

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2020-109822

(P2020-109822A)

(43) 公開日 令和2年7月16日(2020.7.16)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H O 1 L 51/50 (2006.01)	H O 5 B 33/14	B 3 K 1 O 7
H O 5 B 33/10 (2006.01)	H O 5 B 33/10	

審査請求 未請求 請求項の数 17 O L (全 39 頁)

(21) 出願番号	特願2019-161400 (P2019-161400)	(71) 出願人	000002093
(22) 出願日	令和1年9月4日 (2019.9.4)		住友化学株式会社
(62) 分割の表示	特願2018-247671 (P2018-247671)		東京都中央区新川二丁目27番1号
	の分割	(74) 代理人	100088155
原出願日	平成30年12月28日 (2018.12.28)		弁理士 長谷川 芳樹
		(74) 代理人	100128381
			弁理士 清水 義憲
		(74) 代理人	100124062
			弁理士 三上 敬史
		(72) 発明者	佐々田 敏明
			茨城県つくば市北原6番 住友化学株式会
			社内
		(72) 発明者	松本 龍二
			茨城県つくば市北原6番 住友化学株式会
			社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発光素子用組成物及びそれを含有する発光素子

(57) 【要約】

【課題】 初期劣化が抑制された発光素子の製造に有用な組成物、及び、当該組成物を用いて形成された発光素子を提供すること。

【解決手段】 ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物であり、ホスト材料が、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含み、ゲスト材料が、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を含み、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が、ホスト材料及びゲスト材料の総量に対して、150質量ppb以上4500質量ppb以下である、発光素子用組成物。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物であり、

前記ホスト材料が、ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含み、

前記ゲスト材料が、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環基を有する化合物を含み、

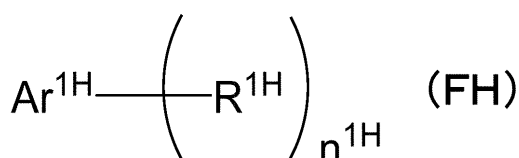
前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が、前記ホスト材料及び前記ゲスト材料の総量に対して、150 質量 p p b 以上 4500 質量 p p b 以下である、発光素子用組成物。

10

【請求項 2】

前記ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物が式 (FH) で表される化合物である、請求項 1 に記載の発光素子用組成物。

【化 1】



20

[式中、

$n^{1\text{H}}$ は、0 以上の整数を表す。

$\text{Ar}^{1\text{H}}$ は、ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族炭化水素から、前記縮合環骨格を構成する炭素原子に直接結合する水素原子 $n^{1\text{H}}$ 個以上を除いた基を表し、この基は置換基を有していてもよい。該置換基が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。

$\text{R}^{1\text{H}}$ は、アリール基又は 1 価の複素環基を表し、これらの基は置換基を有していてもよい。該置換基が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。 $\text{R}^{1\text{H}}$ が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。]

30

【請求項 3】

前記縮合環骨格が、ベンゼン環のみが 3 個以上 5 個以下縮合した縮合環骨格である、請求項 1 又は 2 に記載の発光素子用組成物。

【請求項 4】

前記縮合環骨格が、アントラセン骨格、フェナントレン骨格、ベンゾアントラセン骨格、ベンゾフェナントレン骨格又はピレン骨格である、請求項 3 に記載の発光素子用組成物。

40

【請求項 5】

前記複素環基が、環内に、炭素原子と、窒素原子、酸素原子及び硫黄原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環基である、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載の発光素子用組成物。

【請求項 6】

前記複素環基が、単環式又は 2 環式 ~ 5 環式の複素環式化合物から、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた複素環基である、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載の発光素子用組成物。

【請求項 7】

前記複素環基が、ピリジン、ジアザベンゼン、トリアジン、カルバゾール、ジベンゾフ

50

ラン、ジベンゾチオフエン、ベンゾカルバゾール、ジベンゾカルバゾール、インドロカルバゾール又はインデノカルバゾールから、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた複素環基である、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載の発光素子用組成物。

【請求項 8】

正孔輸送材料、正孔注入材料、電子輸送材料、電子注入材料、発光材料、酸化防止剤及び溶媒からなる群より選ばれる少なくとも 1 種を更に含有する、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載の発光素子用組成物。

【請求項 9】

陽極と、陰極と、前記陽極及び前記陰極の間に設けられた有機層とを有する発光素子であり、

前記有機層が、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載の発光素子用組成物を含有する層である、発光素子。

【請求項 10】

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法であって、ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含むホスト材料を準備するホスト材料準備工程と、

環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環基を有する化合物を含むゲスト材料を準備するゲスト材料準備工程と、

前記ホスト材料と前記ゲスト材料とを、前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が 150 質量 p p b 以上 4500 質量 p p b 以下となる配合比で混合して、発光素子用組成物を得る製造工程と、を含む、発光素子用組成物の製造方法。

【請求項 11】

前記ホスト材料準備工程が、

カルシウム原子が混在した前記ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を準備する工程 (A - 1) と、

前記工程 (A - 1) で準備した前記ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物の少なくとも一部を精製して、前記カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程 (A - 2) と、を含む、請求項 10 に記載の製造方法。

【請求項 12】

前記ゲスト材料準備工程が、

カルシウム原子が混在した前記複素環基を有する化合物を準備する準備工程 (B - 1) と、

前記工程 (B - 1) で準備した前記複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製して、前記カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程 (B - 2) と、を含む、請求項 10 又は 11 に記載の製造方法。

【請求項 13】

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法であって、ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含むホスト材料を準備するホスト材料準備工程と、

前記ホスト材料に対するゲスト材料の配合比を決定する決定工程と、

環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環基を有する化合物を含み、前記配合比で前記ホスト材料と混合したとき前記ホスト材料及び前記ゲスト材料の総量に対する前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が 150 質量 p p b 以上 4500 質量 p p b 以下となる、ゲスト材料を準備するゲスト材料準備工程と、

前記ホスト材料と前記ゲスト材料とを前記配合比で混合して、発光素子用組成物を得る

10

20

30

40

50

製造工程と、
を含む、発光素子用組成物の製造方法。

【請求項 14】

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法であって、
環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物を含むゲスト材料を準備するゲスト材料準備工程と、

前記ゲスト材料に対するホスト材料の配合比を決定する決定工程と、

ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含み、前記配合比で前記ゲスト材料と混合したとき前記ホスト材料及び前記ゲスト材料の総量に対する前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が１５０質量ｐｐｂ以上４５００質量ｐｐｂ以下となる、ホスト材料を準備するホスト材料準備工程と、

前記ゲスト材料と前記ホスト材料とを前記配合比で混合して、発光素子用組成物を得る製造工程と、
を含む、発光素子用組成物の製造方法。

【請求項 15】

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法であって、

ホスト材料としてベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を準備するホスト材料準備工程と、

ゲスト材料として環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物を準備するゲスト材料準備工程と、

前記ホスト材料と前記ゲスト材料との配合比を決定する決定工程と、

前記配合比で前記ホスト材料と前記ゲスト材料とを混合したとき、前記ホスト材料及び前記ゲスト材料の総量に対する前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が１５０質量ｐｐｂ以上４５００質量ｐｐｂ以下となるように、前記ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物及び前記複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製する精製工程と、

前記ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含む前記ホスト材料と前記複素環基を有する化合物を含む前記ゲスト材料とを前記配合比で混合して、発光素子用組成物を得る製造工程と、
を含む、発光素子用組成物の製造方法。

【請求項 16】

前記ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物に含まれるカルシウム原子の含有量を測定するホスト材料測定工程と、

前記環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物に含まれるカルシウム原子の含有量を測定するゲスト材料測定工程と、
を更に含む、請求項 10～15 のいずれか一項に記載の製造方法。

【請求項 17】

陽極と、陰極と、前記陽極及び前記陰極の間に設けられた有機層とを含む、発光素子の製造方法であって、

請求項 10～16 のいずれか一項に記載の製造方法により製造された発光素子用組成物により、前記有機層を形成させる工程を含む、発光素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、発光素子用組成物及びそれを含有する発光素子に関する。

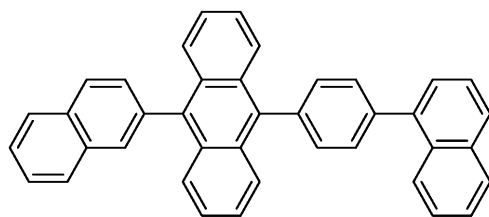
【背景技術】

【 0 0 0 2 】

有機エレクトロルミネッセンス素子等の発光素子は、例えば、ディスプレイ及び照明に好適に使用することが可能である。発光素子に用いられる材料として、例えば、特許文献 1 では、化合物 H 0 と複素環式化合物とを含有する組成物が提案されている。

【 0 0 0 3 】

【 化 1 】



化合物H0

10

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 4 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 1 7 - 1 8 3 7 2 4 号 公 報

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 5 】

20

しかし、上記の組成物を用いて作製される発光素子は、初期劣化の抑制が必ずしも十分ではなかった。

そこで、本発明は、初期劣化が抑制された発光素子の製造に有用な組成物、及び、当該組成物を用いて形成された発光素子を提供することを目的とする。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 6 】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討を行った結果、特定の組成物を含む有機層を備える発光素子において、カルシウム原子が発光素子の初期劣化に大きく影響を与えることを見出し、更に、カルシウム原子の量を特定量にすることにより、発光素子の初期劣化を抑制できることを見出し、本発明を完成するに至った。なお、特許文献 1 には、組成物中に含まれるカルシウム原子の量が発光素子の初期劣化に影響するとの記載はない。

30

【 0 0 0 7 】

すなわち、本発明は、以下の [1] ~ [1 9] を提供するものである。

[1]

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物であり、

前記ホスト材料が、ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含み、

前記ゲスト材料が、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環基を有する化合物を含み、

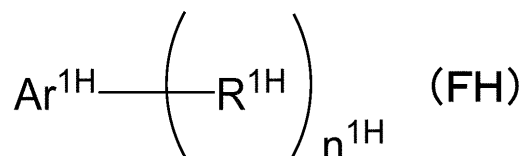
40

前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が、前記ホスト材料及び前記ゲスト材料の総量に対して、150質量ppb以上4500質量ppb以下である、発光素子用組成物。

[2]

前記ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物が式 (F H) で表される化合物である、[1] に記載の発光素子用組成物。

【化 2】



[式中、

$n^{1\text{H}}$ は、0 以上の整数を表す。

$\text{Ar}^{1\text{H}}$ は、ベンゼン環のみが 3 個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族炭化水素から、前記縮合環骨格を構成する炭素原子に直接結合する水素原子 $n^{1\text{H}}$ 個以上を除いた基を表し、この基は置換基を有していてもよい。該置換基が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。

$\text{R}^{1\text{H}}$ は、アリアル基又は 1 価の複素環基を表し、これらの基は置換基を有していてもよい。該置換基が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。 $\text{R}^{1\text{H}}$ が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。]

[3]

前記縮合環骨格が、ベンゼン環のみが 3 個以上 5 個以下縮合した縮合環骨格である、[1] 又は [2] に記載の発光素子用組成物。

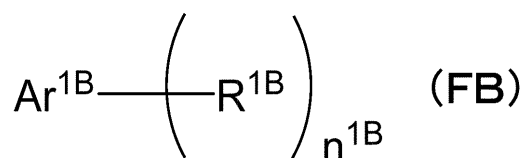
[4]

前記縮合環骨格が、アントラセン骨格、フェナントレン骨格、ベンゾアントラセン骨格、ベンゾフェナントレン骨格又はピレン骨格である、[3] に記載の発光素子用組成物。

[5]

前記複素環基を有する化合物が式 (FB) で表される化合物である、[1] ~ [4] のいずれかに記載の発光素子用組成物。

【化 3】



[式中、

$n^{1\text{B}}$ は、0 以上の整数を表す。

$\text{Ar}^{1\text{B}}$ は、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環を有する化合物から、前記複素環を構成する原子に直接結合する水素原子 $n^{1\text{B}}$ 個以上を除いた基を表し、この基は置換基を有していてもよい。該置換基が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。

$\text{R}^{1\text{B}}$ は、ハロゲン原子、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、シクロアルコキシ基、アリアルオキシ基、アリアル基、1 価の複素環基又は置換アミノ基を表し、これらの基は置換基を有していてもよい。該置換基が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。 $\text{R}^{1\text{B}}$ が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよい。]

[6]

前記複素環基が、環内に、炭素原子と、窒素原子、酸素原子及び硫黄原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基である、[１] ~ [５] のいずれかに記載の発光素子用組成物。

[７]

前記複素環基が、単環式又は２環式～５環式の複素環式化合物から、環を構成する原子に直接結合する水素原子１個以上を除いた複素環基である、[１] ~ [６] のいずれかに記載の発光素子用組成物。

[８]

前記複素環基が、ピリジン、ジアザベンゼン、トリアジン、カルバゾール、ジベンゾフラン、ジベンゾチオフェン、ベンゾカルバゾール、ジベンゾカルバゾール、インドロカルバゾール又はインデノカルバゾールから、環を構成する原子に直接結合する水素原子１個以上を除いた複素環基である、[１] ~ [７] のいずれかに記載の発光素子用組成物。

[９]

前記 R^{1B} が、アリール基又は１価の複素環基である、[５] に記載の発光素子用組成物。

[１ ０]

正孔輸送材料、正孔注入材料、電子輸送材料、電子注入材料、発光材料、酸化防止剤及び溶媒からなる群より選ばれる少なくとも１種を更に含有する、[１] ~ [９] のいずれかに記載の発光素子用組成物。

[１ １]

陽極と、陰極と、前記陽極及び前記陰極の間に設けられた有機層とを有する発光素子であり、

前記有機層が、[１] ~ [１ ０] のいずれかに記載の発光素子用組成物を含有する層である、発光素子。

[１ ２]

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法であって、

ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含むホスト材料を準備するホスト材料準備工程と、

環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物を含むゲスト材料を準備するゲスト材料準備工程と、

前記ホスト材料と前記ゲスト材料とを、前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が１５０質量ｐｐｂ以上４５００質量ｐｐｂ以下となる配合比で混合して、発光素子用組成物を得る製造工程と、を含む、発光素子用組成物の製造方法。

[１ ３]

前記ホスト材料準備工程が、

カルシウム原子が混在した前記ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を準備する工程（Ａ－１）と、

前記工程（Ａ－１）で準備した前記ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物の少なくとも一部を精製して、前記カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程（Ａ－２）と、を含む、[１ ２] に記載の製造方法。

[１ ４]

前記ゲスト材料準備工程が、

カルシウム原子が混在した前記複素環基を有する化合物を準備する準備工程（Ｂ－１）と、

前記工程（Ｂ－１）で準備した前記複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製して、前記カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程（Ｂ－２）と、を含む、[１ ２] 又は[１ ３] に記載の製造方法。

[1 5]

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法であって、
ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含むホスト材料
を準備するホスト材料準備工程と、

前記ホスト材料に対するゲスト材料の配合比を決定する決定工程と、

環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄
原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化
合物を含み、前記配合比で前記ホスト材料と混合したとき前記ホスト材料及び前記ゲスト
材料の総量に対する前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含ま
れるカルシウム原子の総量が150質量ppb以上4500質量ppb以下となる、ゲスト
材料を準備するゲスト材料準備工程と、

前記ホスト材料と前記ゲスト材料とを前記配合比で混合して、発光素子用組成物を得る
製造工程と、

を含む、発光素子用組成物の製造方法。

[1 6]

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法であって、

環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄
原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化
合物を含むゲスト材料を準備するゲスト材料準備工程と、

前記ゲスト材料に対するホスト材料の配合比を決定する決定工程と、

ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含み、前記配合
比で前記ゲスト材料と混合したとき前記ホスト材料及び前記ゲスト材料の総量に対する前
記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の
総量が150質量ppb以上4500質量ppb以下となる、ホスト材料を準備するホス
ト材料準備工程と、

前記ゲスト材料と前記ホスト材料とを前記配合比で混合して、発光素子用組成物を得る
製造工程と、

を含む、発光素子用組成物の製造方法。

[1 7]

ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法であって、

ホスト材料としてベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物
を準備するホスト材料準備工程と、

ゲスト材料として環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子
、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複
素環基を有する化合物を準備するゲスト材料準備工程と、

前記ホスト材料と前記ゲスト材料との配合比を決定する決定工程と、

前記配合比で前記ホスト材料と前記ゲスト材料とを混合したとき、前記ホスト材料及び
前記ゲスト材料の総量に対する前記ホスト材料に含まれるカルシウム原子及び前記ゲスト
材料に含まれるカルシウム原子の総量が150質量ppb以上4500質量ppb以下と
なるように、前記ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物及
び前記複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製する精製工程と、

前記ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含む前記ホ
スト材料と前記複素環基を有する化合物を含む前記ゲスト材料とを前記配合比で混合して
、発光素子用組成物を得る製造工程と、

を含む、発光素子用組成物の製造方法。

[1 8]

前記ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物に含まれるカ
ルシウム原子の含有量を測定するホスト材料測定工程と、

前記環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、
硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有す

10

20

30

40

50

る化合物に含まれるカルシウム原子の含有量を測定するゲスト材料測定工程と、
を更に含む、[1 2] ~ [1 7] のいずれかに記載の製造方法。

[1 9]

陽極と、陰極と、前記陽極及び前記陰極の間に設けられた有機層とを含む、発光素子の製造方法であって、

[1 2] ~ [1 8] のいずれかに記載の製造方法により製造された発光素子用組成物により、前記有機層を形成させる工程を含む、発光素子の製造方法。

【発明の効果】

【 0 0 0 8 】

本発明によれば、初期劣化が抑制された発光素子の製造に有用な組成物を提供することができる。また、本発明によれば、前記組成物を含有する発光素子を提供することができる。更に、本発明によれば、前記組成物及び前記発光素子の製造方法を提供することができる。

10

【発明を実施するための形態】

【 0 0 0 9 】

以下、本実施形態の好適な実施形態について詳細に説明する。

【 0 0 1 0 】

< 共通する用語の説明 >

本明細書で共通して用いられる用語は、特記しない限り、以下の意味である。

【 0 0 1 1 】

20

「室温」とは、25℃を意味する。

Me はメチル基、Et はエチル基、Bu はブチル基、i - Pr はイソプロピル基、t - Bu はtert - ブチル基を表す。

水素原子は、重水素原子であっても、軽水素原子であってもよい。

【 0 0 1 2 】

「高分子化合物」とは、分子量分布を有し、ポリスチレン換算の数平均分子量が $1 \times 10^3 \sim 1 \times 10^8$ である重合体を意味する。

「低分子化合物」とは、分子量分布を有さず、分子量が 1×10^4 以下の化合物を意味する。

「構成単位」とは、高分子化合物中に1個以上存在する単位を意味する。

30

【 0 0 1 3 】

「アルキル基」は、直鎖及び分岐のいずれでもよい。直鎖のアルキル基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常1~50であり、好ましくは1~20であり、より好ましくは1~10である。分岐のアルキル基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常3~50であり、好ましくは3~20であり、より好ましくは4~10である。アルキル基は、置換基を有していてもよく、例えば、メチル基、エチル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、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、2 - エチルヘキシル基、デシル基、3, 7 - ジメチルオクチル基、2 - エチルオクチル基、ドデシル基、トリフルオロメチル基、3 - フェニルプロピル基、3 - (4 - メチルフェニル)プロピル基、3 - (3, 5 - ジ - ヘキシルフェニル)プロピル基、及び6 - エチルオキシヘキシル基が挙げられる。

40

「シクロアルキル基」の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常3~50であり、好ましくは4~10である。シクロアルキル基は、置換基を有していてもよく、例えば、シクロヘキシル基及びメチルシクロヘキシル基が挙げられる。

「アルキレン基」の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常1以上20以下であり、好ましくは1以上15以下であり、より好ましくは1以上10以下である。アルキレン基は、置換基を有していてもよく、例えば、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ヘキシレン基及びオクチレン基が挙げられる。

「シクロアルキレン基」の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常3以上20以下である。シクロアルキレン基は、置換基を有していてもよく、例えば、シクロ

50

ヘキシレン基が挙げられる。

【0014】

「芳香族炭化水素基」は、芳香族炭化水素から環を構成する炭素原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基を意味する。芳香族炭化水素から環を構成する炭素原子に直接結合する水素原子1個を除いた基を「アリール基」ともいう。芳香族炭化水素から環を構成する炭素原子に直接結合する水素原子2個を除いた基を「アリーレン基」ともいう。

芳香族炭化水素基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常6～60であり、好ましくは6～30であり、より好ましくは6～18である。

「芳香族炭化水素基」は、例えば、単環式の芳香族炭化水素（例えば、ベンゼンが挙げられる。）、又は、多環式の芳香族炭化水素（例えば、ナフタレン及びインデン等の2環式の芳香族炭化水素；アントラセン、フェナントレン、ジヒドロフェナントレン及びフルオレン等の3環式の芳香族炭化水素；ベンゾアントラセン、ベンゾフェナントレン、ベンゾフルオレン、ピレン及びフルオランテン等の4環式の芳香族炭化水素；ジベンゾアントラセン、ジベンゾフェナントレン、ジベンゾフルオレン、ペリレン及びベンゾフルオランテン等の5環式の芳香族炭化水素；スピロビフルオレン等の6環式の芳香族炭化水素；並びに、ベンソスピロビフルオレン及びアセナフトフルオランテン等の7環式の芳香族炭化水素が挙げられる。）から、環を構成する炭素原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基が挙げられ、これらの基は置換基を有していてもよい。芳香族炭化水素基は、これらの基が複数結合した基を含む。

【0015】

「アルコキシ基」は、直鎖及び分岐のいずれでもよい。直鎖のアルコキシ基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常1～40であり、好ましくは1～10である。分岐のアルコキシ基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常3～40であり、好ましくは4～10である。アルコキシ基は、置換基を有していてもよく、例えば、メトキシ基、エトキシ基、イソプロピルオキシ基、ブチルオキシ基、ヘキシルオキシ基、2-エチルヘキシルオキシ基、3,7-ジメチルオクチルオキシ基、及びラウリルオキシ基が挙げられる。

「シクロアルコキシ基」の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常3～40であり、好ましくは4～10である。シクロアルコキシ基は、置換基を有していてもよく、例えば、シクロヘキシルオキシ基が挙げられる。

「アリールオキシ基」の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常6～60であり、好ましくは6～48である。アリールオキシ基は、置換基を有していてもよく、例えば、フェノキシ基、ナフチルオキシ基、アントラセニルオキシ基、及びビレニルオキシ基が挙げられる。

【0016】

「複素環基」とは、複素環式化合物から環を構成する炭素原子又はヘテロ原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基を意味する。複素環基の中でも、芳香族複素環式化合物から環を構成する炭素原子又はヘテロ原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基である「芳香族複素環基」が好ましい。複素環式化合物から環を構成する炭素原子又はヘテロ原子に直接結合する水素原子p個（pは、1以上の整数を表す。）を除いた基を「p価の複素環基」ともいう。芳香族複素環式化合物から環を構成する炭素原子又はヘテロ原子に直接結合する水素原子p個を除いた基を「p価の芳香族複素環基」ともいう。

「芳香族複素環式化合物」としては、例えば、アゾール、チオフェン、フラン、ピリジン、ジアザベンゼン、トリアジン、アザナフタレン、ジアザナフタレン及びカルバゾール等の複素環自体が芳香族性を示す化合物、並びに、フェノキサジン、フェノチアジン及びベンゾピラン等の複素環自体は芳香族性を示さなくとも、複素環に芳香環が縮環されている化合物が挙げられる。

複素環基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常1～60であり、好ましくは2～40であり、より好ましくは3～20である。複素環基のヘテロ原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常1～30であり、好ましくは1～10であり、よ

り好ましくは 1 ~ 3 である。

複素環基は、置換基を有していてもよく、例えば、単環式の複素環式化合物（例えば、フラン、チオフェン、オキサジアゾール、ピロール、ジアゾール、トリアゾール、テトラゾール、ピリジン、ジアザベンゼン及びトリアジンが挙げられる。）、又は、多環式の複素環式化合物（例えば、アザナフタレン、ジアザナフタレン、ベンゾフラン、ベンゾチオフェン、インドール、ベンゾジアゾール及びベンゾチアジアゾール等の 2 環式の複素環式化合物；ジベンゾフラン、ジベンゾチオフェン、ジベンゾボロール、ジベンゾシロール、ジベンゾホスホール、ジベンゾセレノフェン、カルバゾール、アザカルバゾール、ジアザカルバゾール、フェノキサジン、フェノチアジン、9, 10 - ジヒドロアクリジン、5, 10 - ジヒドロフェナジン、フェナザボリン、フェノホスファジン、フェノセレナジン、フェナザシリン、アザアントラセン、ジアザアントラセン、アザフェナントレン及びジアザフェナントレン等の 3 環式の複素環式化合物；ヘキサアザトリフェニレン、ベンゾカルバゾール、ベンゾナフトフラン及びベンゾナフトチオフェン等の 4 環式の複素環式化合物；ジベンゾカルバゾール、インドロカルバゾール及びインデノカルバゾール等の 5 環式の複素環式化合物；カルバゾロカルバゾール、ベンゾインドロカルバゾール及びベンゾインデノカルバゾール等の 6 環式の複素環式化合物；並びに、ジベンゾインドロカルバゾール等の 7 環式の複素環式化合物が挙げられる。）から、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた基が挙げられ、これらの基は置換基を有していてもよい。複素環基は、これらの基が複数結合した基を含む。

10

20

【0017】

「ハロゲン原子」とは、フッ素原子、塩素原子、臭素原子又はヨウ素原子を示す。

【0018】

「アミノ基」は、置換基を有していてもよく、置換アミノ基（即ち、第 2 級アミノ基又は第 3 級アミノ基であり、好ましくは第 3 級アミノ基である。）が好ましい。アミノ基が有する置換基としては、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基又は 1 価の複素環基が好ましい。アミノ基が有する置換基が複数存在する場合、それらは同一で異なってもよく、互いに結合して、それぞれが結合する窒素原子とともに環を形成していてもよい。

30

置換アミノ基としては、例えば、ジアルキルアミノ基、ジシクロアルキルアミノ基及びジアリールアミノ基が挙げられる。

アミノ基としては、例えば、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ビス（メチルフェニル）アミノ基、及びビス（3, 5 - ジ - t e r t - ブチルフェニル）アミノ基が挙げられる。

【0019】

「アルケニル基」は、直鎖及び分岐のいずれでもよい。直鎖のアルケニル基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 2 ~ 30 であり、好ましくは 3 ~ 20 である。分岐のアルケニル基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 3 ~ 30 であり、好ましくは 4 ~ 20 である。

40

「シクロアルケニル基」の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 3 ~ 30 であり、好ましくは 4 ~ 20 である。

アルケニル基及びシクロアルケニル基は、置換基を有していてもよく、例えば、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、3 - ブテニル基、3 - ペンテニル基、4 - ペンテニル基、1 - ヘキセニル基、5 - ヘキセニル基、7 - オクテニル基、及び、これらの基が置換基を有する基が挙げられる。

【0020】

「アルキニル基」は、直鎖及び分岐のいずれでもよい。アルキニル基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 2 ~ 20 であり、好ましくは 3 ~ 20 である。分岐のアルキニル基の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 4 ~ 30 であり、好ましくは 4 ~ 20 である。

50

「シクロアルキニル基」の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 4 ~ 3

0 であり、好ましくは 4 ~ 20 である。

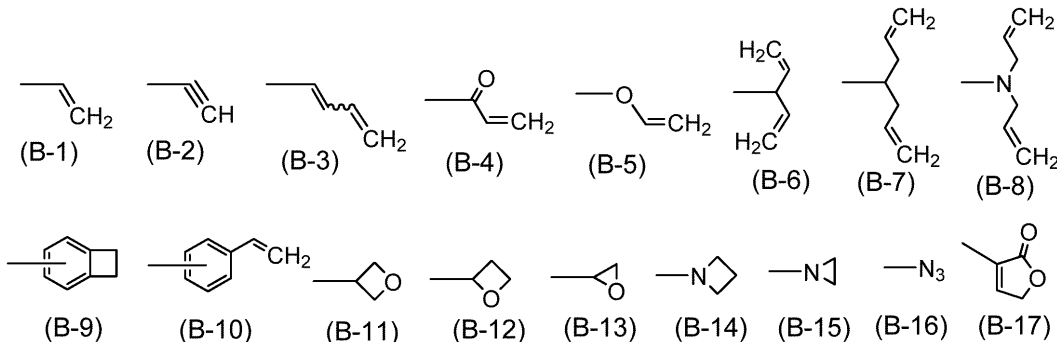
アルキニル基及びシクロアルキニル基は、置換基を有していてもよく、例えば、エチニル基、プロピニル基、ブチニル基、ペンチニル基、ヘキシニル基、5 - ヘキシニル基、及び、これらの基が置換基を有する基が挙げられる。

【0021】

「架橋基」とは、加熱、紫外線照射、近紫外線照射、可視光照射、赤外線照射、ラジカル反応等に従事することにより、新たな結合を生成することが可能な基であり、好ましくは式(B-1)~式(B-17)のいずれかで表される基である。これらの基は、置換基を有していてもよい。

【0022】

【化4】



【0023】

「置換基」としては、例えば、ハロゲン原子、シアノ基、アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、1価の複素環基、アルコキシ基、シクロアルコキシ基、アリールオキシ基、アミノ基、置換アミノ基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基及びシクロアルキニル基が挙げられる。置換基は架橋基であってもよい。なお、置換基が複数存在する場合、それらは互いに結合して、それぞれが結合する原子とともに環を形成していてもよいが、環を形成しないことが好ましい。

【0024】

「カルシウム原子の量」は、ICP/MS法(誘導結合プラズマ質量分析法)により測定することができる。即ち、「カルシウム原子の量」とは、ICP/MS法により測定した際のカルシウム原子の質量濃度を意味する。また、「カルシウム原子の量」が「0質量ppb」とは、ICP/MS法により測定した際に、カルシウム原子の質量濃度が検出限界以下であることを意味する。

【0025】

本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料は、ゲスト材料と、物理的、化学的又は電氣的に相互作用する材料を意味する。この相互作用により、例えば、本実施形態の発光素子用組成物の発光特性、電荷輸送特性又は電荷注入特性を向上又は調整することが可能となる。

本実施形態の発光素子用組成物において、発光材料を一例として説明すれば、ホスト材料とゲスト材料とが電氣的に相互作用し、ホスト材料からゲスト材料へ効率的に電気エネルギーを渡すことで、ゲスト材料をより効率的に発光させることができる。

【0026】

<ホスト材料>

ホスト材料は、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含む。ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物は、化合物中に、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を1種のみ含んでいてもよく、2種以上含んでいてもよい。また、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物は、化合物中に、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を1個のみ含んでいてもよく、2個以上含んでいてもよい。以下、ホスト材料に含まれるベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を、「ホスト材料用芳香族化合物」

10

20

30

40

50

と称する場合がある。

【0027】

ホスト材料用芳香族化合物が有する縮合環骨格において、縮合しているベンゼン環の個数は、通常、3個～10個であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは3個～7個であり、より好ましくは3個～5個であり、更に好ましくは3個又は4個である。

ホスト材料用芳香族化合物が有する縮合環骨格は、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格の炭素骨格、ということもできる。縮合環骨格は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくはアントラセン骨格、フェナントレン骨格、ベンゾアントラセン骨格、ベンゾフェナントレン骨格又はピレン骨格であり、より好ましくはアントラセン骨格、ベンゾアントラセン骨格又はピレン骨格であり、更に好ましくはアントラセン骨格である。

10

【0028】

ホスト材料用芳香族化合物は、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族炭化水素（以下、「縮合環含有芳香族炭化水素」ともいう。）であってよく、当該芳香族炭化水素は置換基を有していてもよい。縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基としては、好ましくはハロゲン原子、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、シクロアルコキシ基、アリール基、1価の複素環基又は置換アミノ基であり、より好ましくはアルキル基、シクロアルキル基、アリール基又は1価の複素環基であり、更に好ましくはアリール基又は1価の複素環基であり、特に好ましくはアリール基であり、これらの基は更に置換基を有していてもよい。

20

縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基において、アリール基は、好ましくは単環式又は2環式～6環式の芳香族炭化水素から、環を構成する炭素原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基であり、より好ましくは単環式又は2環式～4環式の芳香族炭化水素から、環を構成する炭素原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基であり、更に好ましくはベンゼン、ナフタレン、ジヒドロフェナントレン、フルオレン又はベンゾフルオレンから、環を構成する炭素原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基であり、特に好ましくはフェニル基又はナフチル基であり、これらの基は置換基を有していてもよい。

縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基において、1価の複素環基は、好ましくは単環式又は2環式～6環式の複素環式化合物から、環を構成する原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基であり、より好ましくは単環式又は2環式～4環式の複素環式化合物から、環を構成する原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基であり、ピリジン、ジアザベンゼン、トリアジン、アザナフタレン、ジアザナフタレン、ジベンゾフラン、ジベンゾチオフェン、カルバゾール、ベンゾカルバゾール、ベンゾナフトフラン又はベンゾナフトチオフェンから、環を構成する原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基であり、これらの基は置換基を有していてもよい。

30

縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基における置換アミノ基において、アミノ基が有する置換基としては、アリール基又は1価の複素環基が好ましく、アリール基がより好ましく、これらの基は更に置換基を有していてもよい。アミノ基が有する置換基であるアリール基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基におけるアリール基の例及び好ましい範囲と同じである。アミノ基が有する置換基である1価の複素環基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基における1価の複素環基の例及び好ましい範囲と同じである。

40

【0029】

縮合環含有芳香族炭化水素は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、置換基を有することが好ましい。縮合環含有芳香族炭化水素が置換基を有する場合、縮合環含有芳香族炭化水素が有する置換基の合計の個数は、通常、1個～20個（但し、縮合環含有芳香族炭化水素が有する水素原子の合計個数以下であり、以下、同様である。）であり、ホスト材料の合成が容易であるので、好ましくは1個～15個であり、より好ま

50

しくは1個～10個であり、更に好ましくは1個～7個であり、特に好ましくは1個～5個であり、とりわけ好ましくは1個～3個である。

【0030】

縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基としては、好ましくはハロゲン原子、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、シクロアルコキシ基、アリール基、1価の複素環基又は置換アミノ基であり、より好ましくはアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、1価の複素環基又は置換アミノ基であり、更に好ましくはアルキル基又はシクロアルキル基であり、これらの基は更に置換基を有していてもよいが、更に置換基を有さないことが好ましい。

縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基におけるアリール基、1価の複素環基及び置換アミノ基の例及び好ましい範囲は、それぞれ、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基におけるアリール基、1価の複素環基及び置換アミノ基の例及び好ましい範囲と同じである。

【0031】

ホスト材料は、ホスト材料用芳香族化合物以外の化合物を更に含有していてもよいが、ホスト材料用芳香族化合物を主成分とすることが好ましい。ホスト材料に占めるホスト材料用芳香族化合物の含有割合は、例えば、10質量%以上であってよく、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、30質量%以上が好ましく、50質量%以上がより好ましく、70質量%以上が更に好ましく、90質量%以上が特に好ましく、95質量%以上がとりわけ好ましく、100質量%であってもよい。

ホスト材料は、ホスト材料用芳香族化合物を1種のみ含有していてもよく、2種以上含有していてもよい。ホスト材料が、ホスト材料用芳香族化合物以外の化合物を更に含有する場合、ホスト材料は、ホスト材料用芳香族化合物以外の化合物を1種のみ含有していてもよく、2種以上含有していてもよい。

【0032】

ホスト材料用芳香族化合物は高分子化合物（以下、「高分子ホスト材料」ともいう。）であっても、低分子化合物（以下、「低分子ホスト材料」ともいう。）であってもよく、低分子ホスト材料が好ましい。

【0033】

（低分子ホスト材料）

低分子ホスト材料の分子量は、通常、 $1 \times 10^2 \sim 1 \times 10^4$ であり、好ましくは $2 \times 10^2 \sim 5 \times 10^3$ であり、より好ましくは $3 \times 10^2 \sim 2 \times 10^3$ であり、更に好ましくは $4 \times 10^2 \sim 1 \times 10^3$ である。

低分子ホスト材料中に含まれるベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格の合計の個数は、通常、1個～10個であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは1個～7個であり、より好ましくは1個～5個であり、更に好ましくは1個～3個であり、特に好ましくは1個である。

低分子ホスト材料は、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を1種のみ含んでいてもよく、2種以上含んでいてもよいが、低分子ホスト材料の合成が容易であるので、好ましくは1種～5種であり、より好ましくは1種～3種であり、更に好ましくは1種である。

本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、低分子ホスト材料は、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族炭化水素から、縮合環骨格を構成する炭素原子に直接結合する水素原子1個以上を除いた基（以下、「縮合環含有芳香族炭化水素基」ともいう。）として含むことが好ましく、この基は置換基を有していてもよい。

低分子ホスト材料中に含まれる縮合環含有芳香族炭化水素基の合計の個数は、通常、1個～10個であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは1個～7個であり、より好ましくは1個～5個であり、更に好ましくは1個～3個であり、特に好ましくは1個である。

10

20

30

40

50

低分子ホスト材料は、縮合環含有芳香族炭化水素基を1種のみ含んでいてもよく、2種以上含んでいてもよいが、低分子ホスト材料の合成が容易であるので、好ましくは1種～5種であり、より好ましくは1種～3種であり、更に好ましくは1種である。

低分子ホスト材料において、縮合環含有芳香族炭化水素基が有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

【0034】

[式(FH)で表される化合物]

低分子ホスト材料は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、式(FH)で表される化合物であることが好ましい。

10

【0035】

n^{1H} は、通常、10以下の整数であり、式(FH)で表される化合物の合成が容易であるので、好ましくは7以下の整数であり、より好ましくは5以下の整数であり、更に好ましくは3以下の整数である。また、 n^{1H} は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、1以上の整数であることが好ましい。

【0036】

Ar^{1H} において、縮合環含有芳香族炭化水素基が有していてもよい置換基は、アリール基及び1価の複素環基以外の置換基であり、好ましくはハロゲン原子、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、シクロアルコキシ基又は置換アミノ基であり、より好ましくはアルキル基又はシクロアルキル基であり、これらの基は更に置換基を有していてもよい。

20

縮合環含有芳香族炭化水素基が有していてもよい置換基における置換アミノ基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基における置換アミノ基の例及び好ましい範囲と同じである。

縮合環含有芳香族炭化水素基が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

【0037】

R^{1H} は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは置換基を有していてもよいアリール基である。

30

R^{1H} におけるアリール基及び1価の複素環基の例及び好ましい範囲は、それぞれ、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基におけるアリール基及び1価の複素環基の例及び好ましい範囲と同じである。

R^{1H} が有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

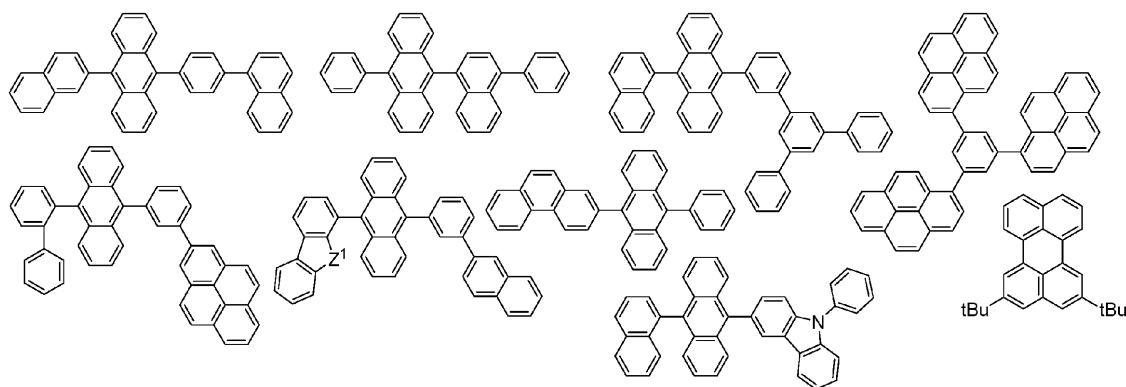
【0038】

低分子ホスト材料としては、下記式で表される化合物、実施例に記載の化合物が例示される。これらの化合物は、置換基を有していてもよい。なお、式中、 Z^{1H} は、酸素原子又は硫黄原子を表す。 Z^{1H} が複数存在する場合、それらは同一でも異なってもよい。

40

【0039】

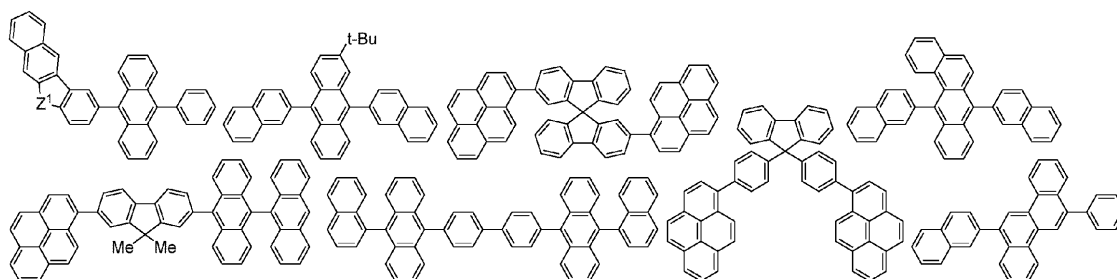
【化 5】



10

【 0 0 4 0 】

【化 6】



20

【 0 0 4 1 】

(高分子ホスト材料)

高分子ホスト材料のポリスチレン換算の数平均分子量は、好ましくは $5 \times 10^3 \sim 1 \times 10^6$ であり、より好ましくは $1 \times 10^4 \sim 5 \times 10^5$ であり、更に好ましくは $2 \times 10^4 \sim 2 \times 10^5$ である。高分子ホスト材料のポリスチレン換算の重量平均分子量は、好ましくは $1 \times 10^4 \sim 2 \times 10^6$ であり、より好ましくは $2 \times 10^4 \sim 1 \times 10^6$ であり、更に好ましくは $5 \times 10^4 \sim 5 \times 10^5$ である。

高分子ホスト材料は、ブロック共重合体、ランダム共重合体、交互共重合体、グラフト共重合体のいずれであってもよいし、その他の態様であってもよいが、複数種の原料モノマーを共重合した共重合体であることが好ましい。

30

高分子ホスト材料は、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族炭化水素基として含むことが好ましく、この基は置換基を有していてもよい。

高分子ホスト材料は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、高分子化合物の主鎖中に、縮合環含有芳香族炭化水素基を含むことが好ましく、縮合環含有芳香族炭化水素から、環を構成する炭素原子に直接結合する水素原子2個を除いた基(2価の縮合環含有芳香族炭化水素基)を含むことがより好ましい。これらの基は置換基を有していてもよい。

高分子ホスト材料において、縮合環含有芳香族炭化水素基は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、式(FH)で表される化合物から水素原子1個以上(好ましくは5個以下であり、より好ましくは1個~3個であり、更に好ましくは2個)を除いた基であることが好ましい。

40

高分子ホスト材料において、高分子化合物中に含まれる縮合環含有芳香族炭化水素基の含有量は、高分子化合物中に含まれる全構成単位の合計含有量に対して、通常、0.1モル%~100モル%であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは1モル%~100モル%であり、より好ましくは10モル%~100モル%であり、更に好ましくは30モル%~100モル%である。

高分子ホスト材料は、縮合環含有芳香族炭化水素基を1種のみ含んでいてもよく、2種以上含んでいてもよいが、高分子ホスト材料の合成が容易であるので、好ましくは1種~

50

5 種であり、より好ましくは 1 種 ~ 3 種であり、更に好ましくは 1 種である。

高分子ホスト材料において、縮合環含有芳香族炭化水素基が有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

【0042】

高分子ホスト材料において、高分子化合物中に、縮合環含有芳香族炭化水素基以外の構成単位を含んでいてもよく、高分子化合物の主鎖中に、縮合環含有芳香族炭化水素基以外の構成単位を含むことが好ましい。

縮合環含有芳香族炭化水素基以外の構成単位としては、例えば、縮合環含有芳香族炭化水素基以外の芳香族炭化水素基（好ましくはアリーレン基）、複素環基（好ましくは 2 価の複素環基）及び芳香族アミンから水素原子 1 個以上を除いた基（好ましくは水素原子 2 個を除いた基）が挙げられ、これらの基は置換基を有していてもよい。この置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

高分子ホスト材料において、高分子化合物中に含まれる、縮合環含有芳香族炭化水素基、縮合環含有芳香族炭化水素基以外の芳香族炭化水素基、複素環基及び芳香族アミンから水素原子 1 個以上を除いた基の合計含有量は、高分子化合物中に含まれる全構成単位の合計含有量に対して、通常、1 モル % ~ 100 モル % であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 50 モル % ~ 100 モル % であり、より好ましくは 70 モル % ~ 100 モル % である。

高分子ホスト材料は、高分子化合物中に、縮合環含有芳香族炭化水素基以外の構成単位を 1 種のみ含んでいてもよく、2 種以上含んでいてもよい。

【0043】

< ゲスト材料 >

ゲスト材料は、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環基（以下、単に「複素環基 G」ともいう。）を有する化合物を含む。

複素環基 G を有する化合物は、化合物中に、複素環基 G を 1 種のみ含んでいてもよく、2 種以上含んでいてもよい。また、複素環基 G を有する化合物は、化合物中に、複素環基 G を 1 個のみ含んでいてもよく、2 個以上含んでいてもよい。

複素環基 G の炭素原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 1 ~ 60 であり、好ましくは 2 ~ 40 であり、より好ましくは 3 ~ 25 である。複素環基 G のヘテロ原子数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 1 ~ 30 であり、好ましくは 1 ~ 10 であり、より好ましくは 1 ~ 5 であり、更に好ましくは 1 ~ 3 である。複素環基 G のホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子の合計の個数は、置換基の炭素原子数を含めないで、通常 1 ~ 30 であり、好ましくは 1 ~ 10 であり、より好ましくは 1 ~ 5 であり、更に好ましくは 1 ~ 3 である。

複素環基 G は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、環内に、炭素原子と、窒素原子、酸素原子及び硫黄原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環基であることが好ましく、環内に、炭素原子と、窒素原子又は酸素原子とを含む複素環基であることがより好ましく、環内に、炭素原子と、窒素原子とを含む複素環基であることが更に好ましい。これらの基は置換基を有していてもよい。

複素環基 G としては、例えば、前述の複素環基の項で例示した複素環式化合物の中で、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環式化合物から、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた基が挙げられる。この中でも、複素環基 G は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは単環式又は 2 環式 ~ 7 環式の複素環式化合物から、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた基であり、より好ましくは単環式又は 2 環式 ~ 5 環式の複素環式化合物から、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた基であり、更に好ま

しくはピリジン、ジアザベンゼン、トリアジン、ジベンゾフラン、ジベンゾチオフェン、カルバゾール、フェノキサジン、フェノチアジン、ベンゾカルバゾール、ジベンゾカルバゾール、インドロカルバゾール又はインデノカルバゾールから、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた基であり、特に好ましくはピリジン、ジアザベンゼン、トリアジン、カルバゾール、ジベンゾフラン、ジベンゾチオフェン、ベンゾカルバゾール、ジベンゾカルバゾール、インドロカルバゾール又はインデノカルバゾールから、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた基であり、とりわけ好ましくはピリジン、ジアザベンゼン、トリアジン、カルバゾール、ベンゾカルバゾール、ジベンゾカルバゾール、インドロカルバゾール又はインデノカルバゾールから、環を構成する原子に直接結合する水素原子 1 個以上を除いた基であり、これらの基は置換基を有していてもよい。

複素環基 G が有していてもよい置換基としては、好ましくはハロゲン原子、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、シクロアルコキシ基、アリーロキシ基、アリール基、1 価の複素環基又は置換アミノ基であり、より好ましくはアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、1 価の複素環基又は置換アミノ基であり、更に好ましくはアルキル基、アリール基又は 1 価の複素環基であり、特に好ましくはアリール基又は 1 価の複素環基であり、これらの基は置換基を有していてもよい。

複素環基 G が有していてもよい置換基におけるアリール基、1 価の複素環基及び置換アミノ基の例及び好ましい範囲は、それぞれ、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基におけるアリール基、1 価の複素環基及び置換アミノ基の例及び好ましい範囲と同じである。

複素環基 G が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

【0044】

ゲスト材料は、複素環基 G を有する化合物以外の化合物を更に含有していてもよいが、複素環基 G を有する化合物を主成分とすることが好ましい。ゲスト材料に占める複素環基 G を有する化合物の含有割合は、例えば、10 質量%以上であってよく、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、30 質量%以上が好ましく、50 質量%以上がより好ましく、70 質量%以上が更に好ましく、90 質量%以上が特に好ましく、95 質量%以上がとりわけ好ましく、100 質量%であってもよい。

ゲスト材料は、複素環基 G を有する化合物を 1 種のみ含有していてもよく、2 種以上含有していてもよい。ゲスト材料が、複素環基 G を有する化合物以外の化合物を更に含有する場合、ゲスト材料は、複素環基 G を有する化合物以外の化合物を 1 種のみ含有していてもよく、2 種以上含有していてもよい。

【0045】

ゲスト材料は高分子化合物（以下、「高分子ゲスト材料」ともいう。）であっても、低分子化合物（以下、「低分子ゲスト材料」ともいう。）であってもよく、低分子ゲスト材料が好ましい。

【0046】

（低分子ゲスト材料）

低分子ゲスト材料の分子量は、通常、 $1 \times 10^2 \sim 1 \times 10^4$ であり、好ましくは $2 \times 10^2 \sim 5 \times 10^3$ であり、より好ましくは $3 \times 10^2 \sim 2 \times 10^3$ であり、更に好ましくは $4 \times 10^2 \sim 1 \times 10^3$ である。

低分子ゲスト材料中に含まれる複素環基 G の合計の個数は、通常、1 個～20 個であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 1 個～15 個であり、より好ましくは 1 個～10 個であり、更に好ましくは 1 個～5 個であり、特に好ましくは 1 個～3 個である。

低分子ゲスト材料は、複素環基 G を 1 種のみ含んでいてもよく、2 種以上含んでいてもよいが、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 1 種～10

種であり、より好ましくは 1 種 ~ 7 種であり、更に好ましくは 1 種 ~ 5 種であり、特に好ましくは 1 種 ~ 3 種である。

【0047】

[式(FB)で表される化合物]

低分子ゲスト材料は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、式(FB)で表される化合物であることが好ましい。

【0048】

n^{1B} は、通常、15 以下の整数であり、式(FB)で表される化合物の合成が容易であるので、好ましくは 10 以下の整数であり、より好ましくは 7 以下の整数であり、更に好ましくは 5 以下の整数であり、特に好ましくは 3 以下の整数である。また、 n^{1B} は、

10

【0049】

Ar^{1B} において、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも 1 種とを含む複素環を有する化合物から、複素環を構成する原子に直接結合する水素原子 n^{1B} 個以上を除いた基の例及び好ましい範囲は、複素環基 G を有する化合物における、複素環基 G の例及び好ましい範囲と同じである。

Ar^{1B} が有していてもよい置換基としては、例えば、シアノ基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基及びシクロアルキニル基が挙げられ、これらの基は更に置換基を有してもよい。

20

Ar^{1B} が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

【0050】

R^{1B} は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくはアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、1 価の複素環基又は置換アミノ基であり、より好ましくはアルキル基、アリール基又は 1 価の複素環基であり、更に好ましくはアリール基又は 1 価の複素環基であり、これらの基は置換基を有していてもよい。

R^{1B} におけるアリール基、1 価の複素環基及び置換アミノ基の例及び好ましい範囲は、それぞれ、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基におけるアリール基、1 価の複素環基及び置換アミノ基の例及び好ましい範囲と同じである。

30

R^{1B} が有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基が更に有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

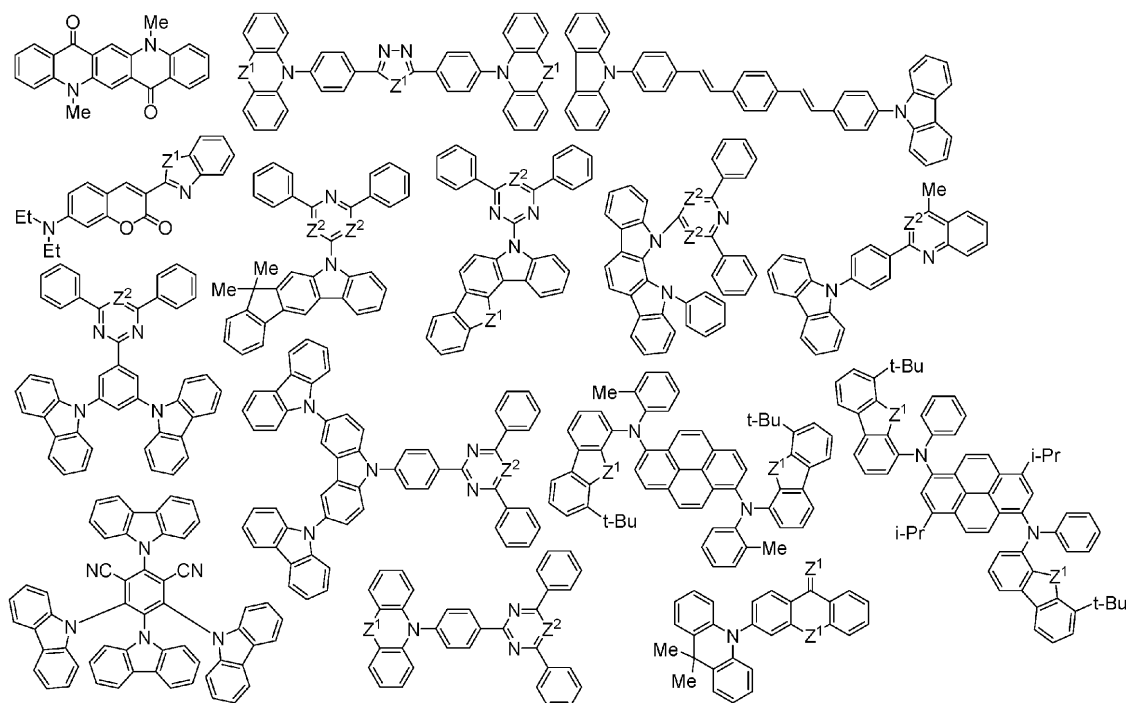
【0051】

低分子ゲスト材料としては、下記式で表される化合物、実施例に記載の化合物が例示される。これらの化合物は、置換基を有していてもよい。なお、式中、 Z^1 は、前記と同じ意味を表す。 Z^2 は、 $-N=$ で表される基、又は、 $-CH=$ で表される基を表す。

【0052】

40

【化 7】



10

20

【0053】

(高分子ゲスト材料)

高分子ゲスト材料のポリスチレン換算の数平均分子量及び重量平均分子量の好ましい範囲は、それぞれ、高分子ホスト材料のポリスチレン換算の数平均分子量及び重量平均分子量の好ましい範囲と同じである。

高分子ゲスト材料は、ブロック共重合体、ランダム共重合体、交互共重合体、グラフト共重合体のいずれであってもよいし、その他の態様であってもよいが、複数種の原料モノマーを共重合した共重合体であることが好ましい。

高分子ゲスト材料は、高分子化合物中に複素環基 G を含む。高分子ゲスト材料は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、高分子化合物の主鎖中に、複素環基 G を含むことが好ましい。

30

高分子ゲスト材料において、複素環基 G は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、式 (F B) で表される化合物から水素原子 1 個以上 (好ましくは 5 個以下であり、より好ましくは 1 個 ~ 3 個であり、更に好ましくは 2 個) を除いた基であることが好ましい。

高分子ゲスト材料において、複素環基 G の含有量は、高分子化合物中に含まれる全構成単位の合計含有量に対して、通常、0.1 モル % ~ 100 モル % であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 1 モル % ~ 100 モル % であり、より好ましくは 5 モル % ~ 100 モル % であり、更に好ましくは 10 モル % ~ 100 モル % である。

40

高分子ゲスト材料は、複素環基 G を 1 種のみ含んでいてもよく、2 種以上含んでいてもよいが、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 1 種 ~ 10 種であり、より好ましくは 1 種 ~ 7 種であり、更に好ましくは 1 種 ~ 5 種であり、特に好ましくは 1 種 ~ 3 種である。

【0054】

高分子ゲスト材料は、複素環基 G 以外の構成単位を含んでいてもよく、高分子化合物の主鎖中に、複素環基 G 以外の構成単位を含むことが好ましい。

複素環基 G 以外の構成単位としては、例えば、芳香族炭化水素基 (好ましくはアリーレン基)、複素環基 G 以外の複素環基 (好ましくは 2 価の複素環基) 及び芳香族アミンから水素原子 1 個以上を除いた基 (好ましくは水素原子 2 個を除いた基) が挙げられ、これら

50

の基は置換基を有していてもよい。この置換基の例及び好ましい範囲は、縮合環含有芳香族炭化水素が有していてもよい置換基の例及び好ましい範囲と同じである。

高分子ゲスト材料において、高分子化合物中に含まれる、複素環基 G、芳香族炭化水素基、複素環基 G 以外の複素環基及び芳香族アミンから水素原子 1 個以上を除いた基の合計含有量は、高分子化合物中に含まれる全構成単位の合計含有量に対して、通常、1 モル% ~ 100 モル% であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 50 モル% ~ 100 モル% であり、より好ましくは 70 モル% ~ 100 モル% である。

高分子ゲスト材料において、高分子化合物中に、複素環基 G 以外の構成単位を 1 種のみ含んでいてもよく、2 種以上含んでいてもよい。

【0055】

< ホスト材料に含まれるカルシウム原子の量 (C^H) >

本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料に含まれるカルシウム原子の量 (C^H) は、ホスト材料の全量に対して、通常、0 質量 p p b 以上 45000 質量 p p b 以下である。なお、「ホスト材料に含まれるカルシウム原子の量」という文言は、ホスト材料がカルシウム原子を含んでいることを意図するものではなく、ホスト材料はカルシウム原子を含んでいても含んでいなくてもよい。本実施形態のホスト材料において、カルシウム原子の量は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 10000 質量 p p b 以下であり、より好ましくは 4500 質量 p p b 以下であり、更に好ましくは 1000 質量 p p b 以下であり、特に好ましくは 700 質量 p p b 以下であり、とりわけ好ましくは 470 質量 p p b 以下であり、とりわけより好ましくは 450 質量 p p b 以下であり、とりわけ更に好ましくは 430 質量 p p b 以下であり、とりわけ特に好ましくは 400 質量 p p b 以下である。また、本実施形態のホスト材料において、カルシウム原子の量は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 0.1 質量 p p b 以上であり、より好ましくは 1 質量 p p b 以上であり、更に好ましくは 10 質量 p p b 以上であり、特に好ましくは 50 質量 p p b 以上であり、とりわけ好ましくは 120 質量 p p b 以上であり、とりわけより好ましくは 160 質量 p p b 以上であり、とりわけ更に好ましくは 200 質量 p p b 以上であり、とりわけ特に好ましくは 220 質量 p p b 以上である。

【0056】

本実施形態のホスト材料に含まれるカルシウム原子の量 (C^H) は、本実施形態のホスト材料が 1 種類である場合、その 1 種類のホスト材料のカルシウム原子の量が C^H となり、本実施形態のホスト材料がカルシウム原子の量が異なる複数種類の化合物から構成される場合には、その複数種類の化合物のカルシウム原子の量と各化合物の質量比に応じて C^H が算出される。 C^H の具体的な算出方法を後述の実施例 D 1 及び実施例 D 2 を用いて、説明する。

【0057】

まず、実施例 D 1 では、ICP / MS 法により測定した化合物 H 2 のカルシウム原子の量は 120 質量 p p b であるため、 C^H は 120 質量 p p b である。

【0058】

次に、実施例 D 2 では、ICP / MS 法により測定した化合物 H 1 及び化合物 H 2 のカルシウム原子の量は、それぞれ、4800 質量 p p b 及び 120 質量 p p b である。また、化合物 H 1 と化合物 H 2 との質量比は、化合物 H 1 : 化合物 H 2 = 2 : 88 である。

よって、実施例 D 2 における C^H は、化合物 H 1 及び化合物 H 2 に含まれるカルシウム原子の量及びその仕込みの量から求めることができ、以下のとおり求められる。

$$C^H = \{ 4800 \times 2 / (2 + 88) \} + \{ 120 \times 88 / (2 + 88) \} = 224 \text{ 質量 p p b}$$

【0059】

同様にして、比較例 C D 1 における C^H は 4800 質量 p p m である。

【0060】

< ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の量 (C^1) >

本実施形態の発光素子用組成物において、ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の量 (C^1) は、ゲスト材料の全量に対して、通常、0 質量 p p b 以上 3 0 0 0 0 0 質量 p p b 以下である。なお、「ゲスト材料に含まれるカルシウム原子の量」という文言は、ゲスト材料がカルシウム原子を含んでいることを意図するものではなく、ゲスト材料はカルシウム原子を含んでいても含んでいなくてもよい。本実施形態のゲスト材料において、カルシウム原子の量は、好ましくは 1 0 0 0 0 0 質量 p p b 以下であり、より好ましくは 5 0 0 0 0 質量 p p b 以下であり、更に好ましくは 3 0 0 0 0 質量 p p b 以下であり、特に好ましくは 1 0 0 0 0 質量 p p b 以下であり、とりわけ好ましくは 7 0 0 0 質量 p p b 以下であり、とりわけより好ましくは 4 5 0 0 質量 p p b 以下であり、とりわけ更に好ましくは 3 0 0 0 質量 p p b 以下である。また、本実施形態のホスト材料において、カルシウム原子の量は、好ましくは 0 . 1 質量 p p b 以上であり、より好ましくは 1 質量 p p b 以上であり、更に好ましくは 1 0 質量 p p b 以上であり、特に好ましくは 1 0 0 質量 p p b 以上であり、とりわけ好ましくは 5 0 0 質量 p p b 以上であり、とりわけより好ましくは 1 0 0 0 質量 p p b 以上であり、とりわけ更に好ましくは 2 0 0 0 質量 p p b 以上である。

10

20

30

40

50

【0061】

C^1 の具体的な算出方法は、前述の C^H の具体的な算出方法と同様にして求めることができる。

例えば、実施例 D 1 における、 C^1 は 2 5 0 0 質量 p p b である。実施例 D 2 における、 C^H は 2 5 0 0 質量 p p b である。比較例 C D 1 における、 C^1 は 2 5 0 0 質量 p p b である。

【0062】

< C^1 及び C^H の低減方法 >

C^1 及び C^H の低減方法としては、例えば、精製が挙げられる。

精製としては、第 4 版実験化学講座 (1 9 9 3 年、丸善)、第 5 版実験化学講座 (2 0 0 7 年、丸善)、新実験化学講座 (1 9 7 5 年、丸善)、有機化学実験のてびき (1 9 8 8 年、化学同人) 等に記載の公知の精製方法が挙げられる。

【0063】

精製としては、例えば、昇華、抽出、再沈殿、再結晶、クロマトグラフィー及び吸着が挙げられる。

低分子ゲスト材料及び低分子ホスト材料の精製としては、カルシウム原子の量を低減できるので、好ましくは昇華、再結晶、クロマトグラフィー又は吸着であり、より好ましくは昇華又は再結晶である。

高分子ゲスト材料及び高分子ホスト材料の精製としては、カルシウム原子の量を低減できるので、好ましくは再沈殿、クロマトグラフィー又は吸着である。

精製において、精製を 2 回以上行う場合、それらの方法は、同一でも異なってもよい。

【0064】

昇華において、真空度及び昇華温度は、昇華する材料に合わせて、適宜、設定すればよい。真空度は、好ましくは 1×10^{-10} Pa ~ 1×10^{-5} Pa であり、より好ましくは 1×10^{-7} Pa ~ 1×10^{-2} Pa であり、更に好ましくは 1×10^{-5} Pa ~ 1 Pa であり、特に好ましくは 1×10^{-4} Pa ~ 1×10^{-2} Pa である。また、昇華温度は、好ましくは - 1 0 0 ~ 1 0 0 0 であり、より好ましくは 0 ~ 7 0 0 であり、更に好ましくは 1 0 0 ~ 5 0 0 であり、特に好ましくは 2 0 0 ~ 3 5 0 である。

【0065】

抽出としては、好ましくは分液、又は、ソックスレー抽出器による固液抽出である。

【0066】

抽出に用いる溶媒としては、例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、エチレングリコール、グリセリン、2 - メトキシエタノール、2 - エトキシエタノール等のアルコール系溶媒；ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン (T H F)、ジオキサン、シクロ

ペンチルメチルエーテル、ジグライム等のエーテル系溶媒；塩化メチレン、クロロホルム等のハロゲン系溶媒；アセトニトリル、ベンゾニトリル等のニトリル系溶媒；ヘキサン、デカリン、トルエン、キシレン、メシチレン等の炭化水素系溶媒；N，N - ジメチルホルムアミド、N，N - ジメチルアセトアミド等のアミド系溶媒；アセトン、ジメチルスルホキシド、水が挙げられる。溶媒は、1種単独で用いても2種以上を併用してもよい。

【0067】

クロマトグラフィーとしては、好ましくはカラムクロマトグラフィーである。

カラムクロマトグラフィーに用いる充填剤としては、シリカゲル又はアルミナが好ましい。

クロマトグラフィーに用いる溶媒の例は、抽出に用いる溶媒の例と同じである。

10

【0068】

再沈殿及び再結晶に用いる溶媒の例は、抽出に用いる溶媒の例と同じである。

【0069】

吸着としては、吸着剤による処理が好ましい。また、吸着剤としては、好ましくは活性炭、シリカゲル、アルミナ又はセライトである。

吸着剤による処理は、通常、溶媒中で行う。吸着剤による処理に用いる溶媒の例は、抽出に用いる溶媒の例と同じである。

【0070】

<発光素子用組成物>

本実施形態の発光素子用組成物は、ホスト材料とゲスト材料とを含有する。

20

本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料及びゲスト材料は、それぞれ、1種のみを含有していてもよく、2種以上を含有していてもよい。

本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料の室温における発光スペクトルの最大ピーク波長は、ゲスト材料の室温における発光スペクトルの最大ピーク波長よりも短波長であることが好ましい。

本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料の室温における発光スペクトルの最大ピーク波長は、好ましくは300nm以上500nm以下であり、より好ましくは330nm以上480nm以下であり、更に好ましくは360nm以上460nm以下である。

本実施形態の発光素子用組成物において、ゲスト材料の室温における発光スペクトルの最大ピーク波長は、好ましくは380nm以上590nm以下であり、より好ましくは420nm以上570nm以下であり、更に好ましくは440nm以上550nm以下であり、特に好ましくは480nm以上530nm以下である。

30

ホスト材料及びゲスト材料の発光スペクトルの最大ピーク波長は、測定対象物を、キシレン、トルエン、クロロホルム、テトラヒドロフラン等の有機溶媒に溶解させ、希薄溶液を調製し(1×10⁻⁶質量%～1×10⁻³質量%)、該希薄溶液のPLスペクトルを室温で測定することで評価することができる。測定対象物を溶解させる有機溶媒としては、トルエン又はキシレンが好ましい。

【0071】

本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量は、ホスト材料及びゲスト材料の総量に対して、150質量ppb以上4500質量ppb以下である。本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量は、ホスト材料及びゲスト材料の総量に対して、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは200質量ppb以上であり、より好ましくは300質量ppb以上であり、更に好ましくは330質量ppb以上であり、特に好ましくは350質量ppb以上であり、とりわけ好ましくは370質量ppb以上であり、とりわけより好ましくは400質量ppb以上であり、とりわけ更に好ましくは430質量ppb以上であり、とりわけ特に好ましくは450質量ppb以上である。また、本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含

40

50

まれるカルシウム原子の総量は、ホスト材料及びゲスト材料の総量に対して、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは4300質量ppb以下であり、より好ましくは4000質量ppb以下であり、更に好ましくは3800質量ppb以下である。また、本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量は、ホスト材料及びゲスト材料の総量に対して、3600質量ppb以下であってもよく、3000質量ppb以下であってもよく、2500質量ppb以下であってもよく、2000質量ppb以下であってもよく、1500質量ppb以下であってもよく、1000質量ppb以下であってもよく、800質量ppb以下であってもよく、600質量ppb以下であってもよい。

【0072】

10

本実施形態において、発光素子の初期劣化が抑制される理由は以下のとおり考えられる。

本実施形態の発光素子用組成物にホスト材料として含まれるホスト材料用芳香族化合物は、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有している。本発明者らは、このような縮合環骨格は、ゲスト化合物に含まれる複素環基Gを有する化合物中の複素環基Gと、電気的に相互作用すると考えている。一方、本発明者らは、本実施形態の発光素子用組成物にゲスト材料として含まれる複素環基Gを有する化合物中の複素環基Gは、ホスト材料として含まれるホスト材料用芳香族化合物と、電気的に相互作用すると考えている。

そして、本発明者らは、本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が所定の上限量を超えると、上述の相互作用に対して、カルシウム原子が悪影響を与え、その結果、本実施形態の発光素子用組成物の発光特性、電荷輸送特性若しくは電荷注入特性の低下を招いたり、又は、本実施形態の発光素子の電荷のバランスを崩したりするため、本実施形態の発光素子の初期劣化が促進されると考えている。

20

その一方、本発明者らは、本実施形態の発光素子用組成物において、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が所定の下限量以上であると、カルシウム原子が上述の相互作用を強め、その結果、本実施形態の発光素子用組成物の発光特性、電荷輸送特性若しくは電荷注入特性を改善したり、又は、本実施形態の発光素子の電荷のバランスを改善したりするため、本実施形態の発光素子の初期劣化が抑制されると考えている。

30

したがって、本発明者らは、上記の考えに基づき、本実施形態では、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が所定量であることで、発光素子の初期劣化の抑制という効果が得られると考えている。

【0073】

ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量（質量ppb）は、ホスト材料とゲスト材料との合計質量に対する、ホスト材料の質量の比を W^H 、ホスト材料とゲスト材料との合計質量に対する、ゲスト材料の合計質量の比を W^G としたとき、 $C^H W^H + C^G W^G$ で表される。

W^H は、通常、0.01～0.9999であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、0.30～0.999であることが好ましく、0.50～0.995であることがより好ましく、0.70～0.99であることが更に好ましく、0.85～0.95であることが特に好ましい。

40

W^G は、通常、0.0001～0.99であり、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、0.001～0.70であることが好ましく、0.005～0.50であることがより好ましく、0.01～0.30であることが更に好ましく、0.05～0.15であることが特に好ましい。

【0074】

W^H 及び W^G の具体的な算出方法を後述の実施例D1及び実施例D2を用いて、説明する。

【0075】

50

まず、実施例 D 1 では、化合物 H 2 (ホスト材料) と化合物 E M 1 (ゲスト材料) との質量比は、化合物 H 2 : 化合物 E M 1 = 9 0 : 1 0 である。

よって、実施例 D 1 における W^H 及び W^1 は、仕込みの量から求めることができ、以下のとおり求められる。

$$W^H = 90 / (90 + 10) = 0.90$$

$$W^1 = 10 / (90 + 10) = 0.10$$

【0076】

実施例 D 2 では、化合物 H 2 と化合物 H 1 と化合物 E M 1 との質量比は、化合物 H 2 : 化合物 H 1 : 化合物 E M 1 = 8 8 : 2 : 1 0 である。

よって、実施例 D 2 における W^H 及び W^1 は、仕込みの量から求めることができ、以下のとおり求められる。

$$W^H = (88 + 2) / (88 + 2 + 10) = 0.90$$

$$W^1 = 10 / (88 + 2 + 10) = 0.10$$

【0077】

同様に、比較例 C D 1 における W^H 及び W^1 は、以下のとおり求められる。

$$W^H = 90 / (90 + 10) = 0.90$$

$$W^1 = 10 / (90 + 10) = 0.10$$

【0078】

上述のとおり、 C^1 、 C^H 、 W^1 及び W^H を算出することにより、 $C^H W^H + C^1 W^1$ を算出することができる。

【0079】

例えば、実施例 D 1 における $C^H W^H + C^1 W^1$ は、以下のとおり求められる。

$$C^H W^H + C^1 W^1 = (120 \times 0.90) + (2500 \times 0.10) = 358 \text{ 質量 ppb}$$

【0080】

例えば、実施例 D 2 における $C^H W^H + C^1 W^1$ は、以下のとおり求められる。

$$C^H W^H + C^1 W^1 = (224 \times 0.90) + (2500 \times 0.10) = 452 \text{ 質量 ppb}$$

【0081】

例えば、比較例 C D 1 における $C^H W^H + C^1 W^1$ は、以下のとおり求められる。

$$C^H W^H + C^1 W^1 = (4800 \times 0.90) + (2500 \times 0.10) = 4570 \text{ 質量 ppm}$$

【0082】

$C^H W^H + C^1 W^1$ は、通常、150 質量 ppb 以上 4500 質量 ppb 以下である。 $C^H W^H + C^1 W^1$ は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 200 質量 ppb 以上であり、より好ましくは 300 質量 ppb 以上であり、更に好ましくは 330 質量 ppb 以上であり、特に好ましくは 350 質量 ppb 以上であり、とりわけ好ましくは 370 質量 ppb 以上であり、とりわけより好ましくは 400 質量 ppb 以上であり、とりわけ更に好ましくは 430 質量 ppb 以上であり、とりわけ特に好ましくは 450 質量 ppb 以上である。また、 $C^H W^H + C^1 W^1$ は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは 4300 質量 ppb 以下であり、より好ましくは 4000 質量 ppb 以下であり、更に好ましくは 3800 質量 ppb 以下である。また、 $C^H W^H + C^1 W^1$ は、3600 質量 ppb 以下であってもよく、3000 質量 ppb 以下であってもよく、2500 質量 ppb 以下であってもよく、2000 質量 ppb 以下であってもよく、1500 質量 ppb 以下であってもよく、1000 質量 ppb 以下であってもよく、800 質量 ppb 以下であってもよく、600 質量 ppb 以下であってもよい。

【0083】

(その他の成分)

本実施形態の発光素子用組成物は、ホスト材料と、ゲスト材料と、正孔輸送材料、正孔

10

20

30

40

50

注入材料、電子輸送材料、電子注入材料、発光材料、酸化防止剤及び溶媒からなる群より選ばれる少なくとも１種の材料とを含有する組成物であってもよい。但し、正孔輸送材料、正孔注入材料、電子輸送材料、電子注入材料、発光材料は、ホスト材料及びゲスト材料とは異なる。

本実施形態の発光素子用組成物が、正孔輸送材料、正孔注入材料、電子輸送材料、電子注入材料、発光材料、酸化防止剤及び溶媒からなる群から選ばれる少なくとも１種をさらに含有する場合、これらに含まれるカルシウム原子の量を、前述の精製により、低減しておくことが好ましい。

【００８４】

[インク]

ホスト材料と、ゲスト材料と、溶媒とを含有する組成物（以下、「インク」と言う。）は、例えば、スピンコート法、キャストリング法、マイクログラビアコート法、グラビアコート法、バーコート法、ロールコート法、ワイヤーバーコート法、ディップコート法、スプレーコート法、スクリーン印刷法、フレキソ印刷法、オフセット印刷法、インクジェット印刷法、キャピラリ・コート法、ノズルコート法等の湿式法を用いた発光素子の作製に好適である。インクの粘度は、印刷法の種類によって調整すればよいが、好ましくは２５において $1\text{ mPa}\cdot\text{s} \sim 20\text{ mPa}\cdot\text{s}$ である。

インクに含まれる溶媒は、好ましくはインク中の固形分を溶解又は均一に分散できる溶媒である。溶媒としては、例えば、塩素系溶媒、エーテル系溶媒、芳香族炭化水素系溶媒、脂肪族炭化水素系溶媒、ケトン系溶媒、エステル系溶媒、多価アルコール系溶媒、アルコール系溶媒、スルホキシド系溶媒、アミド系溶媒が挙げられる。

インクにおいて、溶媒の配合量は、ホスト材料とゲスト材料との合計を１００質量部とした場合、通常、１０００質量部～１００００質量部である。

溶媒は、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【００８５】

[正孔輸送材料]

正孔輸送材料は、低分子化合物と高分子化合物とに分類され、好ましくは架橋基を有する高分子化合物である。

高分子化合物としては、例えば、ポリビニルカルバゾール及びその誘導体；側鎖又は主鎖に芳香族アミン構造を有するポリアリーレン及びその誘導体が挙げられる。高分子化合物は、フラーレン、テトラフルオロテトラシアノキノジメタン、テトラシアノエチレン及びトリニトロフルオレノン等の電子受容性部位が結合された化合物でもよい。

本実施形態の発光素子用組成物において、正孔輸送材料が含まれる場合、正孔輸送材料の配合量は、ホスト材料とゲスト材料との合計を１００質量部とした場合、通常、１質量部～４００質量部である。

正孔輸送材料は、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【００８６】

[電子輸送材料]

電子輸送材料は、低分子化合物と高分子化合物とに分類される。電子輸送材料は、架橋基を有していてもよい。

低分子化合物としては、例えば、８-ヒドロキシキノリンを配位子とする金属錯体、オキサジアゾール、アントラキノジメタン、ベンゾキノン、ナフトキノン、アントラキノン、テトラシアノアントラキノジメタン、フルオレノン、ジフェニルジシアノエチレン及びジフェノキノン、並びに、これらの誘導体が挙げられる。

高分子化合物としては、例えば、ポリフェニレン、ポリフルオレン、及び、これらの誘導体が挙げられる。高分子化合物は、金属でドーブされていてもよい。

本実施形態の発光素子用組成物において、電子輸送材料が含まれる場合、電子輸送材料の配合量は、ホスト材料とゲスト材料との合計を１００質量部とした場合、通常、１質量部～４００質量部である。

電子輸送材料は、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

10

20

30

40

50

【 0 0 8 7 】

[正孔注入材料及び電子注入材料]

正孔注入材料及び電子注入材料は、各々、低分子化合物と高分子化合物とに分類される。正孔注入材料及び電子注入材料は、架橋基を有していてもよい。

低分子化合物としては、例えば、銅フタロシアニン等の金属フタロシアニン；カーボン；モリブデン、タングステン等の金属酸化物；フッ化リチウム、フッ化ナトリウム、フッ化セシウム、フッ化カリウム等の金属フッ化物が挙げられる。

高分子化合物としては、例えば、ポリアニリン、ポリチオフェン、ポリピロール、ポリフェニレンビニレン、ポリチエニレンビニレン、ポリキノリン及びポリキノキサリン、並びに、これらの誘導体；芳香族アミン構造を主鎖又は側鎖に含む重合体等の導電性高分子が挙げられる。

本実施形態の発光素子用組成物において、正孔注入材料及び／又は電子注入材料が含まれる場合、正孔注入材料及び電子注入材料の配合量は、各々、ホスト材料とゲスト材料との合計を 1 0 0 質量部とした場合、通常、1 質量部～4 0 0 質量部である。

正孔注入材料及び電子注入材料は、各々、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【 0 0 8 8 】

・ イオンドープ

正孔注入材料又は電子注入材料が導電性高分子を含む場合、導電性高分子の電気伝導度は、好ましくは $1 \times 10^{-5} \text{ S/cm} \sim 1 \times 10^3 \text{ S/cm}$ である。導電性高分子の電気伝導度にかかる範囲とするために、導電性高分子に適量のイオンをドープすることができる。ドープするイオンの種類は、正孔注入材料であればアニオン、電子注入材料であればカチオンである。アニオンとしては、例えば、ポリスチレンスルホン酸イオン、アルキルベンゼンスルホン酸イオン、樟脳スルホン酸イオンが挙げられる。カチオンとしては、例えば、リチウムイオン、ナトリウムイオン、カリウムイオン、テトラブチルアンモニウムイオンが挙げられる。

ドープするイオンは、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【 0 0 8 9 】

[発光材料]

発光材料は、低分子化合物と高分子化合物とに分類される。発光材料は、架橋基を有していてもよい。

低分子化合物としては、例えば、ナフタレン及びその誘導体、アントラセン及びその誘導体、ペリレン及びその誘導体、並びに、イリジウム、白金又はユーロピウムを中心金属とする三重項発光錯体が挙げられる。

高分子化合物としては、例えば、フェニレン基、ナフタレンジイル基、フルオレンジイル基、フェナントレンジイル基、ジヒドロフェナントレンジイル基、アントラセンジイル基及びピレンジイル基等のアリーレン基；芳香族アミンから 2 個の水素原子を取り除いてなる基等の芳香族アミン残基；並びに、カルバゾールジイル基、フェノキサジンジイル基及びフェノチアジンジイル基等の 2 価の複素環基を含む高分子化合物が挙げられる。

【 0 0 9 0 】

本実施形態の発光素子用組成物において、発光材料が含まれる場合、発光材料の含有量は、ホスト材料とゲスト材料との合計を 1 0 0 質量部とした場合、通常、0 . 1 質量部～4 0 0 質量部である。

発光材料は、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【 0 0 9 1 】

[酸化防止剤]

酸化防止剤は、ホスト材料及びゲスト材料と同じ溶媒に可溶であり、発光及び電荷輸送を阻害しない化合物であればよく、例えば、フェノール系酸化防止剤、リン系酸化防止剤が挙げられる。

本実施形態の発光素子用組成物において、酸化防止剤が含まれる場合、酸化防止剤の配

10

20

30

40

50

合量は、ホスト材料とゲスト材料との合計を 100 質量部とした場合、通常、0.001 質量部～10 質量部である。

酸化防止剤は、一種単独で用いても二種以上を併用してもよい。

【0092】

< 膜 >

膜は、本実施形態の発光素子用組成物を含有するものであって、発光素子における発光層として好適である。膜は、例えば、インクを用いて、湿式法により作製することができる。また、膜は、例えば、真空蒸着法等の乾式法により作製することができる。膜を乾式法により作製する方法としては、例えば、本実施形態の発光素子用組成物を蒸着する方法、及び、ホスト材料とゲスト材料とを共蒸着する方法が挙げられる。

10

膜の厚さは、通常、1 nm～10 μm である。

【0093】

< 発光素子 >

本実施形態の発光素子は、上述の発光素子用組成物を含有する。

本実施形態の発光素子の構成としては、例えば、陽極と、陰極と、前記陽極及び前記陰極の間に設けられた本実施形態の発光素子用組成物を含有する有機層とを有する。

【0094】

[層構成]

本実施形態の発光素子用組成物を含有する層は、通常、発光層、正孔輸送層、正孔注入層、電子輸送層及び電子注入層からなる群から選ばれる 1 種以上の層であり、好ましくは発光層である。これらの層は、各々、発光材料、正孔輸送材料、正孔注入材料、電子輸送材料、電子注入材料を含む。これらの層は、各々、発光材料、正孔輸送材料、正孔注入材料、電子輸送材料、電子注入材料を、上述した膜の作製と同様の方法を用いて形成することができる。

20

【0095】

発光素子は、陽極と陰極の間に発光層を有する。本実施形態の発光素子は、正孔注入性及び正孔輸送性の観点からは、陽極と発光層との間に、正孔注入層及び正孔輸送層の少なくとも 1 層を有することが好ましく、電子注入性及び電子輸送性の観点からは、陰極と発光層の間に、電子注入層及び電子輸送層の少なくとも 1 層を有することが好ましい。

【0096】

正孔輸送層、電子輸送層、発光層、正孔注入層及び電子注入層の材料としては、本実施形態の発光素子用組成物の他、各々、上述した正孔輸送材料、電子輸送材料、発光材料、正孔注入材料及び電子注入材料等が挙げられる。

30

【0097】

正孔輸送層の材料、電子輸送層の材料及び発光層の材料は、発光素子の作製において、各々、正孔輸送層、電子輸送層及び発光層に隣接する層の形成時に使用される溶媒に溶解する場合、該溶媒に該材料が溶解することを回避するために、該材料が架橋基を有することが好ましい。架橋基を有する材料を用いて各層を形成した後、該架橋基を架橋させることにより、該層を不溶化させることができる。

【0098】

本実施形態の発光素子において、発光層、正孔輸送層、電子輸送層、正孔注入層、電子注入層等の各層の形成方法としては、低分子化合物を用いる場合、例えば、粉末からの真空蒸着法等の乾式法、溶液又は熔融状態からの成膜による方法等の湿式法が挙げられ、高分子化合物を用いる場合、例えば、溶液又は熔融状態からの成膜による方法等の湿式法が挙げられる。積層する層の順番、数及び厚さは、例えば、発光効率及び初期劣化を勘案して調整する。

40

【0099】

[基板 / 電極]

発光素子における基板は、電極を形成することができ、かつ、有機層を形成する際に化学的に変化しない基板であればよく、例えば、ガラス、プラスチック、シリコン等の材料

50

からなる基板である。不透明な基板の場合には、基板から最も遠くにある電極が透明又は半透明であることが好ましい。

陽極の材料としては、例えば、導電性の金属酸化物、半透明の金属が挙げられ、好ましくは酸化インジウム、酸化亜鉛、酸化スズ；インジウム・スズ・オキサイド（ITO）、インジウム・亜鉛・オキサイド等の導電性化合物；銀とパラジウムと銅との複合体（APC）；NESA、金、白金、銀、銅である。

陰極の材料としては、例えば、リチウム、ナトリウム、カリウム、ルビジウム、セシウム、ベリリウム、マグネシウム、カルシウム、ストロンチウム、バリウム、アルミニウム、亜鉛、インジウム等の金属；それらのうち2種以上の合金；それらのうち1種以上と、銀、銅、マンガン、チタン、コバルト、ニッケル、タングステン、錫のうち1種以上との合金；並びに、グラファイト及びグラファイト層間化合物が挙げられる。合金としては、例えば、マグネシウム - 銀合金、マグネシウム - インジウム合金、マグネシウム - アルミニウム合金、インジウム - 銀合金、リチウム - アルミニウム合金、リチウム - マグネシウム合金、リチウム - インジウム合金、カルシウム - アルミニウム合金が挙げられる。

陽極及び陰極は、各々、2層以上の積層構造としてもよい。

【 0 1 0 0 】

本実施形態の発光素子は、液晶表示装置のバックライト用の光源、照明用の光源、有機ＥＬ照明、コンピュータ、テレビ及び携帯端末等の表示装置（例えば、有機ＥＬディスプレイ及び有機ＥＬテレビ）として好適に用いることができる。

【 0 1 0 1 】

以上、本発明の好適な一実施形態について説明したが、本発明は上記の実施形態に限定されない。

【 0 1 0 2 】

例えば、本発明の一側面は、ホスト材料とゲスト材料とが配合された発光素子用組成物の製造方法に関するものであってよい。

【 0 1 0 3 】

< 製造方法 (1) >

一態様において、発光素子用組成物の製造方法は、ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含むホスト材料を準備するホスト材料準備工程と、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物を含むゲスト材料を準備するゲスト材料準備工程と、ホスト材料とゲスト材料とを、ホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が１５０質量ｐｐｂ以上４５００質量ｐｐｂ以下となる配合比で混合して、発光素子用組成物を得る製造工程と、を含む、発光素子用組成物の製造方法（以下、「製造方法（１）」ともいう。）であってよい。

【 0 1 0 4 】

製造方法（１）において、ホスト材料準備工程は、カルシウム原子が混在したベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を準備する工程（Ａ－１）と、工程（Ａ－１）で準備したベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物の少なくとも一部を精製して、カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程（Ａ－２）と、を含んでいてよい。

【 0 1 0 5 】

製造方法（１）において、工程（Ａ－１）で準備されるベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物におけるカルシウム原子の含有量は特に限定されず、例えば、４５００質量ｐｐｂ以上であってよく、４８００質量ｐｐｂ以上であってよく、５０００質量ｐｐｂ以上であってよく、１００００質量ｐｐｂ以上であってよく、５００００質量ｐｐｂ以上であってよく、１０００００質量ｐｐｂ以上であってよく、５０００００質量ｐｐｂ以上であってよい。また、工程（Ａ－１）で準備されるベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物におけるカルシウム原子

の含有量の上限は特に限定されず、当該含有量は、例えば、 1000000000 質量ppb以下であってよく、 500000000 質量ppb以下であってよく、 100000000 質量ppb以下であってよく、 50000000 質量ppb以下であってよく、 10000000 質量ppb以下であってよい。

【 0 1 0 6 】

製造方法（１）において、工程（Ａ－２）における精製方法としては、上述の＜Ｃ^１及びＣ^Ｈの低減方法＞で例示した方法が挙げられる。

【 0 1 0 7 】

製造方法（１）において、工程（Ａ－２）後のベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物におけるカルシウム原子の含有量は、通常、０質量ｐｐｂ以上４５００００質量ｐｐｂ以下である。工程（Ａ－２）後のベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物におけるカルシウム原子の含有量は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは１０００００質量ｐｐｂ以下であり、より好ましくは４５０００質量ｐｐｂ以下であり、更に好ましくは１００００質量ｐｐｂ以下であり、特に好ましくは７０００質量ｐｐｂ以下であり、とりわけ好ましくは４７００質量ｐｐｂ以下であり、とりわけより好ましくは４５００質量ｐｐｂ以下であり、とりわけ更に好ましくは４３００質量ｐｐｂ以下であり、とりわけ特に好ましくは４０００質量ｐｐｂ以下である。また、工程（Ａ－２）後のベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物におけるカルシウム原子の含有量は、本実施形態の発光素子の初期劣化がより抑制されるので、好ましくは０．１質量ｐｐｂ以上であり、より好ましくは１質量ｐｐｂ以上であり、更に好ましくは１０質量ｐｐｂ以上であり、特に好ましくは５０質量ｐｐｂ以上であり、とりわけ好ましくは１２０質量ｐｐｂ以上であり、とりわけより好ましくは１６０質量ｐｐｂ以上であり、とりわけ更に好ましくは２００質量ｐｐｂ以上であり、とりわけ特に好ましくは２２０質量ｐｐｂ以上である。

【 0 1 0 8 】

製造方法（１）において、ゲスト材料準備工程は、カルシウム原子が混在した環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物を準備する準備工程（Ｂ－１）と、工程（Ｂ－１）で準備した環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製して、カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程（Ｂ－２）と、を含んでいてよい。

【 0 1 0 9 】

製造方法（１）において、工程（Ｂ－１）で準備される環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物におけるカルシウム原子の含有量は特に限定されず、例えば、２５００質量ｐｐｂ以上であってよく、３０００質量ｐｐｂ以上であってよく、３５００質量ｐｐｂ以上であってよく、５０００質量ｐｐｂ以上であってよく、１００００質量ｐｐｂ以上であってよく、５００００質量ｐｐｂ以上であってよく、１０００００質量ｐｐｂ以上であってよく、５０００００質量ｐｐｂ以上であってよい。また、工程（Ｂ－１）で準備される環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物におけるカルシウム原子の含有量の上限は特に限定されず、当該含有量は、例えば、１００００００００質量ｐｐｂ以下であってよく、５０００００００質量ｐｐｂ以下であってよく、１０００００００質量ｐｐｂ以下であってよく、５０００００質量ｐｐｂ以下であってよく、１０００００質量ｐｐｂ以下であってよい。

【 0 1 1 0 】

製造方法（１）において、工程（Ｂ－２）における精製方法としては、上述の＜Ｃ^１及びＣ^Ｈの低減方法＞で例示した方法が挙げられる。

【 0 1 1 1 】

製造方法（１）において、工程（Ｂ－２）後の環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物におけるカルシウム原子の含有量は、通常、０質量ｐｐｂ以上３００００質量ｐｐｂ以下である。工程（Ｂ－２）後の環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物におけるカルシウム原子の含有量は、好ましくは１００００質量ｐｐｂ以下であり、より好ましくは５０００質量ｐｐｂ以下であり、更に好ましくは３０００質量ｐｐｂ以下であり、特に好ましくは１０００質量ｐｐｂ以下であり、とりわけ好ましくは７００質量ｐｐｂ以下であり、とりわけより好ましくは４５０質量ｐｐｂ以下であり、とりわけ更に好ましくは３００質量ｐｐｂ以下である。また、工程（Ｂ－２）後の環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物におけるカルシウム原子の含有量は、好ましくは０．１質量ｐｐｂ以上であり、より好ましくは１質量ｐｐｂ以上であり、更に好ましくは１０質量ｐｐｂ以上であり、特に好ましくは１００質量ｐｐｂ以上であり、とりわけ好ましくは５００質量ｐｐｂ以上であり、とりわけより好ましくは１０００質量ｐｐｂ以上であり、とりわけ更に好ましくは２０００質量ｐｐｂ以上である。

【 0 1 1 2 】

製造方法（１）において、製造工程では、ホスト材料に含まれるカルシウム原子の量及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の量を考慮して、両者の総量が１５０質量ｐｐｂ以上４５０質量ｐｐｂ以下となる配合比で、ホスト材料及びゲスト材料を混合する。これにより、発光素子の初期劣化を抑制可能な発光素子用組成物を得ることができる。

製造方法（１）の製造工程において、ホスト材料及びゲスト材料を混合する方法は、特に限定されないが、例えば、ホスト材料及びゲスト材料を上述のインクの項で説明した溶媒に溶解させて混合する方法、ホスト材料とゲスト材料とを固体状態で混合する方法、及び、ホスト材料とゲスト材料とを共蒸着により混合する方法等が挙げられる。

【 0 1 1 3 】

製造方法（１）は、ホスト材料用芳香族化合物に含まれるカルシウム原子の含有量を測定するホスト材料測定工程を更に含んでもよい。製造方法（１）は、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物に含まれるカルシウム原子の含有量を測定するゲスト材料測定工程を更に含んでもよい。製造方法（１）は、ホスト材料測定工程とゲスト材料測定工程とを含むことが好ましい。ホスト材料測定工程及びゲスト材料測定工程において、カルシウム原子の含有量を測定する方法は、ＩＣＰ／ＭＳ法が好ましい。

製造方法（１）において、ホスト材料測定工程及びゲスト材料測定工程は、製造工程より前に実施することが好ましい。

製造方法（１）において、ホスト材料準備工程は、ホスト材料測定工程を含むことが好ましい。製造方法（１）において、ゲスト材料準備工程は、ゲスト材料測定工程を含むことが好ましい。

【 0 1 1 4 】

< 製造方法（２） >

他の一態様において、発光素子用組成物の製造方法は、ベンゼン環のみが３個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含むホスト材料を準備するホスト材料準備工程と、ホスト材料に対するゲスト材料の配合比を決定する決定工程と、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも１種とを含む複素環基を有する化合物を含み、上記配合比でホスト材料と混合したときホスト材料及びゲスト材料の総量に対するホスト材料に含ま

れるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が150質量ppb以上4500質量ppb以下となる、ゲスト材料を準備するゲスト材料準備工程と、ホスト材料とゲスト材料とを配合比で混合して、発光素子用組成物を得る製造工程と、を含む、発光素子用組成物の製造方法（以下、「製造方法（2）」ともいう。）であってよい。

【0115】

製造方法（2）において、ホスト材料準備工程は、カルシウム原子が混在したベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を準備する工程（A-1）と、工程（A-1）で準備したベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物の少なくとも一部を精製して、カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程（A-2）と、を含んでいてよい。製造方法（2）における工程（A-1）及び工程（A-2）は、上述の製造方法（1）における工程（A-1）及び工程（A-2）と同様の工程であってよい。

10

【0116】

製造方法（2）において、決定工程では、発光素子の特性等に応じて、配合比を決定してよい。決定工程では、例えば、上述のホスト材料及びゲスト材料と類似の材料を用いた試験用組成物による発光素子の作製結果に基づいて配合比を決定してよく、カルシウム原子の含有量が4500質量ppbを超える試験用組成物による発光素子の作製結果に基づいて配合比を決定してもよい。

【0117】

製造方法（2）において、ゲスト材料準備工程では、ホスト材料準備工程で準備されたホスト材料中のカルシウム原子の含有量、及び、決定工程で決定された配合比によって、ゲスト材料に許容されるカルシウム原子の含有量が決定される。すなわち、ゲスト材料準備工程では、カルシウム原子の含有量が許容範囲内のゲスト材料を準備する工程といえることができる。

20

【0118】

製造方法（2）において、ゲスト材料準備工程は、例えば、カルシウム原子が混在した環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を準備する準備工程（B-1）と、工程（B-1）で準備した環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製して、カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程（B-2）と、を含んでいてよい。製造方法（2）における工程（B-1）及び工程（B-2）は、上述の製造方法（1）における工程（B-1）及び工程（B-2）と同様の工程であってよい。

30

【0119】

製造方法（2）において、製造工程では、ホスト材料準備工程で準備されたホスト材料、及び、ゲスト材料準備工程で準備されたゲスト材料を、決定工程で決定された配合比で混合する。これにより、発光素子の初期劣化を抑制可能な発光素子用組成物を得ることができる。

製造方法（2）の製造工程におけるホスト材料及びゲスト材料を混合する方法は、製造方法（1）の製造工程におけるホスト材料及びゲスト材料を混合する方法と同様の方法であってよい。

40

【0120】

製造方法（2）は、前述のホスト材料測定工程を更に含んでいてもよい。製造方法（2）は、前述のゲスト材料測定工程を更に含んでいてもよい。製造方法（2）は、前述のホスト材料測定工程と前述のゲスト材料測定工程とを含むことが好ましい。

製造方法（2）において、前述のホスト材料測定工程及び前述のゲスト材料測定工程は、製造工程より前に実施することが好ましい。

製造方法（2）において、ホスト材料準備工程は、前述のホスト材料測定工程を含むことが好ましい。製造方法（2）において、ゲスト材料準備工程は、前述のゲスト材料測定

50

工程を含むことが好ましい。

【0121】

<製造方法(3)>

更に他の一態様において、発光素子用組成物の製造方法は、環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を含むゲスト材料を準備するゲスト材料準備工程と、ゲスト材料に対するホスト材料の配合比を決定する決定工程と、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含み、上記配合比でゲスト材料と混合したときホスト材料及びゲスト材料の総量に対するホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が150質量ppb以上4500質量ppb以下となる、ホスト材料を準備するホスト材料準備工程と、ゲスト材料とホスト材料とを上記配合比で混合して、発光素子用組成物を得る製造工程と、を含む、発光素子用組成物の製造方法(以下、「製造方法(3)」ともいう。)であってよい。

10

【0122】

製造方法(3)において、ゲスト材料準備工程は、カルシウム原子が混在した環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を準備する工程(B-1)と、工程(B-1)で準備した環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製して、カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程(B-2)と、を含んでいてよい。製造方法(3)における工程(B-1)及び工程(B-2)は、上述の製造方法(1)における工程(B-1)及び工程(B-2)と同様の工程であってよい。

20

【0123】

製造方法(3)において、決定工程では、発光素子の特性等に応じて、配合比を決定してよい。決定工程では、例えば、上述のホスト材料及びゲスト材料と類似の材料を用いた試験用組成物による発光素子の作製結果に基づいて配合比を決定してよく、カルシウム原子の含有量が4500質量ppbを超える試験用組成物による発光素子の作製結果に基づいて配合比を決定してもよい。

30

【0124】

製造方法(3)において、ホスト材料準備工程では、ゲスト材料準備工程で準備されたゲスト材料中のカルシウム原子の含有量、及び、決定工程で決定された配合比によって、ホスト材料に許容されるカルシウム原子の含有量が決定される。すなわち、ホスト材料準備工程では、カルシウム原子の含有量が許容範囲内のホスト材料を準備する工程といえることができる。

【0125】

製造方法(3)において、ホスト材料準備工程は、例えば、カルシウム原子が混在したベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を準備する準備工程(A-1)と、工程(A-1)で準備したベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物の少なくとも一部を精製して、カルシウム原子の少なくとも一部を除去する工程(A-2)と、を含んでいてよい。製造方法(3)における工程(A-1)及び工程(A-2)は、上述の製造方法(1)における工程(A-1)及び工程(A-2)と同様の工程であってよい。

40

【0126】

製造方法(3)において、製造工程では、ゲスト材料準備工程で準備されたゲスト材料、及び、ホスト材料準備工程で準備されたホスト材料を、決定工程で決定された配合比で混合する。これにより、発光素子の初期劣化を抑制可能な発光素子用組成物を得ることができる。

製造方法(3)の製造工程におけるホスト材料及びゲスト材料を混合する方法は、製造

50

方法(1)の製造工程におけるホスト材料及びゲスト材料を混合する方法と同様の方法であってよい。

【0127】

製造方法(3)は、前述のホスト材料測定工程を更に含んでいてもよい。製造方法(3)は、前述のゲスト材料測定工程を更に含んでいてもよい。製造方法(3)は、前述のホスト材料測定工程と前述のゲスト材料測定工程とを含むことが好ましい。

製造方法(3)において、前述のホスト材料測定工程及び前述のゲスト材料測定工程は、製造工程より前に実施することが好ましい。

製造方法(3)において、ホスト材料準備工程は、前述のホスト材料測定工程を含むことが好ましい。製造方法(3)において、ゲスト材料準備工程は、前述のゲスト材料測定工程を含むことが好ましい。

10

【0128】

<製造方法(4)>

更に他の一態様において、発光素子用組成物の製造方法は、ホスト材料としてベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を準備するホスト材料準備工程と、ゲスト材料として環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を準備するゲスト材料準備工程と、ホスト材料とゲスト材料との配合比を決定する決定工程と、上記配合比でホスト材料とゲスト材料とを混合したとき、ホスト材料及びゲスト材料の総量に対するホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が150質量ppb以上4500質量ppb以下となるように、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物及び環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製する精製工程と、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を含むホスト材料と環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を含むゲスト材料とを上記配合比で混合して、発光素子用組成物を得る製造工程と、を含む、発光素子用組成物の製造方法(以下、「製造方法(4)」ともいう。)であってよい。

20

30

【0129】

製造方法(4)では、ホスト材料準備工程で準備されるベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物、及び、ゲスト材料準備工程で準備される環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物のうち、少なくとも一方にカルシウム原子が混在されていてよい。すなわち、ホスト材料準備工程が、カルシウム原子が混在したベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物を準備する工程であるか、又は、ゲスト材料準備工程が、カルシウム原子が混在した環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を準備する工程であってよい。

40

【0130】

製造方法(4)において、決定工程では、発光素子の特性等に応じて、配合比を決定してよい。決定工程では、例えば、上述のホスト材料及びゲスト材料と類似の材料を用いた試験用組成物による発光素子の作製結果に基づいて配合比を決定してよく、カルシウム原子の含有量が4500質量ppbを超える試験用組成物による発光素子の作製結果に基づいて配合比を決定してよく、ホスト材料準備工程及びゲスト材料準備工程で準備したベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物及び環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を混合した試験用

50

組成物による発光素子の作製結果に基づいて配合比を決定してもよい。

【0131】

製造方法(4)において、精製工程では、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物及び環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物の少なくとも一部を精製する。精製方法としては、上述の<C¹及びC^Hの低減方法>で例示した方法が挙げられる。精製工程は、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物及び環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物のうち一方のみを精製する工程であってよく、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物及び環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物の両方を精製する工程であってもよい。

10

【0132】

製造方法(4)において、製造工程では、ベンゼン環のみが3個以上縮合した縮合環骨格を有する芳香族化合物及び環内に、炭素原子と、ホウ素原子、ケイ素原子、窒素原子、リン原子、酸素原子、硫黄原子及びセレン原子からなる群より選ばれる少なくとも1種とを含む複素環基を有する化合物を、決定工程で決定された配合比で混合する。このとき、精製工程を経ているため、ホスト材料及びゲスト材料の総量に対するホスト材料に含まれるカルシウム原子及びゲスト材料に含まれるカルシウム原子の総量が、150質量ppb以上4500質量ppb以下となる。これにより、発光素子の初期劣化を抑制可能な発光素子用組成物を得ることができる。

20

製造方法(4)の製造工程におけるホスト材料及びゲスト材料を混合する方法は、製造方法(1)の製造工程におけるホスト材料及びゲスト材料を混合する方法と同様の方法であってよい。

【0133】

製造方法(4)は、前述のホスト材料測定工程を更に含んでもよい。製造方法(4)は、前述のゲスト材料測定工程を更に含んでもよい。製造方法(4)は、前述のホスト材料測定工程と前述のゲスト材料測定工程とを含むことが好ましい。

30

製造方法(4)において、前述のホスト材料測定工程及び前述のゲスト材料測定工程は、製造工程より前に実施することが好ましい。

製造方法(4)において、ホスト材料準備工程又は精製工程は、前述のホスト材料測定工程を含むことが好ましい。製造方法(4)において、ゲスト材料準備工程又は精製工程は、前述のゲスト材料測定工程を含むことが好ましい。

【0134】

本発明の他の一側面は、発光素子の製造方法に関する。この製造方法は、陽極と、陰極と、陽極及び陰極の間に設けられた有機層とを含む発光素子の製造方法であって、上記製造方法(1)~(4)のいずれかにより製造された発光素子用組成物により、前記有機層を形成させる工程を含む、発光素子の製造方法であってよい。

40

本実施形態の発光素子の製造方法において、有機層の形成方法としては、例えば、上述した膜の作製と同じ方法を用いて形成することができる。

また、本実施形態の発光素子の製造方法において、上述した<発光素子>の項で説明した製造方法を用いてもよい。

また、本実施形態の発光素子の製造方法における発光素子としては、例えば、上述した<発光素子>の項で説明した発光素子が挙げられる。

【実施例】

【0135】

以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

50

【 0 1 3 6 】

本実施例において、化合物の発光スペクトルの最大ピーク波長は、分光光度計（日本分光株式会社製、F P - 6 5 0 0）により室温にて測定した。化合物をキシレンに、約 0.8×10^{-4} 質量 % の濃度で溶解させたキシレン溶液を試料として用いた。励起光としては、波長 3 2 5 n m の U V 光を用いた。

【 0 1 3 7 】

本実施例において、化合物に含まれるカルシウム原子の量は、I C P / M A S S 法により測定した。

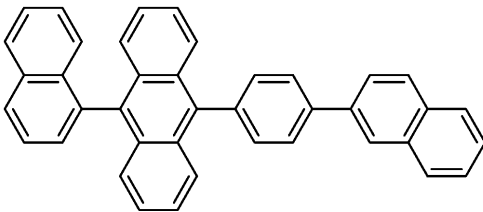
【 0 1 3 8 】

< 化合物 H 1 の合成 >

化合物 H 1 は特開 2 0 1 1 - 1 0 5 6 4 3 号公報に記載の方法に準じて合成した。

【 0 1 3 9 】

【 化 8 】



化合物H1及びH2

【 0 1 4 0 】

化合物 H 1 の H P L C 面積百分率値は 9 9 . 5 % 以上であった。また、化合物 H 1 に含まれるカルシウム原子の量 (C ^H) は 4 8 0 0 質量 p p b であった。

【 0 1 4 1 】

< 化合物 H 1 の精製 (化合物 H 2 の合成) >

化合物 H 1 の昇華精製を繰り返し行うことにより、化合物 H 2 を得た。なお、昇華精製の際は、真空度を 3×10^{-3} P a ~ 5×10^{-3} P a とし、昇華温度を 2 5 0 ~ 3 0 0 とした。

化合物 H 2 の H P L C 面積百分率値は 9 9 . 5 % 以上であった。また、化合物 H 2 に含まれるカルシウム原子の量 (C ^H) は 1 2 0 質量 p p b であった。

【 0 1 4 2 】

< 化合物 E M 1 の合成及び精製 >

国際公開第 2 0 0 8 / 0 5 6 7 4 6 号に記載の方法に準じて合成した化合物 E M 1 の再結晶を繰り返し行うことにより、化合物 E M 1 を得た。なお、再結晶の際は、テトラヒドロフラン及びメタノールの混合溶媒、並びに、トルエン及びヘプタンの混合溶媒を用いた。

化合物 E M 1 の H P L C 面積百分率値は 9 9 . 5 % 以上であった。また、化合物 E M 1 に含まれるカルシウム原子の量 (C ¹) は 2 5 0 0 質量 p p b であった。

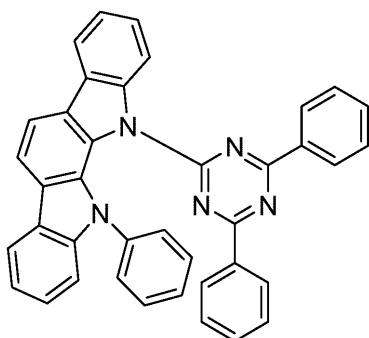
【 0 1 4 3 】

10

20

30

【化 9】



化合物EM1

10

【0144】

化合物 H 1 及び H 2 の発光スペクトルの最大ピーク波長は、421 nmであった。

化合物 E M 1 の発光スペクトルの最大ピーク波長は、510 nmであった。

【0145】

< 実施例 D 1 > 発光素子 D 1 の作製と評価

(陽極及び正孔注入層の形成)

ガラス基板にスパッタ法により45 nmの厚さでITO膜を付けることにより、陽極を形成した。該陽極上に、正孔注入材料であるND-3202 (日産化学工業製)をスピコート法により35 nmの厚さで成膜した。正孔注入層を積層した基板を大気雰囲気下において、ホットプレート上で50℃、3分間加熱し、更に、230℃、15分間加熱することにより正孔注入層を形成した。

20

【0146】

(正孔輸送層の形成)

キシレンに高分子化合物HTL-1を0.7質量%の濃度で溶解させた。得られたキシレン溶液を用いて、正孔注入層の上にスピコート法により20 nmの厚さで成膜し、窒素ガス雰囲気下において、ホットプレート上で180℃、60分間加熱させることにより、正孔輸送層を形成した。なお、高分子化合物HTL-1は、国際公報第2014/102543号のポリマー実施例1の高分子化合物である。

30

【0147】

(発光層の形成)

トルエンに、化合物 H 2 及び化合物 E M 1 (化合物 H 2 / 化合物 E M 1 = 90 質量 % / 10 質量 %) を 2 質量 % の濃度で溶解させた。得られたトルエン溶液を用いて、正孔輸送層の上にスピコート法により60 nmの厚さで成膜し、窒素ガス雰囲気下において、130℃、10分間加熱させることにより、発光層を形成した。

【0148】

(陰極の形成)

発光層を形成した基板を蒸着機内において、 1.0×10^{-4} Pa以下にまで減圧した後、陰極として、発光層の上にフッ化ナトリウムを約4 nm、次いで、フッ化ナトリウム層の上にアルミニウムを約80 nm蒸着した。蒸着後、ガラス基板を用いて封止することにより、発光素子 D 1 を作製した。

40

【0149】

(発光素子の評価)

発光素子 D 1 に電圧を印加することによりEL発光が観測された。初期輝度が500 cd/m²となるように電流値を設定後、定電流で駆動させ、輝度が初期輝度の95%となるまでの時間 (以下、「LT95」ともいう。) を測定した。

【0150】

< 実施例 D 2 ~ D 7 及び比較例 C D 1 > 発光素子 D 2 ~ D 7 及び C D 1 の作製と評価
実施例 D 1 の (発光層の形成) における「化合物 H 2 及び化合物 E M 1 (化合物 H 2 /

50

化合物 E M 1 = 9 0 質量 % / 1 0 質量 %)」に代えて、表 1 に記載の材料を表 1 に記載の材料比で用いた以外は、実施例 D 1 と同様にして、発光素子 D 2 ~ D 7 及び C D 1 を作製した。

発光素子 D 2 ~ D 7 及び C D 1 に電圧を印加することにより E L 発光が観測された。発光素子 D 2 ~ D 7 及び C D 1 の L T 9 5 を測定した。

【 0 1 5 1 】

実施例 D 2 ~ D 7 及び比較例 C D 1 の結果を表 1 に示す。発光素子 C D 1 の L T 9 5 を 1 . 0 としたときの発光素子 D 2 ~ D 7 の L T 9 5 の相対値を示す。

【 0 1 5 2 】

【 表 1 】

	発光素子	発光層					LT95 (相対値)
		材料	材料比 (質量%)	C ^H (質量 ppb)	C ^I (質量 ppb)	C ^H W ^H +C ^I W ^I (質量 ppb)	
実施例 D1	D1	H2/EM1	90/10	120	2500	358	1.5
実施例 D2	D2	H2/H1/EM1	88/2/10	224	2500	452	3.6
実施例 D3	D3	H2/H1/EM1	85.5/4.5/10	354	2500	569	3.7
実施例 D4	D4	H2/H1/EM1	81/9/10	588	2500	779	2.6
実施例 D5	D5	H2/H1/EM1	72/18/10	1056	2500	1200	2.0
実施例 D6	D6	H2/H1/EM1	45/45/10	2460	2500	2464	3.0
実施例 D7	D7	H2/H1/EM1	18/72/10	3864	2500	3728	3.0
比較例 CD1	CD1	H1/EM1	90/10	4800	2500	4570	1.0

【 産業上の利用可能性 】

【 0 1 5 3 】

本発明によれば、初期劣化が抑制された発光素子の製造に有用な組成物が提供される。初期劣化が抑制された発光素子の製造により、省資源化、省エネルギー化等の効果があるため、本発明は産業上有用である。

10

20

フロントページの続き

F ターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 BB03 CC21 DD53 DD59 DD68 DD69 DD70
FF14 GG06 GG56