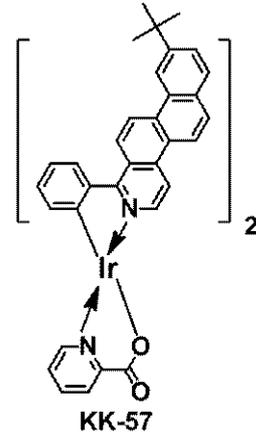
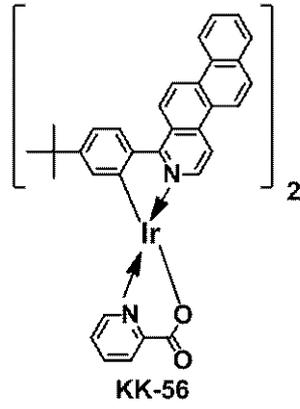
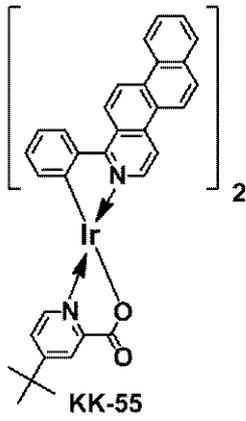
20



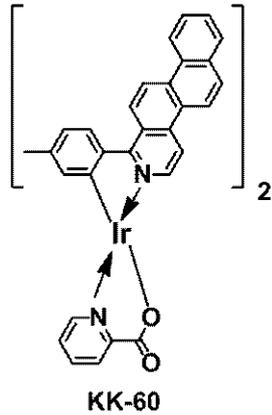
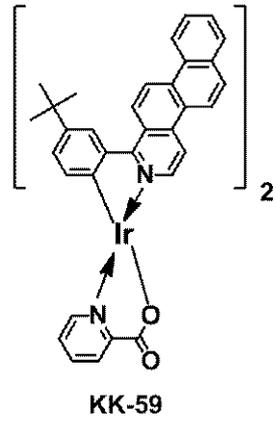
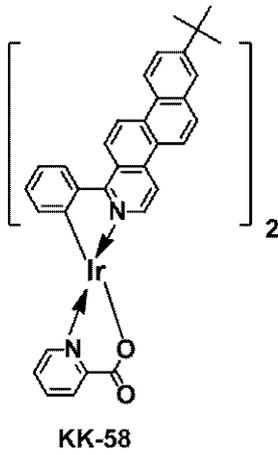
30

【 0 0 6 7 】

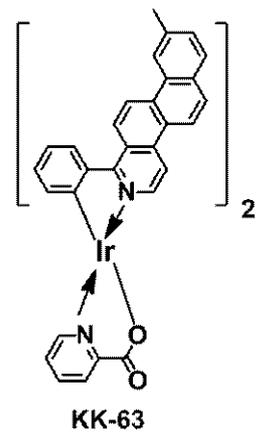
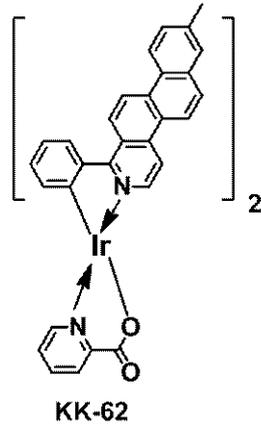
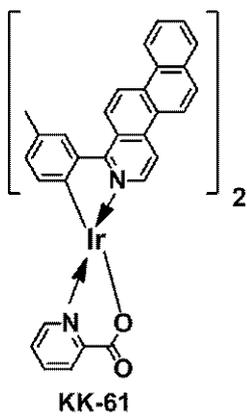
【化 1 6】



10



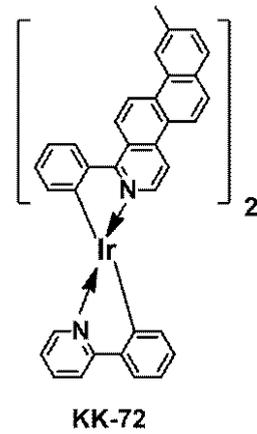
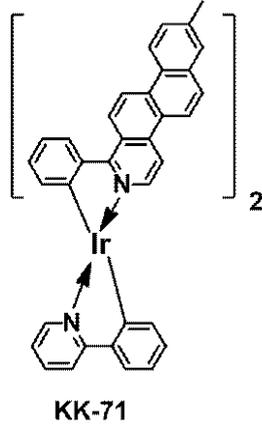
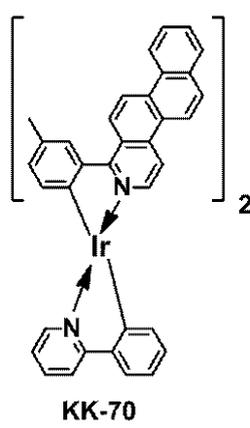
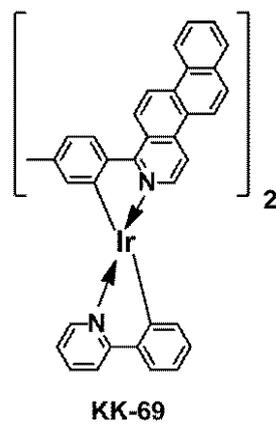
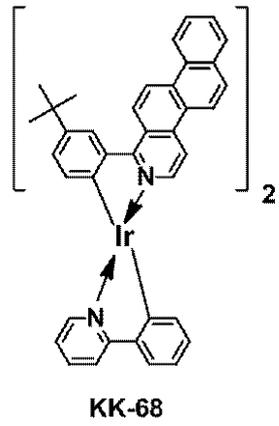
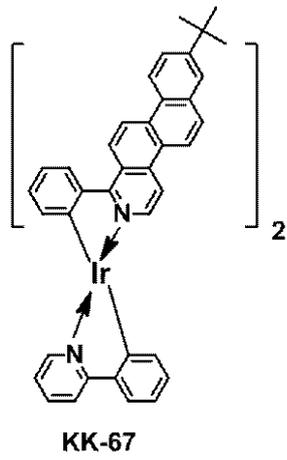
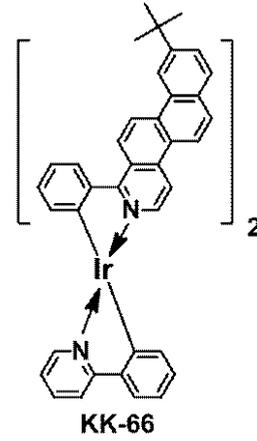
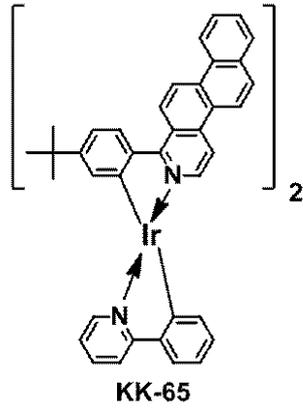
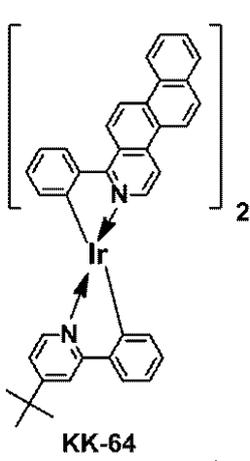
20



30

【 0 0 6 8 】

【化 17】



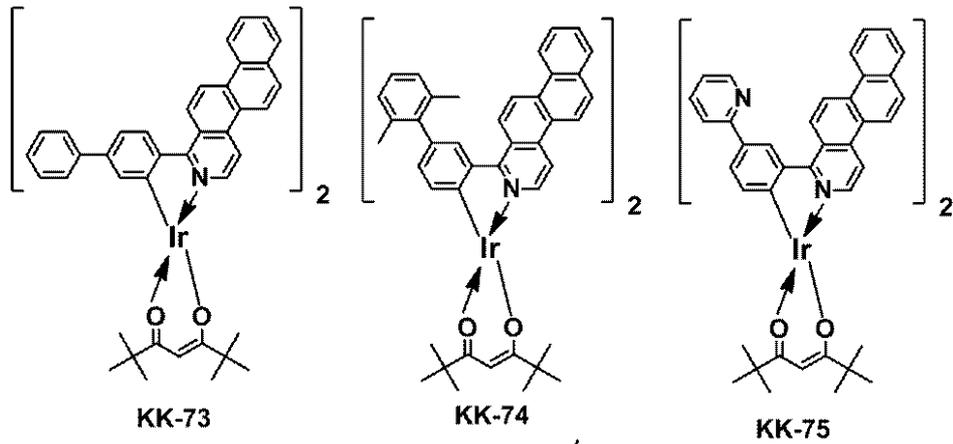
【 0 0 6 9 】

10

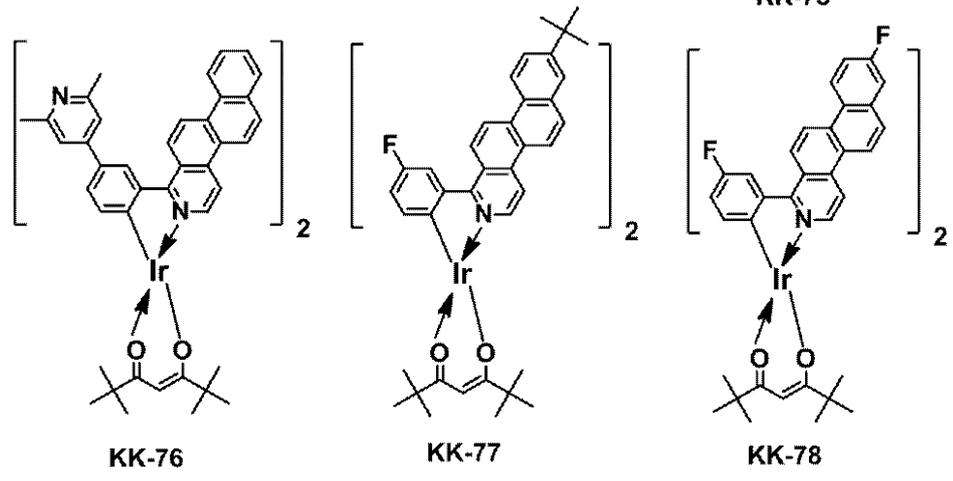
20

30

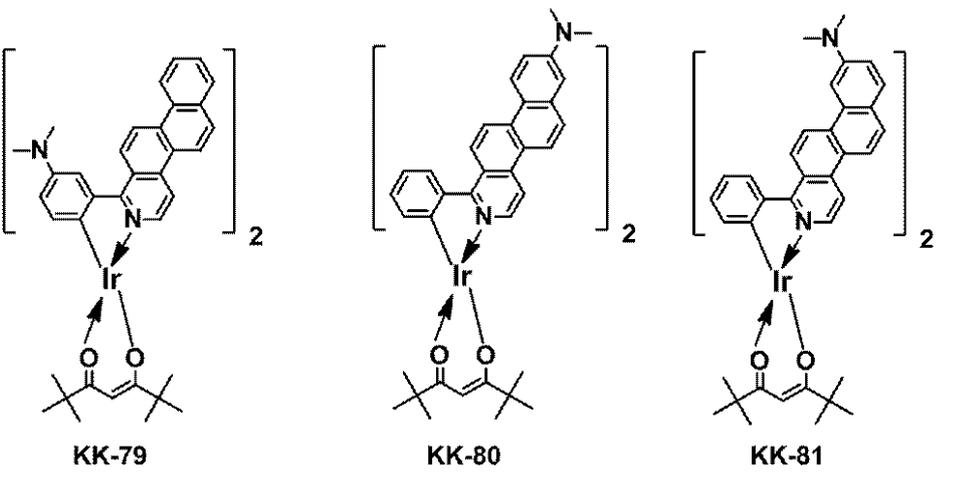
【化 1 8】



10



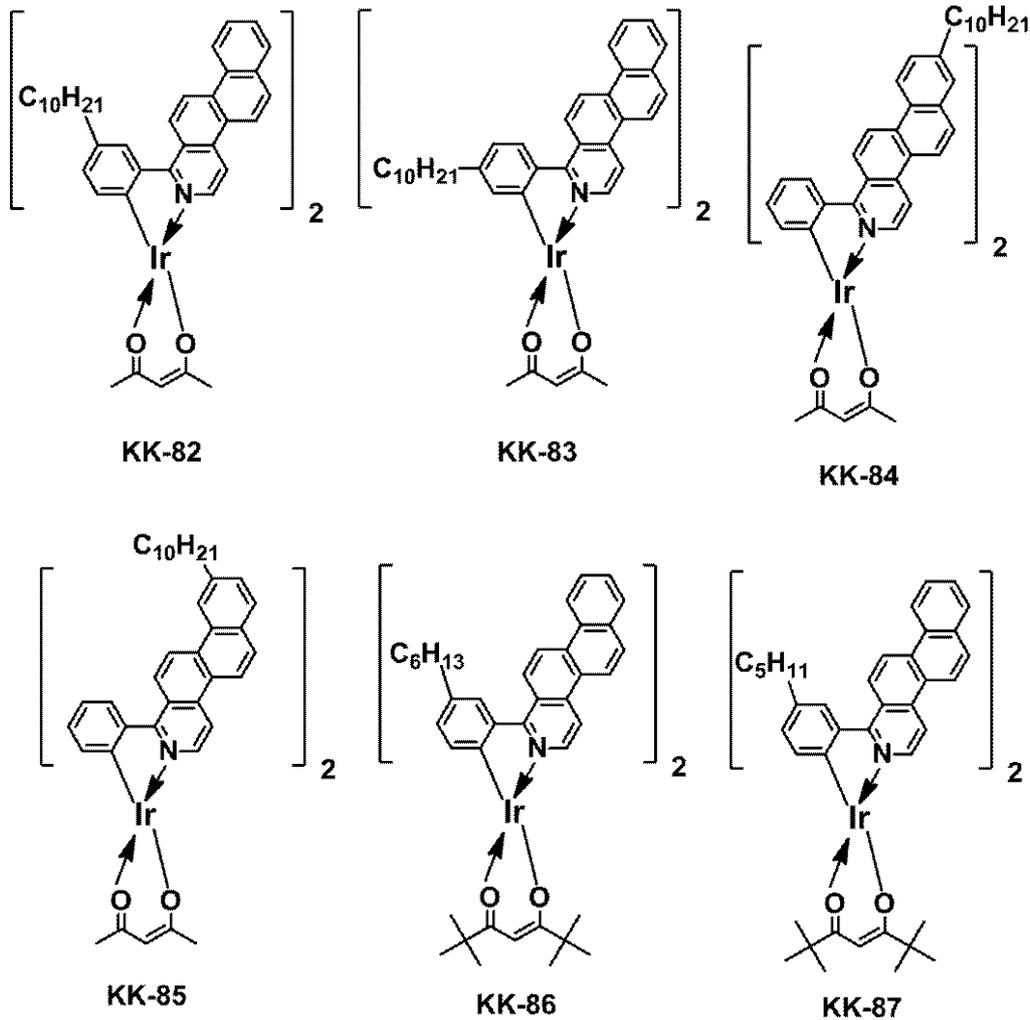
20



30

【 0 0 7 0 】

【化19】



10

20

【0071】

例示化合物KK-01乃至KK-27に示す第1群のイリジウム錯体は、式[1]で示されるイリジウム錯体のうち、 IrL'_n が式[3]で表されるイリジウム錯体であり、 R_{25} 及び R_{27} の少なくとも1つがメチル基である。

30

【0072】

これら第1群のイリジウム錯体は発光量子収率が非常に高い錯体で、発光層ゲスト分子に用いたときに、発光効率の高い有機発光素子が得られる。さらに第1群のイリジウム錯体は、2つの1-フェニルナフト[2,1-f]イソキノリン誘導体の配位子と、1つのアセチルアセトンというジケトン系二座配位子とからなるイリジウム錯体である。そのため、錯体の分子量が比較的小さいので、昇華精製が容易である。

【0073】

例示化合物KK-28乃至KK-54に示す第2群のイリジウム錯体は、式[1]で示されるイリジウム錯体のうち、 IrL'_n が式[3]で表されるイリジウム錯体であり、 R_{25} 及び R_{27} の少なくとも1つがターシャリブチル基である。

40

【0074】

これら第2群のイリジウム錯体は発光量子収率が非常に高い錯体で、発光層ゲストに用いたときに、発光効率の高い有機発光素子が得られる。さらに第2群のイリジウム錯体は、2つの1-フェニルナフト[2,1-f]イソキノリン誘導体の配位子と、1つのジピバロイルメタンというジケトン系二座配位子とからなるイリジウム錯体である。そのため、錯体の分子量が比較的小さい上に、ジピバロイルメタンが立体障害基として働くので、昇華精製が容易である。さらに溶解性も高いので合成または精製時のハンドリングが容易である。

50

【0075】

例示化合物KK-55乃至KK-63に示す第3群のイリジウム錯体は、式[1]で示されるイリジウム錯体のうち、 IrL'_n が式[4]で表されるイリジウム錯体である。

【0076】

これら第3群のイリジウム錯体は、ピコリン酸誘導体を配位子として一つ有しており、ジケトン系二座配位子を有する場合よりも短波長の発光ピーク波長を有する錯体である。

【0077】

例示化合物KK-64乃至KK-72に示す第4群のイリジウム錯体は、式[1]で示されるイリジウム錯体のうち、 IrL'_n が式[5]で表されるイリジウム錯体である。

【0078】

これら第4群のイリジウム錯体は、非発光性の配位子としてフェニルピリジン誘導体を1つ有し、1-フェニルナフト[2, 1-f]イソキノリン配位子由来の赤色発光が得られる。そのため、1-フェニルナフト[2, 1-f]イソキノリンを配位子としたホモレプティックのイリジウム錯体に比べて、分子量が小さくて昇華精製が容易であり、且つホモレプティックのイリジウム錯体と同等の長寿命の有機発光素子を得ることができる。

【0079】

例示化合物KK-73乃至KK-76に示す第5群のイリジウム錯体は、式[1]で示されるイリジウム錯体のうち、 IrL'_n が式[3]で表されるイリジウム錯体である。

【0080】

これら第5群のイリジウム錯体は発光量子収率が非常に高い錯体で、発光層ゲストに用いたときに、発光効率の高い有機発光素子が得られる。さらに第5群のイリジウム錯体は、1-フェニルナフト[2, 1-f]イソキノリン誘導体の配位子のフェニル基が置換基を有するか無置換のアリールあるいは置換基を有するか無置換の複素環基が置換したイリジウム錯体である。

【0081】

そのため、置換基を有するか無置換のアリールあるいは置換基を有するか無置換の複素環基が離れた障害基として機能するため、昇華精製が容易である。

【0082】

例示化合物KK-77乃至KK-78に示す第6群のイリジウム錯体は、式[1]で示されるイリジウム錯体のうち、 IrL'_n が式[3]で表されるイリジウム錯体である。

【0083】

これら第6群のイリジウム錯体は発光量子収率が非常に高い錯体で、発光層ゲストに用いたときに、発光効率の高い有機発光素子が得られる。さらに第6群のイリジウム錯体は、配位子にフッ素原子が置換しているイリジウム錯体である。そのため、アルキル基の立体障害基に加えて、さらに発光性配位子同士の反発を起こすために、昇華精製が容易で、且つマトリックスに対して5重量%以上といった高濃度のドーピングであっても発光効率が低下することなく発光することができる。

【0084】

例示化合物KK-79乃至KK-81に示す第7群のイリジウム錯体は、式[1]で示されるイリジウム錯体のうち、 IrL'_n が式[3]で表されるイリジウム錯体である。

【0085】

これら第7群のイリジウム錯体は発光量子収率が非常に高い錯体で、発光層ゲストに用いたときに、発光効率の高い有機発光素子が得られる。さらに第7群のイリジウム錯体は、配位子に置換アミノ基を有しているイリジウム錯体である。そのため化合物のHOMO準位が浅く(真空準位に近く)、HOMO準位の浅い宿主材料(宿主分子)と組み合わせるときに電荷の障壁を小さくすることができ、素子の低電圧駆動を実現させる。また、置換アミノ基が立体障害基としても機能するため、昇華精製が容易である。

【0086】

例示化合物KK-82乃至KK-87に示す第8群のイリジウム錯体は、式[1]で示されるイリジウム錯体のうち、 IrL'_n が式[3]で表されるイリジウム錯体である。

10

20

30

40

50

【0087】

これら第8群のイリジウム錯体は発光量子収率が非常に高い錯体で、発光層ゲストに用いたときに、発光効率の高い有機発光素子が得られる。さらに第8群のイリジウム錯体は、置換基として長鎖のアルキル基を有しているイリジウム錯体である。そのため、錯体の溶解性が非常に高く、湿式法などの塗布による成膜が容易である。

【0088】

(本発明のゲスト材料と組み合わせるホスト材料の説明)

本発明に係るイリジウム錯体が有する上述の1-フェニルナフト[2,1-f]イソキノリン配位子骨格は、振動子強度が高いために量子収率が高い。

【0089】

こうしたイリジウム錯体をより有用に用いるために、発光層において適したホスト材料も検討した。本発明者は以下の3点に着目してホスト材料の分子を設計することで有機発光素子の効率および駆動耐久性を向上させることができることを見出した。

- 1) 炭化水素のみからなる
- 2) 適正なバンドギャップを有する
- 3) 炭素結合が sp^2 のみからなる

【0090】

以下に詳細を説明する。

【0091】

- 1) 炭化水素のみからなる

通電による発光素子の劣化の原因の一つとして、発光層内におけるキャリアのトラップとなるようなエキサイマーの生成が挙げられる。エキサイマーはエネルギーが小さいためにキャリアがトラップされ、発光効率が低下するだけでなく、発光領域が局所的になり周辺分子の材料劣化を起り易くなるために、素子の駆動耐久性も低下する。

【0092】

複素環基やヘテロ原子を有する化合物は分子の極性が大きいために、他分子との相互作用が起りやすいと考える。そのため、このような材料を発光層に用いた場合、発光材料とだけでなく、隣接する正孔輸送層や電子輸送層の材料とも相互作用し、エキサイマーを作り易くなり、素子の劣化につながる。

【0093】

また、複素環基やヘテロ原子を有する化合物は、分子の中に炭素-ヘテロ原子の結合やヘテロ原子-ヘテロ原子の結合が生じる。一般に結合の強さを表す結合解離エネルギーを比較すると、炭素-炭素間の結合解離エネルギーは、炭素-ヘテロ原子間やヘテロ原子-ヘテロ原子間の結合解離エネルギーよりも大きいことが知られている。例えば、炭素-炭素間の結合解離エネルギーは 3.61 eV であり、炭素-窒素間の結合解離エネルギーは 3.03 eV 、炭素-硫黄間は 2.82 eV 、窒素-窒素間は 2.26 eV 、窒素-酸素間は 2.08 eV であることが知られている。そのため、化合物が励起して基底状態に戻ることを繰り返しても、炭化水素のみで構成されるホスト材料の方が劣化に強いために、素子の劣化を引き起こしにくい。

【0094】

したがって本発明のように炭化水素のみで構成されるホスト材料を用いると複素環基やヘテロ原子を有するホスト材料よりも有機発光素子の高い発光効率と耐久特性が期待できる。

【0095】

- 2) 適正なバンドギャップを有する

まず、発光材料(ゲスト材料)が過度にラジカル状態になることを回避するために、ホスト材料のバンドギャップを適正に設計する。

【0096】

本発明における赤色とは発光ピーク波長が $580\text{ nm} - 650\text{ nm}$ (最低三重項励起準位(T1)が $1.9\text{ eV} - 2.1\text{ eV}$)の範囲である。ホスト材料のT1が発光材料のT

10

20

30

40

50

1 より高いことがよいが、高すぎる場合は最低一重項励起準位 (S 1) およびバンドギャップが大きくなる。その結果、周辺材料との界面で電荷溜まりが発生することや、発光材料との HOMO 準位 (最高被占有軌道) および LUMO 準位 (最低空軌道) の準位差が大きくなり、発光材料が電荷トラップとなることで劣化を促進すると考える。一方本発明に係るナフト [2, 1-f] イソキノリン骨格を有するイリジウム錯体 (発光材料) は、LUMO 準位軌道が広がっていることから電荷を捕捉しやすいことが考えられる。したがって電荷の注入輸送が円滑に行われるようにバンドギャップが狭い宿主材料が好ましい相手である。宿主材料の T₁ 要件および炭化水素化合物の S-T 値 (S 1 と T₁ のエネルギー差) を考慮すると、宿主材料のバンドギャップは 2.8 - 3.4 eV が好ましく 2.8 - 3.2 eV がより好ましい。

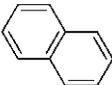
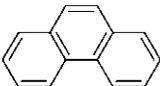
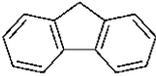
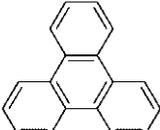
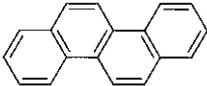
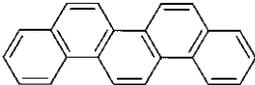
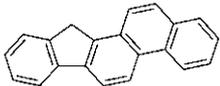
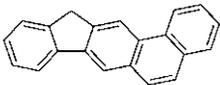
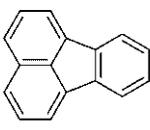
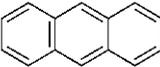
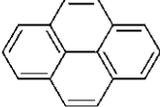
10

【0097】

下記表 1 に主な芳香環の単体での T₁ エネルギーおよび S-T 値を示す。この中で好ましく用いられる芳香環の構造はベンゼン、ナフタレン、フェナンスレン、フルオレン、トリフェニレン、クリセン、ピセン、インデノ [2, 1-a] フェナンスレン、インデノ [1, 2-b] フェナンスレン、フルオランテンである。

【0098】

【表 1】

	構造式	T1エネルギー	$\Delta S-T$
ベンゼン		3.66 eV	1.11 eV
ナフタレン		2.63 eV	1.37 eV
フェナンスレン		2.70 eV	0.90 eV
フルオレン		2.94 eV	1.19 eV
トリフェニレン		2.90 eV	0.72 eV
クリセン		2.48 eV	0.95 eV
ピセン		2.49 eV	0.81 eV
インデノ [2, 1-a] フェナンスレン		2.58 eV	1.07 eV
インデノ [1, 2-b] フェナンスレン		2.61 eV	1.07 eV
フルオランテン		2.29 eV	0.77 eV
アントラセン		1.84 eV	1.45 eV
ピレン		2.10 eV	1.24 eV

【0099】

以上より、上記バンドギャップを達成するためには、一般式 [6] で示す以下の化合物が好ましい。

$Ar1 - (Ar2)_a - (Ar3)_b - (Ar4)_c - (Ar5)_d - Ar6$ [6]
 a, b, c, d はそれぞれ独立に 0 もしくは 1 のいずれかであり、以下の関係式を満たす。

$$0 \leq a + b + c + d \leq 4$$

ここで $Ar1$ 乃至 $Ar6$ はベンゼン、ナフタレン、フェナンスレン、フルオレン、トリフェニレン、クリセン、ピセン、フルオランテン、インデノ [2, 1-a] フェナンスレン、インデノ [1, 2-b] フェナンスレンから選ばれ、フルオレンは 9 位に、インデノ

10

20

30

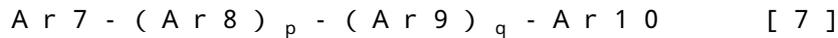
40

50

[2 , 1 - a] フェナンスレンは 1 3 位に、インデノ [1 , 2 - b] フェナンスレンは 1 2 位にメチル基を 2 つ有する。ただし一般式 [6] で表される化合物の分子量は 1 0 0 0 以下が好ましく、より好ましくは 9 0 0 以下である。

【 0 1 0 0 】

また、一般式 [6] で示す化合物のうちより好ましい化合物は、言い換えれば一般式 [7] で示す以下の化合物である。



(p , q はそれぞれ独立に 0 もしくは 1 のいずれかであり、以下の関係式を満たす。

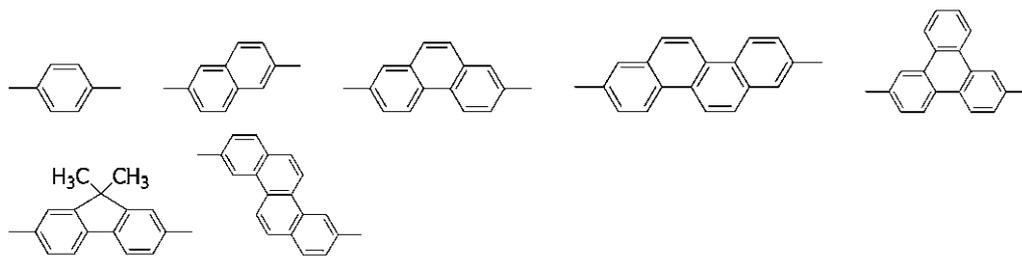
$$0 \leq p + q \leq 2$$

【 0 1 0 1 】

さらに一般式 [7] において Ar 8 および Ar 9 が以下の骨格を有することが好ましい。

【 0 1 0 2 】

【 化 2 0 】



【 0 1 0 3 】

すなわち、バンドギャップが狭い赤色に適した材料にするためには、a) 共役が伸びること、および b) 結合同士にペリ位を持たないことである。上記骨格に示すように、Ar 8 および Ar 9 は末端のアリール基である Ar 7 および Ar 10 に対して共役が伸びる (バンドギャップが小さくなる) 箇所に結合手を有するアリーレン基である。

【 0 1 0 4 】

また、Ar 8 および Ar 9 と結合する Ar 7 および Ar 10 との結合においてペリ位をもたないことが好ましい。ペリ位を有しない場合、結合の 2 面角が小さくなり p 軌道が平行に接するので共役が伸びるからである。例えば、上述の 2 , 6 - ナフタレンと 1 , 4 - ナフタレンを比較した場合、どちらも結合手は同じ方向に結合しているが、1 , 4 - ナフタレンのほうが水素反発が大きく 2 面角が大きくなる。その結果 p 軌道の重なりが小さくなり共役が伸びずバンドギャップが増大する。

【 0 1 0 5 】

また、 $1 \leq p + q \leq 2$ が好ましい。これは $3 \leq p + q$ の場合、分子量が大きくなり、溶媒に対する溶解性が低くなったり、昇華精製や蒸着の際に分解する等、ハンドリングが悪くなる。また、材料が分解してしまうと、材料の劣化物や不純物が素子中においてキャリアアトラップとして働き、素子のキャリアバランスが崩れ、素子耐久性を悪化させる。

【 0 1 0 6 】

上記の条件を考慮することで、赤色に適したバンドギャップを有する材料となり、電荷の注入性が向上し電荷溜まりを回避することが可能となる。

【 0 1 0 7 】

3) 炭素結合が sp^2 混成軌道からなる

上記 1) 乃至 2) を満たすだけでも十分に有機発光素子の効率および駆動耐久性を向上させることができるが、さらに分子中の全ての炭素 - 炭素結合が sp^2 混成軌道であることがより好ましい。なぜなら骨格が sp^2 炭素から構成されることで基底状態から電荷の蓄積状態および励起状態の構造変化が少ないと考えられるからである。つまり、電極から注入された電荷によって多環式芳香族炭化水素化合物が不安定なカチオン状態になっても劣化に強い傾向にあると考えられる。また、炭素結合において単結合は 3 . 9 e V、2 重

10

20

30

40

50

結合は7.5 eVであり2重結合の結合エネルギーが大きい。このことからもSP²混成軌道からなる炭素結合のほうが安定と考えられる。

【0108】

また、本発明に係る上述の1-フェニルナフト[2,1-f]イソキノリン配位子骨格は、キノリンにナフタレン環が縮合することにより軌道の共役面が拡大する。その結果、発光材料近傍の材料(特にホスト材料)と相互作用が起こり易くホスト材料の電荷を捕獲し発光材料がラジカル状態を形成したり、あるいはホスト材料とエキサイプレックスを形成することで、効率や耐久性が低下しやすいと考えられる。

【0109】

1)乃至3)、特に1)乃至2)を満たすだけでも十分に有機発光素子の効率および駆動耐久性を向上させることができる。これに加えて本発明者はエキサイプレックスおよびラジカル状態を回避すると有機発光素子の効率および駆動耐久性を一層向上させることができることを見出した。

10

【0110】

そこで、本発明者はエキサイプレックスおよびラジカル状態を回避するためには、ホスト材料の構造中に「相互作用を低減するユニット」を備える化合物を設計することで有機発光素子の効率および駆動耐久性を一層向上させることができることを見出した。「相互作用を低減するユニット」とは以下の2点に留意することで分子設計を行うことができる。

4)末端基の縮合方向を分子の短軸方向に伸ばす

20

5)末端のパーツが異なる

【0111】

以下に詳細を説明する。

【0112】

4)末端基の縮合方向を分子の短軸方向に伸ばす

一般式[6]においてAr7およびAr10について説明する。上述に対してAr7およびAr10がAr8およびAr9と同じグループから選ばれる場合、直線状の化合物となる。その場合、有機発光素子中の膜状態では材料同士が密着する。その結果、本発明に係るイリジウム錯体はLUMO準位の軌道が拡がっていることから密着したホストから電子を受け取りラジカル状態になりやすいことが考えられる。

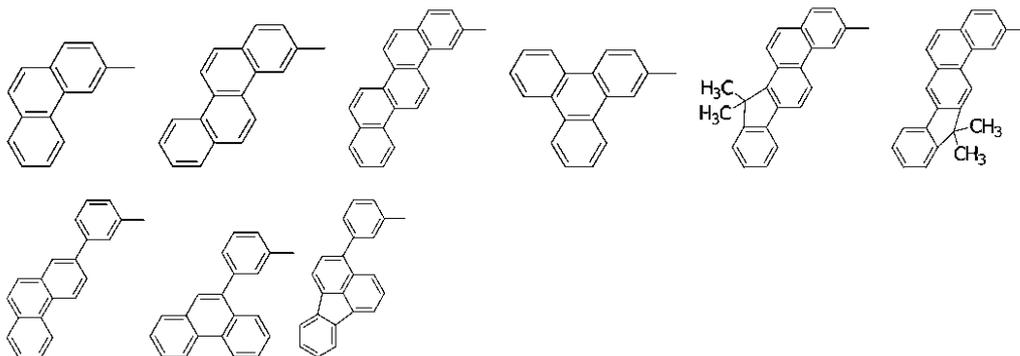
30

【0113】

そこで、Ar7およびAr10はAr8およびAr9の結合方向(長軸方向)に対して異なる方向に芳香環が縮合したアリール基が結合した材料を用いることで、有機発光素子の効率および駆動耐久性をより向上させることができることを見出した。具体的にはAr7およびAr10は以下の構造から選ばれる。

【0114】

【化21】



40

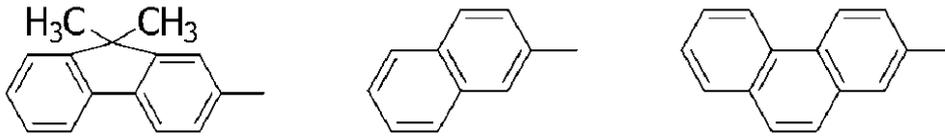
【0115】

さらにAr10はAr7に加えて以下のアリール基を用いても良い。

【0116】

50

【化 2 2】



【0117】

すなわち、本発明に係る炭化水素有機化合物は Ar 8 および Ar 9 により共役長が伸びて赤色に適したバンドギャップを有している。加えて末端の Ar 7 およびあるいは Ar 10 が Ar 8 および Ar 9 の長軸方向と異なる方向へ捻じれることにより材料同士による密着を抑え発光材料がラジカル状態にすることを防ぐことが可能となる。

10

【0118】

5) 末端のパーツが異なる

末端のアリール基である Ar 7 および Ar 8 は互いに異なる骨格であることがさらに好ましい。Ar 7 = Ar 10 に比べて対称性が落ちることにより分子同士のスタッキングを回避してより発光材料が過度にラジカル状態になることを防ぐと考えられる。

【0119】

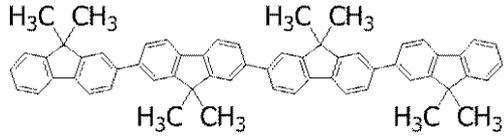
(本発明に係るホスト材料の例示)

以下、本発明に用いられるホスト材料の具体的な構造式を下記に示す。

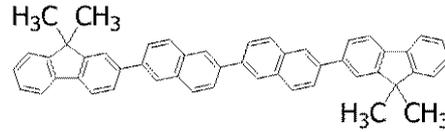
20

【0120】

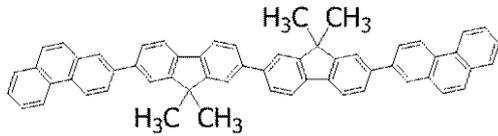
【化 2 3】



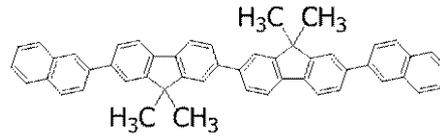
X-101



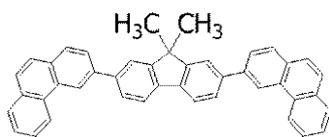
X-102



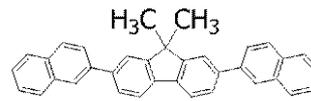
X-103



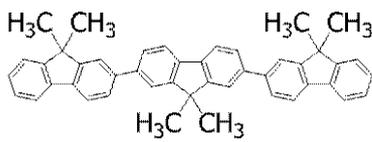
X-104



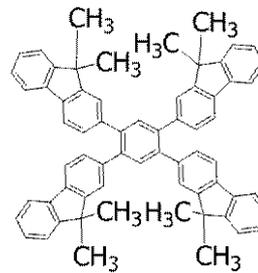
X-105



X-106



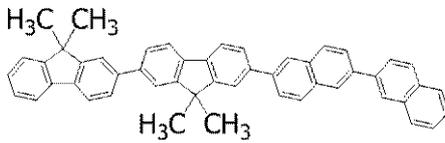
X-107



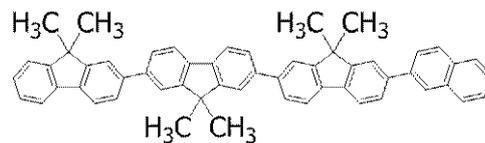
X-108

【 0 1 2 1】

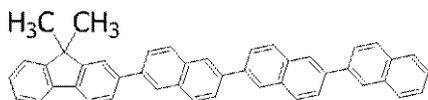
【化 2 4】



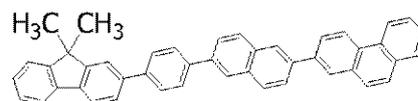
Y-101



Y-102



Y-103



Y-104

【 0 1 2 2】

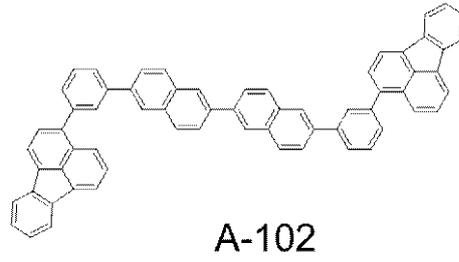
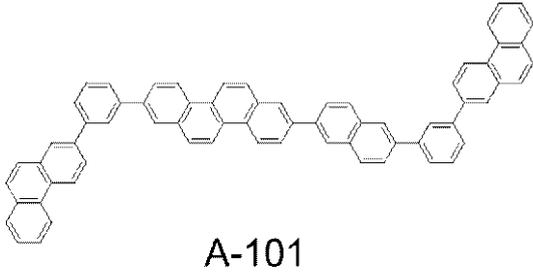
10

20

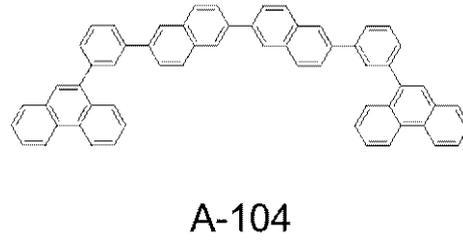
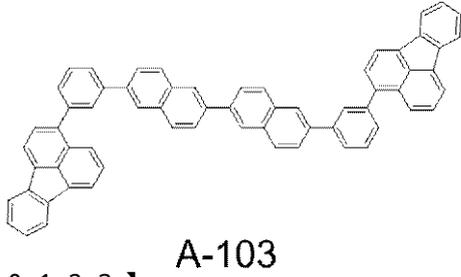
30

40

【化 2 5】

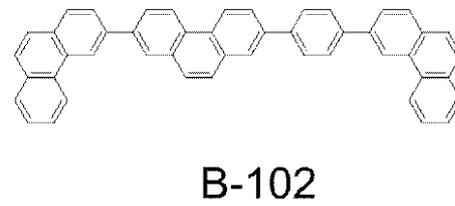
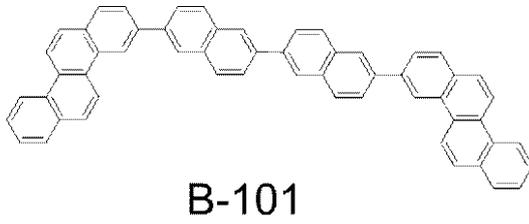


10

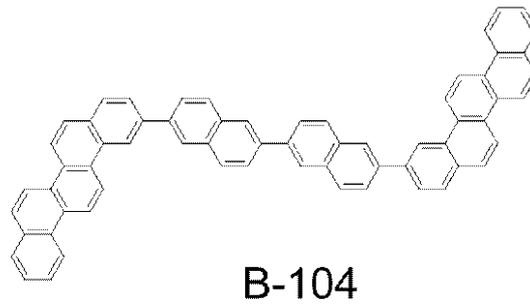
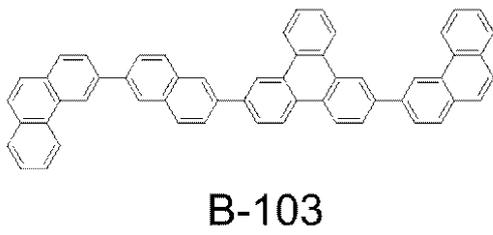


【 0 1 2 3】

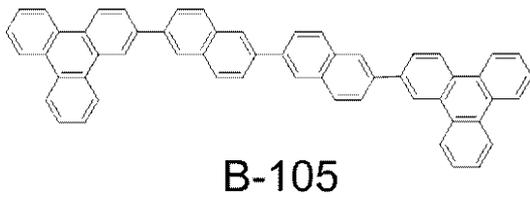
【化 2 6】



20



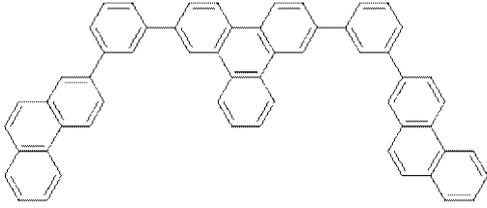
30



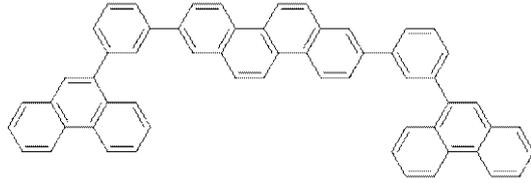
【 0 1 2 4】

40

【化 2 7】

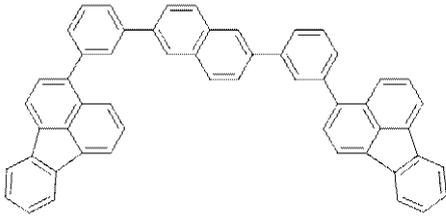


C-101



C-102

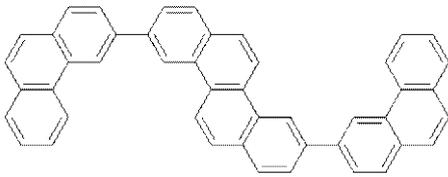
10



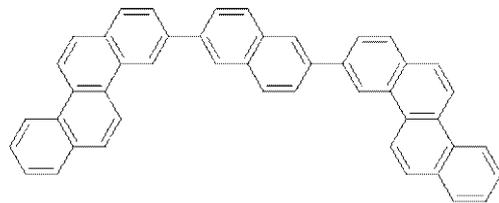
C-103

【 0 1 2 5】

【化 2 8】

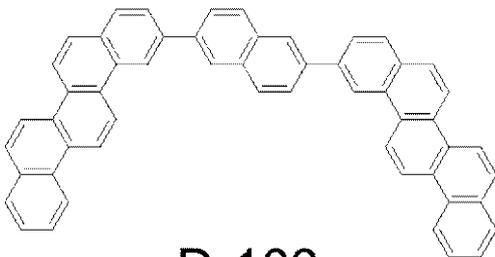


D-101



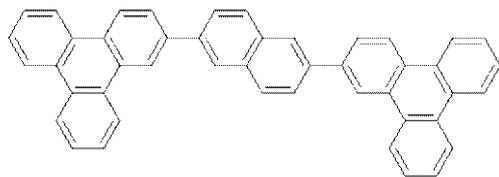
D-102

20



D-103

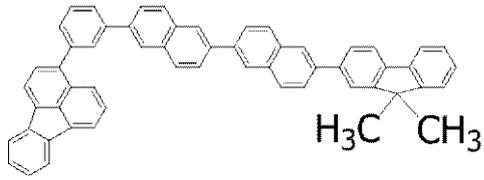
【 0 1 2 6】



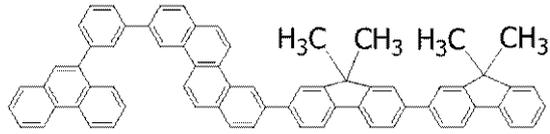
D-104

30

【化 2 9】

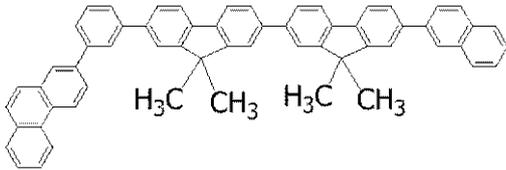


E-101



E-102

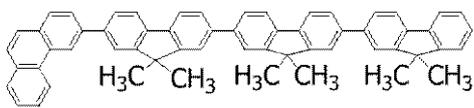
10



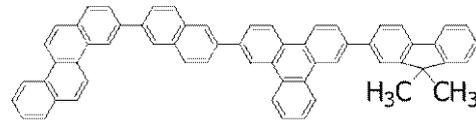
E-103

【 0 1 2 7】

【化 3 0】

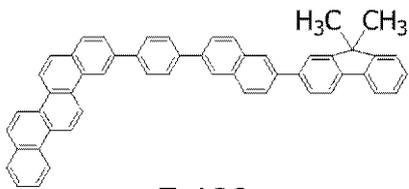


F-101

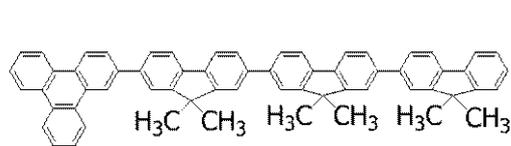


F-102

20

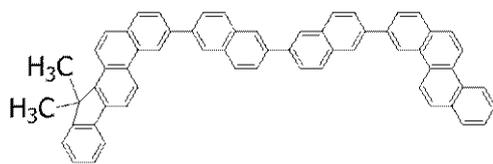


F-103

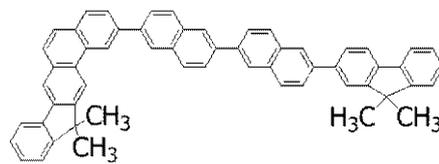


F-104

30



F-105

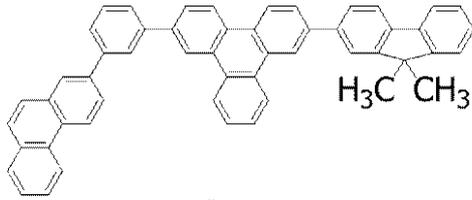


F-106

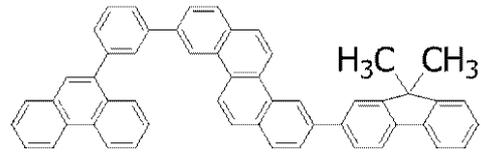
40

【 0 1 2 8】

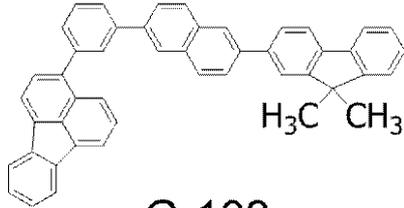
【化 3 1】



G-101



G-102

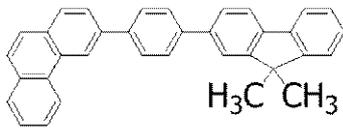


G-103

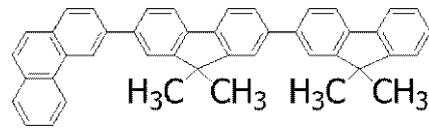
10

【 0 1 2 9】

【化 3 2】

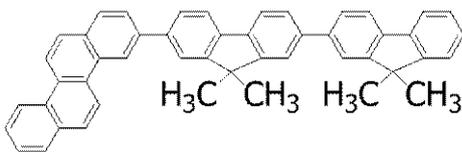


H-101

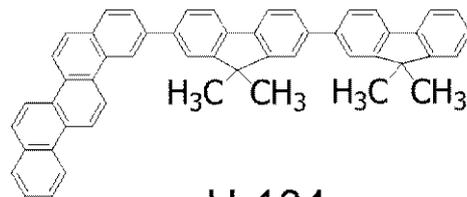


H-102

20

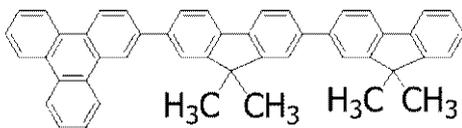


H-103

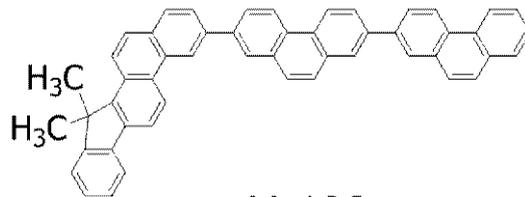


H-104

30

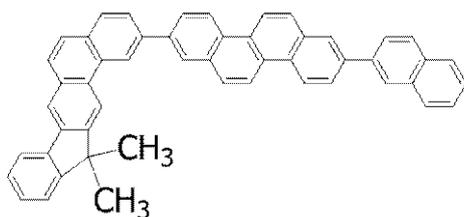


H-105

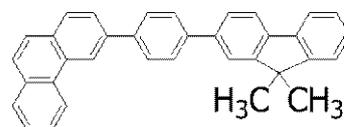


H-106

40



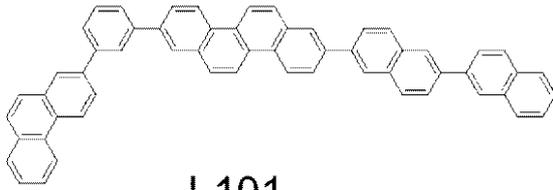
H-107



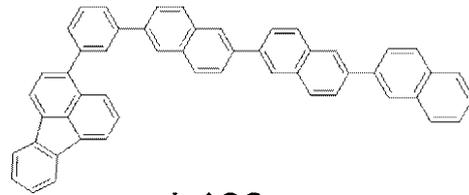
H-108

【 0 1 3 0】

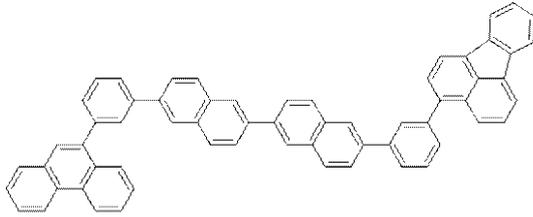
【化 3 3】



I-101



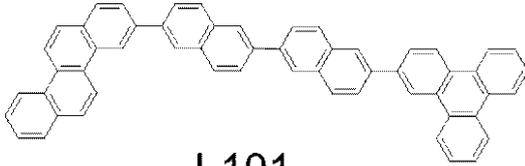
I-102



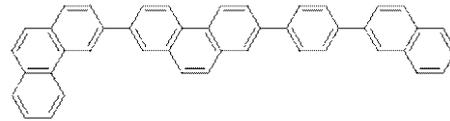
I-103

【 0 1 3 1】

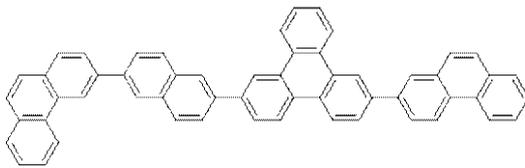
【化 3 4】



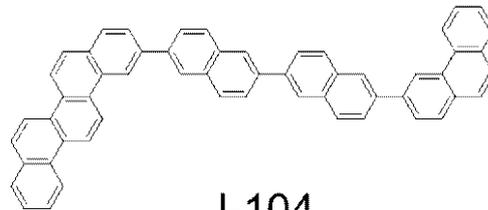
J-101



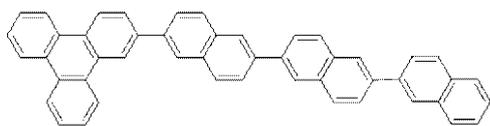
J-102



J-103



J-104



J-105

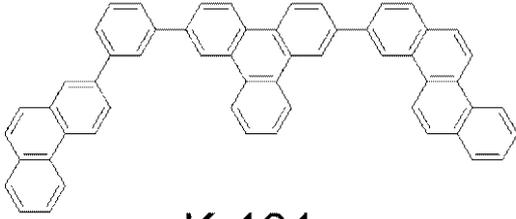
【 0 1 3 2】

10

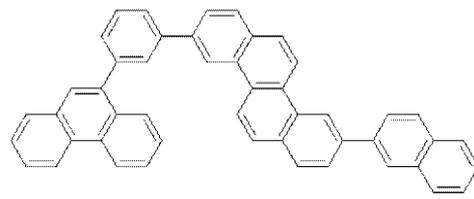
20

30

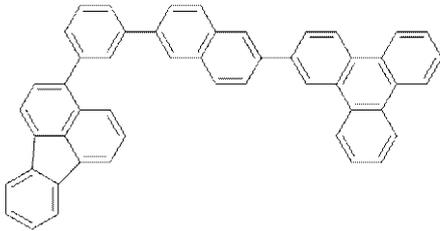
【化 3 5】



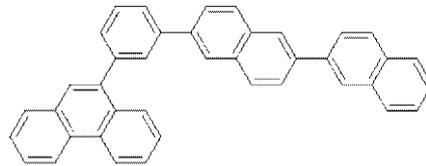
K-101



K-102



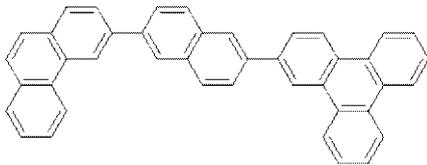
K-103



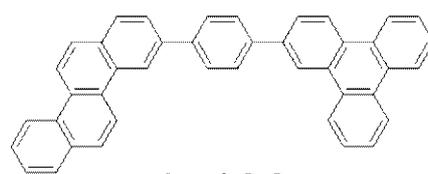
K-104

【 0 1 3 3】

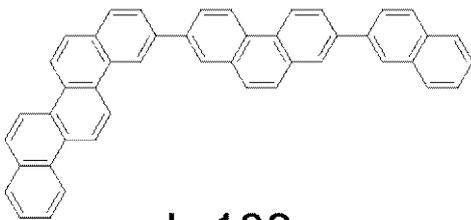
【化 3 6】



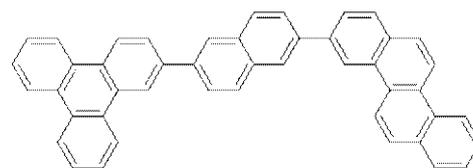
L-101



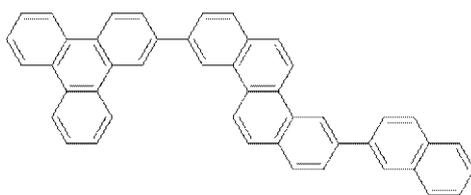
L-102



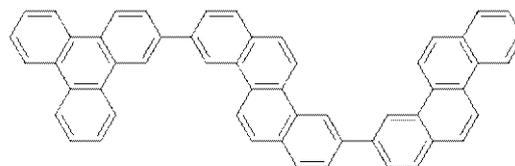
L-103



L-104



L-105



L-106

【 0 1 3 4】

X 群は 1)、2) を満たし且つ $p = q = 1$ 、且つメタフェニレン基を含まない化合物群を示すが、これに限定されることはない。また、 SP^3 炭素を含む場合 HOMO 準位が上がりホールの注入性が向上することが考えられる。更には、メタフェニレン基を含まないことから Ar 7 (あるいは Ar 10) の末端のみが空軌道となるので、電荷伝導性が向上する。

【 0 1 3 5】

10

20

30

40

50

Y群は1)、2)、5)を満たし且つ $p = q = 1$ 、且つメタフェニレン基を含まない化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は左右の末端のアリール基が異なる材料であるので、材料同士の重なりが低減する。また、SP3炭素を含む場合HOMO準位が上がりホールの注入性が向上することが考えられる。更には、メタフェニレン基を含まないことからAr7(あるいはAr10)の末端のみが空軌道となるので、電荷伝導性が向上する。

【0136】

A群は1)、2)、3)、4)を満たし且つ $p = q = 1$ 且つメタフェニレン基を含む化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は炭化水素のみおよびSP2炭素のみで構成されることから、化学的に安定であり且つ構造変化も少ないため劣化に強い。また、メタフェニレン基を含むことでAr8およびAr9に分子軌道が局在し、Ar7(あるいはAr10)に空軌道となるので分子軌道の重なりが小さい。

10

【0137】

B群は1)、2)、3)、4)を満たし且つ $p = q = 1$ 、且つメタフェニレン基を含まない化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は炭化水素のみおよびSP2炭素のみで構成されることから、化学的に安定であり且つ構造変化も少ないため劣化に強い。また、メタフェニレン基を含まないことからAr7(あるいはAr10)の末端のみが空軌道となるので、電荷伝導性が向上する。

【0138】

C群に1)、2)、3)、4)を満たし且つ $p = 1, q = 0$ 、且つメタフェニレン基を含む化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は $p = 1, q = 1$ の群に比べてアリーレン基の数が少ないため分子量が軽くなる傾向を有する。さらに分子の回転部位が少なくなる。従って、昇華性の向上や分子の安定性が増す。また、メタフェニレン基を含むことでAr8およびAr9に分子軌道が局在し、Ar7(あるいはAr10)に空軌道となるので分子軌道の重なりが小さい。

20

【0139】

D群に1)、2)、3)、4)を満たし且つ $p = 1, q = 0$ 、且つメタフェニレン基を含まない化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は $p = 1, q = 1$ の群に比べてアリーレン基の数が少ないため分子量が軽くなる傾向を有する。さらに分子の回転部位が少なくなる。従って、昇華性の向上や分子の安定性が増す。また、メタフェニレン基を含まないことからAr7(あるいはAr10)の末端のみが空軌道となるので、電荷伝導性が向上する。

30

【0140】

E群に1)、2)、4)、5)を満たし且つ $p = q = 1$ 、且つメタフェニレン基を含む化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は左右の末端のアリール基が異なる材料であるので、材料同士の重なりが低減する。また、SP3炭素を含む場合HOMO準位が上がりホールの注入性が向上することが考えられる。また、メタフェニレン基を含むことでAr2およびAr3に分子軌道が局在し、Ar7(あるいはAr10)に空軌道となるので分子軌道の重なりが小さい。

【0141】

F群に1)、2)、4)、5)を満たし且つ $p = q = 1$ 、且つメタフェニレン基を含まない化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は左右の末端のアリール基が異なる材料であるので、材料同士の重なりが低減する。また、SP3炭素を含む場合HOMO準位が上がりホールの注入性が向上することが考えられる。更には、メタフェニレン基を含まないことからAr7(あるいはAr10)の末端のみが空軌道となるので、電荷伝導性が向上する。

40

【0142】

G群に1)、2)、4)、5)を満たし且つ $p = 1, q = 0$ 、且つメタフェニレン基を含む化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は $p = 1, q = 1$ の群に比べてアリーレン基の数が少ないため分子量が軽くなる傾向を有する。従って、昇華性の向

50

上や分子の安定性が増す。

【0143】

また、左右の末端のアリール基が異なる材料であるので、材料同士の重なりが低減する。さらに、SP3炭素を含む場合HOMO準位が上がりホールの注入性が向上することが考えられる。また、メタフェニレン基を含むことでAr8およびAr9に分子軌道が局在し、Ar7（あるいはAr10）に空軌道となるので分子軌道の重なりが小さい。

【0144】

H群に1)、2)、4)、5)を満たし且つ $p = 1$ 、 $q = 0$ 、且つメタフェニレン基を含まない化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は $p = 1$ 、 $q = 1$ の群に比べてアリーレン基の数が少ないため分子量が軽くなる傾向を有する。従って、昇華性の向上や分子の安定性が増す。

10

【0145】

また、左右の末端のアリール基が異なる材料であるので、材料同士の重なりが低減する。さらに、SP3炭素を含む場合HOMO準位が上がりホールの注入性が向上することが考えられる。更には、メタフェニレン基を含まないことからAr7（あるいはAr10）の末端のみが空軌道となるので、電荷伝導性が向上する。

【0146】

I群に1)、2)、3)、4)、5)を満たし、且つ $p = q = 1$ 、且つメタフェニレン基を含む化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群はラジカル状態や励起状態での構造変化が少なく安定であるとともに、左右の末端のアリール基が異なることから材料同士の重なりが低減する。また、メタフェニレン基を含むことでAr8およびAr9に分子軌道が局在し、Ar7（あるいはAr10）に空軌道となるので分子軌道の重なりが小さい。

20

【0147】

J群に1)、2)、3)、4)、5)を満たし、且つ $p = q = 1$ 、且つメタフェニレン基を含まない化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群はラジカル状態や励起状態での構造変化が少なく安定であるとともに、左右の末端のアリール基が異なることから材料同士の重なりが低減する。更には、メタフェニレン基を含まないことからAr7（あるいはAr10）の末端のみが空軌道となるので、電荷伝導性が向上する。

【0148】

K群に1)、2)、3)、4)、5)を満たし、且つ $p = 1$ 、 $q = 0$ 、且つメタフェニレン基を含む化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は前述の性質に加えて $p = 1$ 、 $q = 1$ の群に比べてアリーレン基の数が少ないため分子量が軽くなる傾向を有する。さらに、分子の回転部位が少なくなる。従って、昇華性の向上や分子の安定性が増す。また、メタフェニレン基を含むことでAr8およびAr9に分子軌道が局在し、Ar7（あるいはAr10）に空軌道となるので分子軌道の重なりが小さい。

30

【0149】

L群に1)、2)、3)、4)、5)を満たし、且つ $p = 1$ 、 $q = 0$ 、且つメタフェニレン基を含まない化合物群を示すが、これに限定されることはない。この群は前述の性質に加えて $p = 1$ 、 $q = 1$ の群に比べてアリーレン基の数が少ないため分子量が軽くなる傾向を有する。さらに、分子の回転部位が少なくなる。従って、昇華性の向上や分子の安定性が増す。更には、メタフェニレン基を含まないことからAr7（あるいはAr10）の末端のみが空軌道となるので、電荷伝導性が向上する。

40

【0150】

上記ホスト材料と発光材料であるイリジウム錯体に加えてさらに別の有機化合物である第3成分を含んでもよい。その場合、第3成分として次の材料を含むことが好ましい。

【0151】

A)炭化水素化合物であるホスト材料のHOMO準位よりも高い)HOMO準位を有する材料。上記性質を有する材料はHOMO準位が高いことから発光層内へホールの注入お

50

よび輸送を容易にする。その結果、低電圧化するとともに発光材料が過度にアニオン状態になることを低減し、長寿命化すると考えられる。HOMO準位が高いとは言い換えれば深い、真空準位に遠い、絶対値が大きい等と表現できる。LUMO準位についても同様である。

【0152】

以下に化合物例を示すが、これに限定されることはない。

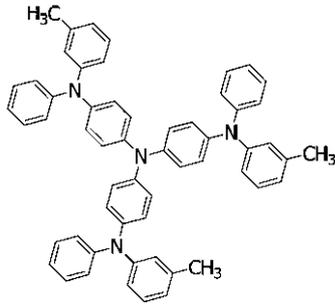
【0153】

下記化合物は含アミン化合物である。この材料はホール注入輸送能が高い。

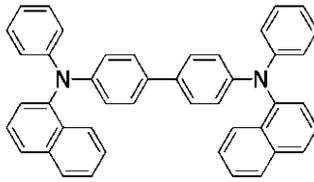
【0154】

【化37】

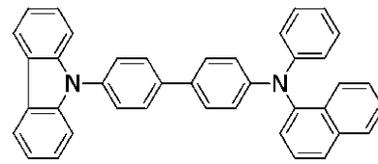
10



M-101

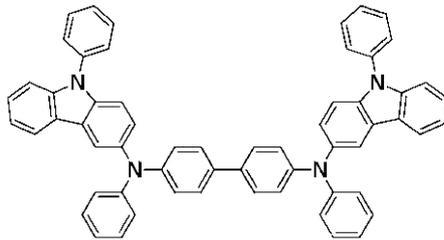


M-102

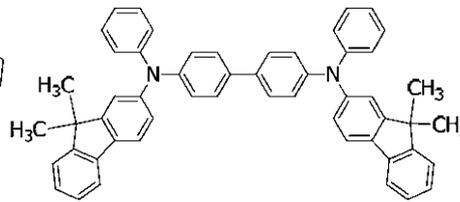


M-103

20



M-104



M-105

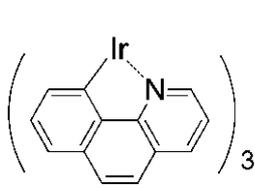
【0155】

次に金属錯体化合物を示すが、これに限定されることはない。この材料は炭化水素化合物より S-T 値が小さいのでバンドギャップが小さくでき電荷輸送が向上すると考えられる。更に、重金属を含む金属錯体では T1 での保持時間が長いいためホストから得たエネルギーを効率よく発光材料に移動することが可能となる。

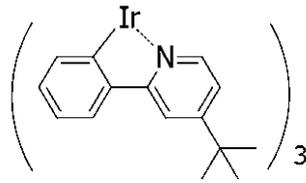
【0156】

30

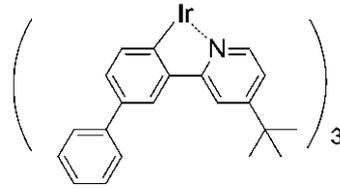
【化38】



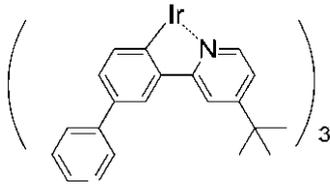
N-101



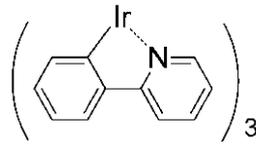
N-102



N-103



N-104



N-105

10

【0157】

B) 炭化水素化合物であるホスト材料のLUMO準位と比べてエネルギーの小さい(深い) LUMO準位を有する材料。本発明のホスト材料と発光材料のLUMO準位はホスト材料のほうがエネルギーが大きい(浅い)ので、ホスト材料のLUMO準位より高いLUMO準位を有する第3成分を添加することで、発光材料が過度にアニオン状態になることを低減し、長寿命化すると考えられる。

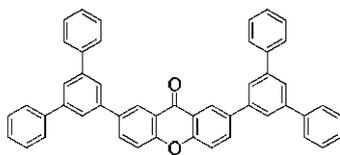
20

【0158】

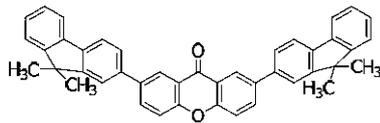
以下に化合物例を示すが、これに限定されることはない。

【0159】

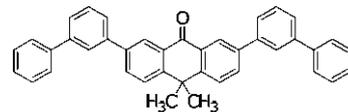
【化39】



O-101

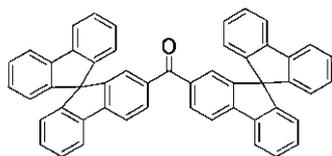


O-102

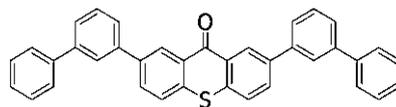


O-103

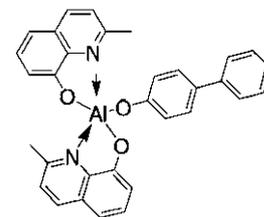
30



O-104

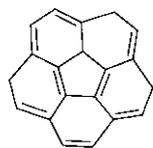


O-105



O-106

40



O-107

【0160】

C) ホスト材料のHOMO準位と比べてエネルギーの大きいHOMO準位を有し、且つホスト材料のLUMO準位と比べてエネルギーの小さいLUMO準位を有する材料。この

50

ような材料を第3成分に用いることで、ホール注入性向上および発光材料による電子トラップを緩和することができその結果長寿命化すると考えられる。

【0161】

以下に化合物例を示すが、これに限定されることはない。

【0162】

(有機発光素子の説明)

本発明に係る有機発光素子を説明する。

【0163】

本発明に係る有機発光素子是一对の電極である陽極と陰極とそれらの間に配置される有機化合物層とを少なくとも有する。この有機化合物層が前記式[1]で表される有機化合物を有する。有機発光素子とは、前記陽極および前記陰極からキャリアを注入することで前記有機化合物層中の発光性有機化合物の励起子を生成させ、該励起子が基底状態に戻る際に光を放出する素子である。

10

【0164】

発光層を構成する化合物の中で重量比が最も大きいものを主成分と呼び、主成分よりも重量比が小さいものを副成分と呼ぶ。

【0165】

主成分である材料は、ホスト材料と呼ぶこともできる。

【0166】

副成分である材料は、ドーパント(ゲスト)材料である。他にも発光アシスト材料、電荷注入材料を副成分として挙げるができる。

20

【0167】

なお、本発明に係る有機化合物は発光材料であり、ホスト材料に対するゲスト材料の濃度は0.1wt%以上20wt%以下であることが好ましく、1wt%以上15wt%以下であることがより好ましい。

【0168】

本発明者らは種々の検討を行い、本発明の前記式[1]で表される有機化合物を発光層の発光材料として用い、前記式[6]をホスト材料として用いた素子が高効率で高輝度な光出力を有し、極めて耐久性が高いことを見出した。

【0169】

以下に、本発明に係る有機化合物を用いた有機発光素子の例を示す。

30

【0170】

本発明に係る有機化合物を用いて作製される有機発光素子としては、基板上に、順次陽極、発光層、陰極を設けた構成のものが挙げられる。他にも順次陽極、ホール輸送層、電子輸送層、陰極)を設けた構成のものが挙げられる。また順次陽極、ホール輸送層、発光層、電子輸送層、陰極を設けたものや順次陽極、ホール注入層、ホール輸送層、発光層、電子輸送層、陰極を設けたものや順次、陽極、ホール輸送層、発光層、ホール・エキシトンプロッキング層、電子輸送層、陰極を設けたものが挙げられる。ただしこれら5種の多層型の例はあくまでごく基本的な素子構成であり、本発明に係る化合物を用いた有機発光素子の構成はこれらに限定されるものではない。例えば、電極と有機化合物層界面に絶縁性層を設ける、接着層あるいは干渉層を設ける、電子輸送層もしくはホール輸送層がイオン化ポテンシャルの異なる2層から構成されるなど多様な層構成をとることができる。

40

【0171】

本発明に係る式[1]で表される有機化合物は、該発光素子の発光層として使用する。その場合の素子形態としては、基板側の電極から光を取り出すいわゆるボトムエミッション方式でも、基板と逆側から光を取り出すいわゆるトップエミッション方式でも良く、両面取り出しの構成や有機発光素子を積層したタンデム構成でも使用することが出来る。

【0172】

ここで、本発明の有機化合物以外にも、必要に応じて公知の化合物を用いることができる。そのような化合物とはホール注入性化合物あるいは輸送性化合物あるいはホスト材料

50

であるホスト化合物あるいは発光性化合物あるいは電子注入性化合物あるいは電子輸送性化合物等を一緒に使用することができる。これら化合物は低分子でも高分子でもよい。

【0173】

以下にこれらの化合物例を挙げる。

【0174】

正孔注入輸送性材料としては、陽極からの正孔の注入が容易で、注入された正孔を発光層へと輸送することができるように正孔移動度が高い材料が好ましい。また素子中において結晶化等の膜質の劣化を防ぐために、ガラス転移点温度が高い材料が好ましい。正孔注入輸送性能を有する低分子及び高分子系材料としては、トリアリールアミン誘導体、アリールカルバゾール誘導体、フェニレンジアミン誘導体、スチルベン誘導体、フタロシアニ

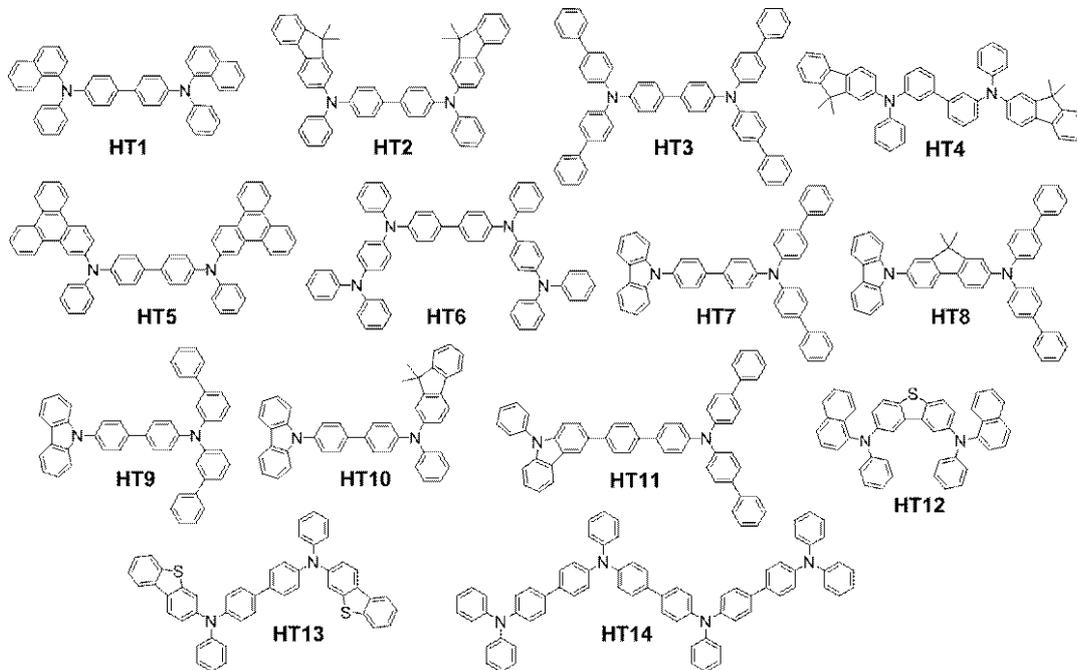
10

【0175】

以下に、正孔注入輸送性材料として用いられる化合物の具体例を示すが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0176】

【化40】



20

30

【0177】

主に発光機能に関わる発光材料としては、本発明に係るイリジウム錯体もしくはその誘導体の他に、縮環化合物（例えばフルオレン誘導体、ナフタレン誘導体、ピレン誘導体、ペリレン誘導体、テトラセン誘導体、アントラセン誘導体、ルブレン等）、キナクリドン誘導体、クマリン誘導体、スチルベン誘導体、トリス（8-キノリノラート）アルミニウム等の有機アルミニウム錯体、白金錯体、レニウム錯体、銅錯体、ユーロピウム錯体、ルテニウム錯体、及びポリ（フェニレンビニレン）誘導体、ポリ（フルオレン）誘導体、ポリ（フェニレン）誘導体等の高分子誘導体が挙げられる。

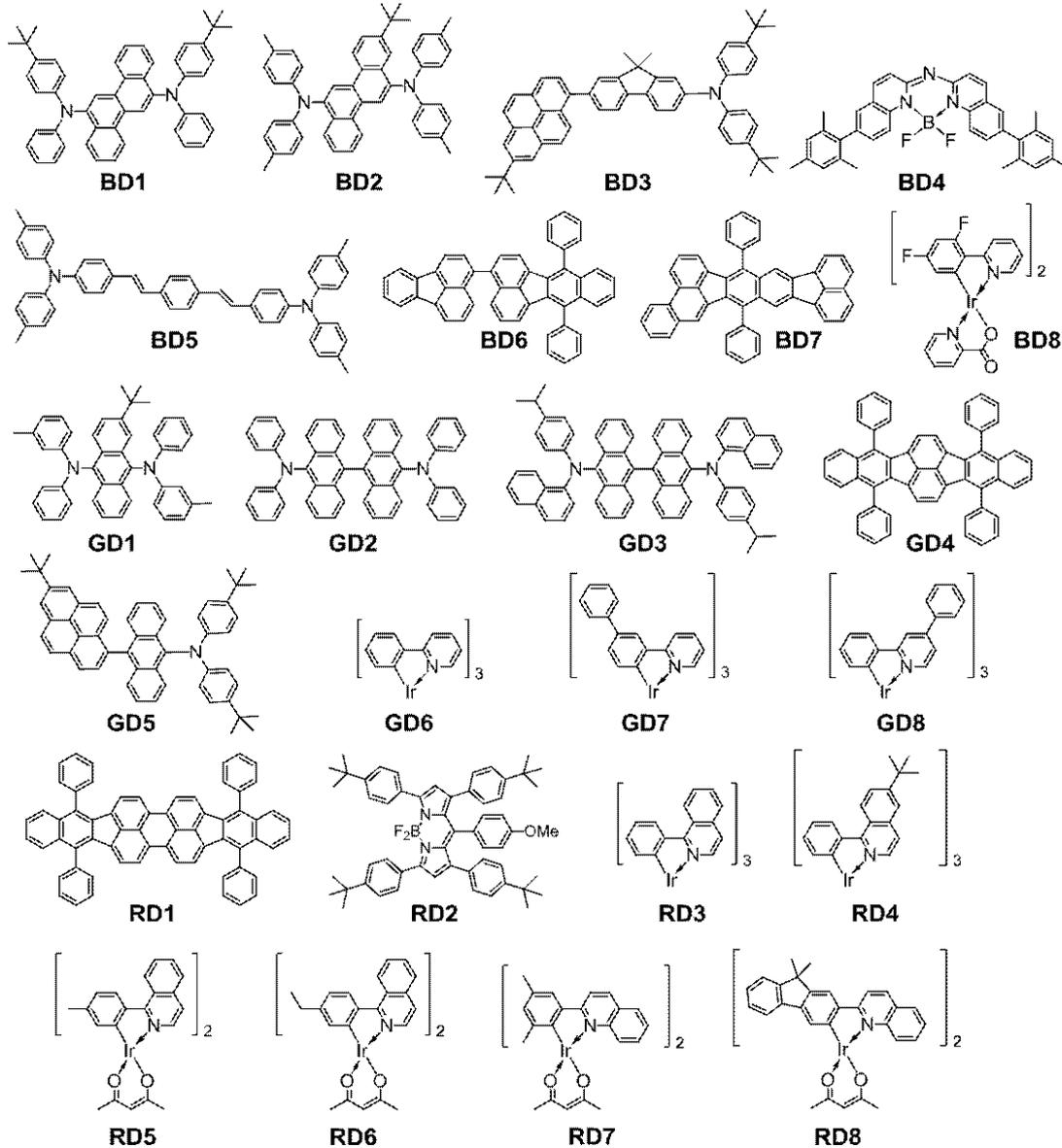
40

【0178】

以下に、発光材料として用いられる化合物の具体例を示すが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0179】

【化41】



10

20

30

【0180】

発光層のホスト材料あるいはアシスト材料としては、本発明に係るヘテロ環含有化合物以外にも、芳香族炭化水素化合物もしくはその誘導体の他、カルバゾール誘導体、ジベンゾフラン誘導体、ジベンゾチオフェン誘導体、トリス(8-キノリノラート)アルミニウム等の有機アルミニウム錯体、有機ベリリウム錯体等が挙げられる。

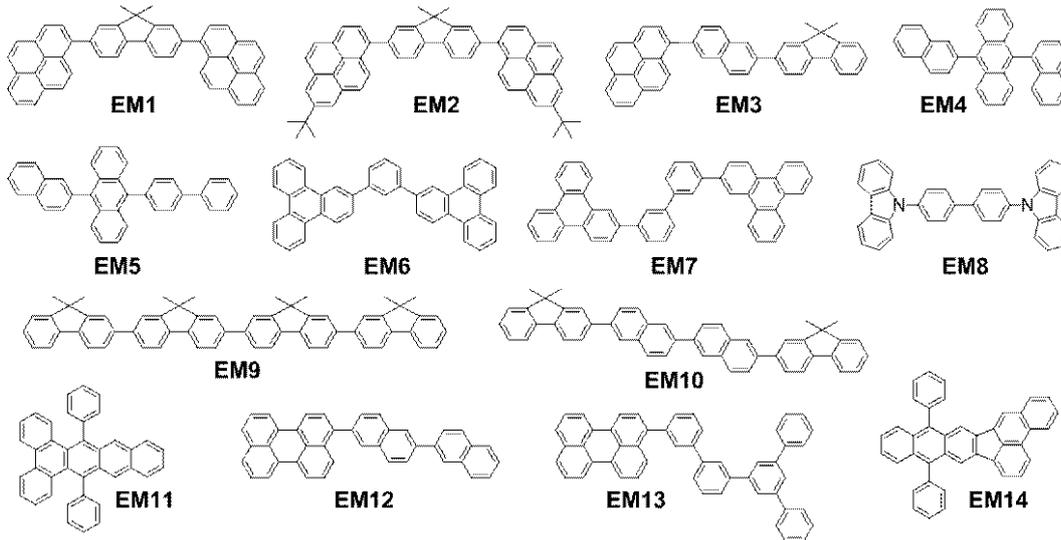
【0181】

以下に、発光層ホスト材料あるいは発光層アシスト材料として用いられる化合物の具体例を示すが、もちろんこれらに限定されるものではない。

40

【0182】

【化42】



10

【0183】

電子注入輸送性材料としては、陰極からの電子の注入が容易で注入された電子を発光層へ輸送することができるものから任意に選ぶことができ、正孔輸送性材料の正孔移動度とのバランス等を考慮して選択される。電子注入性能および電子輸送性能を有する材料としては、オキサジアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、ピラジン誘導体、トリアゾール誘導体、トリアジン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、フェナントロリン誘導体、有機アルミニウム錯体等が挙げられる。さらに上記の電子注入輸送性材料は、正孔阻止層にも好適に使用される。

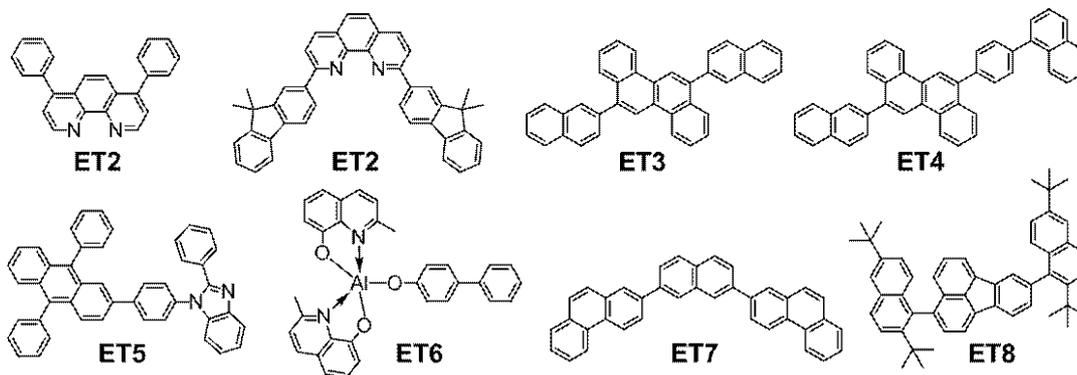
20

【0184】

以下に、発光層ホスト材料あるいは発光層アシスト材料として用いられる化合物の具体例を示すが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【0185】

【化43】



30

【0186】

またこれらの材料とアルカリ金属やアルカリ土類金属を混合して使用しても良い。例えばLiF、KF、Cs₂CO₃、CsF等である。

40

【0187】

陽極材料としては、仕事関数ができるべく大きなものがよい。例えば、金、白金、銀、銅、アルミニウム、モリブデン、ニッケル、パラジウム、コバルト、セレン、バナジウム、タングステン等の金属単体あるいはこれらの合金、酸化錫、酸化亜鉛、酸化インジウム、酸化錫インジウム(ITO)、酸化亜鉛インジウム、酸化亜鉛ガリウム等の金属酸化物である。特に、ITOやIZO、IGZOといった透明酸化物半導体は移動度が高く電極材料に好適である。更には、透明酸化物半導体を用いたTFT上に本発明のホスト材料および発光材料を搭載することも好適である。移動度が高く優れた動画特性、省消費電力性能を発揮する。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン等の導電性ポリマーで

50

もよい。これらの電極物質は単独で使用してもよいし複数併用して使用してもよい。また、陽極は一層構成でもよく、多層構成でもよい。

【0188】

一方、陰極材料としては、仕事関数の小さなものがよい。例えば、リチウム等のアルカリ金属、カルシウム等のアルカリ土類金属、アルミニウム、チタニウム、マンガン、銀、鉛、クロム等の金属単体が挙げられる。あるいはこれら金属単体を組み合わせた合金も使用することができる。例えば、マグネシウム - 銀、アルミニウム - リチウム、アルミニウム - マグネシウム等が使用できる。酸化錫インジウム (ITO) 等の金属酸化物の利用も可能である。これらの電極物質は単独で使用してもよいし、複数併用して使用してもよい。また、陰極は一層構成でもよく、多層構成でもよい。

10

【0189】

本発明に係る有機発光素子において、本発明に係る有機化合物を含有する層及びその他の有機化合物を有する層は、以下に示す方法により形成される。一般には真空蒸着法、イオン化蒸着法、スパッタリング、プラズマ、転写法あるいは、適当な溶媒に溶解させて公知の塗布法 (例えば、スピンコーティング、ディッピング、キャスト法、LB法、インクジェット法等) により薄膜を形成する。ここで真空蒸着法や溶液塗布法等によって層を形成すると、結晶化等が起こりにくく経時安定性に優れる。また塗布法で成膜する場合は、適当なバインダー樹脂と組み合わせて膜を形成することもできる。

【0190】

上記バインダー樹脂としては、ポリビニルカルバゾール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリエステル樹脂、ABS樹脂、アクリル樹脂、ポリイミド樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、尿素樹脂等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、これらバインダー樹脂は、ホモポリマー又は共重合体として1種単独で使用してもよいし、2種以上を混合して使用してもよい。さらに必要に応じて、公知の可塑剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤等の添加剤を併用してもよい。

20

【0191】

(有機発光素子の用途)

本発明の有機発光素子は、表示装置や照明装置の構成部材として用いることができる。他にも電子写真方式の画像形成装置の露光光源や液晶表示装置のバックライト、照明の如き用途がある。また有機発光素子には、さらにカラーフィルターを有してよい。

30

【0192】

本発明の表示装置は、本発明の有機発光素子を有する画素を複数備える表示部を有している。

【0193】

そして、この画素は、本発明の有機発光素子と能動素子とを有している。能動素子の一例として発光輝度を制御するためのスイッチング素子が挙げられ、スイッチング素子の一例としてTFT素子が挙げられる。

【0194】

画素に含まれる有機発光素子の陽極又は陰極は、TFT素子のドレイン電極又はソース電極と接続されている。また表示装置はパーソナルコンピュータ(PC)の画像表示装置として用いることができる。一方、TFT素子は基板の絶縁性表面に設けられている。

40

【0195】

表示装置は、エリアCCD、リニアCCD、メモリーカードからの画像情報を入力する入力部を有し、入力された画像を表示部に表示する画像情報処理装置でもよい。

【0196】

また、画像情報処理装置や画像形成装置が有する表示部は、タッチパネル機能を有していてもよい。また表示装置はマルチファンクションプリンタの表示部に用いられてもよい。

【0197】

照明装置は例えば室内を照明する装置である。照明装置は白色、昼白色、その他青から

50

赤のいずれの色を発光するものであってよい。

【0198】

本発明の照明装置は、本発明の有機発光素子とそれに接続されているAC/DCコンバータ回路を有している。尚、照明装置には、さらにカラーフィルターを備えていてもよい。

【0199】

本発明の照明装置を構成するAC/DCコンバータ回路は、交流電圧を直流電圧に変換する回路である。

【0200】

本発明の画像形成装置は、感光体とこの感光体の表面を帯電させる帯電手段と、感光体を露光して静電潜像を形成するための露光手段と、感光体の表面に形成された静電潜像を現像するための現像器とを有する画像形成装置である。ここで画像形成装置に備える露光手段は、本発明の有機発光素子を含んでいる。

10

【0201】

次に、図面を参照しながら本発明の表示装置について説明する。図1は、有機発光素子とこの有機発光素子に接続されるTFT素子とを有する表示装置の例を示す断面模式図である。尚、図1の表示装置1を構成する有機発光素子として、本発明の有機発光素子が用いられている。

【0202】

図1の表示装置1は、ガラス等の基板11とその上部にTFT素子又は有機化合物層を保護するための防湿膜12が設けられている。また符号13は金属のゲート電極13である。符号14はゲート絶縁膜14であり、15は半導体層である。

20

【0203】

TFT素子18は、半導体層15とドレイン電極16とソース電極17とを有している。TFT素子18の上部には絶縁膜19が設けられている。コンタクトホール20を介して有機発光素子を構成する陽極21とソース電極17とが接続されている。

【0204】

尚、有機発光素子に含まれる電極（陽極、陰極）とTFTに含まれる電極（ソース電極、ドレイン電極）との電気接続の方式は、図1に示される態様に限られるものではない。つまり陽極又は陰極のうちいずれか一方とTFT素子ソース電極またはドレイン電極のいずれか一方とが電気接続されていればよい。

30

【0205】

図1の表示装置1では多層の有機化合物層を1つの層の如く図示をしているが、有機化合物層22は、複数層であってよい。陰極23の上には有機発光素子の劣化を抑制するための第一の保護層24や第二の保護層25が設けられている。

【0206】

図1の表示装置1が白色を発する表示装置の場合、図1中の有機化合物層22に含まれる発光層は、赤色発光材料、緑色発光材料及び青色発光材料を混合してなる層としてもよい。また赤色発光材料からなる層、緑色発光材料からなる層、青色発光材料からなる層をそれぞれ積層させてなる積層型の発光層としてもよい。さらに別法として、赤色発光材料からなる層、緑色発光材料からなる層、青色発光材料からなる層を横並びにするなりして1つの発光層の中にドメインを形成した態様であってもよい。

40

【0207】

図1の表示装置1ではスイッチング素子としてトランジスタを使用しているが、これに代えてMIM素子をスイッチング素子として用いてもよい。

【0208】

また図1の表示装置1に使用されるトランジスタは、単結晶シリコンウエハを用いたトランジスタに限らず、基板の絶縁性表面上に活性層を有する薄膜トランジスタでもよい。活性層として単結晶シリコンを用いた薄膜トランジスタ、活性層としてアモルファスシリコンや微結晶シリコンなどの非単結晶シリコンを用いた薄膜トランジスタ、活性層として

50

インジウム亜鉛酸化物やインジウムガリウム亜鉛酸化物等の非単結晶酸化物半導体を用いた薄膜トランジスタであってもよい。尚、薄膜トランジスタはTFT素子とも呼ばれる。

【0209】

図1の表示装置1に含まれるトランジスタは、Si基板等の基板内に形成されていてもよい。ここで基板内に形成されるとは、Si基板等の基板自体を加工してトランジスタを作製することを意味する。つまり、基板内にトランジスタを有することは、基板とトランジスタとが一体に形成されていると見ることもできる。

【0210】

基板内にトランジスタを設けるかどうかについては、精細度によって選択される。例えば1インチでQVGA程度の精細度の場合はSi基板内に有機発光素子を設けることが好ましい。

10

【0211】

以上説明の通り、本発明の有機発光素子を用いた表示装置を駆動することにより、良好な画質で、長時間表示にも安定な表示が可能になる。

【実施例】

【0212】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明していくが、本発明はこれらに限定されるものではない。

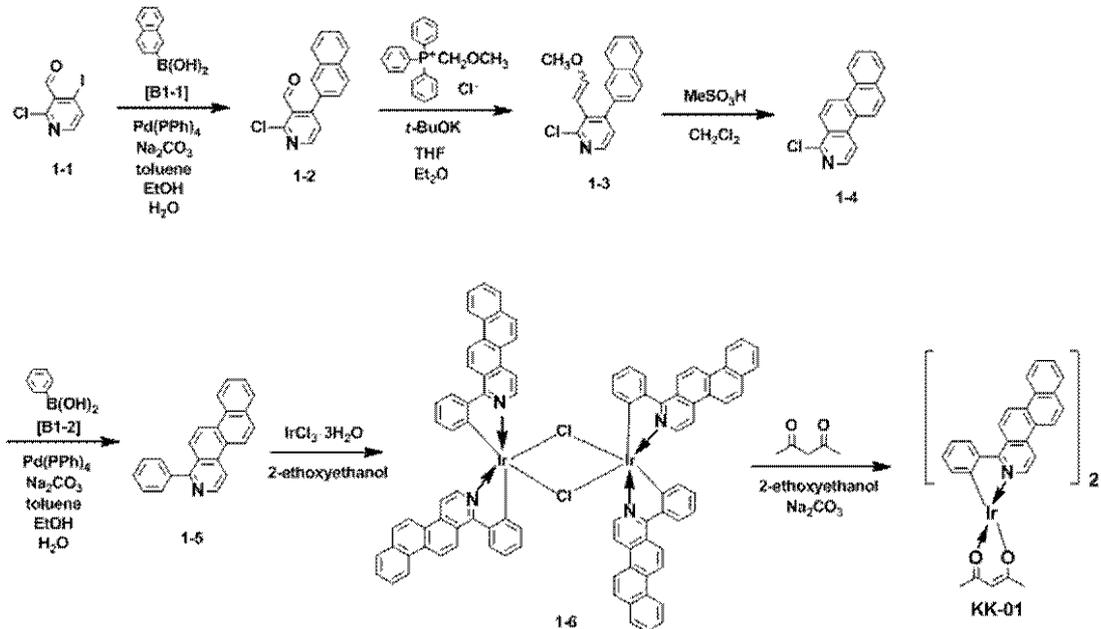
【0213】

<実施例1> 例示化合物KK-01の合成

20

【0214】

【化44】



30

【0215】

(中間体1-2の合成)

以下の化合物を、トルエン160ml、エタノール80ml及び2規定の炭酸ナトリウム水溶液80mlの混合溶液に溶解させた。

化合物[1-1]: 6.0g (22.4mmol)

化合物[B1-1]: 3.47g (20.2mmol)

【0216】

次に、反応溶液を窒素雰囲気下、室温で攪拌しながら、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)1.30g (1.12mmol)を添加した。次に、反応溶液を60℃に昇温した後、7時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマト

50

グラフィー（クロマト用ゲル：BW300（富士シリシア製），展開溶媒：クロロホルム）で精製後、メタノールで洗浄し、化合物1-2を4.0g（収率74%）得た。

【0217】

（中間体1-3の合成）

脱水エーテル30mlに（メトキシメチル）トリフェニルホスホニウムクロリド、5.76g（16.8mmol）とカリウムtert-ブトキシド（1MのTHF溶液）、16.8ml（16.8mmol）を加え、室温で30分攪拌させ懸濁させた。懸濁液に脱水THF45mlに溶解させた化合物[1-2]、1.8g（6.72mmol）を滴下して、室温のまま10時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー（クロマト用ゲル：BW300（富士シリシア製），展開溶媒：クロロホルム）で精製し、トルエンとエタノールの混合溶媒で再結晶し、化合物1-3を780mg（収率39%）得た。

10

【0218】

（中間体1-4の合成）

脱水ジクロロメタン40mlに溶解させた化合物1-3、2.0g（6.76mmol）にメタンスルホン酸、4mlを滴下し、室温で18時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー（クロマト用ゲル：BW300（富士シリシア製），展開溶媒：クロロホルム）で精製し、トルエンとエタノールの混合溶媒で3回再結晶し、メタノールで洗浄し、化合物1-4を485mg（収率27%）得た。

20

【0219】

（中間体1-5の合成）

以下の化合物を、トルエン40ml、エタノール20ml及び2規定の炭酸ナトリウム水溶液20mlの混合溶液に溶解させた。

化合物[1-4]：0.485g（1.84mmol）

化合物[B1-2]：0.269g（2.21mmol）

【0220】

次に、反応溶液を窒素雰囲気下、室温で攪拌しながら、テトラキス（トリフェニルホスフィン）パラジウム（0）106mg（0.092mmol）を添加した。次に、反応溶液を85℃に昇温した後、7時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー（クロマト用ゲル：BW300（富士シリシア製），展開溶媒：熱トルエン）で精製後、トルエンで再結晶し、化合物1-5を365mg（収率65%）得た。

30

【0221】

¹H-NMR測定（400MHz，CDCl₃）により、この化合物の構造を確認した。（ppm）：8.88-8.84（d，1H），8.78-8.76（d，1H），8.75-8.71（t，2H），8.54-8.53（d，1H），8.25-8.22（d，1H），8.10-8.08（d，1H），8.05-8.03（d，1H），7.78-7.69（m，4H），7.60-7.51（m，3H）

40

【0222】

（中間体1-6の合成）

化合物1-5，300mg（0.982mmol）と塩化イリジウム（III）水和物，157mg（0.447mmol）を2-エトキシエタノール12mlと水3mlに溶解させ、窒素雰囲気中で100度に昇温し7時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、析出した固体をろ取りし、水、エタノール、トルエンを用いて洗浄した。乾燥後、化合物1-6を300mg（収率73%）得た。

【0223】

（例示化合物KK-01の合成）

化合物1-6，200mg（0.12mmol）とアセチルアセトン，2.0g（20

50

. 2 mmol) と炭酸ナトリウム、500 mg (4.72 mmol) を 2-エトキシエタノール 5 ml に溶解させ、窒素雰囲気中で 95 度に昇温し、7 時間攪拌した。反応後、水を投入し、析出した固体をろ取り、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、残渣をカラムクロマトグラフィー (クロマト用ゲル: BW200 (富士シリシア製), 展開溶媒: 熱クロロベンゼン) で精製後、例示化合物 KK-01 を 190 mg (収率 88%) 得た。続いて 10^{-4} Pa、390 の条件下で昇華精製を行い、例示化合物 KK-01 の昇華品を 5 mg 得た。

【0224】

$^1\text{H-NMR}$ 測定 (400 MHz, CDCl_3) により、この化合物の構造を確認した。
(ppm): 9.14 - 9.11 (d, 2H), 8.92 - 8.90 (d, 2H), 8.86 - 8.84 (d, 2H), 8.73 - 8.69 (m, 4H), 8.41 - 8.39 (d, 2H), 8.29 - 8.27 (d, 2H), 8.13 - 8.11 (d, 2H), 8.08 - 8.06 (d, 2H), 7.82 - 7.79 (t, 2H), 7.76 - 7.72 (t, 2H), 6.97 - 6.93 (t, 2H), 6.71 - 6.67 (t, 2H), 6.46 - 6.44 (d, 2H), 5.26 (s, 1H), 1.81 (s, 3H)

10

MALDI-TOF MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) によりこの化合物の M^+ である 900.22 を確認した。

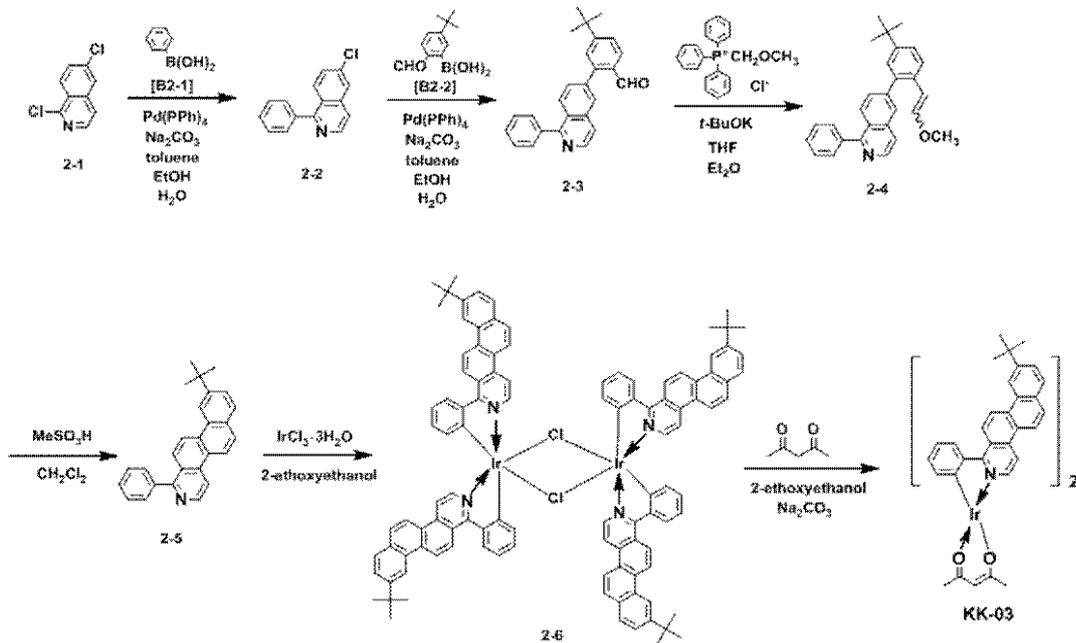
【0225】

< 実施例 2 > 例示化合物 KK-03 の合成

【0226】

20

【化45】



30

【0227】

(中間体 2 - 2 の合成)

40

以下の化合物を、トルエン 200 ml、エタノール 100 ml 及び 2 規定の炭酸ナトリウム水溶液 100 ml の混合溶液に溶解させた。

化合物 [2 - 1] : 8.0 g (40.4 mmol)

化合物 [B 2 - 1] : 5.91 g (48.5 mmol)

【0228】

次に、反応溶液を窒素雰囲気下、室温で攪拌しながら、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) 2.33 g (2.02 mmol) を添加した。次に、反応溶液を 60 に昇温した後、7 時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー (クロマト用ゲル: BW300 (富士シリシア製), 展開溶媒: 酢酸エチル/

50

ヘプタン = 1 / 2) で精製後、メタノールで洗浄し、化合物 2 - 2 を 5 . 8 9 g (収率 6 1 %) 得た。

【 0 2 2 9 】

(化合物 B 2 - 2 の合成)

N , N , N ' - トリメチルエチレンジアミン、 8 . 6 4 m l (6 8 m m o l) を脱水 T H F 1 6 0 m l に溶解させ、 - 4 0 度で 3 0 分間攪拌した。そこへ n - ブチルリチウム (1 . 6 M のヘキサン溶液)、 4 0 m l (6 4 m m o l) を滴下し、 - 4 0 度のまま 3 0 分間攪拌した。さらにそこへ 4 - t e r t - ブチルベンズアルデヒド、 1 0 m l (6 0 m m o l) を滴下し、 - 4 0 度のまま 3 0 分間攪拌した。そこへ n - ブチルリチウム (1 . 6 M のヘキサン溶液)、 1 1 2 m l (1 8 0 m m o l) を滴下し、 - 4 0 度のまま 3 0 分間攪拌した後、室温までゆっくり昇温させながら 1 0 時間攪拌した。反応溶液を再び - 4 0 度まで冷却し、ホウ酸トリメチル、 4 0 m l (3 6 0 m m o l) を滴下し、 - 4 0 度のまま 3 0 分間攪拌した後、室温までゆっくり昇温させながら 2 0 時間攪拌した。2 規定の塩酸 4 0 0 m l に反応溶液を注ぎ込み、室温で 3 0 分間攪拌した。水を投入し、有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー (クロマト用ゲル : B W 3 0 0 (富士シリシア製) , 展開溶媒 : 酢酸エチル / ヘプタン = 1 / 2) で精製後、ヘプタンで洗浄し、化合物 B 2 - 2 を 2 . 4 5 g (収率 2 0 %) 得た。

10

【 0 2 3 0 】

(中間体 2 - 3 の合成)

化合物 2 - 2、 2 . 0 g (8 . 3 4 m m o l) と化合物 [B 2 - 2]、 1 . 8 9 g (9 . 1 8 m m o l) とビス (ジベンジリデンアセトン) パラジウム (0)、 0 . 2 4 g (0 . 4 1 7 m m o l) と 2 - ジシクロヘキシルホスフィノ - 2 ' , 6 ' - ジメトキシビフェニル、 0 . 3 4 g (0 . 8 3 4 m m o l)、リン酸カリウム、 3 . 5 4 g (1 6 . 7 m m o l) を脱水トルエン、 3 5 0 m l と水 1 m l を加え、 1 3 0 ° で 6 時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー (クロマト用ゲル : B W 3 0 0 (富士シリシア製) , 展開溶媒 : 酢酸エチル / ヘプタン = 1 / 2) で精製後、化合物 2 - 3 を 1 . 9 8 g (収率 6 5 %) 得た。

20

【 0 2 3 1 】

(中間体 2 - 4 の合成)

脱水エーテル 2 5 m l に (メトキシメチル) トリフェニルホスホニウムクロリド、 4 . 6 4 g (1 3 . 5 m m o l) とカリウム t e r t - ブトキシド (1 M の T H F 溶液)、 1 3 . 5 m l (1 3 . 5 m m o l) を加え、室温で 3 0 分間攪拌させ懸濁させた。懸濁液に脱水 T H F 5 0 m l に溶解させた化合物 [2 - 3]、 1 . 9 8 g (5 . 4 2 m m o l) を滴下して、室温のまま 1 6 時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー (クロマト用ゲル : B W 3 0 0 (富士シリシア製) , 展開溶媒 : 酢酸エチル / ヘプタン = 1 / 2) で精製し、化合物 2 - 4 を 2 . 0 g (収率 9 4 %) 得た。

30

【 0 2 3 2 】

(中間体 2 - 5 の合成)

脱水ジクロロメタン 4 0 m l に溶解させた化合物 2 - 4、 2 . 0 g (5 . 0 8 m m o l) にメタンスルホン酸、 4 m l を滴下し、室温で 1 8 時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー (クロマト用ゲル : B W 3 0 0 (富士シリシア製) , 展開溶媒 : 酢酸エチル / ヘプタン = 1 / 2) で精製し、化合物 2 - 5 を 1 . 5 g (収率 8 2 %) 得た。

40

【 0 2 3 3 】

¹ H - N M R 測定 (4 0 0 M H z , C D C l 3) により、この化合物の構造を確認した。
(p p m) : 8 . 8 5 - 8 . 8 3 (d , 1 H) , 8 . 7 9 - 8 . 7 7 (d , 1 H) ,

50

8.74 (s, 1H), 8.68 - 8.66 (d, 1H), 8.54 - 8.52 (d, 1H), 8.06 - 8.04 (d, 1H), 7.99 - 7.97 (d, 1H), 7.81 - 7.76 (m, 3H), 7.60 - 7.51 (m, 3H), 1.52 (s, 9H)

【0234】

(中間体 2 - 6 の合成)

化合物 2 - 5, 650 mg (1.80 mmol) と塩化イリジウム(III)水和物, 288 mg (0.817 mmol) を 2 - エトキシエタノール 20 ml と水 5 ml に溶解させ、窒素雰囲気中で 100 度に昇温し 8 時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、析出した固体をろ取りし、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、化合物 2 - 6 を 620 mg (収率 73%) 得た。

10

【0235】

(例示化合物 KK - 03 の合成)

化合物 2 - 6, 300 mg (0.16 mmol) とアセチルアセトン, 2.0 g (20.2 mmol) と炭酸ナトリウム, 600 mg (5.66 mmol) を 2 - エトキシエタノール 7 ml に溶解させ、窒素雰囲気中で 95 度に昇温し、8 時間攪拌した。反応後、水を投入し、析出した固体をろ取りし、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW200 (富士シリシア製), 展開溶媒: クロロホルム)で精製後、例示化合物 KK - 03 を 180 mg (収率 56%) 得た。続いて 10^{-4} Pa、375 の条件下で昇華精製を行い、例示化合物 KK - 03 の昇華品を 4 mg 得た。

20

【0236】

$^1\text{H-NMR}$ 測定 (400 MHz, CDCl_3) により、この化合物の構造を確認した。(ppm): 9.13 - 9.11 (d, 2H), 8.96 - 8.94 (d, 2H), 8.81 (s, 2H), 8.72 - 8.70 (d, 2H), 8.66 - 8.64 (d, 2H), 8.40 - 8.38 (d, 2H), 8.29 - 8.27 (d, 2H), 8.09 - 8.07 (d, 2H), 8.02 - 8.00 (d, 2H), 7.84 - 7.82 (d, 2H), 6.96 - 6.92 (t, 2H), 6.71 - 6.68 (t, 2H), 6.47 - 6.45 (d, 2H), 5.26 (s, 1H), 1.81 (s, 3H), 1.56 (s, 9H)

MALDI-TOF MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) によりこの化合物の M^+ である 1012.32 を確認した。

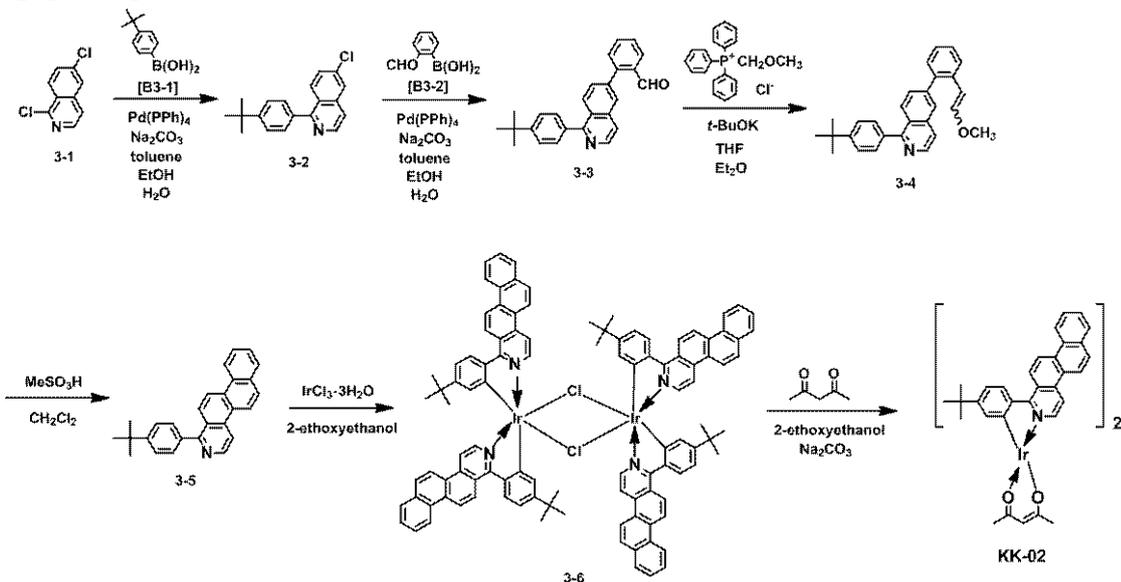
30

【0237】

<実施例 3> 例示化合物 KK - 02 の合成

【0238】

【化 46】



40

50

【0239】

(中間体3-2の合成)

以下の化合物を、トルエン100ml、エタノール50ml及び2規定の炭酸ナトリウム水溶液50mlの混合溶液に溶解させた。

化合物[3-1]: 4.0g (20.2mmol)

化合物[B3-1]: 3.96g (22.2mmol)

【0240】

次に、反応溶液を窒素雰囲気下、室温で攪拌しながら、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) 1.17g (1.01mmol)を添加した。次に、反応溶液を60℃に昇温した後、6時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW300(富士シリシア製), 展開溶媒: 酢酸エチル/ヘプタン=1/3)で粗精製後、メタノールで洗浄し、化合物3-2のクルードを5.98g(収率100%)得た。

10

【0241】

(中間体3-3の合成)

化合物3-2のクルード、5.98g(20.2mmol)と化合物[B3-2]、3.63g(24.2mmol)とビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウム(0)、0.58g(1.01mmol)と2-ジシクロヘキシルホスフィノ-2',6'-ジメトキシビフェニル、0.88g(2.13mmol)、リン酸カリウム、8.58g(40.4mmol)を脱水トルエン、300mlと水1mlを加え、130℃で5時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW300(富士シリシア製), 展開溶媒: 酢酸エチル/ヘプタン=1/3)で精製後、化合物3-3を5.0g(収率68%)得た。

20

【0242】

(中間体3-4の合成)

脱水エーテル60mlに(メトキシメチル)トリフェニルホスホニウムクロリド、11.7g(34.2mmol)とカリウムtert-ブトキシド(1MのTHF溶液)、34.2ml(34.2mmol)を加え、室温で30分攪拌させ懸濁させた。懸濁液に脱水THF120mlに溶解させた化合物[3-3]、5.0g(13.7mmol)を滴下して、室温のまま16時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW300(富士シリシア製), 展開溶媒: 酢酸エチル/ヘプタン=1/2)で精製し、化合物3-4を5.15g(収率96%)得た。

30

【0243】

(中間体3-5の合成)

メタンスルホン酸、4mlを脱水ジクロロメタン、30mlで希釈して、室温で5分攪拌した。そこへ脱水ジクロロメタン20mlに溶解させた化合物3-4、2.1g(2.96mmol)を滴下し、室温のまま17時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW300(富士シリシア製), 展開溶媒: クロロホルム)で精製し、化合物3-5を1.07g(収率55%)得た。

40

【0244】

¹H-NMR測定(400MHz, CDCl₃)により、この化合物の構造を確認した。(ppm): 8.84-8.83(d, 1H), 8.79-8.77(d, 1H), 8.75-8.71(m, 2H), 8.52-8.51(d, 1H), 8.32-8.30(d, 1H), 8.09-8.07(d, 1H), 8.05-8.03(d, 1H), 7.75-7.69(m, 4H), 7.60-7.58(m, 2H), 1.43(s, 9H)

50

【0245】

(中間体3-6の合成)

化合物3-5, 650 mg (1.80 mmol) と塩化イリジウム(III)水和物, 288 mg (0.817 mmol) を2-エトキシエタノール20 ml と水5 ml に溶解させ、窒素雰囲気中で100度に昇温し8時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、析出した固体をろ取り、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、化合物3-6を710 mg (収率83%) 得た。

【0246】

(例示化合物KK-02の合成)

化合物3-6, 350 mg (0.18 mmol) とアセチルアセトン、2.0 g (20.2 mmol) と炭酸ナトリウム、650 mg (6.13 mmol) を2-エトキシエタノール8 ml に溶解させ、窒素雰囲気中で95度に昇温し、8時間攪拌した。反応後、水を投入し、析出した固体をろ取り、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW200(富士シリシア製), 展開溶媒: 熱クロロベンゼン)で精製後、例示化合物KK-02を140 mg (収率67%) 得た。続いて 10^{-4} Pa、335 の条件下で昇華精製を行い、例示化合物KK-02の昇華品を4 mg 得た。

【0247】

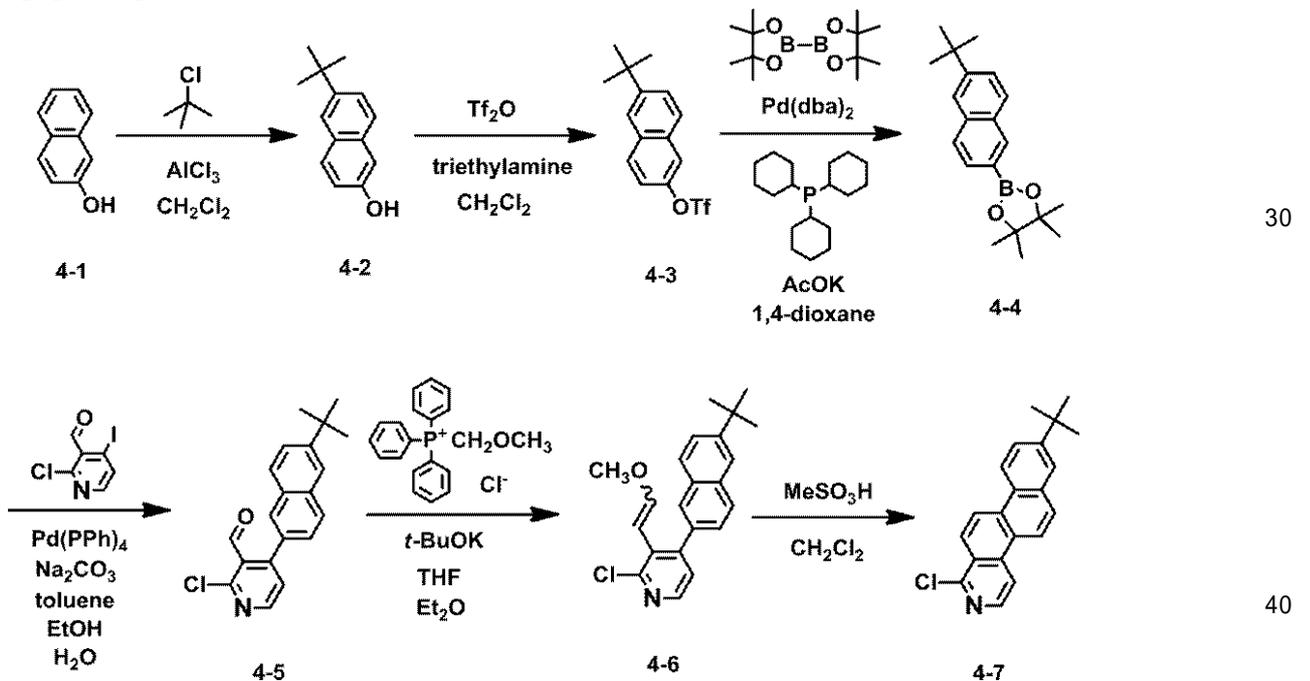
MALDI-TOF MS(マトリックス支援イオン化-飛行時間型質量分析)によりこの化合物のM⁺である1012.87を確認した。

【0248】

<実施例4> 例示化合物KK-04の合成

【0249】

【化47】



【0250】

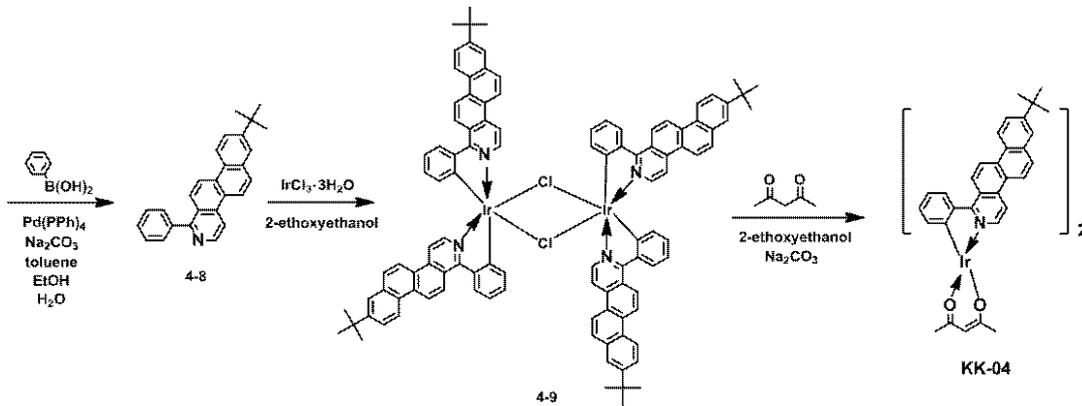
10

20

30

40

【化48】



10

【0251】

(中間体4-2の合成)

窒素雰囲気化で脱水ジクロロメタン150mlに2-ナフトール、34.9g(242mmol)と2-クロロ-2-メチルプロパン、47.3g(510mmol)と塩化アルミニウム、2.45g(18.4mmol)を加え、40で6時間攪拌させた。反応終了後、室温まで冷却し、溶媒を減圧留去した。そこに5%の水酸化ナトリウム水溶液、300mlを加え、80で2時間攪拌させた後、ろ過した。ろ取した結晶をクロロホルム500mlに溶解させ、塩酸50mlを滴下し、室温で1時間攪拌させた。水を投入し、有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル:BW300(富士シリシア製)、展開溶媒:酢酸エチル/クロロホルム=1/1)で精製し、化合物4-2を5.9g(収率12%)得た。

20

【0252】

(中間体4-3の合成)

窒素雰囲気化で脱水ジクロロメタン100mlに化合物4-2、5.7g(28.5mmol)とトリエチルアミン、82ml(58.7mmol)を加え、0で30分間攪拌させた後、トリフルオロメタン無水物、5.7ml(33.6mmol)をゆっくり滴下し、0のまま2時間攪拌した。反応後、塩酸150mlを加え、有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル:BW300(富士シリシア製)、展開溶媒:ヘプタン/クロロホルム=2/1)で精製し、化合物4-3を8.6g(収率90%)得た。

30

【0253】

(中間体4-4の合成)

1,4-ジオキサン200mlに、化合物4-3、10.0g(30.1mmol)、ビス(ピナコラト)ジボロン、11.5g(45.1mmol)とビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウム(0)、0.87g(1.50mmol)、トリシクロヘキシルホスフィン、0.84g(3.01mmol)、酢酸カリウム、8.86g(90.3mmol)を加え、100で4時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル:BW300(富士シリシア製)、展開溶媒:トルエン/ヘプタン=2/1)で精製後、化合物4-4を7.33g(収率78%)得た。

40

【0254】

(中間体4-5の合成)

以下の化合物を、トルエン200ml、エタノール100ml及び2規定の炭酸ナトリウム水溶液100mlの混合溶液に溶解させた。

化合物[1-1]: 3.83g(14.3mmol)

化合物[4-4]: 4.0g(12.9mmol)

【0255】

50

次に、反応溶液を窒素雰囲気下、室温で攪拌しながら、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) 0.83 g (0.72 mmol) を添加した。次に、反応溶液を60 に昇温した後、7時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW300(富士シリシア製), 展開溶媒: 酢酸エチル/ヘプタン=1/2)で精製後、メタノールで洗浄し、化合物4-5を1.6 g(収率38%)得た。

【0256】

(中間体4-6の合成)

脱水エーテル25 mlに(メトキシメチル)トリフェニルホスホニウムクロリド、4.23 g(12.4 mmol)とカリウムtert-ブトキシド(1MのTHF溶液)、12.4 ml(12.4 mmol)を加え、室温で30分攪拌させ懸濁させた。懸濁液に脱水THF40 mlに溶解させた化合物[4-5]、1.6 g(4.94 mmol)を滴下して、室温のまま10時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW300(富士シリシア製), 展開溶媒: 酢酸エチル/ヘプタン=1/3)で精製し、化合物4-6を1.5 g(収率86%)得た。

【0257】

(中間体4-7の合成)

メタンスルホン酸、4 mlを脱水ジクロロメタン、20 mlで希釈して、室温で5分攪拌した。そこへ脱水ジクロロメタン20 mlに溶解させた化合物4-6、1.5 g(4.69 mmol)を滴下し、室温のまま17時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をクロロホルムで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW300(富士シリシア製), 展開溶媒: クロロホルム)で精製し、トルエンで2回再結晶し、化合物4-7を600 mg(収率40%)得た。

【0258】

(中間体4-8の合成)

以下の化合物を、トルエン60 ml、エタノール30 ml及び2規定の炭酸ナトリウム水溶液30 mlの混合溶液に溶解させた。

化合物[4-7]: 600 mg(1.88 mmol)

化合物[B2-1]: 274 mg(2.25 mmol)

【0259】

次に、反応溶液を窒素雰囲気下、室温で攪拌しながら、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0) 108 mg(0.094 mmol)を添加した。次に、反応溶液を85 に昇温した後、7時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去した。次に、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル: BW300(富士シリシア製), 展開溶媒: クロロホルム)で精製後、エタノールで洗浄し、化合物4-8を540 mg(収率80%)得た。

【0260】

¹H-NMR測定(400 MHz, CDCl₃)により、この化合物の構造を確認した。

(ppm): 8.84 - 8.83 (d, 1H), 8.72 - 8.68 (m, 3H), 8.53 - 8.52 (d, 1H), 8.22 - 8.20 (d, 1H), 8.08 - 8.05 (d, 1H), 7.98 (s, 1H), 7.84 - 7.82 (d, 1H), 7.78 - 7.76 (m, 2H), 7.60 - 7.52 (m, 3H), 1.49 (s, 9H)

【0261】

(中間体4-9の合成)

化合物4-8, 500 mg(1.38 mmol)と塩化イリジウム(III)水和物, 222 mg(0.63 mmol)を2-エトキシエタノール20 mlと水5 mlに溶解さ

10

20

30

40

50

せ、窒素雰囲気中で100度に昇温し7時間攪拌した。反応終了後、水を投入し、析出した固体をろ取し、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、化合物4-9を550mg(収率84%)得た。

【0262】

(例示化合物KK-04の合成)

化合物4-8、250mg(0.13mmol)とアセチルアセトン、2.0g(20.2mmol)と炭酸ナトリウム、500mg(4.72mmol)を2-エトキシエタノール5mlに溶解させ、窒素雰囲気中で95度に昇温し、7時間攪拌した。反応後、水を投入し、析出した固体をろ取し、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル:BW200(富士シリシア製),展開溶媒:クロロホルム)で精製後、例示化合物KK-04を160mg(収率60%)得た。続いて 10^{-4} Pa、390の条件下で昇華精製を行い、例示化合物KK-04の昇華品を10mg得た。

【0263】

$^1\text{H-NMR}$ 測定(400MHz, CDCl_3)により、この化合物の構造を確認した。

(ppm): 9.11-9.09(d, 2H), 8.88-8.86(d, 2H), 8.78-8.76(d, 2H), 8.71-8.70(d, 2H), 8.68-8.66(d, 2H), 8.39-8.37(d, 2H), 8.29-8.27(d, 2H), 8.10-8.08(d, 2H), 8.00(s, 2H), 7.89-7.87(d, 2H), 6.96-6.93(t, 2H), 6.71-6.67(t, 2H), 6.47-6.45(d, 2H), 5.26(s, 1H), 1.81(s, 3H), 1.52(s, 9H)

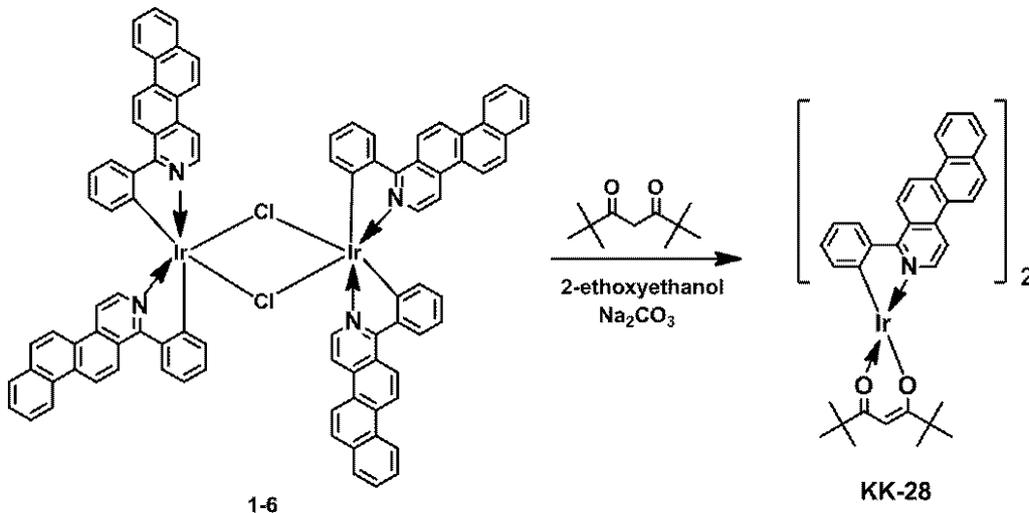
MALDI-TOF MS(マトリックス支援イオン化-飛行時間型質量分析)によりこの化合物の M^+ である1012.29を確認した。

【0264】

<実施例5>例示化合物KK-28の合成

【0265】

【化49】



【0266】

化合物1-6、100mg(0.060mmol)とジピバロイルメタン、3.0g(16.3mmol)と炭酸ナトリウム、200mg(1.89mmol)を2-エトキシエタノール5mlに溶解させ、窒素雰囲気中で95度に昇温し、7時間攪拌した。反応後、水を投入し、析出した固体をろ取し、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、残渣をカラムクロマトグラフィー(クロマト用ゲル:BW200(富士シリシア製),展開溶媒:熱クロロベンゼン)で精製後、例示化合物KK-01を56mg(収率48%)得た

。続いて 10^{-4} Pa、385 の条件下で昇華精製を行い、例示化合物 KK-28 の昇華品を 7 mg 得た。

【0267】

$^1\text{H-NMR}$ 測定 (400 MHz, CDCl₃) により、この化合物の構造を確認した。

(ppm) : 9.16 - 9.14 (d, 2H), 8.91 - 8.88 (d, 2H), 8.86 - 8.84 (d, 2H), 8.71 - 8.69 (d, 2H), 8.61 - 8.60 (d, 2H), 8.32 - 8.28 (m, 4H), 8.11 - 8.09 (d, 2H), 8.07 - 8.05 (d, 2H), 7.82 - 7.78 (t, 2H), 7.75 - 7.71 (t, 2H), 6.98 - 6.95 (t, 2H), 6.71 - 6.68 (t, 2H), 6.60 - 6.59 (d, 2H), 5.46 (s, 1H), 0.85 (s, 18H)

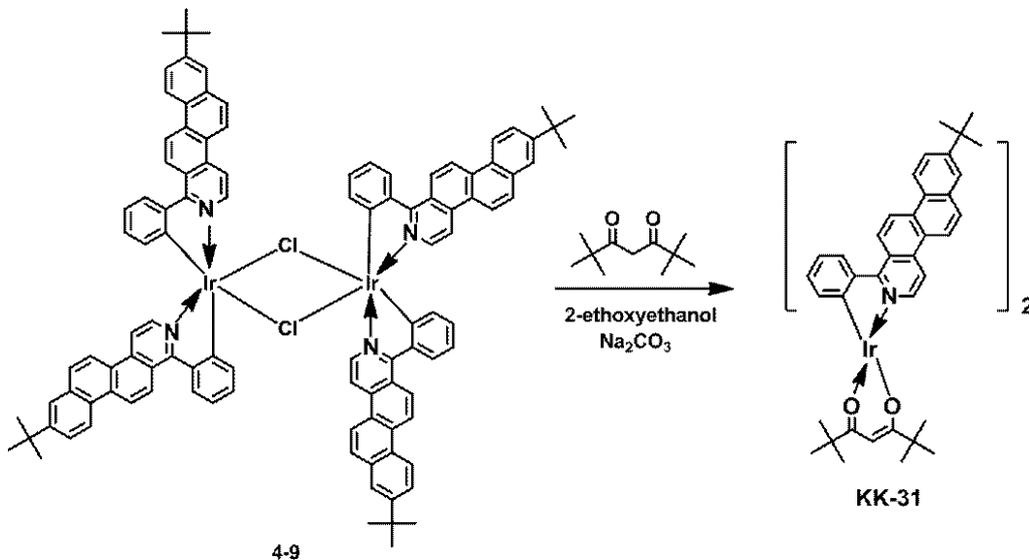
MALDI-TOF MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) によりこの化合物の M⁺ である 984.35 を確認した。

【0268】

< 実施例 6 > 例示化合物 KK-31 の合成

【0269】

【化50】



【0270】

化合物 4-9、250 mg (0.13 mmol) とジピバロイルメタン、3.0 g (16.3 mmol) と炭酸ナトリウム、500 mg (4.72 mmol) を 2-エトキシエタノール 12 ml に溶解させ、窒素雰囲気中で 95 度に昇温し、7 時間攪拌した。反応後、水を投入し、析出した固体をろ取し、水、エタノールを用いて洗浄した。乾燥後、残渣をカラムクロマトグラフィー (クロマト用ゲル: BW200 (富士シリシア製), 展開溶媒: クロロホルム) で精製後、例示化合物 KK-31 を 175 mg (収率 61%) 得た。続いて 10^{-4} Pa、390 の条件下で昇華精製を行い、例示化合物 KK-31 の昇華品を 15 mg 得た。

【0271】

$^1\text{H-NMR}$ 測定 (400 MHz, CDCl₃) により、この化合物の構造を確認した。

(ppm) : 9.13 - 9.11 (d, 2H), 8.87 - 8.84 (d, 2H), 8.78 - 8.76 (d, 2H), 8.68 - 8.65 (d, 2H), 8.60 - 8.58 (d, 2H), 8.30 - 8.28 (m, 4H), 8.08 - 8.06 (d, 2H), 7.99 (s, 2H), 7.89 - 7.86 (d, 2H), 6.97 - 6.94 (t, 2H), 6.71 - 6.67 (t, 2H), 6.61 - 6.59 (d, 2H), 5.45 (s, 1H), 1.51 (s, 18H), 0.84 (s, 18H)

MALDI-TOF MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) によりこの化合物のM⁺である1096.53を確認した。

【0272】

<実施例7> 例示化合物KK-29の合成

実施例3において、アセチルアセトンの代わりにジピバロイルメタンを用いて例示化合物KK-29を得た。MALDI-TOF MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) によりこの化合物のM⁺である1096.10を確認した。

【0273】

<実施例8> 例示化合物KK-30の合成

実施例2において、アセチルアセトンの代わりにジピバロイルメタンを用いて例示化合物KK-30を得た。MALDI-TOF MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) によりこの化合物のM⁺である1096.85を確認した。

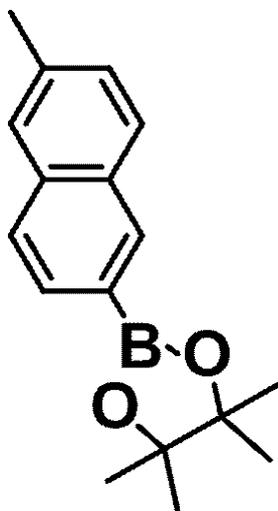
【0274】

<実施例9> 例示化合物KK-35の合成

実施例1において、B1-1の代わりに下記に示すB1-Aを用い、またアセチルアセトンの代わりにジピバロイルメタンを用いて例示化合物KK-35を得た。MALDI-TOF MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) によりこの化合物のM⁺である1012.55を確認した。

【0275】

【化51】



B1-A

【0276】

<実施例10> 例示化合物KK-36の合成

実施例2において、B2-1の代わりに下記に示すB2-Aを用い、またアセチルアセトンの代わりにジピバロイルメタンを用いて例示化合物KK-36を得た。MALDI-TOF MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) によりこの化合物のM⁺である1012.49を確認した。

【0277】

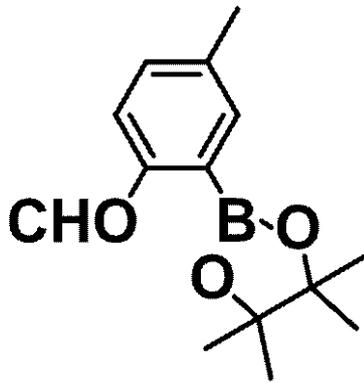
10

20

30

40

【化52】

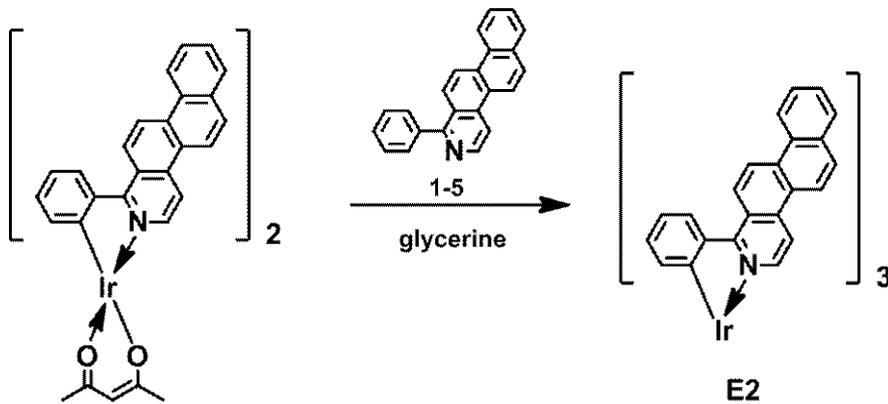
**B2-A**

【0278】

<比較例1>化合物E2の合成

【0279】

【化53】

**KK-01**

【0280】

グリセリン4mlを80度で攪拌しながら30分間窒素を用いて脱気した。そこへ例示化合物KK-01、100mg(0.11mmol)と化合物1-5、1.5g(4.91mmol)を添加し、窒素雰囲気中で220度に昇温し、12時間攪拌した。反応後、水を投入し、析出した固体をろ取し、熱クロロベンゼンで洗浄し、化合物E2を10mg(収率8%)得た。

MALDI-TOF MS(マトリックス支援イオン化-飛行時間型質量分析)によりこの化合物のM⁺である1105.52を確認した。続いて10⁻⁴Pa、395の条件下で昇華精製を行ったが、熱分解し、比較化合物E-2の昇華品を得られることはできなかった。

【0281】

<比較例2>化合物A30の合成

WO2009/060995号公報にしたがって、化合物A30を合成した。

【0282】

<比較例3>溶液の発光波長における例示化合物と比較化合物の比較

例示化合物KK-01, KK-02, KK-03, KK-04, KK-28, KK-31と比較化合物E2及びA30との溶液の発光波長の比較を行った。

【0283】

それぞれの化合物の1×10⁻⁵mol/lにおけるトルエン溶液の室温での発光スペクトルを、日立製F-4500を用いて480nmの励起波長においてフォトルミネッセンスの測定を行った結果を表2に示す。ただし、比較化合物E2は溶解性が著しく低いた

10

20

30

40

50

めに測定することができなかった。

【 0 2 8 4 】

【表 2】

化合物	λ max(nm)
KK-01	613
KK-02	614
KK-03	613
KK-04	612
KK-28	616
KK-31	614
E2	測定できず
A30	601

10

【 0 2 8 5 】

< 比較例 4 > 溶液の量子収率における例示化合物と比較化合物の比較

例示化合物 KK - 0 1 , KK - 0 2 , KK - 0 3 , KK - 0 4 , KK - 2 8 , KK - 3 1 と比較化合物 E 2 及び A 3 0 との溶液の量子収率の比較を行った。

20

【 0 2 8 6 】

それぞれの化合物の室温、溶液状態での絶対量子収率を浜松ホトニクス社製の絶対 PL 量子収率測定装置 (C 9 9 2 0 - 0 2) を用いて測定した結果を表 3 に示す。ただし、比較化合物 E 2 は溶解性が著しく低いために測定することができなかった。また、量子収率の値は A 3 0 との溶液の量子収率を 1 . 0 とした相対値で表した。

【 0 2 8 7 】

【表 3】

化合物	A30を1.0とした相対値
KK-01	0.9
KK-02	0.9
KK-03	1.0
KK-04	1.0
KK-28	1.0
KK-31	1.0
E2	測定できず
A30	1.0

30

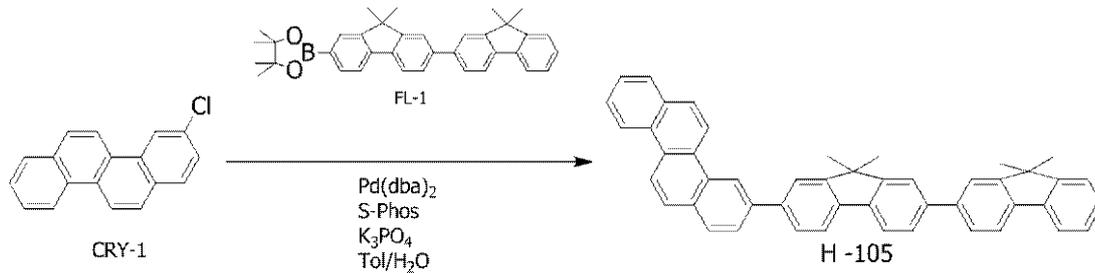
40

【 0 2 8 8 】

< 実施例 1 1 > 例示化合物 H - 1 0 5 の合成

【 0 2 8 9 】

【化54】



【0290】

以下に示す試薬、溶媒を100 mLナスフラスコに投入した。 10

3-クロロクリセン (CRY-1) : 525 mg (2.00 mmol)

ボロン酸化合物 (FL-1) : 1017 mg (2.00 mmol)

酢酸パラジウム (II) : 18 mg (80 μmol)

ジシクロヘキシル (2', 6'-ジメトキシピフェニル-2-イル)ホスフィン : 80 mg (194 μmol)

りん酸カリウム : 1.06 g (5.00 mmol)

トルエン : 50 mL

【0291】

この反応溶液を、攪拌しながら8時間加熱還流させた。反応終了後、水を加えて分液後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒 : ヘプタン/トルエン = 4/1) で精製した後、トルエン/エタノールで再結晶を行った。得られた結晶を150 °Cで真空乾燥後、昇華精製を行い、例示化合物H-103を830 mg (収率68%) 得た。 20

HPLCを用いて得られた化合物の純度を評価したところ、純度99%以上であることを確認した。

得られた化合物の同定を行った結果を以下に示す。

[MALDI-TOF-MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) (Bruker社製Autoflex LRF)]

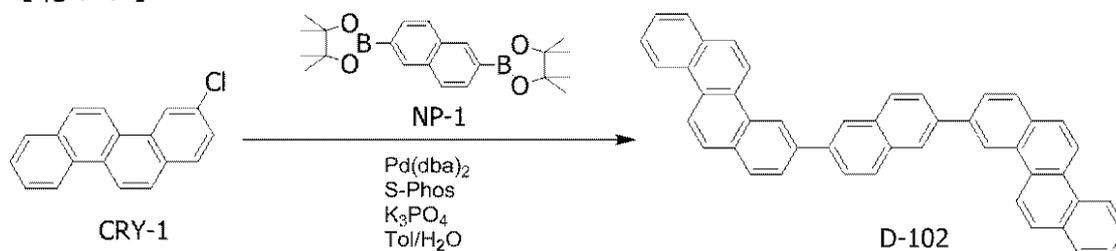
実測値 = 612.88 計算値 = 612.28

【0292】

<実施例12> 例示化合物D-102の合成 30

【0293】

【化55】



【0294】

以下に示す試薬、溶媒を100 mLナスフラスコに投入した。 40

3-クロロクリセン (CRY-1) : 578 mg (2.2 mmol)

ボロン酸化合物 (NP-1) : 380 mg (1.0 mmol)

酢酸パラジウム (II) : 18 mg (80 μmol)

ジシクロヘキシル (2', 6'-ジメトキシピフェニル-2-イル)ホスフィン : 80 mg (194 μmol)

りん酸カリウム : 1.06 g (5.00 mmol)

トルエン : 50 mL

【0295】

この反応溶液を、攪拌しながら8時間加熱還流させた。反応終了後、水を加えて分液後 50

、シリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：ヘプタン/トルエン = 4 / 1）で精製した後、トルエン/エタノールで再結晶を行った。得られた結晶を150℃で真空乾燥後、昇華精製を行い、例示化合物D - 102を337mg（収率58%）得た。

この化合物の純度はHPLCを用いて純度99%以上であることを確認した。

得られた化合物の同定を行った結果を以下に示す。

[MALDI - TOF - MS（マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析）（Bruker社製Autoflex LRF）]

実測値 = 580.43 計算値 = 580.22

【0296】

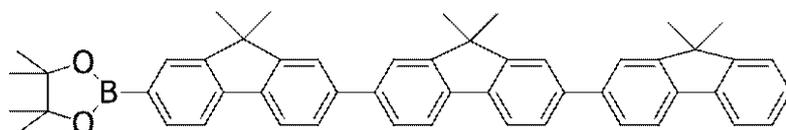
<実施例13> 例示化合物F - 101の合成

10

合成実施例11において、3 - クロロクリセンの代わりに3 - クロロフェナンスレンを用い、FL - 1の代わりに下記に示すFL - 2を用いてF - 101を得た。

【0297】

【化56】



FL-2

【0298】

20

得られた化合物の同定を行った結果を以下に示す。

[MALDI - TOF - MS（マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析）（Bruker社製Autoflex LRF）]

実測値 = 754.39 計算値 = 755.00

【0299】

<実施例14> 例示化合物H - 102の合成

実施例11において3 - クロロクリセンの代わりに3 - クロロフェナンスレンを用いてH - 102を得た。

得られた化合物の同定を行った結果を以下に示す。

[MALDI - TOF - MS（マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析）（Bruker社製Autoflex LRF）]

30

実測値 = 562.21 計算値 = 562.74

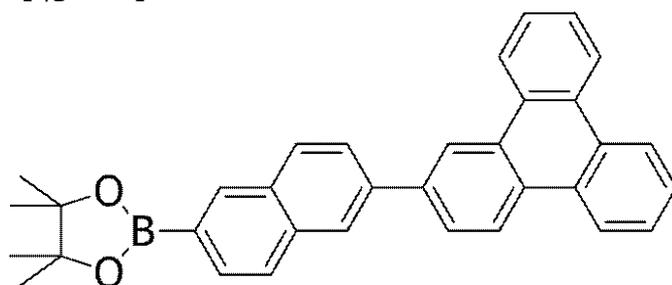
【0300】

<実施例15> 例示化合物L - 104の合成

合成実施例11においてFL - 1の代わりに下記に示す化合物NPTRP - 1を使用する以外は、実施例11と同様の方法によりL - 104を得た。

【0301】

【化57】



NPTRP-1

40

【0302】

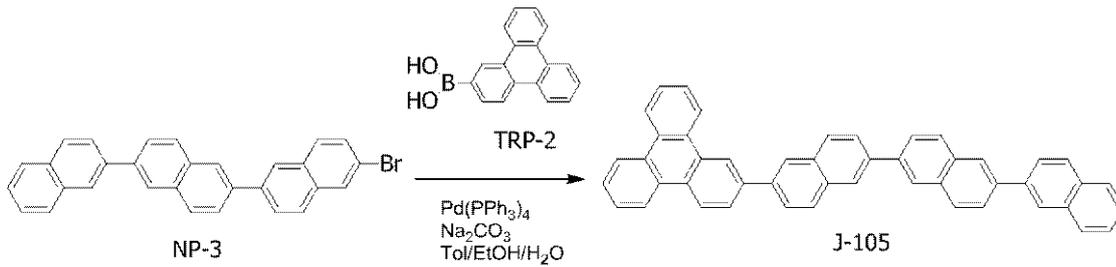
得られた化合物の同定を行った結果を以下に示す。

[MALDI - TOF - MS（マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析）（Bruker社製Autoflex LRF）]

50

【0308】

【化59】



【0309】

10

合成実施例16においてCRY-2の代わりにNP-3を用いNP-2の代わりにTRP-2を用いてJ-105を得た。

得られた化合物の同定を行った結果を以下に示す。

[MALDI-TOF-MS (マトリックス支援イオン化 - 飛行時間型質量分析) (Bruker社製Autoflex LRF)]

実測値 = 606.88 計算値 = 606.23

【0310】

(実施例18)

本実施例では、多層型有機発光素子の第五の例で示した素子(陽極/ホール注入層/ホール輸送層/発光層/ホール・エキシトブロック層/電子輸送層/陰極)とした。
ガラス基板上に100nmのITOをスパッタ法により成膜後、フォトリソグラフィによりパターニングした。そのITO基板上に、以下の有機層と電極層を 10^{-5} Paの真空チャンバー内で抵抗加熱による真空蒸着して連続製膜し、対向する電極面積が 3mm^2 になるようにした。その後、作製した素子を吸湿材付ガラスキャップにより不活性雰囲気中で封止した。

20

ホール注入層(50nm) HT-1

ホール輸送層(10nm) HT-8

発光層(30nm) ホストH-103、ゲスト: 例示化合物KK-31(重量比 4%)

エキシトブロック層(10nm) ET-4

30

電子輸送層(50nm) ET-2

金属電極層1(0.5nm) LiF

金属電極層2(100nm) Al

EL素子の特性は、電流電圧特性をケースレー社製・電流計2700で測定し、発光輝度は、トプコン社製BM7 Fastで測定した。

【0311】

(実施例19)

実施例18において、発光層のホスト材料をB-105に、発光材料をKK-03に変更した以外は実施例18と同様の有機EL素子を作製した。

【0312】

40

(実施例20)

実施例18において、発光層のホスト材料をD-102に、発光材料をKK-02に変更した以外は実施例18と同様の有機EL素子を作製した。

【0313】

(実施例21)

実施例18において、発光層のホスト材料をF-101に、発光材料をKK-04に変更した以外は実施例18と同様の有機EL素子を作製した。

【0314】

(実施例22)

実施例18において、発光層のホスト材料をH-102に、発光材料をKK-01に変

50

更した以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。

【0315】

(実施例 23)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を J - 105 に変更した以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。

【0316】

(実施例 24)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を K - 104 に変更した以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。

【0317】

(実施例 25)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を L - 104 に、発光材料を KK - 30 に変更した以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。

【0318】

(実施例 26)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を L - 105 に変更した以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。

【0319】

(実施例 27)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を H - 103 に、発光材料を KK - 35 に変更した以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。

【0320】

(実施例 28)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を H - 103 に、発光材料を KK - 28、第 3 成分として M - 103 (重量比 20%) を用いた以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。ここで第 3 成分はホスト材料と発光材料の和を 100% としたときの外割りの比率である。

【0321】

(実施例 29)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を L - 104 に、発光材料を KK - 36 に変更し、第 3 成分として M - 105 (重量比 20%) を用いた以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。ここで第 3 成分はホスト材料と発光材料の和を 100% としたときの外割りの比率である。

【0322】

(実施例 30)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を L - 104 に、発光材料を KK - 30 に変更し、第 3 成分として N - 105 (重量比 20%) を用いた以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。ここで第 3 成分はホスト材料と発光材料の和を 100% としたときの外割りの比率である。

【0323】

(実施例 31)

実施例 18 において、発光層のホスト材料を L - 105 に変更し、第 3 成分として O - 101 (重量比 20%) を用いた以外は実施例 18 と同様の有機 EL 素子を作製した。ここで第 3 成分はホスト材料と発光材料の和を 100% としたときの外割りの比率である。

【0324】

(比較例 5)

実施例 19 において、発光層のホスト材料を 2, 2' : 6', 2'' : 6'', 2''', 2'''' - quaternaphthalene (NP4) に変更した以外は実施例 19 と同様の有機 EL 素子を作製した。

【0325】

10

20

30

40

50

実施例 18 乃至比較例 1 の $10 \text{ mA} / \text{cm}^2$ を印加したときの発光効率および $100 \text{ mA} / \text{cm}^2$ を印加した時の輝度半減時間を表 4 に示す。

【0326】

【表 4】

	ホスト材料	発光材料	第 3 成分	発光効率 (cd/A)	輝度半減時間 (h)
実施例 18	H-103	KK-31		26	300
実施例 19	B-105	KK-03		22	350
実施例 20	D-102	KK-02		21	350
実施例 21	F-101	KK-04		29	250
実施例 22	H-102	KK-01		32	200
実施例 23	J-105	KK-31		21	700
実施例 24	K-104	KK-31		23	400
実施例 25	L-104	KK-30		22	750
実施例 26	L-105	KK-31		25	450
実施例 27	H-103	KK-35		27	300
実施例 28	H-103	KK-28	M-103	32	350
実施例 29	L-104	KK-30	M-105	28	750
実施例 30	L-104	KK-36	N-105	26	400
実施例 31	L-105	KK-31	O-101	27	800
比較例 5	NP4	KK-03		19	60

10

20

【0327】

実施例 18 乃至 27 は比較例 1 と比較して発光効率および輝度半減時間が改善している。これは本発明の化合物が炭化水素のみでできていることや化合物の構造が直線的ではないことに起因していると考えられる。

【0328】

さらに、実施例 28 乃至 31 ではホスト材料、発光材料の他にさらに第 3 成分を添加することで発光効率および輝度半減時間が改善している。これはナフト [2, 1-f] イソキノリン骨格を有する発光材料のラジカル状態を回避できたことに起因していると考えられる。

30

【0329】

(実施例 32)

本実施例では、素子構成としてトップエミッション型有機 EL 素子を作製した。

【0330】

透明基板としてのガラス基板上に Al をスパッタ法により成膜した。その上に、透明電極として IZO (インジウム亜鉛酸化物) をスパッタ法により 80 nm 成膜し、その後アクリルにより画素分離膜をパターンニングして電極面積が 3 mm^2 の基板を得た。その IZO 基板上に、以下の有機層は 10^{-5} Pa の真空チャンバー内で抵抗加熱による真空蒸着で成膜し、透明電極層はスパッタリング法により成膜した。

40

【0331】

その後、作製した素子を吸湿材付ガラスキャップを用いて不活性雰囲気中で封止した。
 ホール注入層 (50 nm) HT-1
 ホール輸送層 (10 nm) HT-8
 発光層 (30 nm) ホスト L-105、ゲスト: KK-31 (重量比 5%)、第 3 成分: M-103 (重量比 20%)
 ただし第 3 成分はホスト材料と発光材料の和を 100% としたときの外割りの比率である。

50

エキシトブロック層 (1 0 n m) E T - 3

電子注入層 (5 0 n m) ; E T - 2 と炭酸セシウム (3 w t %) を共蒸着

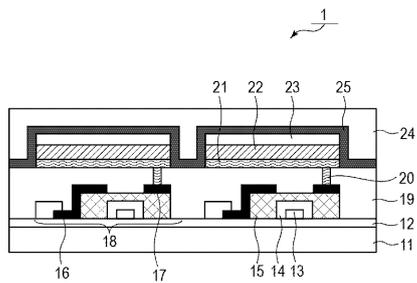
透明電極層 ; (3 0 n m) ; I Z O

この素子を実施例 1 と同様に測定したところ発光効率が 4 1 c d / A であった。

【 0 3 3 2 】

以上の通り本発明に係わる有機化合物は高効率である発光材料に適したホスト材料であり、有機発光素子に用いた場合、良好な発光特性を有する発光素子を作ることができる。

【 図 1 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
 C 0 7 C 15/20 (2006.01) C 0 7 C 13/32
 C 0 7 C 15/20

- (72)発明者 岸野 賢悟
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
- (72)発明者 齊藤 章人
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
- (72)発明者 山田 直樹
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
- (72)発明者 小菅 哲弥
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
- (72)発明者 堀内 貴行
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
- (72)発明者 西出 洋祐
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内
- (72)発明者 宮下 広和
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号キヤノン株式会社内

審査官 笠原 暢子

- (56)参考文献 特開2006-128632(JP,A)
 特開2009-114137(JP,A)
 国際公開第2010/074181(WO,A1)
 特開2011-151116(JP,A)
 特開2011-249754(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
 H 0 1 L 5 1 / 5 0
 C 0 7 F 1 5 / 0 0
 C 0 9 K 1 1 / 0 6
 H 0 5 B 3 3 / 1 2
 C 0 7 C 1 3 / 3 2
 C 0 7 C 1 5 / 2 0
 C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)