

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3994573号  
(P3994573)

(45) 発行日 平成19年10月24日(2007.10.24)

(24) 登録日 平成19年8月10日(2007.8.10)

(51) Int. Cl.	F I		
HO 1 L 51/50 (2006.01)	HO 5 B 33/14		B
CO 9 K 11/06 (2006.01)	HO 5 B 33/22		B
CO 7 F 5/02 (2006.01)	HO 5 B 33/22		D
	CO 9 K 11/06	6 6 O	
	CO 7 F 5/02		A

請求項の数 9 (全 37 頁)

(21) 出願番号	特願平11-103488	(73) 特許権者	000222118
(22) 出願日	平成11年4月12日(1999.4.12)		東洋インキ製造株式会社
(65) 公開番号	特開2000-290645(P2000-290645A)		東京都中央区京橋2丁目3番13号
(43) 公開日	平成12年10月17日(2000.10.17)	(72) 発明者	玉野 美智子
審査請求日	平成18年4月6日(2006.4.6)		東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋 インキ製造株式会社内
		(72) 発明者	鬼久保 俊一
			東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋 インキ製造株式会社内
		(72) 発明者	真木 伸一郎
			東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋 インキ製造株式会社内
		審査官	井上 千弥子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子用材料およびそれを使用した有機エレクトロルミネッセンス素子

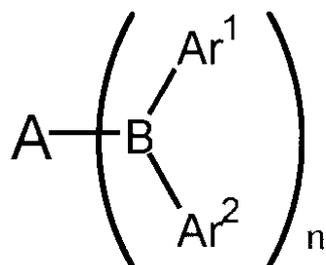
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記一般式[1]で示される有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

一般式[1]

【化1】



$$n = 3 \sim 15$$

[式中、Bはホウ素原子を表し、Aは3~15個の基を表す。Ar<sup>1</sup>およびAr<sup>2</sup>は、それぞれ独立に、置換もしくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換の単環基、置換もし

くは未置換の縮合多環基を表し、 $Ar^1$ と $Ar^2$ とは、互いに結合して一体となっても良い。ただし、 $A$ 、 $Ar^1$ または $Ar^2$ の少なくとも1つは、芳香環または複素芳香環を含む。]

【請求項2】

$A$ が、3～15個の単環基、3～15個の縮合多環基、または、単環もしくは縮合多環を含む芳香環構造単位2～15個が直接連結した、もしくは炭素、水素、酸素、窒素、硫黄原子からなる非芳香環構造単位を介して連結した3～15個の基である請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

【請求項3】

$A$ が、3個の基であることを特徴とする請求項1または2記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

10

【請求項4】

$Ar^1$ ～ $Ar^2$ が置換もしくは未置換の単環アリール基であることを特徴とする請求項1～3いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

【請求項5】

一对の電極間に発光層または発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記いずれかの層が、請求項1～4いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独もしくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項6】

20

一对の電極間に発光層または発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記発光層が請求項1～4いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独もしくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項7】

一对の電極間に発光層または発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記電子注入層が請求項1～4いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独もしくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項8】

30

さらに、陽極と発光層との間に正孔注入層を形成することを特徴とする請求項5～7いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項9】

正孔注入層が、アリールアミン誘導体、フタロシアニン化合物、およびトリフェニレン誘導体からなる群から選ばれる少なくとも1種を含有する層であることを特徴とする請求項8記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は平面光源や表示に使用される有機エレクトロルミネッセンス(EL)素子用発光材料および高輝度の発光素子に関するものである。

40

【0002】

【従来の技術】

有機物質を使用したEL素子は、固体発光型の安価な大面積フルカラー表示素子としての用途が有望視され、多くの開発が行われている。一般にEL素子は、発光層および該層をはさんだ一对の対向電極から構成されている。発光は、両電極間に電界が印加されると、陰極側から電子が注入され、陽極側から正孔が注入され、電子が発光層において正孔と再結合し、エネルギー準位が伝導帯から価電子帯に戻る際にエネルギーを光として放出する現象である。

【0003】

50

従来の有機EL素子は、無機EL素子に比べて駆動電圧が高く、発光輝度や発光効率も低かった。また、特性劣化も著しく実用化には至っていなかった。

近年、10V以下の低電圧で発光する高い蛍光量子効率を持った有機化合物を含有した薄膜を積層した有機EL素子が報告され、関心を集めている（アプライド・フィジクス・レターズ、51巻、913ページ、1987年参照）。この方法は、金属キレート錯体を発光層、アミン系化合物を正孔注入層に使用して、高輝度の緑色発光を得ており、6～7Vの直流電圧で輝度は数1000cd/m<sup>2</sup>、最大発光効率は1.5lm/Wを達成して、実用領域に近い性能を持っている。

#### 【0004】

しかしながら、現在までの有機EL素子は、構成の改善により発光強度は改良されているが、未だ十分な発光輝度は有していない。また、繰り返し使用時の安定性に劣るという大きな問題を持っている。これは、例えば、トリス（8-ヒドロキシキノリナート）アルミニウム錯体等の金属キレート錯体が、電界発光時に化学的に不安定であり、陰極との密着性も悪く、短時間の発光で大きく劣化していた。以上の理由により、高い発光輝度、発光効率を持ち、繰り返し使用時での安定性の優れた有機EL素子の開発のために、優れた発光能力を有し、耐久性のある発光材料の開発が望まれている。

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、発光輝度が高く、繰り返し使用時での安定性の優れた有機EL素子の提供にある。本発明者らが鋭意検討した結果、一般式[1]で示される有機EL素子用材料を使用した有機EL素子の発光輝度および発光効率が高く、繰り返し使用時での安定性も優れていることを見だし本発明を成すに至った。

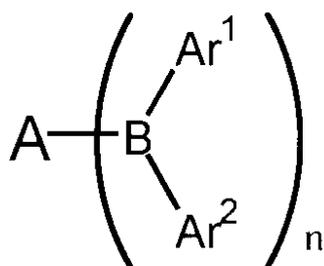
#### 【0006】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、下記一般式[1]で示される有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。

一般式[1]

【化2】



$$n = 3 \sim 15$$

[式中、Bはホウ素原子を表し、Aは3～15個の基を表す。Ar<sup>1</sup>およびAr<sup>2</sup>は、それぞれ独立に、置換もしくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換の単環基、置換もしくは未置換の縮合多環基を表し、Ar<sup>1</sup>とAr<sup>2</sup>とは、互いに結合して一体となっても良い。ただし、A、Ar<sup>1</sup>またはAr<sup>2</sup>の少なくとも1つは、芳香環または複素芳香環を含む。]

#### 【0007】

また本発明は、Aが、3～15個の単環基、3～15個の縮合多環基、または、単環もしくは縮合多環を含む芳香環構造単位2～15個が直接連結した、もしくは炭素、水素、酸素、窒素、硫黄原子からなる非芳香環構造単位を介して連結した3～15個の基である上記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。

## 【0008】

また本発明は、Aが、3個の基であることを特徴とする上記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。

## 【0009】

また本発明は、 $Ar^1 \sim Ar^2$ が置換もしくは未置換の単環アリール基であることを特徴とする上記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。

## 【0010】

また本発明は、一对の電極間に発光層または発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記いずれかの層が、上記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独もしくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

10

## 【0011】

また本発明は、一对の電極間に発光層または発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記発光層が上記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独もしくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

## 【0012】

また本発明は、一对の電極間に発光層または発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記電子注入層が上記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独もしくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

20

## 【0013】

さらに本発明は、陽極と発光層との間に正孔注入層を形成することを特徴とする上記の有機エレクトロルミネッセンス素子。

## 【0014】

また本発明は、正孔注入層が、アリールアミン誘導体、フタロシアニン化合物、およびトリフェニレン誘導体からなる群から選ばれる少なくとも1種を含有する層であることを特徴とする上記の有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

## 【0015】

## 【発明の実施の形態】

本発明における一般式[1]で示される化合物のAは、3~15個の基である。好ましくは、3~15個の単環基、3~15個の縮合多環基、または、単環もしくは縮合多環を含む芳香環構造単位2~15個が直接連結した、もしくは炭素、水素、酸素、窒素、硫黄原子からなる非芳香環構造単位を介して連結した3~15個の基である。

30

## 【0016】

本発明の置換もしくは未置換の単環基としては、単環シクロアルキル基、単環アリール基、単環複素環基等がある。

単環シクロアルキル基としては、シクロブチル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基、シクロオクチル基等の炭素数4~8のシクロアルキル基がある。

単環アリール基としては、フェニル基がある。

40

単環複素環基としては、チエニル基、チオフェニル基、フリル基、ピロリル基、イミダゾリル基、ピラゾリル基、ピリジニル基、ピラジニル基、ピリミジニル基、ピリダジニル基、トリアジニル基、トリアゾリル基、オキサゾリル基、チアゾリル基、オキサジアゾリル基、チアジアゾリル基、イミダジアゾリル基等がある。

## 【0017】

置換もしくは未置換の縮合多環基としては、縮合多環アリール基、縮合多環複素環基、縮合多環シクロアルキル基等がある。

縮合多環アリール基としては、ナフチル基、アントラニル基、フェナントレニル基、フルオレニル基、アセナフチル基、アズレニル基、ヘプタレニル基、アセナフチレニル基、ピレニル基、ペリレニル基、トリフェニル基等がある。

50

## 【0018】

縮合多環複素環基としては、インドリル基、キノリル基、イソキノリル基、フタラジニル基、キノキサリニル基、キナゾリニル基、カルバゾリル基、アクリジニル基、フェナジニル基、フルフリル基、イソチアゾリル基、イソキサゾリル基、フラザニル基、フェノキサジニル基、ベンゾチアゾリル基、ベンゾオキサゾリル基、ベンズイミダゾリル、ベンゾトリアゾリル基、プラニル基等がある。その他の縮合多環基として、1-テトラリル基、2-テトラリル基、テトラヒドロキノリル基等がある。

## 【0019】

また、本発明のAとして、上記単環基または縮合多環基が直接連結した3～15個の基が挙げられる。

さらに、本発明のAとして、上記単環基または縮合多環基が、炭素原子、水素原子、酸素原子、窒素原子、硫黄原子からなる非芳香環構造単位を介して連結した3～15個の基がある。

炭素原子、水素原子、酸素原子、窒素原子、硫黄原子からなる非芳香環構造単位は、2個以上であり、直線状、分岐状または環状であり、芳香環を含まないものである。好ましくは、原子数1～40個である。非芳香環構造単位を例示するならば、酸素原子、硫黄原子の他、アルキル基、アルキレン基、アルキルオキシ基、アルキルチオ基、シクロアルキル基、アミノ基、アルキルアミノ基などの2個以上の残基が例示できる。

芳香環構造単位が直接または非芳香環構造単位を介して結合する場合には、芳香環構造単位の数は2～10個であり、2カ所以上でそれぞれ結合する場合もあり得る。さらに、芳香環構造単位は、少なくとも1つが縮合芳香環または縮合複素芳香環であればよく、単環と縮合環との間の結合もあり得る。

芳香環構造単位は、アルキル基などで置換されていても良い。また、ホウ素原子は、芳香環構造単位と結合していることが好ましい。

## 【0020】

Aの具体例は、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、ナフタレン、アントラセン、フェナントレン、フルオレン、ピレン、クリセン、ナфтаセン、ペリレン、トリフェニレン、アズレン、フルオレノン、アントラキノン、ジベンゾスベレノン、テトラシアノキノジメタン等の置換もしくは未置換の芳香族環もしくは縮合芳香環の残基、

フラン、チオフエン、ピロール、ピリジン、ピロン、オキサゾール、ピラジン、ピリミジン、メラミン、オキサジアゾール、トリアゾール、チアジアゾール、インドール、キノリン、イソキノリン、カルバゾール、アクリジン、チオキサントン、クマリン、アクリドン、ジフェニレンスルホン、キノキサリン、ベンゾチアゾール、フェナジン、フェナントロリン、フェノチアジン、キナクリドン、フラバンスロン、インダンスロン等の複素芳香環もしくは縮合複素芳香環の残基、

## 【0021】

さらには、ピフェニル、ターフェニル、ピナフチル、トリフェニルベンゼン、ジフェニルアントラセン、ルブレン、ピフルオレニリデン、ビピリジン、ビキノリン、フラボン、フェニルトリアジン、ビスベンゾチアゾール、ピチオフエン、フェニルベンゾトリアゾール、フェニルベンズイミダゾール、フェニルアクリジン、ビス(ベンゾオキサゾリル)チオフエン、ビス(フェニルオキサゾリル)ベンゼン、ピフェニルフェニルオキサジアゾール、ジフェニルベンゾキノン、ジフェニルイソベンゾフラン、ジフェニルピリジンなどの芳香環構造単位同士が直接連結した残基、

## 【0022】

スチルベン、ジベンジル、ジフェニルメタン、ビス(フェニルイソプロピル)ベンゼン、ジフェニルフルオレン、ジフェニルヘキサフルオロプロパン、ジベンジルナフチルケトン、ジベンジリデンシクロヘキサノン、ジスチリルナフタレン、(フェニルエチル)ベンジルナフタレン、ジフェニルエーテル、メチルジフェニルアミン、ベンゾフェノン、安息香酸フェニル、ジフェニル尿素、ジフェニルスルフィド、ジフェニルスルホン、ジフェノキシビフェニル、ビス(フェノキシフェニル)スルホン、ビス(フェノキシフェニル)プロ

10

20

30

40

50

パン、ジフェノキシベンゼン、エチレングリコールジフェニルエーテル、ネオペンチルグリコールジフェニルエーテル、ジピコリルアミン、ジピリジルアミン、ヘキサヒドロトリフェニルトリアジン、トリピリジルトリアジン、トリフェニルアミン、トリス（ジフェニルアミノ）ベンゼン等の芳香環構造単位同士が、非芳香環構造単位を介して連結した骨格を有する化合物の残基である。

【 0 0 2 3 】

合成の面から、Aが3価の基が好ましく、その具体例は、ベンゼン、1,3,5-トリフェニルベンゼン、1,3,5-トリフェニルトリアジン、1,3,5-トリス（ビフェニル）ベンゼン、トリフェニルアミン、トリス（ビフェニル）アミン等の3価の残基がある。

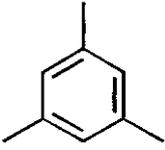
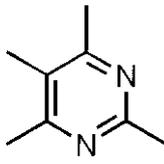
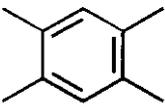
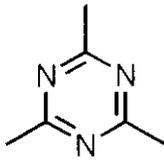
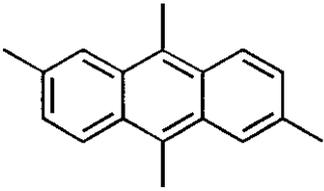
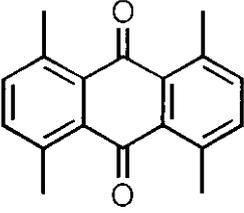
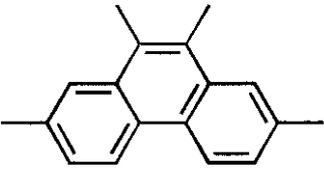
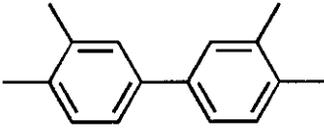
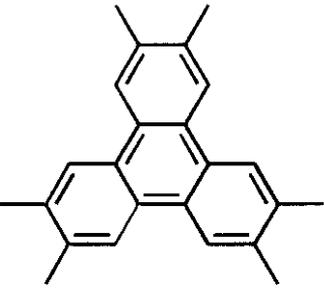
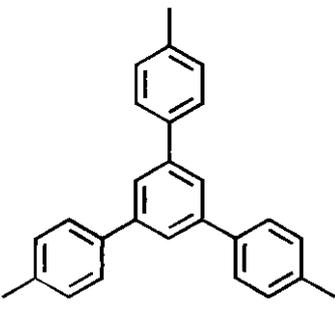
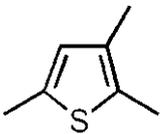
10

【 0 0 2 4 】

以下に、本発明の一般式 [ 1 ] の化合物のAの構造の代表例を、表1に具体的に例示するが、本発明は、この代表例に限定されるものではない。

【 0 0 2 5 】

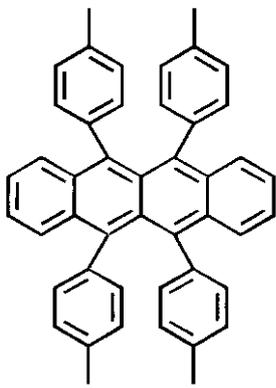
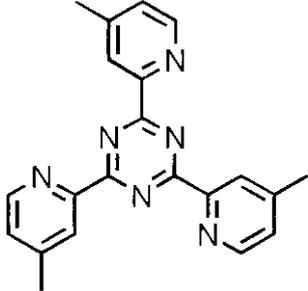
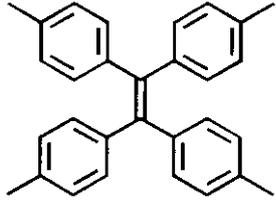
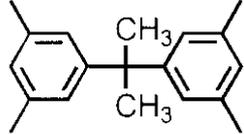
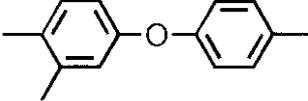
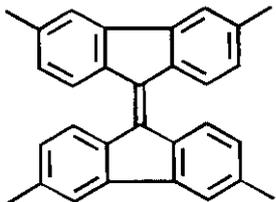
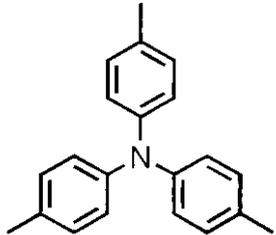
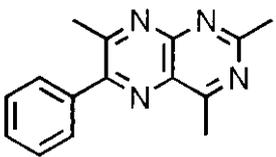
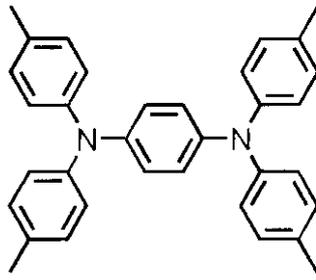
【表1】

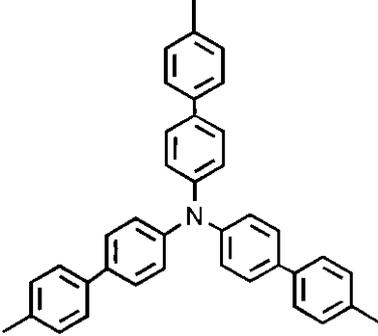
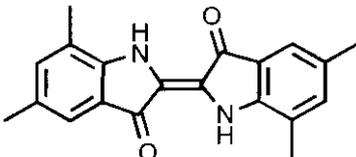
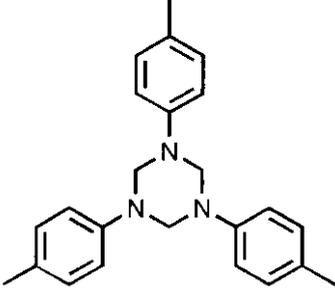
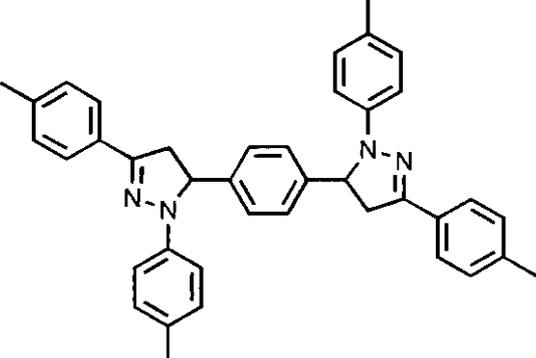
多価基	化学構造	多価基	化学構造
(A-1)		(A-7)	
(A-2)		(A-8)	
(A-3)		(A-9)	
(A-4)		(A-10)	
(A-5)		(A-11)	
(A-6)			

10

20

30

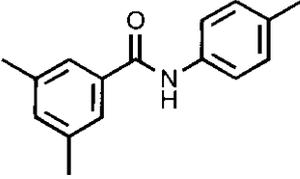
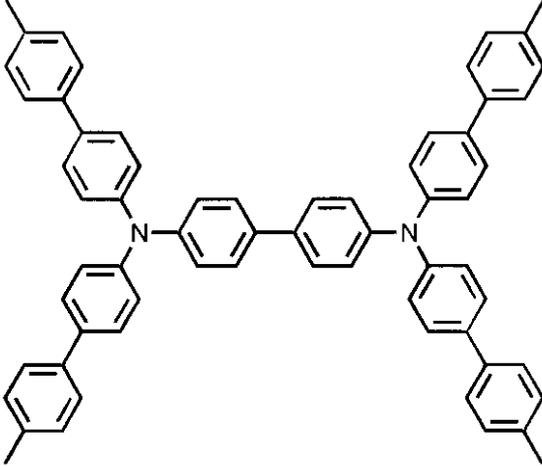
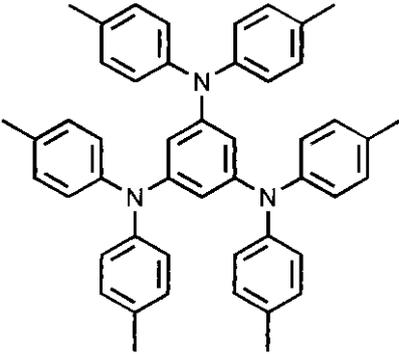
多価基	化学構造	多価基	化学構造
(A-12)		(A-16)	
(A-13)		(A-17)	
		(A-18)	
(A-14)		(A-19)	
(A-15)		(A-20)	

多価基	化学構造
(A-21)	
(A-22)	
(A-23)	
(A-24)	

10

20

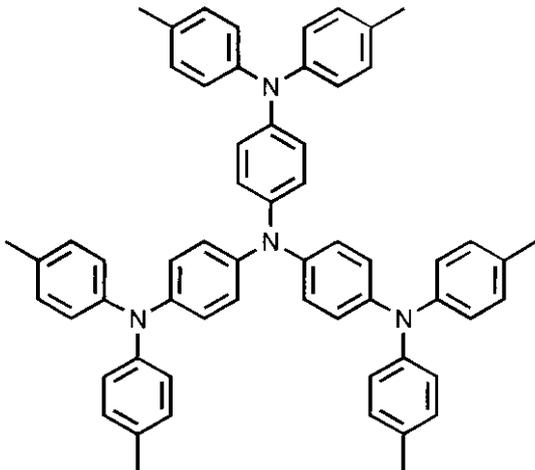
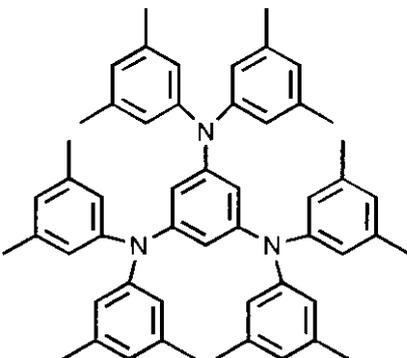
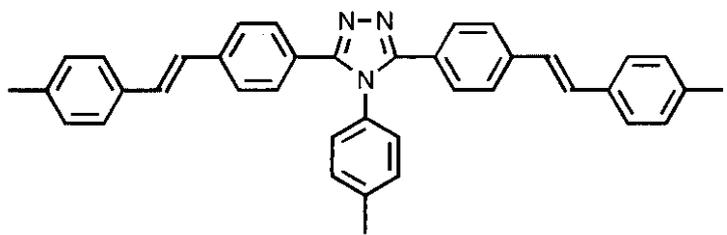
30

多価基	化学構造
(A-25)	
(A-26)	
(A-27)	

10

20

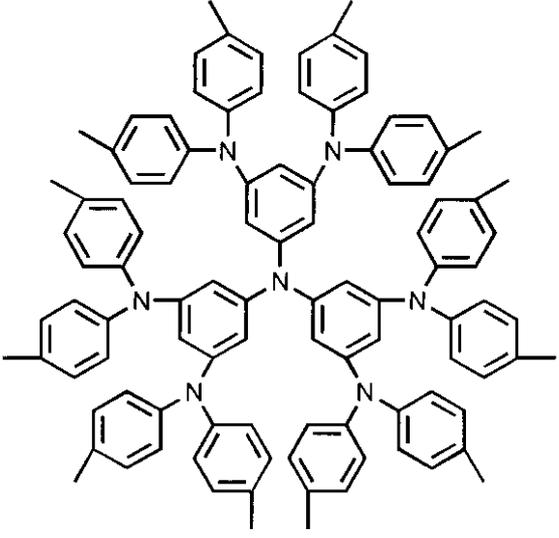
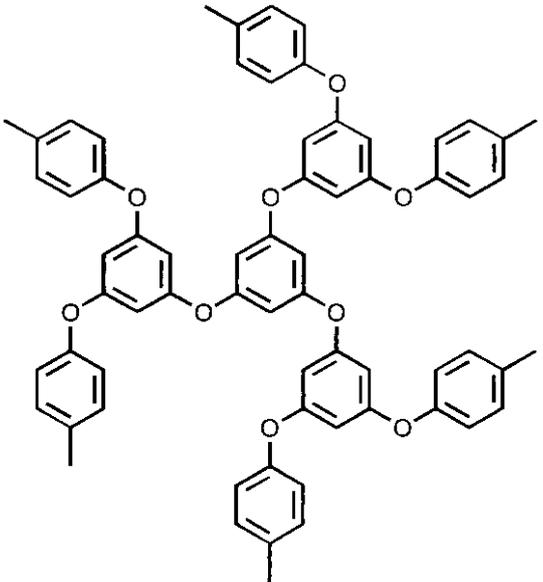
30

多価基	化学構造
(A-28)	
(A-29)	
(A-30)	

10

20

30

多価基	化学構造
(A-31)	
(A-32)	

10

20

30

【0031】

【0032】

40

本発明における一般式 [ 1 ] で示される化合物の  $Ar^1$  および  $Ar^2$  は、それぞれ独立に、置換もしくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換の単環基、置換もしくは未置換の縮合多環基を表す。単環基、縮合多環基については、Aの説明で列記したものを再び例示できる。

置換もしくは未置換のアルキル基としては、置換もしくは未置換のアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ステアリル基、2-フェニルイソプロピル基、トリクロロメチル基、トリフルオロメチル基、ベンジル基、*p*-フェノキシベンジル基、*m*-ジメチルベンジル基、*o*-メチルフェニルベンジル基、*p*-ジトリフルオロメチルベンジル基、トリフェニルメチル基、*p*-ベンジルオキシベンジル

50

基等の炭素数 1 ~ 30 のアルキル基の置換基がある。

【0033】

$A r^1$  と  $A r^2$  とは、互いに結合して一体となっても良く、ピロリジン環、ジオキソラン環、ピラゾリジン環、ピペリジン環、ジオキサソラン環、モルフォリン環、ピペラジン環、トリチアン環等および上記芳香族複素環が結合されて形成される。

【0034】

$A r^1$  および  $A r^2$  は、単環アリアル基であることが好ましく、また、A が芳香環構造を有しないときは、少なくとも  $A r^1$  および  $A r^2$  のいずれかは芳香環構造であることが好ましい。一般式 [ 1 ] には n 個のホウ素原子が存在するが、製造の過程などで、それぞれのホウ素原子の  $A r^1$  および  $A r^2$  は、必ずしも同一ではない。また、一般式 [ 1 ] の材料は、2 種以上混合物であってもよい。

10

【0035】

A、 $A r^1$ 、 $A r^2$  の有する置換基の具体例は、ハロゲン原子としては弗素、塩素、臭素、ヨウ素、置換もしくは未置換のアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ステアシル基、2-フェニルイソプロピル基、トリクロロメチル基、トリフルオロメチル基、ベンジル基、p-フェノキシベンジル基、o-ジメチルベンジル基、m-メチルフェニルベンジル基、p-ジトリフルオロメチルベンジル基、トリフェニルメチル基、p-ベンジルオキシベンジル基等がある。置換もしくは未置換のアルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、n-ブトキシ基、t-ブトキシ基、n-オクチルオキシ基、t-オクチルオキシ基、1,1,1-テトラフルオロエトキシ基、フェノキシ基、ベンジルオキシ基、オクチルフェノキシ基等がある。置換もしくは未置換のアリアル基としては、フェニル基、2-メチルフェニル基、3-メチルフェニル基、4-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、ピフェニル基、4-メチルピフェニル基、4-エチルピフェニル基、4-シクロヘキシルピフェニル基ターフェニル基、3,5-ジクロロフェニル基、ナフチル基、5-メチルナフチル基、アントリル基、ピレニル基等がある。置換もしくは未置換のアミノ基としては、アミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、フェニルメチルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基、ジベンジルアミノ基等がある。また、隣接する置換基同士で、それぞれ互いに結合して、置換もしくは未置換の、シクロペンテン環、シクロヘキセン環、フェニル環、ナフタレン環、アントラセン環、ピレン環、フルオレン環、フラン環、チオフェン環、ピロール環、オキサゾール環、チアゾール環、イミダゾール環、ピリジン環、ピラジン環、ピロリン環、ピラゾリン環、インドール環、キノリン環、キノキサリン環、キサンテン環、カルバゾール環、アクリジン環、フェナントロリン環等を新たに形成しても良い。

20

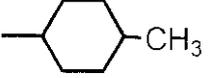
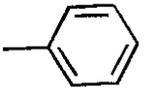
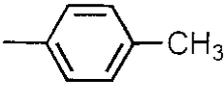
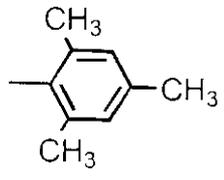
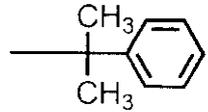
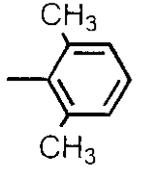
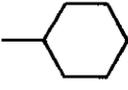
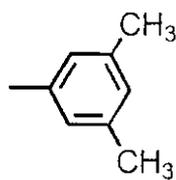
30

【0036】

以下に、本発明の一般式 [ 1 ] の  $A r^1$  および  $A r^2$  の代表例を、表 2 に具体的に例示するが、本発明は、この代表例に限定されるものではない。

【0037】

【表 2】

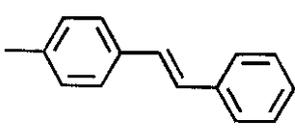
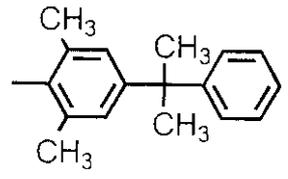
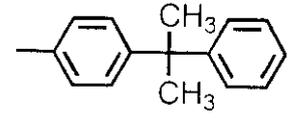
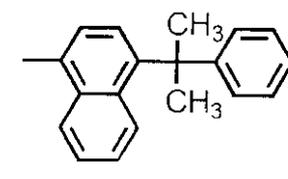
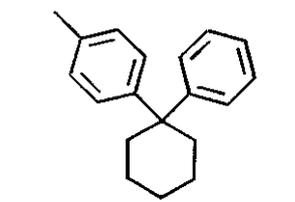
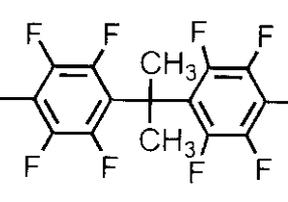
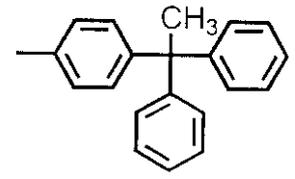
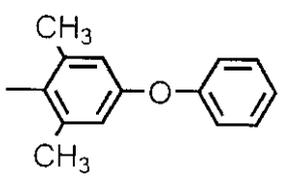
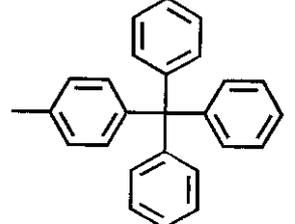
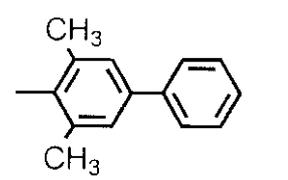
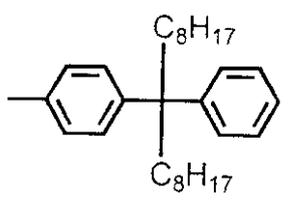
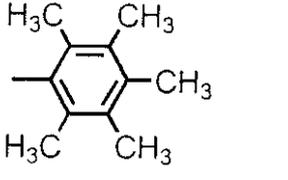
1 価基	化学構造	1 価基	化学構造
(B-1)	$\text{—CH}_3$	(B-7)	
(B-2)	$\text{—CH}_2\text{CH}_3$	(B-8)	
(B-3)	$\text{—CH}_2(\text{CH}_2)_2\text{CH}_3$	(B-9)	
(B-4)	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{—C—CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$	(B-10)	
(B-5)		(B-11)	
(B-6)		(B-12)	

10

20

30

40

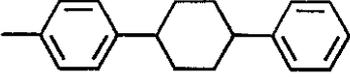
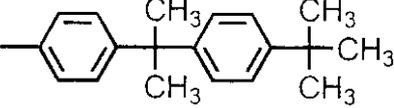
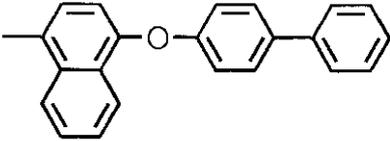
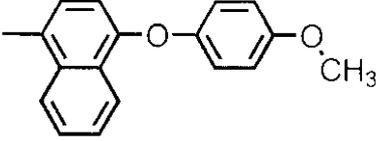
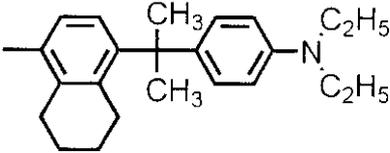
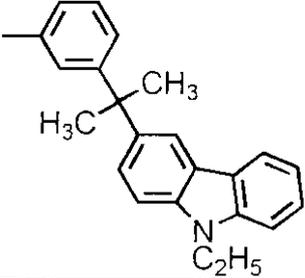
1 価基	化学構造	1 価基	化学構造
(B-13)		(B-19)	
(B-14)		(B-20)	
(B-15)		(B-21)	
(B-16)		(B-22)	
(B-17)		(B-23)	
(B-18)		(B-24)	

10

20

30

40

1 価基	化 学 構 造
(B-25)	
(B-26)	
(B-27)	
(B-28)	
(B-29)	
(B-30)	

10

20

30

## 【 0 0 4 0 】

本発明における化合物はホウ素原子を導入することにより、また、3価以上のAを導入することにより、ガラス転移点や融点が高くなる。このため、電界発光時における有機層中、有機層間もしくは、有機層と金属電極間で発生するジュール熱に対する耐性（耐熱性）が向上するので、有機EL素子材料として使用した場合、高い発光輝度を示し、長時間発光させる際にも有利である。

## 【 0 0 4 1 】

本発明の一般式[1]で示される化合物の一般的な合成方法を以下に示す。一般式[1]のAに当たる3～15価の残基のリチウム化合物と、 $Ar^1$ および $Ar^2$ 、フッ素とを有するホウ素誘導体を、テトラヒドロフラン溶媒中で反応させて、一般式[1]の化合物を合成することができる。一般式[1]のAに当たる3～15価の残基のリチウム化合物

40

50

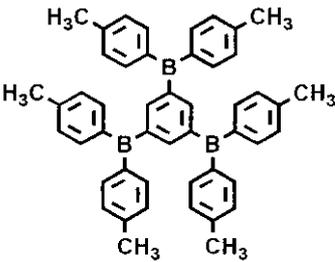
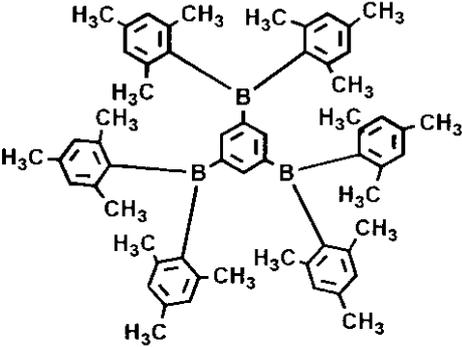
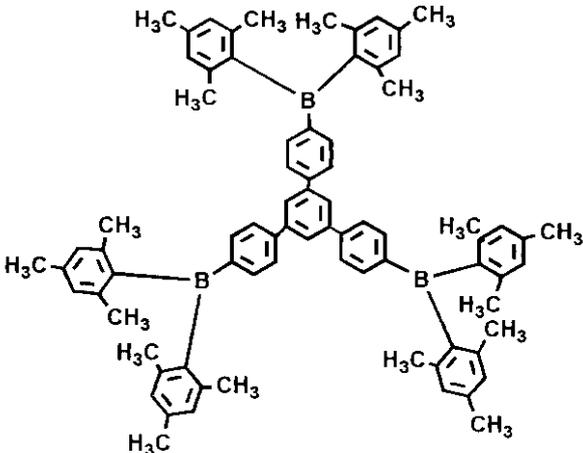
に代えて当該残基のナトリウム化合物から合成できるものもある。溶媒は、ジエチルエーテル、石油エーテル、またはヘキサンがある。以上の合成法は一例であり、特に限定されるものではない。

【 0 0 4 2 】

以下に、本発明の一般式 [ 1 ] の化合物の代表例を、表 3 に具体的に例示するが、本発明は、この代表例に限定されるものではない。

【 0 0 4 3 】

【表 3】

化合物	化学構造
(1)	
(2)	
(3)	

【 0 0 4 4 】

10

20

30

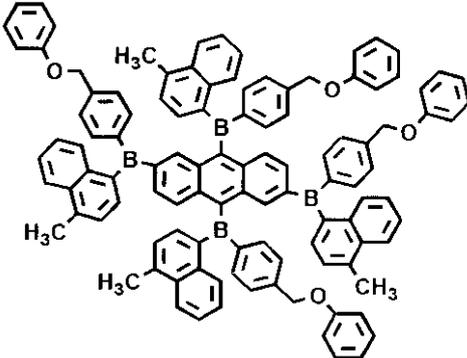
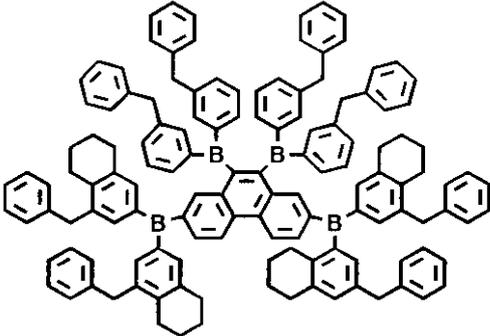
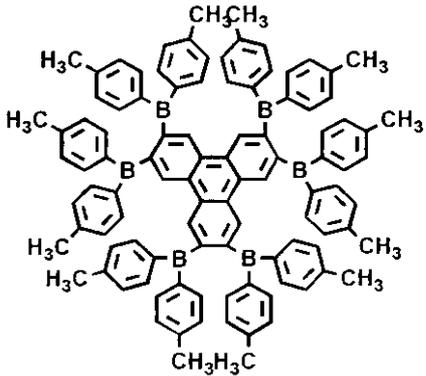
40

化合物	化学構造
(4)	
(5)	
(6)	

10

20

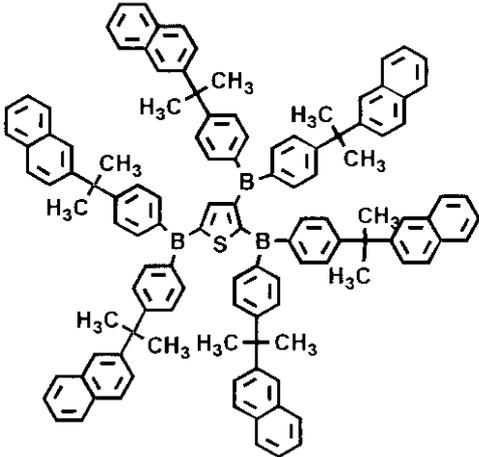
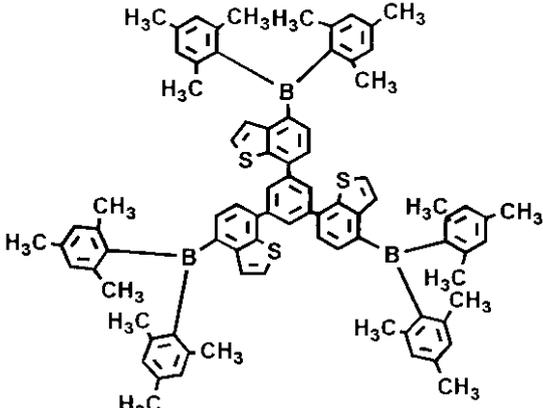
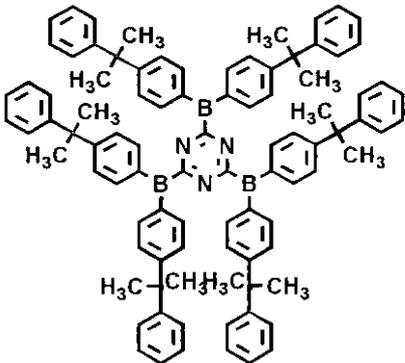
30

化合物	化学構造
(7)	
(8)	
(9)	

10

20

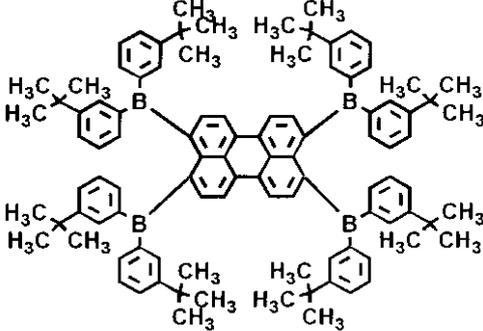
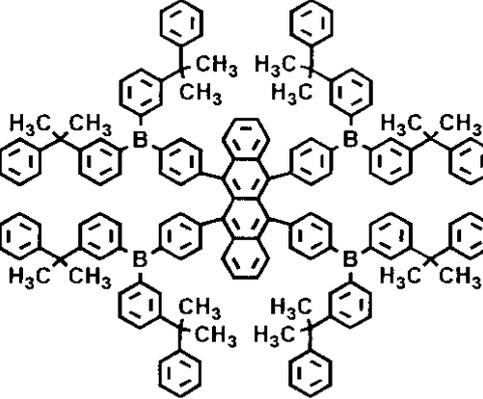
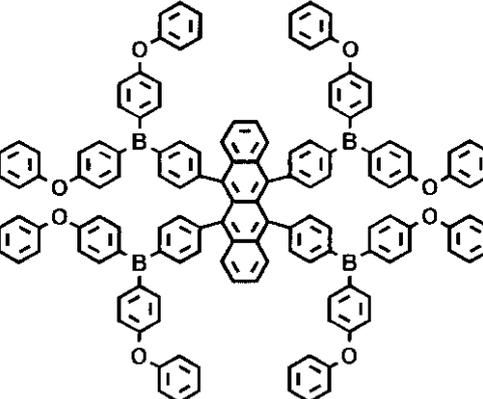
30

化合物	化学構造
(10)	
(11)	
(12)	

10

20

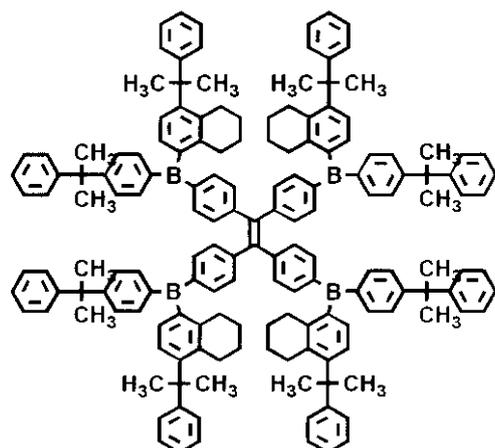
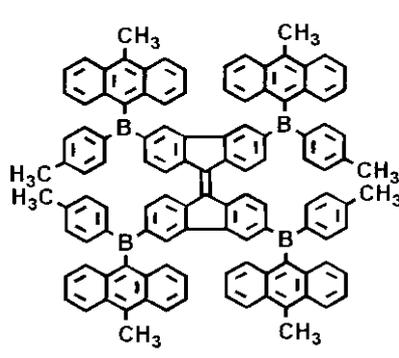
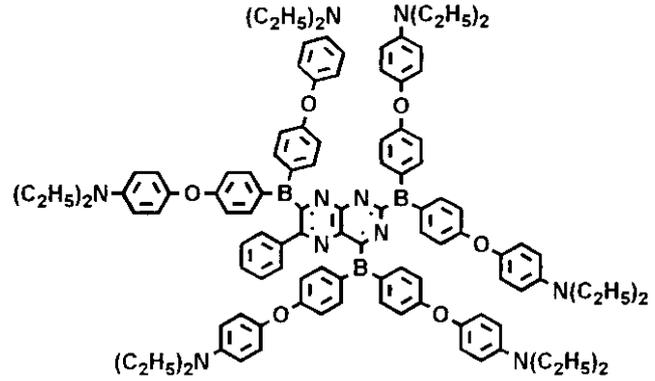
30

化合物	化学構造
(13)	
(14)	
(15)	

10

20

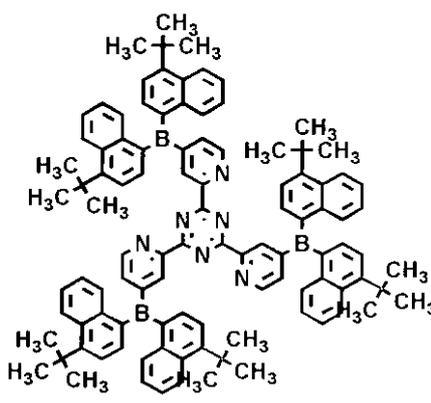
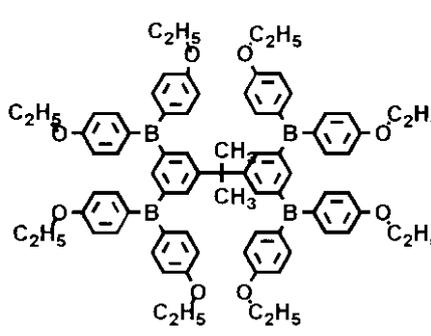
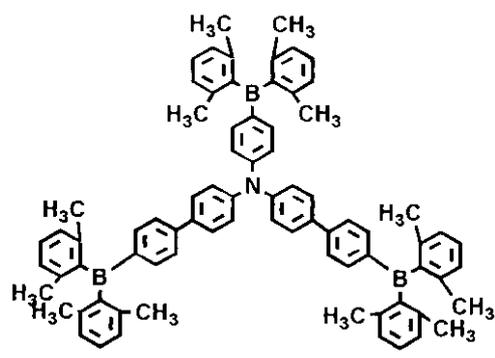
30

化合物	化学構造
(16)	
(17)	
(18)	

10

20

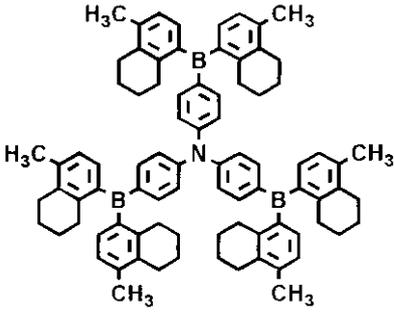
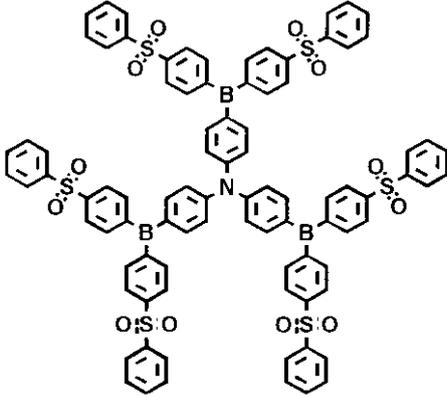
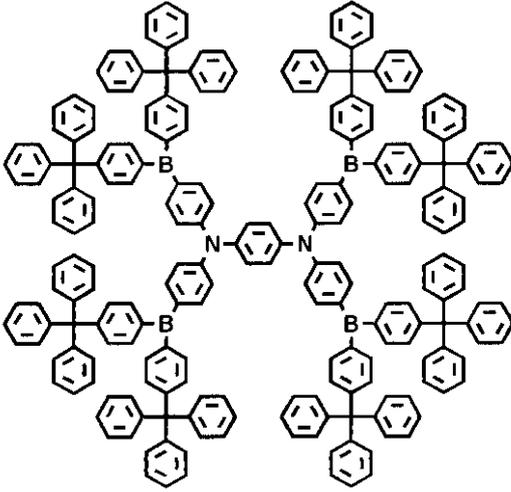
30

化合物	化学構造
(19)	
(20)	
(21)	

10

20

30

化合物	化学構造
(22)	
(23)	
(24)	

10

20

30

## 【0051】

本発明の一般式 [ 1 ] で示される化合物は、固体状態において強い蛍光を持つ化合物であり、

40

## 【0052】

有機EL素子は、陽極と陰極間に一層もしくは多層の有機薄膜を形成した素子である。一層型の場合、陽極と陰極との間に発光層を設けている。発光層は、発光材料を含有し、それに加えて陽極から注入した正孔、もしくは陰極から注入した電子を発光材料まで輸送させるために、正孔注入材料もしくは電子注入材料を含有しても良い。しかしながら、本発明の発光材料は、極めて高い発光量子効率、高い正孔輸送能力および電子輸送能力を併せ

50

持ち、均一な薄膜を形成することができるので、本発明の発光材料のみで発光層を形成することも可能である。多層型は、(陽極/正孔注入帯域/発光層/陰極)、(陽極/発光層/電子注入帯域/陰極)、(陽極/正孔注入帯域/発光層/電子注入帯域/陰極)の多層構成で積層した有機EL素子がある。一般式[1]の化合物は、高い発光特性を持ち、正孔注入性、正孔輸送特性および電子注入性、電子輸送特性をもっているため、発光材料として発光層に使用できる。

#### 【0053】

発光層には、必要があれば、本発明の一般式[1]の化合物に加えて、さらなる公知の発光材料、ドーピング材料、正孔注入材料や電子注入材料を使用することもできる。有機EL素子は、多層構造にすることにより、クエンチングによる輝度や寿命の低下を防ぐことができる。必要があれば、発光材料、ドーピング材料、正孔注入材料や電子注入材料を組み合わせ使用することが出来る。また、ドーピング材料により、発光輝度や発光効率の向上、赤色や青色の発光を得ることもできる。また、正孔注入帯域、発光層、電子注入帯域は、それぞれ二層以上の層構成により形成されても良い。その際には、正孔注入帯域の場合、電極から正孔を注入する層を正孔注入層、正孔注入層から正孔を受け取り発光層まで正孔を輸送する層を正孔輸送層と呼ぶ。同様に、電子注入帯域の場合、電極から電子を注入する層を電子注入層、電子注入層から電子を受け取り発光層まで電子を輸送する層を電子輸送層と呼ぶ。これらの各層は、材料のエネルギー準位、耐熱性、有機層もしくは金属電極との密着性等の各要因により選択されて使用される。

#### 【0054】

一般式[1]の化合物と共に発光層に使用できる発光材料またはドーピング材料としては、アントラセン、ナフタレン、フェナントレン、ピレン、テトラセン、コロネン、クリセン、フルオレセイン、ペリレン、フタロペリレン、ナフタロペリレン、ペリノン、フタロペリノン、ナフタロペリノン、ジフェニルブタジエン、テトラフェニルブタジエン、クマリン、オキサジアゾール、アルダジン、ビスベンゾキサゾリン、ビススチリル、ピラジン、シクロペンタジエン、キノリン金属錯体、アミノキノリン金属錯体、ベンゾキノリン金属錯体、イミン、ジフェニルエチレン、ビニルアントラセン、ジアミノカルバゾール、ピラン、チオピラン、ポリメチン、メロシアニン、イミダゾールキレート化オキシノイド化合物、キナクリドン、ルブレンおよび色素レーザー用や増白用の蛍光色素等があるが、これらに限定されるものではない。

#### 【0055】

一般式[1]の化合物および共に発光層に使用できる上記の化合物の発光層中での存在比率はどれが主成分であってもよい。つまり、上記の化合物および本発明における化合物のそれぞれの組み合わせにより、本発明における化合物は発光層を形成する主材料にも他の主材料中へのドーピング材料にも成り得る。

#### 【0056】

正孔注入材料としては、正孔を輸送する能力を持ち、陽極からの正孔注入効果、発光層または発光材料に対して優れた正孔注入効果を有し、発光層で生成した励起子の電子注入帯域または電子注入材料への移動を防止し、かつ薄膜形成能力の優れた化合物が挙げられる。具体的には、フタロシアニン誘導体、ナフタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、イミダゾール、イミダゾロン、イミダゾールチオン、ピラゾリン、ピラゾロン、テトラヒドロイミダゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、ヒドラゾン、アシルヒドラゾン、ポリアリーールアルカン、スチルベン、ブタジエン、ベンジジン型トリフェニルアミン、スチリルアミン型トリフェニルアミン、ジアミン型トリフェニルアミン等と、それらの誘導体、およびポリビニルカルバゾール、ポリシラン、導電性高分子等の高分子材料等があるが、これらに限定されるものではない。

#### 【0057】

本発明の有機EL素子において使用できる正孔注入材料の中で、さらに効果的な正孔注入材料は、アリーールアミン誘導体、フタロシアニン化合物ないしはトリフェニレン誘導体で

10

20

30

40

50

ある。アリアルアミン誘導体の具体例としては、トリフェニルアミン、トリトリルアミン、トリルジフェニルアミン、 $N, N'$ -ジフェニル- $N, N'$ -ジ- $m$ -トリル-4, 4'-ビフェニルジアミン、 $N, N, N', N'$ -テトラ( $p$ -トリル)- $p$ -フェニレンジアミン、 $N, N, N', N'$ -テトラ- $p$ -トリル-4, 4'-ビフェニルジアミン、 $N, N'$ -ジフェニル- $N, N'$ -ジ(1-ナフチル)-4, 4'-ビフェニルジアミン、 $N, N'$ -ジ(4- $n$ -ブチルフェニル)- $N, N'$ -ジ- $p$ -トリル-9, 10-フェナントレンジアミン、4, 4', 4''-トリス( $N$ -フェニル- $N$ - $m$ -トリルアミノ)トリフェニルアミン、1, 1-ビス[4-(ジ- $p$ -トリルアミノ)フェニル]シクロヘキサン等、もしくはこれらの芳香族三級アミン骨格を有したオリゴマーもしくはポリマー等があるが、これらに限定されるものではない。

10

## 【0058】

フタロシアニン(Pc)化合物の具体例としては、 $H_2Pc$ 、 $CuPc$ 、 $CoPc$ 、 $NiPc$ 、 $ZnPc$ 、 $PdPc$ 、 $FePc$ 、 $MnPc$ 、 $ClAlPc$ 、 $ClGaPc$ 、 $ClInPc$ 、 $ClSnPc$ 、 $Cl_2SiPc$ 、 $(HO)AlPc$ 、 $(HO)GaPc$ 、 $VOpc$ 、 $TiOPc$ 、 $MoOPc$ 、 $GaPc-O-GaPc$ 等のフタロシアニン誘導体およびナフトロシアニン誘導体等があるが、これらに限定されるものではない。

## 【0059】

トリフェニレン誘導体の具体例としては、ヘキサメトキシトリフェニレン、ヘキサエトキシトリフェニレン、ヘキサヘキシルオキシトリフェニレン、ヘキサベンジルオキシトリフェニレン、トリメチレンジオキシトリフェニレン、トリエチレンジオキシトリフェニレンなどのヘキサアルコキシトリフェニレン類、ヘキサフェノキシトリフェニレン、ヘキサナフチルオキシトリフェニレン、ヘキサビフェニルオキシトリフェニレン、トリフェニレンジオキシトリフェニレンなどのヘキサアリアルオキシトリフェニレン類、ヘキサアセトキシトリフェニレン、ヘキサベンゾイルオキシトリフェニレンなどのヘキサアシロキシトリフェニレン類等があるが、これらに限定されるものではない。

20

## 【0060】

電子注入材料としては、電子を輸送する能力を持ち、陰極からの正孔注入効果、発光層または発光材料に対して優れた電子注入効果を有し、発光層で生成した励起子の正孔注入帯域への移動を防止し、かつ薄膜形成能力の優れた化合物が挙げられる。例えば、フルオレノン、アントラキノジメタン、ジフェノキノン、チオピランジオキシド、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、イミダゾール、ペリレンテトラカルボン酸、フレオレニリデンメタン、アントラキノジメタン、アントロン等とそれらの誘導体があるが、これらに限定されるものではない。また、正孔注入材料に電子受容物質を、電子注入材料に電子供与性物質を添加することにより増感させることもできる。

30

## 【0061】

本発明の有機EL素子において、さらに効果的な電子注入材料は、金属錯体化合物もしくは含窒素五員環誘導体である。具体的には、金属錯体化合物としては、8-ヒドロキシキノリナートリチウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)亜鉛、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)銅、ビス(8-ヒドロキシキノリナート)マンガン、トリス(8-ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)アルミニウム、トリス(8-ヒドロキシキノリナート)ガリウム、ビス(10-ヒドロキシベンゾ[h]キノリナート)ベリリウム、ビス(10-ヒドロキシベンゾ[h]キノリナート)亜鉛、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)クロロガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)( $o$ -クレゾラート)ガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(1-ナフトラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(2-ナフトラート)ガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)フェノラートガリウム、ビス( $o$ -(2-ベンゾオキサゾリル)フェノラート)亜鉛、ビス( $o$ -(2-ベンゾチアゾリル)フェノラート)亜鉛、ビス( $o$ -(2-ベンゾトリアゾリル)フェノラート)亜鉛等があるが、これらに限定されるものではない。

40

50

## 【 0 0 6 2 】

また、含窒素五員誘導体としては、オキサゾール、チアゾール、オキサジアゾール、チアジアゾールもしくはトリアゾール誘導体が好ましい。具体的には、2,5-ビス(1-フェニル)-1,3,4-オキサゾール、ジメチルPOPPOP、2,5-ビス(1-フェニル)-1,3,4-チアゾール、2,5-ビス(1-フェニル)-1,3,4-オキサジアゾール、2-(4'-tert-ブチルフェニル)-5-(4"-ピフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール、2,5-ビス(1-ナフチル)-1,3,4-オキサジアゾール、1,4-ビス[2-(5-フェニルオキサジアゾリル)]ベンゼン、1,4-ビス[2-(5-フェニルオキサジアゾリル)-4-tert-ブチルベンゼン]、2-(4'-tert-ブチルフェニル)-5-(4"-ピフェニル)-1,3,4-チアジアゾール、2,5-ビス(1-ナフチル)-1,3,4-チアジアゾール、1,4-ビス[2-(5-フェニルチアジアゾリル)]ベンゼン、2-(4'-tert-ブチルフェニル)-5-(4"-ピフェニル)-1,3,4-トリアゾール、2,5-ビス(1-ナフチル)-1,3,4-トリアゾール、1,4-ビス[2-(5-フェニルトリアゾリル)]ベンゼン等があるが、これらに限定されるものではない。

10

## 【 0 0 6 3 】

本有機EL素子においては、発光層中に、一般式[1]化合物の他に、発光材料、ドーピング材料、正孔注入材料および電子注入材料の少なくとも1種が同一層に含有されてもよい。また、本発明により得られた有機EL素子の、温度、湿度、雰囲気等に対する安定性の向上のために、素子の表面に保護層を設けたり、シリコンオイル、樹脂等により素子全体を保護することも可能である。

20

## 【 0 0 6 4 】

有機EL素子の陽極に使用される導電性材料としては、4eVより大きな仕事関数を持つものが適しており、炭素、アルミニウム、バナジウム、鉄、コバルト、ニッケル、タンゲステン、銀、金、白金、パラジウム等およびそれらの合金、ITO基板、NESA基板に使用される酸化スズ、酸化インジウム等の酸化金属、さらにはポリチオフェンやポリピロール等の有機導電性樹脂が用いられる。

## 【 0 0 6 5 】

陰極に使用される導電性物質としては、4eVより小さな仕事関数を持つものが適しており、マグネシウム、カルシウム、錫、鉛、チタニウム、イットリウム、リチウム、ルテニウム、マンガン、アルミニウム等およびそれらの合金が用いられるが、これらに限定されるものではない。合金としては、マグネシウム/銀、マグネシウム/インジウム、リチウム/アルミニウム等が代表例として挙げられるが、これらに限定されるものではない。合金の比率は、蒸着源の温度、雰囲気、真空度等により制御され、適切な比率に選択される。陽極および陰極は、必要があれば二層以上の層構成により形成されていても良い。

30

## 【 0 0 6 6 】

有機EL素子では、効率良く発光させるために、少なくとも一方は素子の発光波長領域において充分透明にすることが望ましい。また、基板も透明であることが望ましい。透明電極は、上記の導電性材料を使用して、蒸着やスパッタリング等の方法で所定の透光性が確保するように設定する。発光面の電極は、光透過率を10%以上にすることが望ましい。基板は、機械的、熱的強度を有し、透明性を有するものであれば限定されるものではないが、例示すると、ガラス基板、ポリエチレン板、ポリエチレンテレフレート板、ポリエーテルサルホン板、ポリプロピレン板等の透明樹脂があげられる。

40

## 【 0 0 6 7 】

本発明に係わる有機EL素子の各層の形成は、真空蒸着、スパッタリング、プラズマ、イオンプレーティング等の乾式成膜法やスピニング、ディッピング、フローコーティング等の湿式成膜法のいずれの方法を適用することができる。膜厚は特に限定されるものではないが、適切な膜厚に設定する必要がある。膜厚が厚すぎると、一定の光出力を得るために大きな印加電圧が必要になり効率が悪くなる。膜厚が薄すぎるとピンホール等が発生して、電界を印加しても十分な発光輝度が得られない。通常の膜厚は5nmから10

50

$\mu\text{m}$ の範囲が適しているが、 $10\text{nm}$ から $0.2\mu\text{m}$ の範囲がさらに好ましい。

【0068】

湿式成膜法の場合、各層を形成する材料を、エタノール、クロロホルム、テトラヒドロフラン、ジオキサン等の適切な溶媒に溶解または分散させて薄膜を形成するが、その溶媒はいずれであっても良い。また、いずれの有機薄膜層においても、成膜性向上、膜のピンホール防止等のため適切な樹脂や添加剤を使用しても良い。使用の可能な樹脂としては、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリアリレート、ポリエステル、ポリアミド、ポリウレタン、ポリスルホン、ポリメチルメタクリレート、ポリメチルアクリレート、セルロース等の絶縁性樹脂およびそれらの共重合体、ポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリシラン等の光導電性樹脂、ポリチオフェン、ポリピロール等の導電性樹脂を挙げることができる。また、添加剤としては、酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤等を挙げることができる。

10

【0069】

以上のように、有機EL素子の発光層に本発明の化合物を用いることにより、発光効率、最大発光輝度等の有機EL素子特性を改良することができた。また、この素子は熱や電流に対して非常に安定であり、さらには低い駆動電圧で実用的に使用可能な発光輝度が得られるため、従来まで大きな問題であった劣化も大幅に低下させることができた。

【0070】

本発明の有機EL素子は、壁掛けテレビ等のフラットパネルディスプレイや、平面発光体として、複写機やプリンター等の光源、液晶ディスプレイや計器類等の光源、表示板、標識灯等へ応用が考えられ、その工業的価値は非常に大きい。

20

【0071】

本発明の材料は、有機EL素子、電子写真感光体、光電変換素子、太陽電池、イメージセンサー等の分野においても使用できる。

【0072】

【実施例】

以下、本発明を実施例に基づきさらに詳細に説明する。

化合物(3)の合成方法

アルゴン気流下、テトラヒドロフラン50部、1,3,5-トリス(4-リチウムフェニル)ベンゼン10部を加え、 $-50$ に冷却下、ジメシチルフルオロボロンのジエチルエーテル溶液60部を入れ、24時間攪拌した。その後、溶媒を除き、得られた個体を希塩酸で処理し、目的物をエーテルで抽出した。これを濃縮し、シリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーにより精製して粉末3部を得た。分子量分析、赤外線吸収スペクトルの結果、化合物(3)であることを確認した。

30

実施例1

洗浄したITO電極付きガラス板上に、発光材料として表3の化合物(1)、表4の化合物(H-4)、ポリカーボネート樹脂(帝人化成:パンライトK-1300)を5:3:2の重量比でテトラヒドロフランに溶解させ、スピニング法により膜厚 $100\text{nm}$ の発光層を得た。その上に、マグネシウムとインジウムを10:1で混合した合金で膜厚 $150\text{nm}$ の電極を形成して有機EL素子を得た。この素子の発光特性は、直流電圧 $5\text{V}$ で $20(\text{cd}/\text{m}^2)$ 、最高輝度 $1500(\text{cd}/\text{m}^2)$ 、発光効率 $0.50(\text{lm}/\text{W})$ の発光が得られた。

40

【0073】

実施例2

洗浄したITO電極付きガラス板上に、表3の化合物(2)を真空蒸着して膜厚 $100\text{nm}$ の発光層を作成し、その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚 $100\text{nm}$ の電極を形成して有機EL素子を得た。発光層は $10^{-6}\text{Torr}$ の真空中で、基板温度室温の条件下で蒸着した。この素子は、直流電圧 $5\text{V}$ で $160(\text{cd}/\text{m}^2)$ 、最高輝度 $700(\text{cd}/\text{m}^2)$ 、発光効率 $0.60(\text{lm}/\text{W})$ の発光が得られた。

【0074】

実施例3

50

洗浄したITO電極付きガラス板上に、表3の化合物(3)を塩化メチレンに溶解させ、スピニング法により膜厚50nmの発光層を得た。次いで、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(2-ナフトラート)ガリウムを真空蒸着して膜厚10nmの電子注入層を作成し、その上に、マグネシウムとアルミニウムを10:1で混合した合金で膜厚100nmの電極を形成して有機EL素子を得た。発光層および電子注入層は $10^{-6}$ Torrの真空中で、基板温度室温の条件下で蒸着した。この素子は、直流電圧5Vで100( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、最高輝度6000( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、発光効率0.5( $\text{lm}/\text{W}$ )の発光が得られた。

【0075】

#### 実施例4

洗浄したITO電極付きガラス板上に、銅フタロシアニンを真空蒸着して、膜厚30nmの正孔注入層を得た。ついで、次いで、トリス(8-ヒドロキシキノリナート)アルミニウムを真空蒸着して膜厚10nmの電子注入層を作成し、表3の化合物(2)を真空蒸着して、膜厚50nmに形成した。その上に、アルミニウムとリチウムを50:1で混合した合金で膜厚100nmの電極を形成して有機EL素子を得た。正孔注入層および発光層は $10^{-6}$ Torrの真空中で、基板温度室温の条件下で蒸着した。この素子は、直流電圧5Vで約150( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、最高輝度8000( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、発光効率0.9( $\text{lm}/\text{W}$ )の発光が得られた。

【0076】

#### 実施例5~20

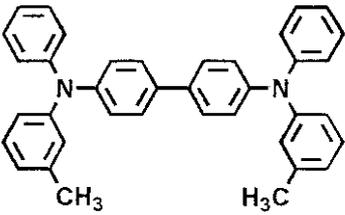
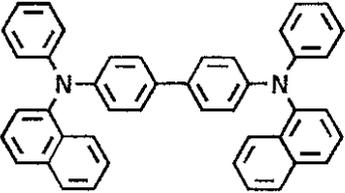
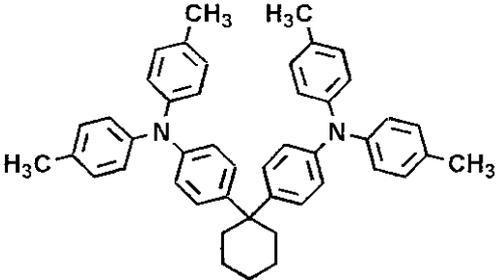
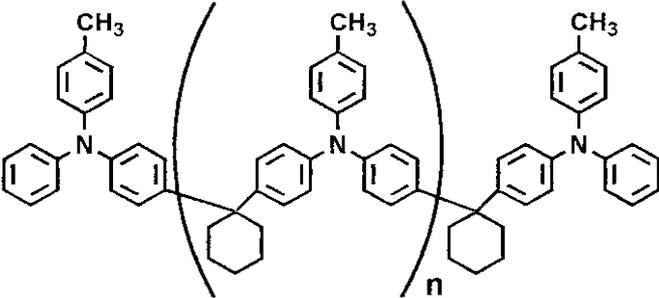
洗浄したITO電極付きガラス板上に表4の正孔注入材料のうちの1種を真空蒸着して、膜厚30nmの正孔注入層を得た。次いで、表3の発光材料のうちの1種を真空蒸着して膜厚30nmの発光層を作成し、その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚150nmの膜厚の電極を形成して有機EL素子を得た。各層は $10^{-6}$ Torrの真空中で、基板温度室温の条件下で蒸着した。各素子に使用した材料とこの素子の発光特性を表5に示す。本実施例の有機EL素子は、全て最高輝度4000( $\text{cd}/\text{m}^2$ )以上の輝度特性を有していた。

【0077】

【表4】

10

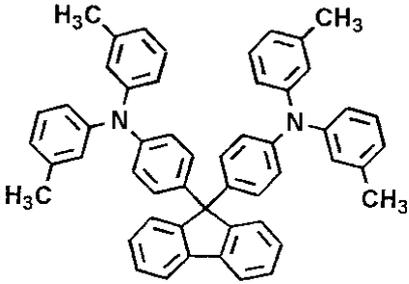
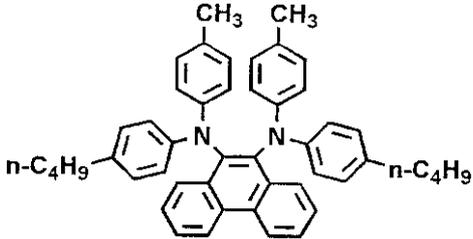
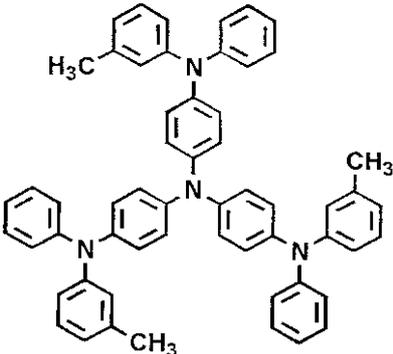
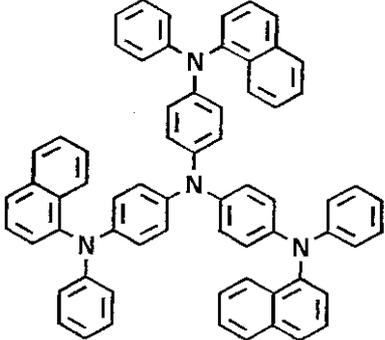
20

化合物	化学構造
(H-1)	
(H-2)	
(H-3)	
(H-4)	 <p style="text-align: center;"><math>n = 2 \sim 6</math></p>

10

20

30

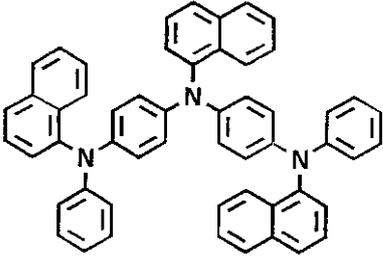
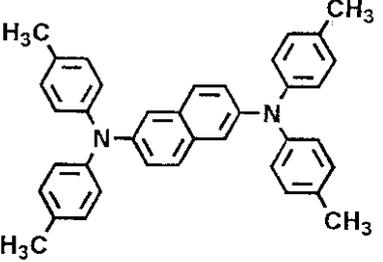
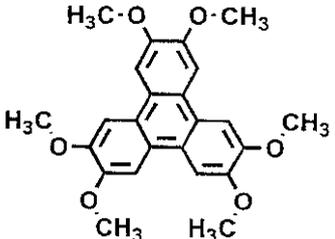
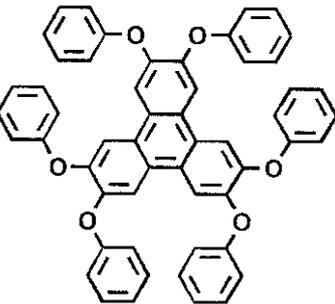
化合物	化学構造
(H-5)	
(H-6)	
(H-7)	
(H-8)	

10

20

30

40

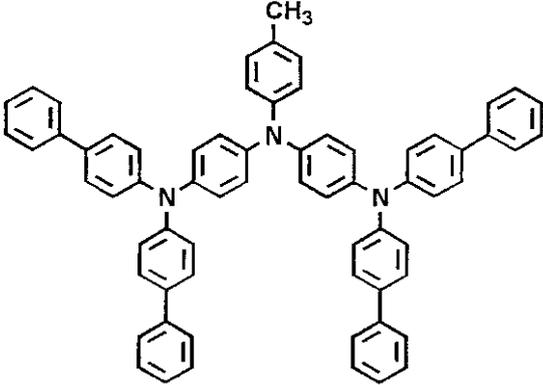
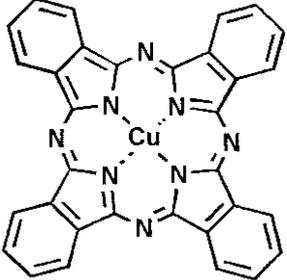
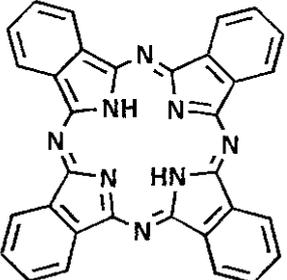
化合物	化学構造
(H-9)	
(H-10)	
(H-11)	
(H-12)	

10

20

30

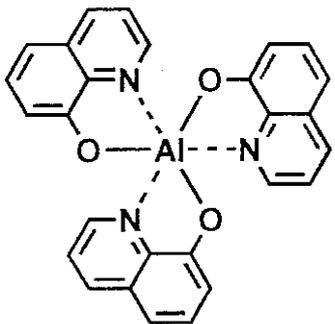
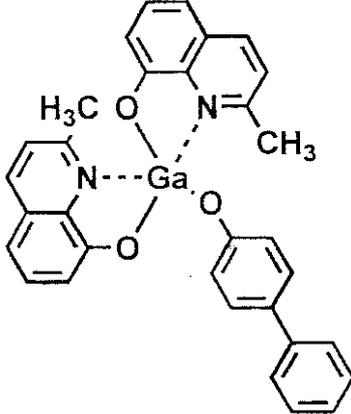
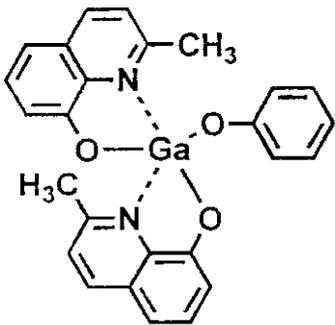
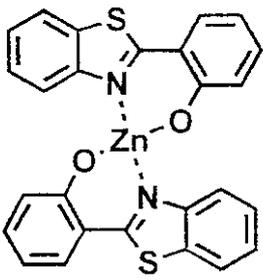
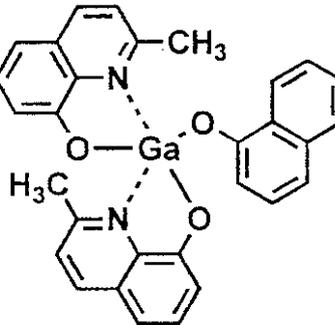
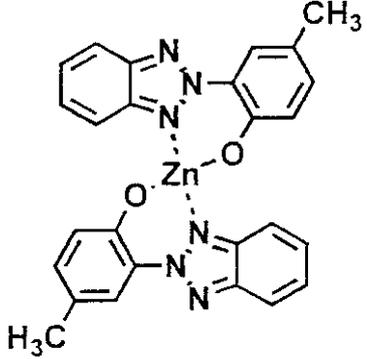
40

化合物	化学構造
(H-13)	
(H-14)	
(H-15)	

10

20

30

化合物	化学構造	化合物	化学構造
(E-1)		(E-4)	
(E-2)		(E-5)	
(E-3)		(E-6)	

10

20

30

40

【0082】

【表5】

実施例	正孔注入材料 (表 4)	発光材料 (表 3)	発光輝度 (cd/m <sup>2</sup> )	最大発光輝度 (cd/m <sup>2</sup> )	発光効率 (lm/W)
5	(H-1)	(1)	90	5000	0.4
6	(H-2)	(2)	100	8000	0.6
7	(H-11)	(2)	80	7000	0.6
8	(H-14)	(2)	120	9000	0.8
9	(H-3)	(3)	100	10000	0.9
10	(H-11)	(3)	130	11000	1.0
11	(H-15)	(3)	110	9000	0.7
12	(H-4)	(5)	80	4000	0.7
13	(H-9)	(5)	90	7000	1.0
14	(H-1)	(6)	120	8000	0.8
15	(H-8)	(6)	110	9000	0.8
16	(H-13)	(9)	160	11000	1.2
17	(H-14)	(11)	120	9000	0.7
18	(H-6)	(13)	150	8000	0.6
19	(H-11)	(13)	130	9000	0.7
20	(H-15)	(14)	110	11000	0.8

10

20

発光輝度は直流5V印加時の値

## 【0083】

30

## 実施例 2 1

洗浄したITO電極付きガラス板上に、4, 4', 4"-トリス(N-(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ)トリフェニルアミンを真空蒸着して、膜厚25nmの第一正孔注入層を得た。さらに、正孔注入材料(H-1)を真空蒸着して、膜厚5nmの第二正孔注入層を得た。次いで、発光材料として化合物(2)を真空蒸着して膜厚20nmの発光層を得た。さらに、電子注入材料(E-2)を真空蒸着して、膜厚30nmの電子注入層を得た。その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚150nmの電極を形成して有機EL素子を得た。この素子は、直流電圧5Vで250(c d / m<sup>2</sup>)、最高輝度12000(c d / m<sup>2</sup>)、発光効率1.2(l m / W)の発光が得られた。

## 【0084】

40

## 実施例 2 2

洗浄したITO電極付きガラス板上に、銅フタロシアンを真空蒸着して、膜厚25nmの第一正孔注入層を得た。さらに、正孔注入材料(H-2)を真空蒸着して、膜厚5nmの第二正孔注入層を得た。次いで、発光材料として化合物(3)を真空蒸着して膜厚20nmの発光層を得た。その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚150nmの電極を形成して有機EL素子を得た。この素子は、直流電圧5Vで710(c d / m<sup>2</sup>)、最高輝度9000(c d / m<sup>2</sup>)、発光効率1.0(l m / W)の発光が得られた。

## 【0085】

## 実施例 2 3

50

洗浄したITO電極付きガラス板上に、表4の化合物(H-8)真空蒸着して、膜厚25nmの第一正孔注入層を得た。さらに、正孔注入材料(H-5)を真空蒸着して、膜厚5nmの第二正孔注入層を得た。次いで、発光材料として化合物(3)を真空蒸着して膜厚20nmの発光層を得た。その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚150nmの電極を形成して有機EL素子を得た。この素子は、直流電圧5Vで650( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、最高輝度8000( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、発光効率0.9( $\text{lm}/\text{W}$ )の発光が得られた。

【0086】

実施例24

洗浄したITO電極付きガラス板上に、正孔注入材料(H-5)を真空蒸着して、膜厚20nmの正孔注入層を得た。次いで、電子注入材料(E-4)を真空蒸着して、膜厚20nmの第一電子注入層を得た。さらに、化合物(2)を真空蒸着して、膜厚10nmの第二電子注入層を得た。その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚150nmの電極を形成して有機EL素子を得た。この素子は、直流電圧5Vで120( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、最高輝度10000( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、発光効率1.2( $\text{lm}/\text{W}$ )の発光が得られた。

【0087】

実施例25

発光層として、表3の化合物(2)と表4の化合物(E-1)を1:100の重量比で蒸着した膜厚30nmの発光層を使用する以外は、実施例21と同様の方法で有機EL素子を作製した。この素子は、直流電圧5Vで230( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、最高輝度15000( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、発光効率1.8( $\text{lm}/\text{W}$ )の発光が得られた。

【0088】

実施例26

発光層として、表3の化合物(3)とN,N'-ジメチルキナクリドンを100:1の重量比で蒸着した膜厚30nmの発光層を使用する以外は、実施例5と同様の方法で有機EL素子を作製した。この素子は、直流電圧5Vで600( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、最高輝度50000( $\text{cd}/\text{m}^2$ )、発光効率5.2( $\text{lm}/\text{W}$ )の発光が得られた。

【0089】

本実施例で示された有機EL素子は、発光輝度として5000( $\text{cd}/\text{m}^2$ )以上であり、全て高い発光効率を得ることができた。本実施例で示された有機EL素子について、3( $\text{mA}/\text{cm}^2$ )で連続発光させたところ、1000時間以上安定な発光を観測することができ、ダークスポットもほとんど観察されなかった。本発明の有機EL素子材料を発光材料として使用した有機EL素子は、発光材料の蛍光量子効率が極めて高いので、この発光材料を使用した素子においては、低電流印可領域での高輝度発光が可能になり、また、発光層中で一般式[1]の化合物に加えてドーピング材料を使用することにより、最大発光輝度、最大発光効率を向上させることができた。さらには、一般式[1]の化合物に、蛍光色の異なるドーピング材料を添加することによって、異なる発光色の発光素子を得ることができた。

【0090】

本発明の有機EL素子は発光効率、発光輝度の向上と長寿命化を達成するものであり、併せて使用される発光材料、ドーピング材料、正孔注入材料、電子注入材料、増感剤、樹脂、電極材料等および素子作製方法を限定するものではない。

【0091】

【発明の効果】

本発明の有機EL素子材料を発光材料として使用した有機EL素子は、従来に比べて高い発光効率で高輝度の発光を示し、長寿命の有機EL素子を得ることができた。以上により本発明で示した化合物を、有機EL素子の少なくとも一層に使用すること、および、本発明の素子構成により形成された有機EL素子は、高輝度、高発光効率、長寿命の有機EL素子を容易に作製することが可能となった。

10

20

30

40

50

---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2000-294373(JP,A)  
特開平11-255902(JP,A)  
特開昭63-174993(JP,A)  
国際公開第00/40586(WO,A1)  
Journal of the American Chemical Society (1998), 120(37), 9714-9715  
Advanced Materials (Weinheim, Germany) (1999), 11(4), 283-285  
Proceedings of SPIE-The International Society for Optical Engineering (1999), 3797(Organic Light-Emitting Materials and Devices III), 158-169

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 51/50  
C09K 11/06  
C07F 5/02  
CA(STN)  
REGISTRY(STN)