

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 7 部門第 2 区分

【発行日】平成 24 年 4 月 26 日 (2012.4.26)

【公開番号】特開 2009-246354 (P2009-246354A)

【公開日】平成 21 年 10 月 22 日 (2009.10.22)

【年通号数】公開・登録公報 2009-042

【出願番号】特願 2009-56024 (P2009-56024)

【国際特許分類】

H 0 1 L 51/50 (2006.01)

C 0 9 K 11/06 (2006.01)

【F I】

H 0 5 B 33/22 B

H 0 5 B 33/14 A

C 0 9 K 11/06 6 9 0

【手続補正書】

【提出日】平成 24 年 3 月 9 日 (2012.3.9)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

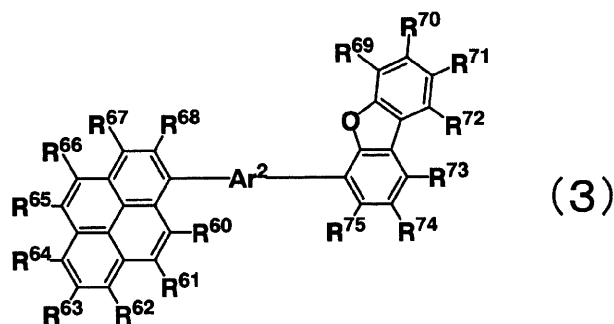
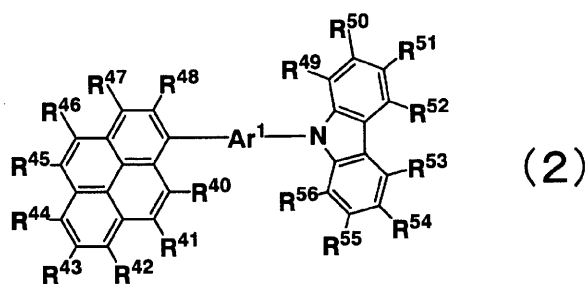
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

陽極と陰極の間に少なくとも発光層と正孔阻止層と電子輸送層が存在し、発光層と正孔阻止層と電子輸送層がこの順に接して積層され、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、該正孔阻止層が下記一般式 (2) または (3) で表されるピレン骨格を有する化合物を含有することを特徴とする発光素子。

【化 1】



(R⁴⁰ ~ R⁵⁶ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロア

ルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシ基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基、シリル基および $-P(=O)R^{57}R^{58}$ からなる群より選ばれる。 R^{57} および R^{58} はアリール基またはヘテロアリール基である。 $R^{40} \sim R^{58}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 Ar^1 はアリーレン基またはヘテロアリーレン基である。但し、 R^{42} および R^{44} の少なくとも1つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基であるか、もしくは R^{43} がアルキル基またはシクロアルキル基であり、 R^{47} が電子受容性窒素を有するヘテロアリール基である。

$R^{60} \sim R^{75}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシ基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基、シリル基および $-P(=O)R^{76}R^{77}$ からなる群より選ばれる。 R^{76} および R^{77} はアリール基またはヘテロアリール基である。 $R^{60} \sim R^{75}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 Ar^2 はアリーレン基またはヘテロアリーレン基である。但し、 R^{62} および R^{64} の少なくとも1つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基であるか、もしくは R^{63} がアルキル基またはシクロアルキル基であり、 R^{67} が電子受容性窒素を有するヘテロアリール基である。)

【請求項2】

電子輸送層が電子受容性窒素を有する複素芳香環からなる化合物を含有し、該複素芳香環からなる化合物が共有結合のみで形成される化合物であることを特徴とする請求項1記載の発光素子。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0010】

本発明は、陽極と陰極の間に少なくとも発光層と正孔阻止層と電子輸送層が存在し、発光層と正孔阻止層と電子輸送層がこの順に接して積層され、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、該正孔阻止層が下記一般式(2)または(3)で表されるピレン骨格を有する化合物を含有することを特徴とする発光素子である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

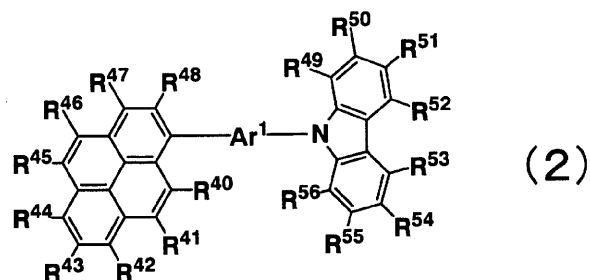
【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

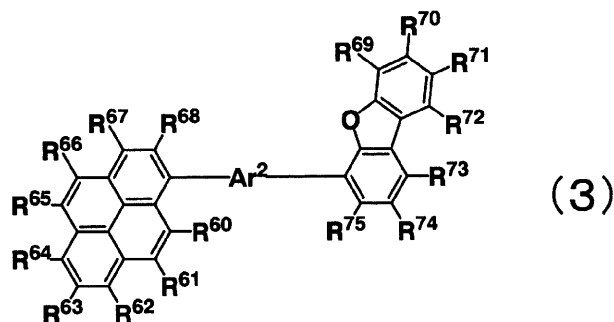
【補正の内容】

【0011】

【化 1】



(2)



(3)

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

($\text{R}^{40} \sim \text{R}^{56}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシ基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基、シリル基および $-\text{P}(=\text{O})\text{R}^{57}\text{R}^{58}$ からなる群より選ばれる。 R^{57} および R^{58} はアリール基またはヘテロアリール基である。 $\text{R}^{40} \sim \text{R}^{56}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 Ar^1 はアリーレン基またはヘテロアリーレン基である。但し、 R^{42} および R^{44} の少なくとも1つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基であるか、もしくは R^{43} がアルキル基またはシクロアルキル基であり、 R^{47} が電子受容性窒素を有するヘテロアリール基である。)

$\text{R}^{60} \sim \text{R}^{75}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシ基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基、シリル基および $-\text{P}(=\text{O})\text{R}^{76}\text{R}^{77}$ からなる群より選ばれる。 R^{76} および R^{77} はアリール基またはヘテロアリール基である。 $\text{R}^{60} \sim \text{R}^{75}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 Ar^2 はアリーレン基またはヘテロアリーレン基である。但し、 R^{62} および R^{64} の少なくとも1つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基であるか、もしくは R^{63} がアルキル基またはシクロアルキル基であり、 R^{67} が電子受容性窒素を有するヘテロアリール基である。)

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0110

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0110】

比較例 1

ITO透明導電膜を150nm堆積させたガラス基板（ジオマテック（株）製、11 / 、スパッタ品）を38×46mmに切断し、エッチングを行った。得られた基板を“セミコクリーン56”（商品名、フルウチ化学（株）製）で15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。この基板を素子を作製する直前に1時間UV - オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が 5×10^{-4} Pa以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、銅フタロシアニンを10nm、正孔輸送材料として、4,4'-ビス（N - （1 - ナフチル） - N - フェニルアミノ）ビフェニルを50nm蒸着した。次に、発光材料に、ホスト材料として化合物（H - 1）を、ドーパント材料として化合物（D - 1）をドーパ濃度が2%になるようにして40nmの厚さに蒸着した。次に、正孔阻止材料として化合物（1E - 1）を10nmの厚さに積層した。次に、電子輸送材料として化合物（2E - 1）を10nmの厚さに積層した。次に、フッ化リチウムを0.5nm蒸着した後、アルミニウムを1000nm蒸着して陰極とし、5×5mm角の素子を作製した。ここで言う膜厚は、水晶発振式膜厚モニター表示値である。この発光素子を10mA/cm²で直流駆動したところ、駆動電圧5.40V、外部量子効率3.42%の高効率青色発光が得られた。この発光素子を40mA/cm²の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は200時間であった。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0111

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0111】

比較例 2 ~ 9

ホスト材料、ドーパント材料、正孔阻止材料および電子輸送材料として表1に記載した材料を用いた以外は、比較例 1と同様にして発光素子を作製した。各比較例の結果は表1に示した。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0112

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0112】

比較例 10

正孔阻止層を設けずに、電子輸送層として2E - 1を用い、厚さを20nmとしたこと以外は、比較例 1と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を10mA/cm²で直流駆動したところ、駆動電圧5.45V、外部量子効率3.21%の高効率青色発光が得られた。この発光素子を40mA/cm²の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は100時間であった。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0113

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0113】

比較例 11 ~ 15

ホスト材料、ドーパント材料、正孔阻止材料および電子輸送材料として表1に記載した材料を用いた以外は、比較例 1と同様にして発光素子を作製した。各比較例の結果は表1

に示した。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 1 6

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 1 6】

【表 1】

【表1】

	発光材料			正孔阻止材料 (厚さnm)	電子輸送材料 (厚さnm)	外部量子 効率 (%)	駆動電圧 (V)	輝度半減 時間 (h)
	ホスト 材料	ドーパント 材料	発光色					
比較例1	H-1	D-1	青色	1E-1(10)	2E-1(10)	3.42	5.40	200
比較例2	H-1	D-1	青色	1E-2(10)	2E-1(10)	3.40	5.42	200
比較例3	H-1	D-1	青色	1E-3(10)	2E-1(10)	3.34	5.43	180
比較例10	H-1	D-1	青色	なし	2E-1(20)	3.21	5.45	100
比較例11	H-1	D-1	青色	1E-4(10)	2E-1(10)	3.30	5.38	100
比較例4	H-2	D-2	赤色	1E-1(10)	2E-1(10)	4.18	5.36	700
比較例5	H-2	D-2	赤色	1E-2(10)	2E-1(10)	4.28	5.36	800
比較例6	H-2	D-2	赤色	1E-3(10)	2E-1(10)	4.16	5.42	600
比較例12	H-2	D-2	赤色	なし	2E-1(20)	4.10	5.48	200
比較例13	H-2	D-2	赤色	1E-4(10)	2E-1(10)	4.20	5.37	200
比較例7	H-3	D-2	赤色	1E-1(10)	2E-1(10)	3.81	5.09	1000
比較例8	H-3	D-2	赤色	1E-2(10)	2E-1(10)	4.02	5.05	1000
比較例9	H-3	D-2	赤色	1E-3(10)	2E-1(10)	3.88	5.06	800
比較例14	H-3	D-2	赤色	なし	2E-1(20)	3.81	5.10	150
比較例15	H-3	D-2	赤色	1E-4(10)	2E-1(10)	3.90	5.00	200

【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 1 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 1 7】

実施例 1

I T O 透明導電膜を 1 6 5 n m 堆積させたガラス基板（ジオマテック（株）製、1 1 / 、スパッタ品）を 3 8 × 4 6 m m に切断し、エッチングを行った。得られた基板を“セミコクリーン 5 6”（商品名、フルウチ化学（株）製）で 1 5 分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。この基板を素子を作製する直前に 1 時間 U V - オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が 5×10^{-4} P a 以下になるまで排気した。

抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、1, 4, 5, 8, 9, 12 - ヘキサザトリフェニレンヘキサカルボニトリルを10 nm、正孔輸送材料として、4, 4' - ビス(N - (1 - ナフチル) - N - フェニルアミノ)ビフェニルを50 nm蒸着した。次に、発光材料に、ホスト材料として化合物(H - 4)を、ドーパント材料として化合物(D - 3)をドーパ濃度が5%になるようにして40 nmの厚さに蒸着した。次に、正孔阻止材料として化合物(1E - 5)を10 nmの厚さに積層した。次に、電子輸送材料として化合物(2E - 2)を10 nmの厚さに積層した。次に、フッ化リチウムを0.5 nm蒸着した後、アルミニウムを1000 nm蒸着して陰極とし、5 × 5 mm角の素子を作製した。ここで言う膜厚は、水晶発振式膜厚モニター表示値である。この発光素子を10 mA / cm²で直流駆動したところ、駆動電圧4.3 V、外部量子効率5.1%の高効率青色発光が得られた。この発光素子を40 mA / cm²の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は1000時間であった。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0118

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0118】

実施例 2 ~ 12

ホスト材料、ドーパント材料、電子輸送材料として表2に記載した材料を用いた以外は、実施例 1と同様にして発光素子を作製した。各実施例の結果は表2に示した。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0119

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0119】

比較例 16 ~ 18

ホスト材料、ドーパント材料、電子輸送材料として表2に記載した材料を用いた以外は、実施例 1と同様にして発光素子を作製した。各比較例の結果は表2に示した。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0123

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0123】

【表 2】

【表2】

	発光材料			正孔阻止材料 (厚さnm)	電子輸送材料 (厚さnm)	外部量子 効率 (%)	駆動電圧 (V)	輝度半減 時間 (h)
	ホスト 材料	ドーパント 材料	発光色					
実施例1	H-4	D-3	青色	1E-5(10)	2E-2(10)	5.1	4.3	1000
実施例2	H-4	D-3	青色	1E-6(10)	2E-2(10)	4.9	4.5	800
実施例3	H-5	D-3	青色	1E-7(10)	2E-2(10)	5.0	4.5	900
実施例4	H-5	D-3	青色	1E-8(10)	2E-2(10)	5.2	4.2	1100
比較例16	H-5	D-3	青色	なし	2E-2(10)	3.7	5.2	300
実施例5	H-6	D-4	緑色	1E-5(10)	2E-2(10)	6.2	4.4	1800
実施例6	H-6	D-4	緑色	1E-6(10)	2E-2(10)	5.8	4.7	1700
実施例7	H-7	D-5	緑色	1E-7(10)	2E-2(10)	9.9	4.5	1400
実施例8	H-7	D-5	緑色	1E-8(10)	2E-2(10)	10.0	4.5	1450
比較例17	H-7	D-5	緑色	なし	2E-2(10)	7.5	5.3	400
実施例9	H-8	D-3	赤色	1E-5(10)	2E-2(10)	7.7	4.5	3000
実施例10	H-8	D-3	赤色	1E-6(10)	2E-2(10)	7.1	4.6	2800
実施例11	H-9	D-6	赤色	1E-7(10)	2E-2(10)	10.0	4.4	2000
実施例12	H-9	D-6	赤色	1E-8(10)	2E-2(10)	9.8	4.4	2200
比較例18	H-9	D-6	赤色	なし	2E-2(10)	7.8	5.2	450