

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5495606号  
(P5495606)

(45) 発行日 平成26年5月21日(2014.5.21)

(24) 登録日 平成26年3月14日(2014.3.14)

(51) Int.Cl.

C07C 13/62  
H01L 51/50(2006.01)  
(2006.01)

F 1

C07C 13/62  
H05B 33/14C S P  
B

請求項の数 6 (全 26 頁)

(21) 出願番号 特願2009-94100 (P2009-94100)  
 (22) 出願日 平成21年4月8日 (2009.4.8)  
 (65) 公開番号 特開2010-241755 (P2010-241755A)  
 (43) 公開日 平成22年10月28日 (2010.10.28)  
 審査請求日 平成23年8月4日 (2011.8.4)

(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 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 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

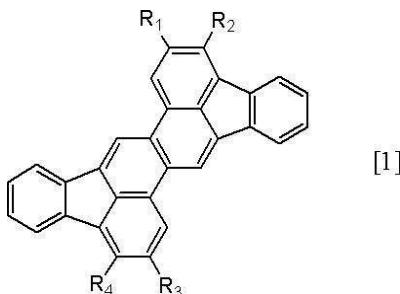
(54) 【発明の名称】新規縮合多環化合物およびそれを有する有機発光素子

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

下記一般式 [ 1 ] で示されることを特徴とする縮合多環化合物。

## 【化 1】



10

(一般式 [ 1 ] において、

R<sub>2</sub> 及び R<sub>4</sub> は水素原子である。R<sub>1</sub> 及び R<sub>3</sub> はフェニル基である。

前記フェニル基の、一般式 [ 1 ] に示すジインデノクリセン骨格の結合位置に対する 2 つのオルト位は同じ置換基で置換され、前記同じ置換基はアルキル基またはフェニル基のいずれかであり、2つのメタ位及び1つのパラ位はそれぞれ独立に水素原子またはアルキル基で置換されている。)

20

**【請求項 2】**

陽極および陰極と、前記陽極および前記陰極の間に配置された有機化合物層を有する有機発光素子において、

前記有機化合物層が、請求項1に記載の縮合多環化合物を少なくとも有することを特徴とする有機発光素子。

**【請求項 3】**

請求項2に記載の有機発光素子と、前記有機発光素子に電気信号を供給する手段と、を有することを特徴とする表示装置。

**【請求項 4】**

請求項2に記載の有機発光素子と、受光素子を有し、前記有機発光素子がファインダーに用いられることを特徴とする撮像装置。 10

**【請求項 5】**

請求項2に記載の有機発光素子をアレイ状に有しそれぞれ独立にアドレスできる手段を有する光源と、感光ドラムと、を有するプリンター。

**【請求項 6】**

請求項 2 に記載の有機発光素子を有する照明装置。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明は、新規な縮合多環化合物およびそれを有する有機発光素子に関する。 20

**【背景技術】****【0002】**

有機発光素子は、陽極と陰極との間に蛍光性有機化合物を含む薄膜が挟持されている素子である。また各電極から電子及びホール（正孔）を注入することにより、蛍光性化合物の励起子が生成され、この励起子が基底状態に戻る際に、有機発光素子は光を放出する。有機発光素子における最近の進歩は著しく、その特徴は、低印加電圧で高輝度、発光波長の多様性、高速応答性、発光デバイスの薄型・軽量化が可能であることが挙げられる。このことから、有機発光素子は広汎な用途への可能性を示唆している。

**【0003】**

しかしながら、現状では更なる高輝度の光出力あるいは高変換効率が必要である。また、長時間の使用による経時変化、酸素を含む雰囲気気体、湿気等による劣化等に対する耐久性の面で未だ多くの問題がある。 30

**【0004】**

さらにはフルカラーディスプレイ等への応用を考えた場合は、色純度がよく、高効率の青色の発光が必要となるが、これらの問題に関してもまだ十分でない。その一方で、特に色純度、発光効率及び耐久性が高い有機発光素子並びにこれを実現するための材料が求められている。

**【0005】**

上記の課題を解決するため、フルオランテン及びベンゾフルオランテン骨格を有する有機化合物を発光素子に用いる試みがなされている（特許文献1乃至2）。 40

**【0006】**

とはいえたる色相や効率や輝度や耐久性といった観点からは更なる改善が必要である。

**【0007】**

一方、ジインデノクリセン骨格を有する有機化合物の合成例について報告がなされている（非特許文献3）。

**【先行技術文献】****【特許文献】****【0008】**

【特許文献1】WO 2008 - 015945 公報

【特許文献2】WO 2008 - 059713 公報

10

20

30

40

50

## 【非特許文献】

## 【0009】

【非特許文献1】J. Org. Chem., 64, 1650 - 1656 (1999).

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0010】

本発明は、新規な縮合多環化合物を提供することにある。また本発明は、この新規な縮合多環化合物を有した、極めて純度のよい発光色相を呈し、高効率で高輝度な光出力を有し、かつ耐久性のある有機発光素子を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

10

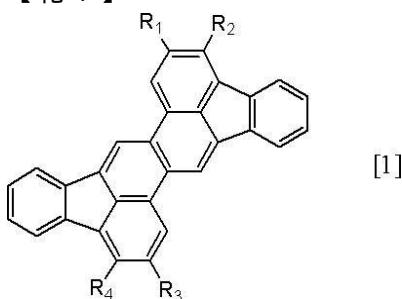
## 【0011】

よって本発明は、

下記一般式[1]で示されることを特徴とする縮合多環化合物を提供する。

## 【0012】

## 【化1】



20

## 【0013】

(一般式[1]において、

R<sub>2</sub>及びR<sub>4</sub>は水素原子である。

R<sub>1</sub>及びR<sub>3</sub>はフェニル基である。

前記フェニル基の、一般式[1]に示すジインデノクリセン骨格の結合位置に対する2つのオルト位は同じ置換基で置換され、前記同じ置換基はアルキル基またはフェニル基のいずれかであり、2つのメタ位及び1つのパラ位はそれぞれ独立に水素原子またはアルキル基で置換されている。)

30

## 【発明の効果】

## 【0014】

本発明により純度のよい発光色相を呈し、安定性の高い、より具体的には一般式[1]で示される新規縮合多環化合物を提供することが出来る。またこの新規縮合多環化合物は有機発光素子用材料として好ましく提供することが出来、そして高効率で高輝度な光出力を有し、かつ耐久性のある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】図1(A)は有機発光素子と電気信号を供給する手段とを示す模式図であり、図1(B)は画素に接続される画素回路と画素回路に接続される信号線と電流供給線とを示す模式図である。

40

【図2】画素回路を示す図である。

【図3】有機発光素子とその下のTFTとを示す断面模式図である。

【図4】化合物C-1の構造式とそのHOMOの電子雲とLUMOの電子雲を示す図である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0016】

以下、本発明に関して詳細に説明する。

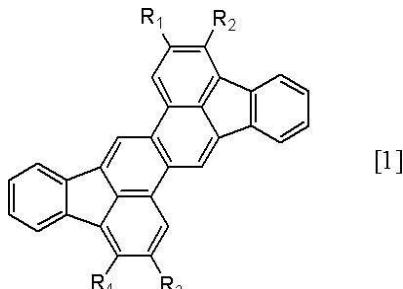
## 【0017】

50

本発明に係る新規縮合多環化合物は、下記一般式 [1] で示される縮合多環化合物である。

**【0018】**

**【化2】**



10

**【0019】**

一般式 [1]において、

R<sub>1</sub> 乃至 R<sub>4</sub> のうち少なくともいずれか 1 つは、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基から選ばれた基であり、それぞれ同じであっても異なっていてもよい。

**【0020】**

本発明において使用される一般式 [1] で示される縮合多環化合物は、ジインデノクリセン骨格の特定の位置に少なくとも 1 つの置換あるいは無置換のアリール基または置換あるいは無置換の複素環基を有する化合物である。無置換のジインデノクリセンは希薄溶液中ににおいて 434 nm に蛍光ピーク波長を有しており、青色蛍光材料、特に有機発光素子用発光材料として適した蛍光特性を有している。しかし、縮合多環化合物は平面構造を有しているため有機溶媒に難溶であり、合成や精製の際に多大な困難を伴うため、一般的には各種置換基を導入することでこの問題を回避する試みがなされる。そこで、導入する置換基の位置や種類が、ジインデノクリセン骨格の蛍光特性や熱的安定性に及ぼす効果について、詳細を以下に述べる。

20

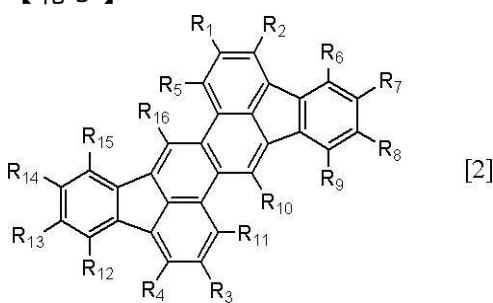
**【0021】**

第 1 に、蛍光波長に対する置換位置の効果について述べる。そして第 2 に、アリール置換基導入による分子間会合抑制効果について述べる。そして第 3 に、導入する置換基の種類について述べる。

30

**【0022】**

**【化3】**



40

**【0023】**

まず第 1 に、蛍光波長に対する置換位置の効果について表 1 を用いて述べる。

**【0024】**

一般式 [1] で示される例示化合物 1 - 1 及び C - 1 (ジインデノクリセン)、C - 2、C - 3 のトルエン希薄溶液中における蛍光スペクトルを測定した。C - 1 は、上記一般式 [2] において R<sub>1</sub> 乃至 R<sub>15</sub> が水素原子である。C - 2 は、上記一般式 [2] において R<sub>7</sub> 及び R<sub>13</sub> に 2 - メチル - 1 - ナフチル基を有し、他は全て水素原子である。C - 3 は、上記一般式 [2] において R<sub>6</sub> 及び R<sub>9</sub> にフェニル基、R<sub>12</sub>、R<sub>15</sub> に 3,5 -ジ - tert - プチルフェニル基を有し、他は全て水素原子である。下表 1 に示す通り、

50

無置換のC-1と比較して例示化合物1-1が最も長波長化しておらず、色度も良好な値を示した。この結果から、例示化合物1-1はC-2及びC-3よりも蛍光が純青色に近く、青色蛍光材料としてより優れているといえる。

### 【0025】

#### 【表1】

表1 トルエン希薄溶液中における蛍光スペクトルのピーク波長及びCIE色度、C-1とのピーク波長差

	蛍光ピーク 波長/nm	蛍光スペクトルの CIE色度(x, y)	C-1との ピーク波長差/nm
C-1	434	(0.15, 0.11)	-
例示化合物1-1	438	(0.15, 0.12)	4
C-2	447	(0.14, 0.16)	13
C-3	456	(0.14, 0.19)	22

10

### 【0026】

上記のように、導入したアリール置換基が蛍光スペクトルに及ぼす効果について考察する。例示化合物1-1及びC-2は共に2つのアリール置換基を有しているが、蛍光ピーク波長は9nmも異なっていた。そこでジインデノクリセンC-1について密度汎関数法(Density Functional Theory)を用いて、B3LYP/6-31G\*レベルでの分子軌道計算を行った。

20

### 【0027】

C-1の化合物のHOMOの電子雲とLUMOの電子雲とを図4に示す。電子雲に記載の数は分子の位置を示す。

### 【0028】

分子軌道の計算の結果、HOMOの電子雲は、上記一般式[2]においてR<sub>1</sub>乃至R<sub>5</sub>及びR<sub>11</sub>が結合する炭素上への分布が少なく、それ以外の炭素原子上に主に分布していた。一方、LUMOの電子雲は分子全体に非局在化しており、特に上記一般式[2]においてR<sub>1</sub>乃至R<sub>16</sub>が結合する炭素上では大きな偏りはみられなかった。この計算結果と蛍光スペクトル測定結果を考慮すると、ジインデノクリセン骨格では置換基の導入位置によってHOMOに対する摂動の程度が異なり、蛍光特性に違いを生じることが理解できる。

30

### 【0029】

上記一般式[2]においてR<sub>7</sub>及びR<sub>13</sub>にアリール基を有するC-2の方が、上記一般式[1]においてR<sub>1</sub>及びR<sub>3</sub>にアリール基を有する例示化合物1-1よりもHOMOに対する共鳴安定化の寄与が大きく、蛍光がより長波長化したといえる。またC-3では4つのアリール基全てがHOMOに摂動し易い位置にあるため、共鳴安定化の効果が大きく働いて最も長波長化したと考えられる。

### 【0030】

従って、ジインデノクリセン誘導体を青色蛍光材料として用いる場合、蛍光の長波長化を防ぐために、置換基を導入する位置は上記一般式[2]においてR<sub>1</sub>乃至R<sub>5</sub>及びR<sub>11</sub>であることが好ましい。

40

### 【0031】

第2に、アリール置換基導入による分子間会合抑制効果について述べる。

### 【0032】

例示化合物1-1及びC-1、C-2、C-3のスピンドコート膜を作成し、蛍光スペクトルを測定したところ、希薄溶液中の蛍光スペクトルと比較して最もピーク波長がシフトしたのはC-1であった。この時の蛍光スペクトルは幅広く、緑色から黄色領域にまで及んでいたことから、無置換体であるC-1は固体状態において縮合多環上の電子相互作用により強く分子間会合して安定化し、蛍光が長波長化したといえる。

### 【0033】

50

置換基を有するインデノクリセン誘導体の中では、4つのアリール基を有するC-3において最も分子間会合が抑制されていた。また、2つのアリール基を有する例示化合物1-1及びC-2の比較から、上記一般式[2]においてR<sub>7</sub>及びR<sub>1-3</sub>にアリール基を導入するよりも、上記一般式[1]においてR<sub>1</sub>及びR<sub>3</sub>にアリール基を導入した方が、より効果が高く好ましい。

#### 【0034】

表2にスピンコート膜における蛍光スペクトルのピーク波長及びCIE色度、トルエン希薄溶液中とのピーク波長差を示す。

#### 【0035】

#### 【表2】

10

表2 スピンコート膜における蛍光スペクトルのピーク波長及びCIE色度、トルエン希薄溶液中とのピーク波長差

	蛍光ピーク 波長/nm	蛍光スペクトルの CIE色度(x, y)	トルエン希薄溶液中との ピーク波長差/nm
C-1	508	(0.27, 0.49)	74
例示化合物1-1	489	(0.16, 0.39)	51
C-2	510	(0.26, 0.58)	63
C-3	481	(0.17, 0.36)	25

#### 【0036】

20

この結果より、ジインデノクリセンを単体または他の材料に混合・分散させて固体状態の青色蛍光材料として用いる場合、分子間会合を抑制するためにアリール置換基を導入することが効果的である。上記の、スピンコート膜の蛍光スペクトルを測定した化合物の中でも、例示化合物1-1及びC-3は単体の薄膜状態でも蛍光が青色領域を逸脱せず、好ましい。さらには、分散状態にすることにより純度の高い青色蛍光を実現できる例示化合物1-1が最も好ましい。

#### 【0037】

第3に、導入する置換基の種類について述べる。

#### 【0038】

30

非特許文献5にジインデノクリセン誘導体C-4{上記一般式[2]においてR<sub>1-6</sub>及びR<sub>1-6</sub>にジ(4-tert-ブチルフェニル)メチル基を有し、他は全て水素原子}の合成例があり、その熱的安定性についても記載がある。たとえば“J. Org. Chem., 64, 1650-1656 (1999)”において、pp. 1651-1652; 本文及び“Scheme 5”、p. 1654; “Experimental Section”中の“Chrysene 23”の項に記載がある。

#### 【0039】

それによれば、C-4は封管中で加熱すると当初黄色固体であったものが、180℃から徐々に茶色に変色して332℃で融解及び分解してしまう。ここで、ジインデノクリセンに結合するメチル基にはベンジル水素が存在しており、これが解離して生成するラジカルやアニオン対はジインデノクリセンの縮合多環と共に鳴構造を取ることにより大きく安定化する。またベンジル水素が結合するsp<sup>3</sup>炭素上には3つのアリール基が結合して立体的に込み合っており、不安定である。このように電子的及び立体的原因により、C-4におけるベンジル水素は非常に不安定であり、容易に熱分解を起こす原因となっていることが推察される。このような不安定性は熱に対してのみならず、酸素や光、塩基といったものにも生じる可能性があるから、C-4を蛍光材料として用いるのは好ましくない。

40

#### 【0040】

一方、例示化合物1-1を窒素雰囲気下で熱重量-示差熱分析(TG-DTA)装置により測定したところ、380℃においても分解は観測されなかった。例示化合物1-1においても、置換基である2,4,6-トリイソプロピルフェニル基中にベンジル水素を有する。しかし、ジインデノクリセンに直接結合する炭素原子はアリール基中のsp<sup>2</sup>炭素

50

であり、ベンジル水素を持たないのでC-4よりも熱的に安定だといえる。従って、ジインデノクリセンに導入する置換基として、 $s p^2$ 炭素からなるアリール基及び複素環基が好ましい。

#### 【0041】

上記3点の考察をまとめると、即ち青色蛍光材料として有用なジインデノクリセン誘導体は、上記一般式[2]において $R_1$ 乃至 $R_5$ 及び $R_{11}$ のうち少なくともいずれか1つが、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基からそれぞれ独立に選ばれた基である縮合多環化合物である。しかし、 $R_5$ 及び $R_{11}$ の位置はカップリング反応などにより置換基を導入する際、それぞれ $R_{16}$ 及び $R_{10}$ によって著しい立体障害を受けて収率が低下するので、好ましくない。これは $R_{16}$ 及び $R_{10}$ が水素原子であつても顕著である。10

#### 【0042】

従って、より好ましくは、上記一般式[1]において、 $R_1$ 乃至 $R_4$ のうち少なくともいずれか1つは、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基から選ばれた基であり、それぞれ同じであっても異なっていてもよいことを特徴とする縮合多環化合物である。

#### 【0043】

そして、上記一般式[2]において $R_2$ 及び $R_4$ はそれぞれ $R_6$ 及び $R_{12}$ により中程度の立体障害を受ける。上記一般式[1]において、さらに好ましくは、 $R_2$ 及び $R_4$ が水素原子であり、 $R_1$ 及び $R_3$ のうち少なくとも1つは、置換あるいは無置換のアリール基、置換あるいは無置換の複素環基から選ばれた基であり、それぞれ同じであっても異なっていてもよいことを特徴とする縮合多環化合物である。20

#### 【0044】

本発明において使用される上記一般式[1]で示される化合物は、一対の電極とその間に配置される有機化合物層とを少なくとも有する有機発光素子において有機化合物層が有する縮合多環化合物である。

#### 【0045】

一対の電極は陽極と陰極のことである。陽極と陰極の少なくとも一方が発光色にとって透明あるいは半透明（透過率がおよそ50%）である。

#### 【0046】

この有機化合物層は発光層である。30

#### 【0047】

発光層とはその層自体が発光することである。本発明に係る有機発光素子はこの発光層以外に他の機能層を有しても良くその場合有機発光素子は発光層を含め他の機能層とともに積層されている。有機発光素子の層構成については後述する。

#### 【0048】

発光層である有機化合物層は上記一般式[1]で示される縮合多環化合物を有する。

#### 【0049】

発光層において上記一般式[1]で示される縮合多環化合物を単独で用いてもよい。あるいはゲスト材料として用いてもよい。40

#### 【0050】

本発明においてゲスト材料とは有機発光素子の実質的な発光色を規定する材料のことであり、それ自身が発光する材料である。

#### 【0051】

ホスト材料は、このゲスト材料よりも組成比が高い材料のことである。

#### 【0052】

ゲスト材料は有機発光層において組成比が低く、ホスト材料は組成比が高い。この場合組成比とは有機化合物層を構成する全成分を分母とする重量%で示される。

#### 【0053】

上記一般式[1]で示される縮合多環化合物を、ゲストとして用いる場合の含有量とし50

ては、好ましくは、発光層の全重量に対して0.1重量%以上30重量%以下であり、更に好ましくは、濃度消光を抑制する場合には、0.1重量%以上15重量%以下である。有機化合物層がホスト材料とゲスト材料のみから構成される場合もこの数値範囲が当てはまる。

#### 【0054】

有機化合物層において、ゲスト材料は有機化合物層全体に均一あるいは濃度勾配を有して含まれていてもよい。あるいは有機化合物層のある領域にのみ含まれて別の領域ではゲスト材料を含まない領域があつてもよい。

#### 【0055】

またこの上記一般式[1]で示される縮合多環化合物をゲストとして用いる場合には、ホスト材料としては、特に限定されるものではないが、安定なアモルファス膜から構成される有機発光素子を提供するためには、縮合多環誘導体が好ましく用いられる。そして、高効率で耐久性のある有機発光素子を提供するためにはホスト材料自身の発光収率が高いことやホスト自身の化学的安定性が必要とされる。そのため、更に好ましくはフルオレン誘導体、ピレン誘導体、フルオランテン誘導体、ベンゾフルオランテン誘導体等の蛍光量子収率が高く化学的に安定な縮合多環誘導体が好ましい。

10

#### 【0056】

耐久性のある有機発光素子を提供するためには、それを構成する有機発光素子用化合物の化学的安定性が必要になる。

#### 【0057】

20

上記一般式[1]で表される縮合多環化合物は5員環構造による電子吸引効果により一重項酸素分子等の求電子反応による反応性は低く化学的に安定であるという特徴がある。また、5員環構造が2つあることは、フルオランテン、ベンゾフルオランテン等の5員環構造が一つある骨格より化学的安定性が高い。

#### 【0058】

上記一般式[1]で示される縮合多環化合物は5員環構造による電子吸引性により電子注入性を備え、有機発光素子用材料として使用した場合、駆動電圧を低下することができる。また、5員環構造が2つあることは、フルオランテン、ベンゾフルオランテン等の5員環構造が1つある骨格より駆動電圧を低下する効果は高い。

30

#### 【0059】

本発明に係る有機発光素子をディスプレイに応用する場合、ディスプレイの表示領域内の青色発光画素として好ましく用いることが出来る。上記一般式[1]で示される縮合多環化合物は、希薄溶液中における発光ピークが430-440nmと最適なピーク位置を示す。

#### 【0060】

一般にディスプレイに有機発光素子を用いる場合、青発光素子が有する青色発光材料は発光ピークが430-480nmの範囲にあることが重要である。

#### 【0061】

40

即ち本発明に係る有機発光素子は、青色発光素子を提供するのに重要な発光ピークの範囲内の青色発光材料を有しているというだけではない。即ち430-440nmという430-480nmよりも狭い範囲のピーク位置を発光ピークが有する青色発光材料を有しているということがいえる。

#### 【0062】

なお有機発光素子用の有機化合物は分子量1000以下の材料であることが好ましい。というのも精製方法として昇華精製を用いることができるからであり、昇華精製は材料を高純度化する点で効果が大きい。

#### 【0063】

本発明に係る有機発光素子が有機化合物層に有する有機化合物は、特に上記一般式[1]で示される縮合多環化合物は分子量1000以下であることが好ましい。

#### 【0064】

50

本発明に係る有機発光素子が有機化合物層に有する上記一般式 [ 1 ] の縮合多環化合物は、熱的に安定であるため好ましい。

【 0 0 6 5 】

有機発光素子を作成する有機化合物層を形成するにあたり有機化合物は昇華精製や蒸着といった工程を経る。

【 0 0 6 6 】

この場合  $10^{-3}$  Pa 程度の高真空で 300 度以上の温度が有機化合物にかかる。この際、熱安定性の低い材料の場合、分解や反応といったことが起き、物性が得られなくなってしまうことがある。

【 0 0 6 7 】

上記一般式 [ 1 ] における縮合多環化合物の置換基 ( R<sub>1</sub> 乃至 R<sub>4</sub> ) を以下に示す。

10

【 0 0 6 8 】

置換あるいは無置換のアリール基としては、フェニル基、ナフチル基、インデニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、フルオレニル基などが挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【 0 0 6 9 】

置換あるいは無置換の複素環基としては、ピリジル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基、チアゾリル基、チアジアゾリル基、カルバゾリル基、アクリジニル基、フェナントロリル基などが挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

【 0 0 7 0 】

20

上記置換基、即ちアリール基、複素環基のいずれかが有してもよい置換基としては、メチル基、エチル基、プロピル基などのアルキル基、ベンジル基などのアラルキル基、フェニル基、ビフェニル基などのアリール基、ピリジル基、ピロリル基などの複素環基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジベンジルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ジトリルアミノ基などのアミノ基、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、フェノキシ基などのアルコキシ基、シアノ基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素などのハロゲン原子などが挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

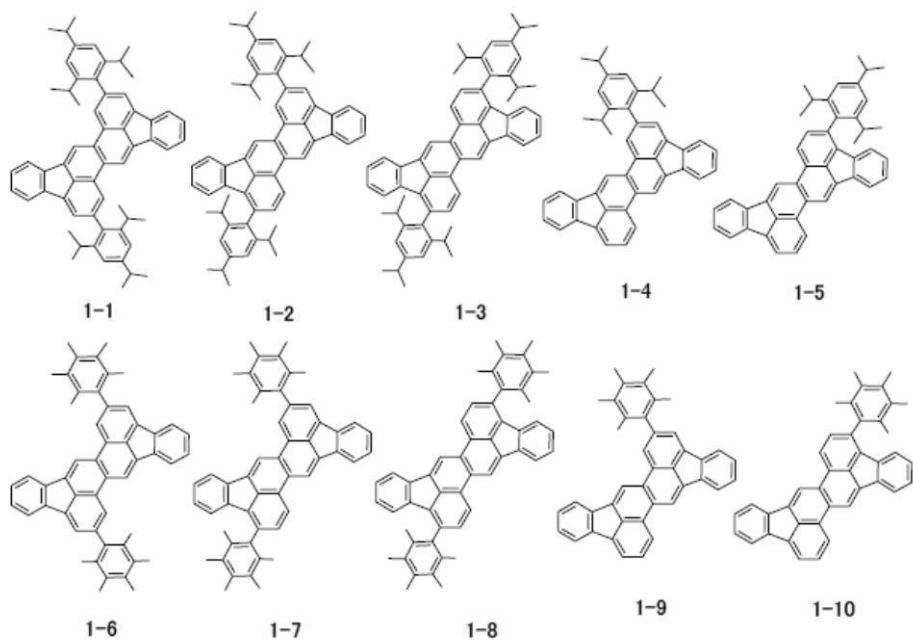
【 0 0 7 1 】

さらに、本発明において使用される上記一般式 [ 1 ] で示される縮合多環化合物を具体的に以下に挙げるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

30

【 0 0 7 2 】

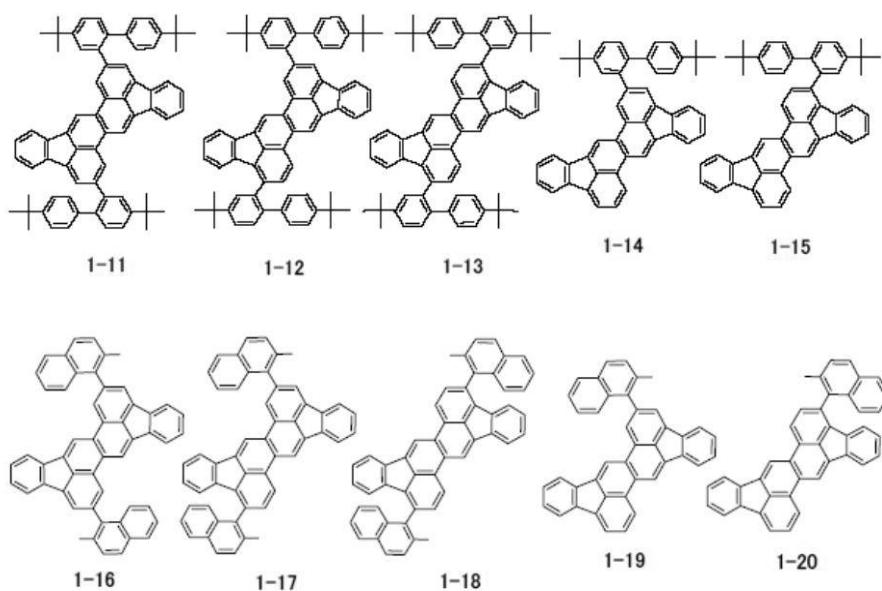
## 【化4】



10

## 【0073】

## 【化5】



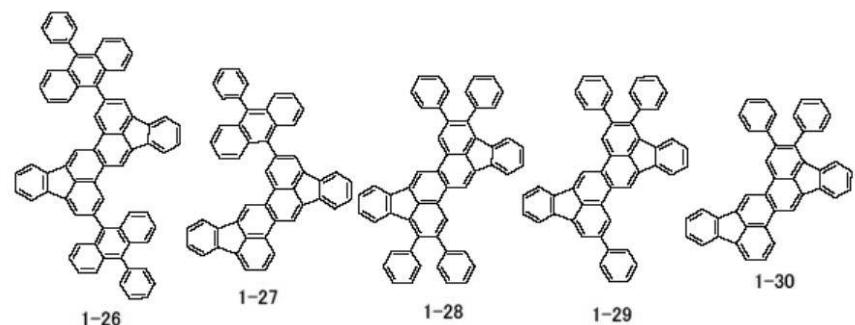
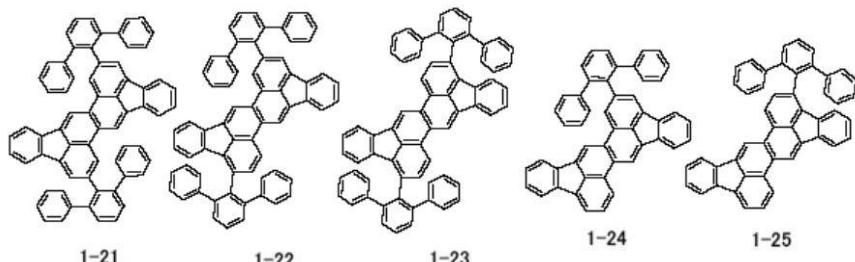
20

## 【0074】

30

40

## 【化6】

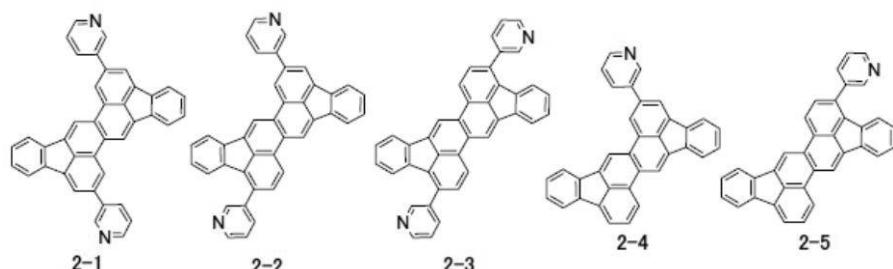


10

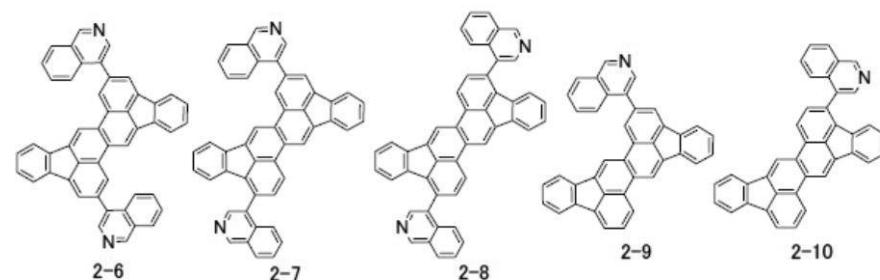
## 【0075】

20

## 【化7】



30



40

## 【0076】

以下に、多層型の有機発光素子の好ましい例として第一から第五までを示す。

## 【0077】

第一の多層型の例としては、基板上に、順次（陽極 / 発光層 / 陰極）を設けた構成のものを挙げる。ここで使用する有機発光素子は、発光層自体がホール輸送能、電子輸送能及び発光性の性能を有している場合や、それぞれの特性を有する化合物を混ぜて使う場合に有用である。

## 【0078】

第二の多層型の例としては、基板上に、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を挙げる。この場合は、ゲスト材料を有する発光層はホール輸送層

50

あるいは電子輸送層のいずれである。

**【0079】**

第三の多層型の例としては、基板上に、順次（陽極／ホール輸送層／発光層／電子輸送層／陰極）を設けた構成のものを挙げる。これは、キャリア輸送と発光の機能を分離したものである。そしてホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した化合物と適時組み合わせて用いることができる。その結果材料選択の自由度が増すとともに、発光波長を異にする種々の化合物が使用できるため、発光色相の多様化が可能になる。さらに、中央の発光層に各キャリアあるいは励起子を効果的に閉じこめて、発光効率の向上を図ることも可能になる。

**【0080】**

第四の多層型の例としては、基板上に、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）を設けた構成のものを挙げる。これは陽極とホール輸送層の密着性改善あるいはホールの注入性改善に効果があり、低電圧化に効果的である。

**【0081】**

第五の多層型の例としては、基板上に、順次（陽極／ホール輸送層／発光層／ホール・エキシトンブロッキング層／電子輸送層／陰極）を設けた構成のものを挙げる。これはホールあるいは励起子（エキシトン）が陰極側に抜けることを阻害する層（ホール／エキシトンブロッキング層）を、発光層、電子輸送層間に挿入した構成である。イオン化ポテンシャルの非常に高い化合物をホール／エキシトンブロッキング層として用いる事により、発光効率の向上に効果的な構成である。

**【0082】**

ただし、第一乃至第五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、電極と有機層界面に絶縁性層を設ける、接着層あるいは光学干渉層を設ける、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。

**【0083】**

本発明に係る有機発光素子が有する有機化合物層は、上記一般式〔1〕で示される縮合多環化合物のほかに必要に応じて低分子系およびポリマー系のホール輸送性化合物あるいは電子輸送性化合物などを有してもよい。

**【0084】**

以下にこれらの化合物例を挙げる。

**【0085】**

上記ホール注入層及び又はホール輸送層などに用いる正孔（ホール）注入輸送性材料としては、陽極からのホールの注入を容易にし、また注入されたホールを発光層に輸送する優れたモビリティを有することが好ましい。

**【0086】**

正孔注入輸送性能を有する低分子および高分子系材料としては、例えば以下のものが挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

**【0087】**

トリアリールアミン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、トリアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ピラゾリン誘導体、ピラゾロン誘導体、オキサゾール誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、フタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体、およびポリ（ビニルカルバゾール）、ポリ（シリレン）、ポリ（チオフェン）、その他導電性高分子。

**【0088】**

上記電子注入層及び又は電子輸送層などに用いる電子注入輸送性材料としては、陰極からの電子の注入を容易にし、注入された電子を発光層に輸送する機能を有するものから任意に選ぶことができる。その場合ホール輸送材料のキャリア移動度とのバランス等を考慮し選択される。電子注入輸送性能を有する材料としては、例えば以下のものが挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

10

20

30

40

50

## 【0089】

オキサジアゾール誘導体、オキサゾール誘導体、チアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、ピラジン誘導体、トリアゾール誘導体、トリアジン誘導体、ペリレン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、フルオレノン誘導体、アントロン誘導体、フェナントロリン誘導体、有機金属錯体等。

## 【0090】

本発明に係る有機発光素子において、本発明の上記一般式 [1] で示される縮合多環化合物を有する有機化合物層及びその他の有機化合物からなる層は、次に示す方法により形成される。即ち真空蒸着法、イオン化蒸着法、スパッタリング、プラズマあるいは、適当な溶媒に溶解させた溶液を用いた塗布法（例えば、スピンドルコート法、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。10

## 【0091】

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、適当な接着樹脂と組み合わせて膜を形成することもできる。

## 【0092】

上記接着樹脂としては、広範囲な接着性樹脂より選択できる。例えば、例えば以下のものが挙げられるが、もちろんこれらに限定されるものではない。

## 【0093】

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、ポリアリレート樹脂、ポリスチレン樹脂、ABS樹脂、ポリブタジエン樹脂、ポリウレタン樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、ブチラール樹脂、ポリビニルアセタール樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリエーテルスルホン樹脂、ジアリルフタレート樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、シリコーン樹脂、ポリスルホン樹脂、尿素樹脂等。20

## 【0094】

また、これら接着樹脂は、単独または共重合体ポリマーとして1種または2種以上用いられても良い。さらに必要に応じて、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。

## 【0095】

陽極材料としては、仕事関数がなるべく大きなものがよい。例えば、金、白金、銀、銅、ニッケル、パラジウム、コバルト、セレン、バナジウム、タンゲ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等の金属酸化物が使用できる。また、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェン、ポリフェニレンスルフィド等の導電性ポリマーも使用できる。これらの電極物質は単独で用いるか、あるいは複数併用することもできる。また、陽極は一層構成でもよく、多層構成をとることもできる。30

## 【0096】

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、ナトリウム、カリウム、セシウム、カルシウム、マグネシウム、アルミニウム、インジウム、ルテニウム、チタニウム、マンガン、イットリウム、銀、鉛、錫、クロム等の金属単体が挙げられる。あるいはリチウム-インジウム、ナトリウム-カリウム、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、マグネシウム-インジウム等、複数の合金として用いることができる。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用いるか、あるいは複数併用することもできる。また、陰極は一層構成でもよく、多層構成をとることもできる。40

## 【0097】

本発明に係る有機発光素子を有する基板としては、特に限定するものではないが、金属製基板、セラミックス製基板等の不透明性基板、ガラス、石英、プラスチックシート等の透明性基板が用いられる。また、基板にカラーフィルター膜、蛍光色変換フィルター膜、50

誘電体反射膜等を用いて発色光をコントロールすることも可能である。

【0098】

なお、作製した素子に対して、酸素や水分等との接触を防止する目的で保護層あるいは封止層を設けてよい。

【0099】

保護層としては、ダイヤモンド薄膜、金属酸化物、金属窒化物等の無機材料膜、フッ素樹脂、ポリエチレン、シリコーン樹脂、ポリスチレン樹脂等の高分子膜、さらには、光硬化性樹脂等が挙げられる。また、ガラス、気体不透過性フィルム、金属等で被覆し、適当な封止樹脂により素子自体をパッケージングすることもできる。

【0100】

また、素子の光取り出し方向に関しては、ボトムエミッション構成（基板側から光を取り出す構成）及び、トップエミッション（基板の反対側から光を取り出す構成）のいずれも可能である。

【0101】

本発明に係る有機発光素子は、省エネルギーと高輝度が必要な製品に応用が可能である。応用例としてはP Cモニタやテレビジョン等の表示装置（ディスプレイ）・照明装置やプリンターの光源、液晶表示装置のバックライトなどが考えられる。またレンズや受光素子等を有する撮像装置が、即ちデジタルスチルカメラやデジタルビデオカメラ等が、表示部であるファインダーに本発明に係る有機発光素子を画素として有しても良い。

【0102】

表示装置としては、省エネルギーと高視認性・軽量なフラットパネルディスプレイが可能となる。

【0103】

また、プリンターの光源としては、現在広く用いられているレーザービームプリンタのレーザー光源部を、本発明に係る有機発光素子に置き換えることができる。独立にアドレスできる有機発光素子をアレイ上に配置し、感光ドラムに所望の露光を行うことで、画像（潜像）を形成する。この場合装置体積を大幅に減少することができる。

【0104】

照明装置やバックライトに関しては、省エネルギー効果が期待できる。

【0105】

また、基板にカラーフィルター膜、蛍光色変換フィルター膜、誘電体反射膜などを用いて発光色をコントロールする事も可能である。

【0106】

また、基板上に薄膜トランジスタ（TFT）を作成し、それに接続して素子を作成することも可能である。また、基板上にマトリックスを構成して素子を作成し、照明に用いることも可能である。

【0107】

次に、本発明の有機発光素子を使用した表示装置について説明する。この表示装置は、本発明の有機発光素子と、本発明に係る有機発光素子に電気信号を供給する手段と、を具備することを特徴とするものである。以下、図面を参照して、アクティブマトリクス方式を例にとって、本発明の表示装置を詳細に説明する。

【0108】

図1（A）は、表示装置の一形態である、本発明の有機発光素子と、本発明に係る有機発光素子に電気信号を供給する手段とを備えた表示装置の構成例を模式的に示す図である。

【0109】

図1（B）は、画素に接続される画素回路と画素回路に接続される信号線と電流供給線とを模式的に示す図である。

【0110】

本発明に係る有機発光素子に電気信号を供給する手段とは、図1（A）において走査信

10

20

30

40

50

号ドライバー 11、情報信号ドライバー 12、電流供給源 13 及び図 1 (B) において画素回路 15 のことを指す。

#### 【0111】

図 1 (A) の表示装置 1 は、走査信号ドライバー 11、情報信号ドライバー 12、電流供給源 13 が配置され、それぞれゲート選択線 G、情報信号線 I、電流供給線 C に接続される。ゲート選択線 G と情報信号線 I の交点には、画素回路 15 が配置される (図 1 (B))。本発明に係る有機発光素子からなる画素 14 はこの画素回路 15 ごとに對応して設けられる。画素 14 は有機発光素子である。従って、本図においては発光点として有機発光素子を示している。本図において有機発光素子の上部電極が他の有機発光素子の上部電極と共に通してても良い。もちろん上部電極は各発光素子毎に個別に設けられていても良い。10

#### 【0112】

走査信号ドライバー 11 は、ゲート選択線 G1、G2、G3 … Gn を順次選択し、これに同期して情報信号ドライバー 12 から画像信号が情報信号線 I1、I2、I3 … In のいずれかを介して画素回路 15 に印加される。

#### 【0113】

次に、画素の動作について説明する。図 2 は、図 1 (A) の表示装置に配置されている 1 つの画素を構成する回路を示す回路図である。図 2 は第二の薄膜トランジスタ (TFT2) 23 が有機発光素子 24 を発光させるための電流を制御している。図 2 の画素回路 2 においては、ゲート選択線 Gi に選択信号が印加されると、第一の薄膜トランジスタ (TFT1) 21 が ON になり、コンデンサー (Cadd) 22 に画像信号 Ii が供給され、第二の薄膜トランジスタ (TFT2) 23 のゲート電圧を決定する。有機発光素子 24 には第二の薄膜トランジスタ (TFT2) (23) のゲート電圧に応じて電流供給線 Ci より電流が供給される。ここで、第二の薄膜トランジスタ (TFT2) 23 のゲート電位は、第一の薄膜トランジスタ (TFT1) 21 が次に走査選択されるまでコンデンサー (Cadd) 22 に保持される。このため、有機発光素子 24 には、次の走査が行われるまで電流が流れ続ける。これにより 1 フレーム期間中常に有機発光素子 24 を発光させることが可能となる。20

#### 【0114】

なお不図示ではあるが、有機発光素子 24 の電極間の電圧を薄膜トランジスタが制御する電圧書き込み方式の表示装置にも本発明に係る有機発光素子は用いられることが出来る。

#### 【0115】

図 3 は、図 1 (A) の表示装置で用いられる TFT 基板の断面構造の一例を示した模式図である。TFT 基板の製造工程の一例を示しながら、構造の詳細を以下に説明する。

#### 【0116】

図 3 の表示装置 3 を製造する際には、まずガラス等の基板 31 上に、上部に作られる部材 (TFT 又は有機層) を保護するための防湿膜 32 がコートされる。防湿膜 32 を構成する材料として、酸化ケイ素又は酸化ケイ素と窒化ケイ素との複合体等が用いられる。次に、スパッタリングにより Cr 等の金属を製膜することで、所定の回路形状にパターニングしてゲート電極 33 を形成する。40

#### 【0117】

続いて、酸化シリコン等をプラズマ CVD 法又は触媒化学気相成長法 (cat-CVD 法) 等により製膜し、パターニングしてゲート絶縁膜 34 を形成する。次に、プラズマ CVD 法等により (場合によっては 290 以上の温度でアニールして) シリコン膜を製膜し、回路形状に従ってパターニングすることで半導体層 35 を形成する。

#### 【0118】

さらに、この半導体膜 35 にドレイン電極 36 とソース電極 37 とを設けることで TFT 素子 38 を作製し、図 2 に示すような回路を形成する。次に、この TFT 素子 38 の上部に絶縁膜 39 を形成する。次に、コンタクトホール (スルーホール) 310 を、金属か50

らなる有機発光素子用の陽極 311 とソース電極 37 とが接続するように形成する。

**【0119】**

この陽極 311 の上に、多層あるいは単層の有機層 312 と、陰極 313 とを順次積層することにより、表示装置 3を得ることができる。このとき、有機発光素子の劣化を防ぐために第一の保護層 314 や第二の保護層 315 を設けてもよい。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。

**【0120】**

尚、上記の表示装置は、スイッチング素子に特に限定はなく、単結晶シリコン基板やMIM素子、a-Si型等でも容易に応用することができる。

10

**【0121】**

上記ITO電極の上に多層あるいは単層の有機発光層／陰極層を順次積層し有機発光表示パネルを得ることができる。本発明の有機化合物を用いた表示パネル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。

**【0122】**

また、素子の光取り出し方向に関しては、ボトムエミッション構成（基板側から光を取り出す構成）及び、トップエミッション（基板の反対側から光を取り出す構成）のいずれも可能である。

**【実施例】**

**【0123】**

20

以下、実施例を説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

**【0124】**

（製造例 1）[例示化合物 1-1 の製造方法]

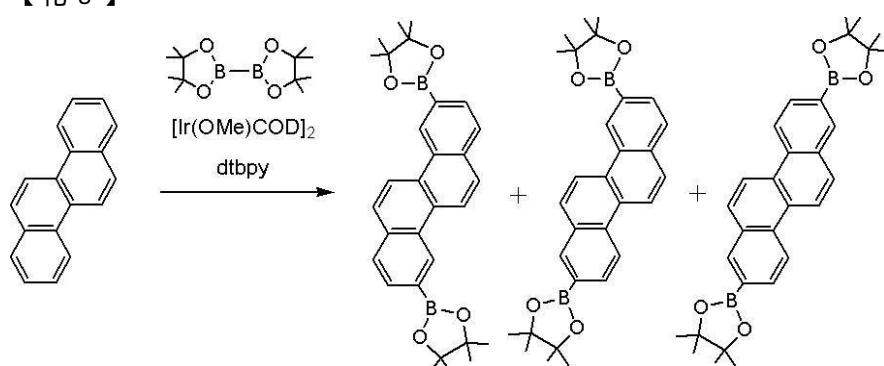
本発明に係る上記一般式 [1] で示される縮合多環化合物の一例である例示化合物 1-1 は、例えば以下に説明する方法により製造できる。

**【0125】**

（1）中間体混合物 1 の合成

**【0126】**

**【化8】**



30

**【0127】**

窒素雰囲気下、以下の化合物をシクロヘキサン（60ml）中で混合し、80℃に加熱したシリコーンオイルバス上で6時間加熱攪拌した。

クリセン 3.00g (13.1mmol)

ビス(ピナコラト)ジボロン 8.01g (31.5mmol)

[Ir(OMe)COD]<sub>2</sub> 0.250g (0.377mmol)

4',4''-ジ-tert-ブチル-2,2'-ビピリジン (dtbpy) 0.202g  
(0.754mmol)

室温まで冷却後、反応析出物をろ過し、得られた個体をヘプタンで洗浄した。さらに、クロロホルム/メタノール系で再結晶を行い、生じた白色粉末を80℃で真空乾燥して中

40

50

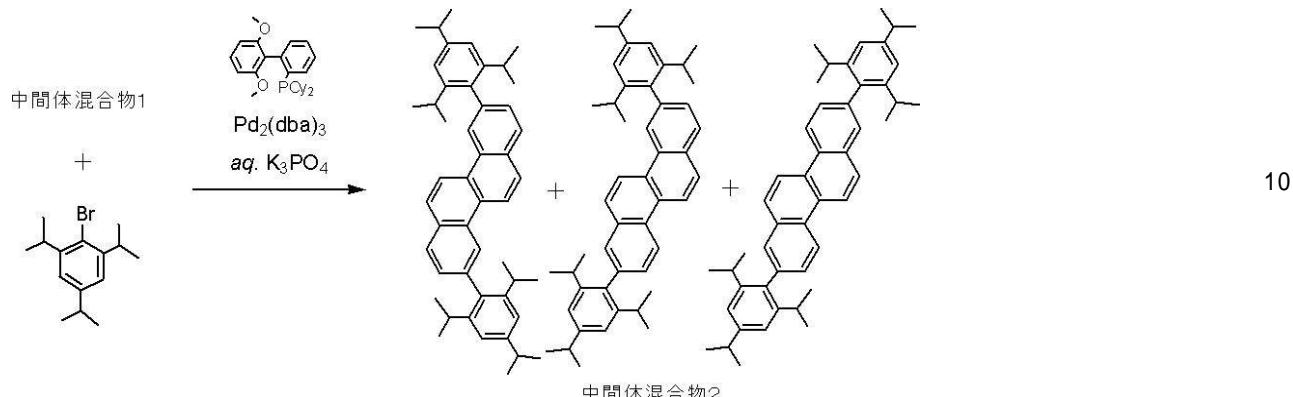
間体混合物1を4.23g(収率67%)得た。

【0128】

(2) 中間体混合物2の合成

【0129】

【化9】



【0130】

窒素雰囲気下、以下の化合物をトルエン(16ml)に溶解させ、さらにリン酸カリウム4.30g(19.1mmol)を蒸留水9mlに溶解させた水溶液を加え、90℃に加熱したシリコーンオイルバス上で3時間加熱攪拌した。

中間体混合物1 2.30g(4.79mmol)

2,4,6-トリイソプロピルブロモベンゼン 4.10g(14.5mmol)

2-ジシクロヘキシルfosfino-2',6'-ジメトキシビフェニル 0.433g  
(1.05mmol)

Pd<sub>2</sub>dba<sub>3</sub> 0.219g(0.240mmol)

室温まで冷却後、水、トルエン、酢酸エチルを加え、有機層を分離し、水層をさらにトルエン、酢酸エチルの混合溶媒で抽出(2回)し、はじめに分離した有機層溶液に加えた。有機層を飽和食塩水で洗浄後、硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(移動相；トルエン：ヘプタン=1:3)で精製した。

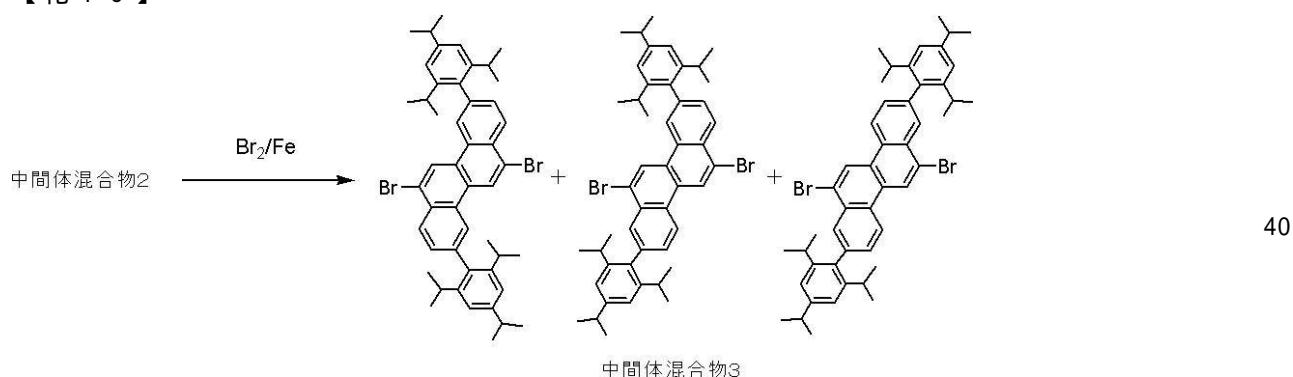
80℃で真空乾燥し、中間体混合物2を1.52g(収率50%)得た。

【0131】

(3) 中間体混合物3の合成

【0132】

【化10】



【0133】

窒素雰囲気下、中間体混合物2(0.900g、1.42mmol)をジクロロメタン(5ml)に溶解し、鉄粉0.100gを加えて0℃まで氷冷した。その後、臭素の2v/o 1%ジクロロメタン溶液を7.3ml滴下し、反応溶液を室温へ戻して2時間攪拌した。クロロホルムと飽和チオ硫酸ナトリウム水溶液を加えて臭素の色が消えるまで攪拌し、有機層を分離して飽和食塩水で洗浄後、硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣

50

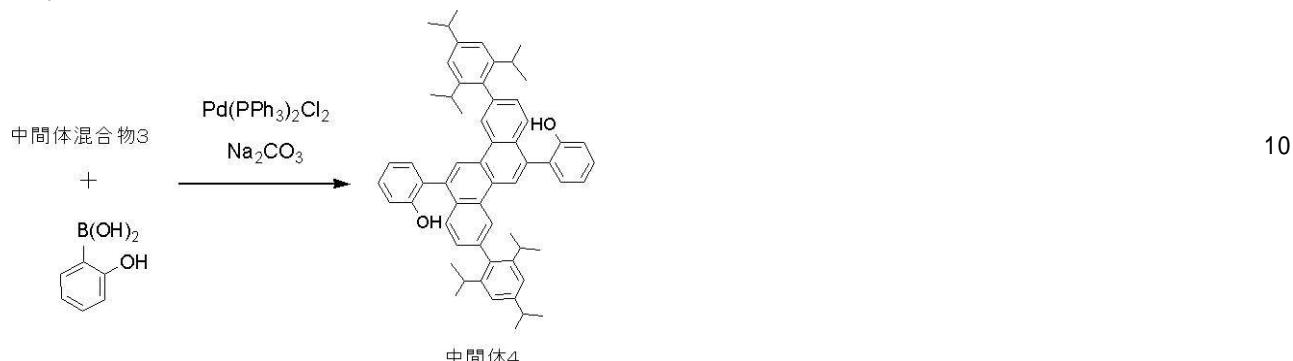
をクロロホルム / メタノール系で再結晶した。生じた白色粉末を 80 で真空乾燥して中間体混合物 3 を 1.07 g (収率 95 %) 得た。

## 【0134】

(4) 中間体 4 の合成

## 【0135】

## 【化11】



## 【0136】

窒素雰囲気下、以下の化合物をテトラヒドロフラン (10 ml) と蒸留水 (0.8 ml) の混合溶媒に懸濁させ、80 に加熱したシリコーンオイルバス上で 5 時間加熱攪拌した。

中間体混合物 3 1.07 g (1.35 mmol)  
2 - ヒドロキシフェニルボロン酸 0.560 g (4.06 mmol)  
 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_2\text{Cl}_2$  0.0948 g (0.135 mmol)  
炭酸ナトリウム 0.859 g (8.10 mmol)

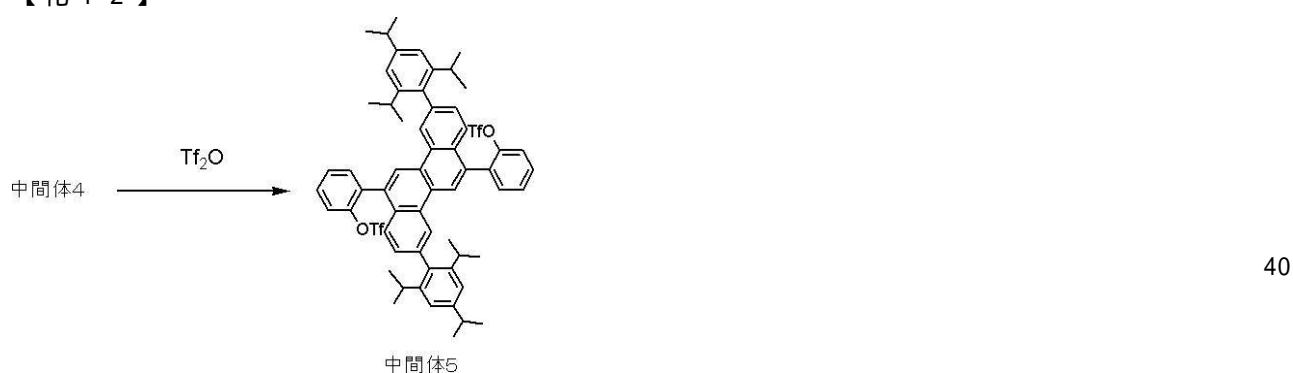
室温まで冷却後、水、トルエン、酢酸エチルを加え、有機層を分離し、水層をさらにトルエン、酢酸エチルの混合溶媒で抽出 (2回) し、はじめに分離した有機層溶液に加えた。有機層を飽和食塩水で洗浄後、硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (移動相; クロロホルム : ヘプタン = 4 : 1) で精製した。100 で真空乾燥し、中間体 4 を 0.255 g (収率 23 %) 得た。

## 【0137】

(5) 中間体 5 の合成

## 【0138】

## 【化12】



## 【0139】

窒素雰囲気下、中間体 4 (0.255 g、0.312 mmol) をピリジン (5 ml) に溶解し、0 まで氷冷した。その後、トリフルオロメタンスルホン酸無水物を 0.155 ml 滴下し、反応溶液を室温へ戻して 2 時間攪拌した。溶媒を留去し、残渣をメタノールで洗浄した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (移動相; クロロホルム : ヘプタン = 1 : 2) で精製した。100 で真空乾燥し、中間体 5 を 0.240 g (収率 71 %) 得た。

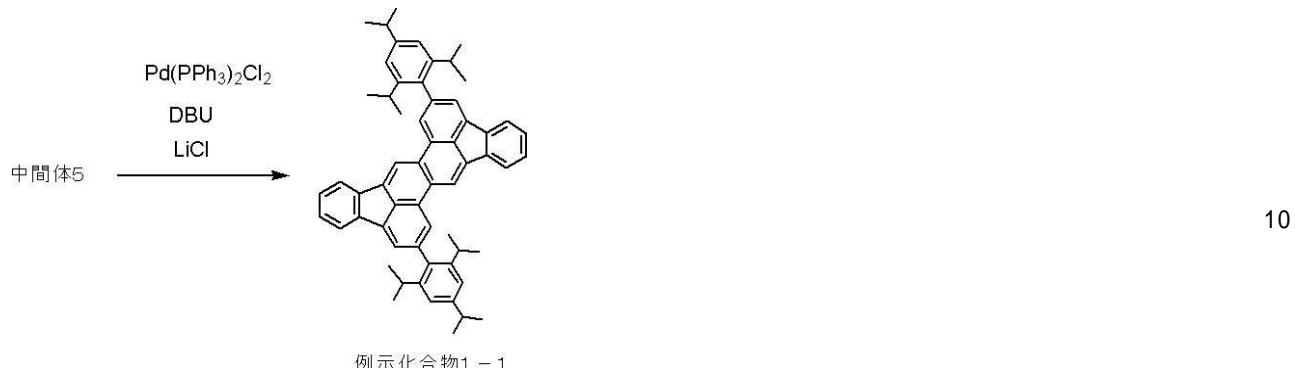
50

## 【0140】

(6) 例示化合物1-1の合成

## 【0141】

## 【化13】



## 【0142】

窒素雰囲気下、以下の化合物をN,N-ジメチルホルムアミド(10ml)に溶解し、140に加熱したシリコーンオイルバス上で10時間加熱攪拌した。

中間体5 0.200g(0.185mmol)

1,8-ジアザビシクロ[5.4.0]-7-ウンデセン(DBU) 0.113g(0.740mmol)

Pd(PPh<sub>3</sub>)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> 0.0260g(0.37mmol)

塩化リチウム 0.047g(1.11mmol)

室温まで冷却後、水、トルエン、酢酸エチルを加え、有機層を分離し、水層をさらにトルエン、酢酸エチルの混合溶媒で抽出(2回)し、はじめに分離した有機層溶液に加えた。有機層を飽和食塩水で洗浄後、硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を留去し、残渣をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(移動相；クロロホルム：ヘプタン=1:3)で精製した。120で真空乾燥し、さらに昇華精製を行い、黄色固体として例示化合物1-1を0.032g(収率22%)得た。

## 【0143】

MALDI-TOF MS(マトリックス支援レーザー脱離イオン化-飛行時間型質量分析)によりこの化合物のM<sup>+</sup>である780.5を確認した。

## 【0144】

さらに、<sup>1</sup>H-NMR測定によりこの化合物の構造を確認した。

## 【0145】

<sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>, 600MHz) (ppm): 9.14(1H, s), 8.54(1H, s), 8.08(1H, m), 7.93(2H, m), 7.45(2H, m), 7.21(2H, s), 3.05(1H, m), 2.81(2H, m), 1.40(3H, s), 1.39(3H, s), 1.18(3H, s), 1.17(3H, s), 1.16(3H, s), 1.15(3H, s)

例示化合物1-1を含む濃度1×10<sup>-5</sup>mol/lのトルエン溶液の蛍光スペクトルを、日立製F-4500を用いて励起波長370nmで測定した。蛍光ピーク波長を上記表1に示す。

## 【0146】

さらに、例示化合物1-1を含む濃度が0.1wt%のテトラヒドロフラン溶液を調製した。この溶液をガラス板上に滴下し、最初に500RPMの回転で10秒、次に1000RPMの回転で40秒スピンドルを行い、膜を形成した。

## 【0147】

次に、日立製F-4500を用いて上記有機膜の蛍光スペクトルを励起波長370nmで測定した。蛍光ピーク波長を上記表2に示す。

## 【0148】

10

20

30

40

50

## 【比較例 1】[C-1 の製造方法]

製造例 1 の(4)において、中間体混合物 3 の代わりに 6,12-ジブロモクリセンを用いた他は製造例 1 の(4)、(5)、(6)と同様にして、C-1 を合成できる。

## 【0149】

製造例 1 と同様にして、C-1 のトルエン溶液及びスピニコート膜の蛍光スペクトルを測定した。蛍光ピーク波長をそれぞれ上記表 1 及び表 2 に示す。

## 【0150】

## 【比較例 2】[C-2 の製造方法]

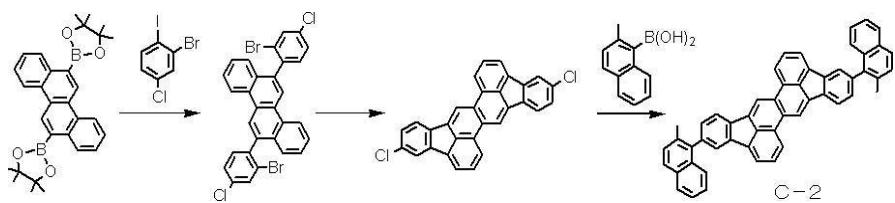
下記のスキームに従って、C-2 を合成できる。

## 【0151】

製造例 1 と同様にして、C-2 のトルエン溶液及びスピニコート膜の蛍光スペクトルを測定した。蛍光ピーク波長をそれぞれ上記表 1 及び表 2 に示す。

## 【0152】

## 【化 14】



## 【0153】

## 【比較例 3】[C-3 の製造方法]

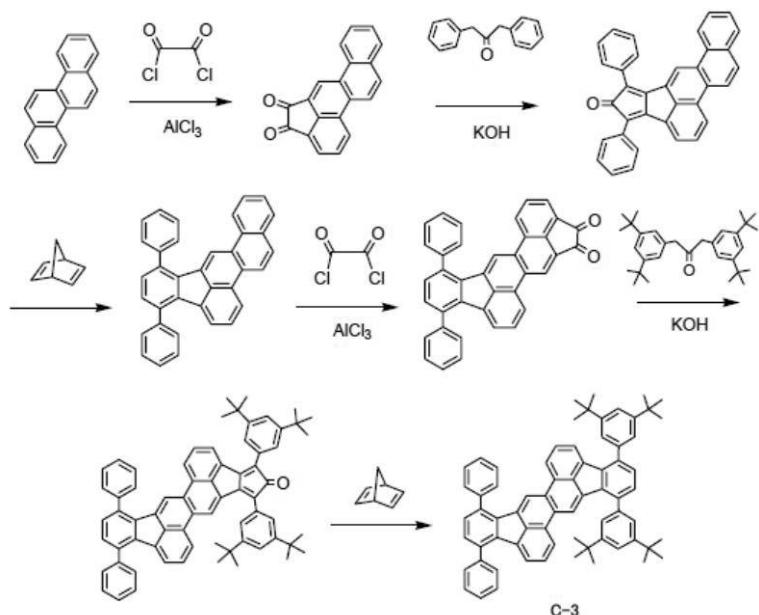
下記のスキームに従って、C-3 を合成できる。

## 【0154】

製造例 1 と同様にして、C-3 のトルエン溶液及びスピニコート膜の蛍光スペクトルを測定した。蛍光ピーク波長をそれぞれ上記表 1 及び表 2 に示す。

## 【0155】

## 【化 15】



## 【0156】

## (実施例 1)

有機発光素子を以下に示す方法で作成した。

## 【0157】

ガラス基板上に、陽極として酸化錫インジウム (ITO) をスパッタ法にて 120 nm の膜厚で成膜したものを透明導電性支持基板として用いた。これをアセトン、イソプロピ

10

20

30

40

50

ルアルコール( I P A )で順次超音波洗浄し、次いで純水で洗浄後乾燥した。さらに、U V / オゾン洗浄したものを透明導電性支持基板として使用した。ホール輸送材料として下記構造式で示される化合物Aを用いて、濃度が0.1 w t %のクロロホルム溶液を調製した。

#### 【 0 1 5 8 】

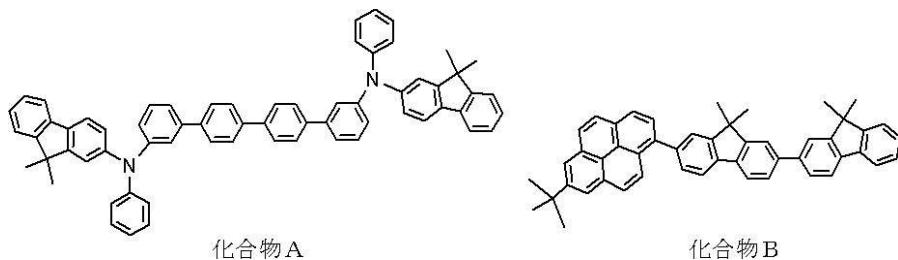
この溶液を上記のITO電極上に滴下し、最初に500 R P Mの回転で10秒、次に1000 R P Mの回転で40秒スピンドルを行い、膜を形成した。この後10分間、80の真空オーブンで乾燥し、薄膜中の溶剤を完全に除去し、ホール輸送層を製膜した。

#### 【 0 1 5 9 】

次に、ホール輸送層の上に、例示化合物1-1と下記に示される化合物Bを共蒸着して(重量比5:95)、30nmの発光層を設けた。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度は0.1nm/sec以上0.2nm/sec以下の条件で製膜した。

#### 【 0 1 6 0 】

#### 【化16】



10

20

#### 【 0 1 6 1 】

更に、電子輸送層として、2,9-ビス[2-(9,9'-ジメチルフルオレニル)]-1,10-フェナントロリンを真空蒸着法にて30nmの膜厚に形成した。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度は0.1nm/sec以上0.2nm/sec以下の条件であった。

#### 【 0 1 6 2 】

次に、フッ化リチウム(LiF)を先ほどの有機層の上に、真空蒸着法により厚さ0.5nm形成し、更に真空蒸着法により厚さ100nmのアルミニウム膜を設け電子注入電極とする有機発光素子を作成した。蒸着時の真空度は $1.0 \times 10^{-4}$ Pa、成膜速度は、フッ化リチウムは0.01nm/sec、アルミニウムは0.5nm/sec以上1.0nm/sec以下の条件で成膜した。

30

#### 【 0 1 6 3 】

得られた有機発光素子は、水分の吸着によって素子劣化が起こらないように、乾燥空気雰囲気中で保護用ガラス板をかぶせ、アクリル樹脂系接着材で封止した。

#### 【 0 1 6 4 】

得られた有機発光素子について、その特性を測定し評価した。具体的には、素子の電流電圧特性をヒューレットパッカード社製・微小電流計4140Bで測定し、素子の発光輝度は、トプコン社製BM7で測定した。その結果、4.0Vの印加電圧で、発光輝度403cd/m<sup>2</sup>の良好な青色発光が観測された。さらに、この素子に窒素雰囲気下、100時間電圧を印加したところ、良好な発光の継続が確認された。

40

#### 【 符号の説明 】

#### 【 0 1 6 5 】

1 表示装置

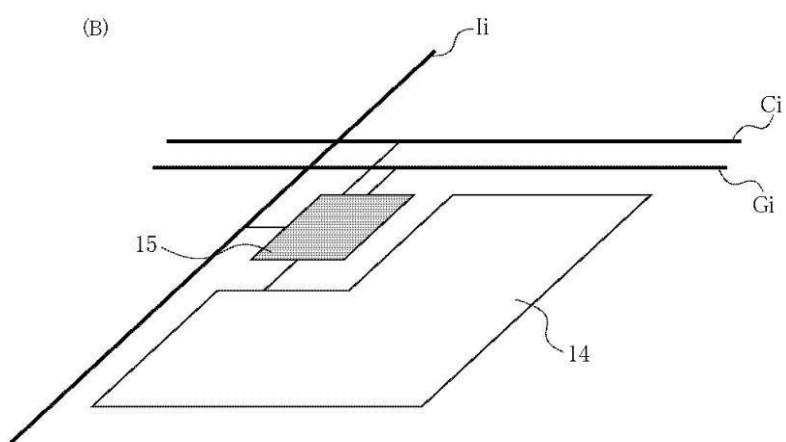
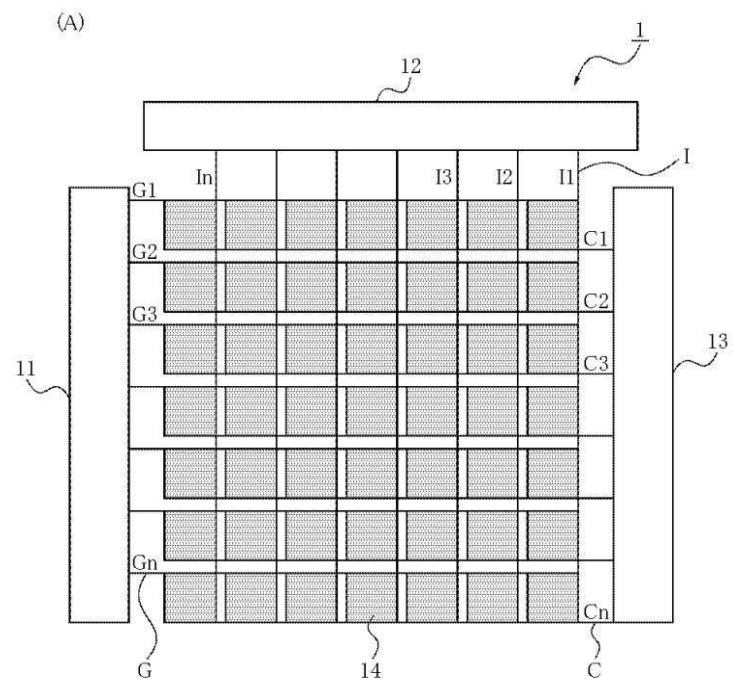
1 1 走査信号ドライバー

1 2 情報信号ドライバー

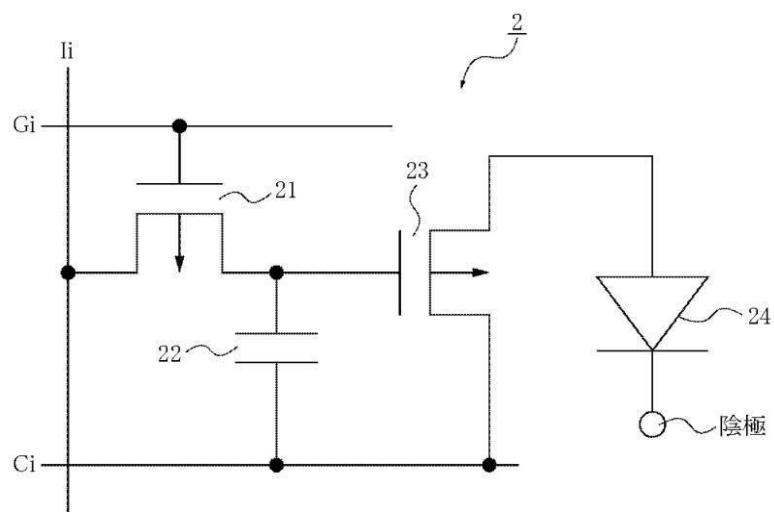
1 3 電流供給源

1 4 画素

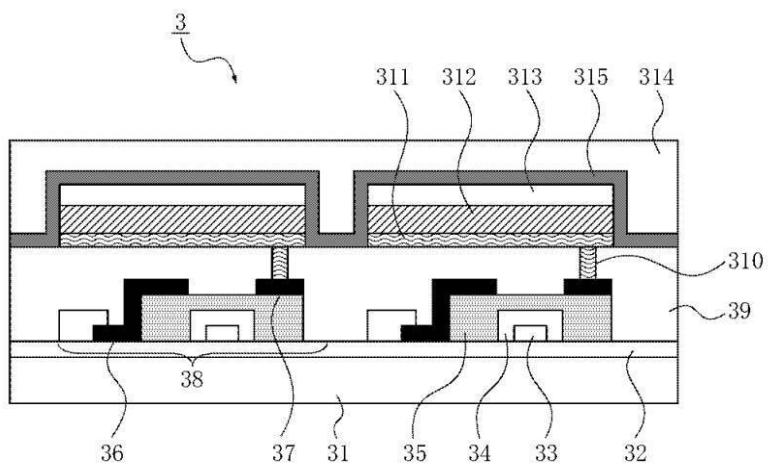
【図1】



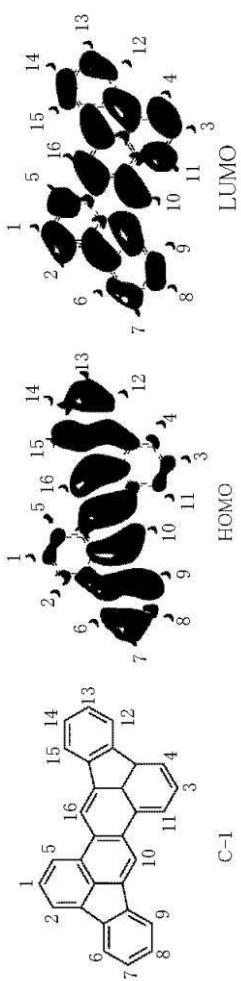
【図2】



【図3】



【図4】



---

フロントページの続き

(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 齋藤 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

審査官 品川 陽子

(56)参考文献 国際公開第2008/120806(WO,A1)  
国際公開第2008/120808(WO,A1)  
国際公開第2009/123344(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 07 C 13 / 62  
H 01 L 51 / 50  
C A p l u s / R E G I S T R Y ( S T N )