

【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22年2月12日(2010.2.12)

【公開番号】特開2008-159843(P2008-159843A)

【公開日】平成20年7月10日(2008.7.10)

【年通号数】公開・登録公報2008-027

【出願番号】特願2006-347112(P2006-347112)

【国際特許分類】

H 01 L 51/50 (2006.01)

C 09 K 11/06 (2006.01)

C 07 D 209/86 (2006.01)

【F I】

H 05 B 33/14 B

C 09 K 11/06 6 4 5

C 09 K 11/06 6 9 0

C 07 D 209/86

【手続補正書】

【提出日】平成21年12月22日(2009.12.22)

【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

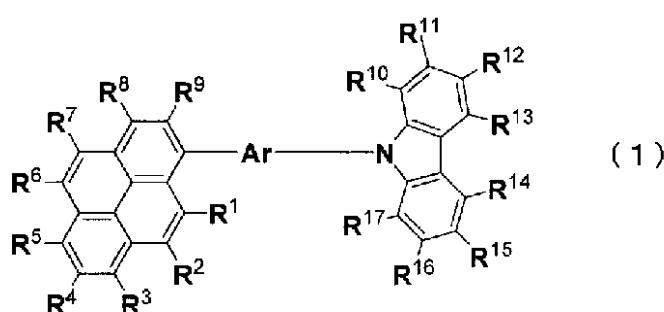
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式(1)で表されるピレン化合物を含有することを特徴とする発光素子材料。

【化1】



(R¹ ~ R¹⁷はそれぞれ同じでも異なっていてもよく、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、アミノ基、シリル基、ホスフィンオキサイド基の中から選ばれる。R¹ ~ R¹⁷は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。Arはアリーレン基またはヘテロアリーレン基である。但し、R¹ ~ R⁵のうち少なくとも一つはアルキル基である。但し、R³およびR⁵の少なくとも一つが**ビフェニル基**または**ナフチル基**であるか、もしくはR⁴が**t-ブチル基**である。)

【請求項2】

陽極と陰極の間に少なくとも発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、発光層が請求項1記載の発光素子材料を含有することを特徴とする発光素子。

【請求項3】

陽極と陰極の間に少なくとも発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子で

あって、発光層がホスト材料とドーパント材料からなり、請求項₁記載の発光素子材料がホスト材料であることを特徴とする発光素子。

【請求項4】

発光層と陰極の間に少なくとも電子輸送層が存在し、電子輸送層が炭素、水素、窒素、酸素、ケイ素、リンの中から選ばれる元素で構成され、電子受容性窒素を含むヘテロアリール環構造を有する化合物を含有することを特徴とする請求項₂または₃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】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

(R¹～R¹⁷はそれぞれ同じでも異なっていてもよく、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、アミノ基、シリル基、ホスフィンオキサイド基の中から選ばれる。R¹～R¹⁷は隣接する置換基同士で環を形成していてもよい。Arはアリーレン基またはヘテロアリーレン基である。但し、R¹²、R¹⁵のうち少なくとも一つはアルキル基である。但し、R³およびR⁵の少なくとも一つがビフェニル基またはナフチル基であるか、もしくはR⁴がt-ブチル基である。)

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

R¹～R¹⁷はそれぞれ同じでも異なっていてもよく、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、アミノ基、シリル基、ホスフィンオキサイド基の中から選ばれる。R¹～R¹⁷は隣接する置換基同士で環を形成していてもよい。Arはアリーレン基またはヘテロアリーレン基である。但し、R¹²、R¹⁵のうち少なくとも一つはアルキル基である。但し、R³およびR⁵の少なくとも一つがビフェニル基またはナフチル基であるか、もしくはR⁴がt-ブチル基である。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0062

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0062】

参考例1 化合物[8]の合成

1-クロロ-2-ヨードベンゼン13g、4-tert-ブチルアニリン9.8g、ビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウム(0)0.63g、トリ(tert-ブチル)ホスフィンテトラフルオロホウ酸塩0.29g、tert-ブトキシナトリウム7.9gおよびキシレン180mlの混合溶液をアルゴン気流下、60°で2時間加熱攪拌した。室温に冷却した後、混合溶液を濃縮した。濃縮物をシリカゲルクロマトグラフィーで精製して、N-(4-tert-ブチルフェニル)-2-クロロアニリン12gを得た。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0070

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0070】

参考例2 化合物[17]の合成

1 - プロモ - 2 - ニトロベンゼン 2 g、4 - (tert - ブチル)フェニルボロン酸 2.3 g、酢酸パラジウム 58 mg、テトラブチルアンモニウムプロミド 0.83 g、リン酸カリウム 5.5 g とジメチルホルムアミド 100 ml の混合溶液をアルゴン気流下、130 °C で 4 時間加熱攪拌した。室温に冷却した後、混合溶液を濃縮した。濃縮物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製して、1 - [4 - (tert - ブチル)フェニル] - 2 - ニトロベンゼン 2.4 g を得た。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0075

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0075】

参考例3 化合物[56]の合成

ピレン 4.1 g、tert - ブチルクロリド 2 g とジクロロメタン 33 ml の混合溶液をアルゴン気流下、0 °C に冷やし、塩化アルミニウム 2.7 g を加えた。この混合溶液を室温で 3 時間攪拌した後、水 30 ml を注入し、ジクロロメタン 30 ml で抽出した。有機層を水 20 ml で 2 回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートした。シリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、2 - t - ブチルピレンを含む混合物 3 g (含有率 65 %) を得た。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0082

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0082】

実施例1

化合物[21]を用いた発光素子を次のように作製した。ITO透明導電膜を 150 nm 堆積させたガラス基板（旭硝子（株）製、15 / 、電子ビーム蒸着品）を 30 × 40 mm に切断し、ITO導電膜をフォトリソグラフィ法によりパターン加工して、発光部分および電極引き出し部分を作製した。得られた基板をアセトン、“セミコクリン 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。続いて、イソプロピルアルコールで 15 分間超音波洗浄してから熱メタノールに 15 分間浸漬させて乾燥させた。素子を作製する直前にこの基板を 1 時間 UV - オゾン処理し、さらに真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空中度が 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 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、発光材料として、ホスト材料としては化合物[21]を、またドーパント材料としては下記式に示す D - 1 をドープ濃度が 2 % になるように 35 nm の厚さに蒸着した。次に、電子輸送材料として、下記式に示す E - 1 を 20 nm の厚さに積層した。以上で形成した有機層上に、フッ化リチウムを 0.5 nm の厚さに蒸着した後、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の表示値である。この発光素子を 10 mA / cm² で直流駆動したところ、発光効率 5.91 m (ルーメン) / W の高効率青色発光が得られた。この発光素子を 10 mA / cm² の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は 4000 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】0084

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0084】

実施例2～3

ホスト材料として表1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】0089

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0089】

【表1】

表1

	発光層		電子輸送層	発光色	発光効率 (lm/W)	輝度半減時間 (h)
	ホスト材料	ドーパント材料				
実施例1	化合物[21]	D-1	E-1	青色	5.9	4000
実施例2	化合物[39]	D-1	E-1	青色	4.9	4500
実施例3	化合物[58]	D-1	E-1	青色	2.6	7500
比較例1	H-1	D-1	E-1	青色	3.2	500
比較例2	H-2	D-1	E-1	青色	2.8	300
比較例3	H-3	D-1	E-1	青色	3.0	400
比較例4	H-4	D-1	E-1	青色	2.8	350
比較例5	H-5	D-1	E-1	青色	3.2	350

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0090

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0091

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0092

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0093

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0094

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0095

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0096

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0097

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0098

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正19】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0099

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正20】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0100

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正21】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0101

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正22】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0102

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正23】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0103

【補正方法】削除

【補正の内容】