

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5361237号
(P5361237)

(45) 発行日 平成25年12月4日 (2013. 12. 4)

(24) 登録日 平成25年9月13日 (2013. 9. 13)

(51) Int. Cl.

F I

C O 7 C 13/62 (2006. 01)

H O 1 L 51/50 (2006. 01)

C O 9 K 11/06 (2006. 01)

C O 7 C 13/62

H O 5 B 33/14

B

H O 5 B 33/22

B

H O 5 B 33/22

D

C O 9 K 11/06 6 1 0

請求項の数 8 (全 25 頁)

(21) 出願番号 特願2008-95673 (P2008-95673)
(22) 出願日 平成20年4月2日 (2008. 4. 2)
(65) 公開番号 特開2008-308485 (P2008-308485A)
(43) 公開日 平成20年12月25日 (2008. 12. 25)
審査請求日 平成23年4月1日 (2011. 4. 1)
(31) 優先権主張番号 特願2007-130526 (P2007-130526)
(32) 優先日 平成19年5月16日 (2007. 5. 16)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(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 100096828
弁理士 渡辺 敬介
(74) 代理人 100110870
弁理士 山口 芳広
(72) 発明者 山田 直樹
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 井川 悟史
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

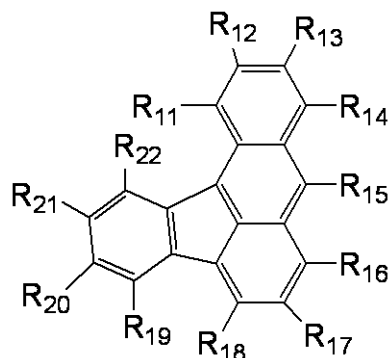
(54) 【発明の名称】 ベンゾ [a] フルオランテン化合物及びそれを用いた有機発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 [I] で示されることを特徴とする、ベンゾ [a] フルオランテン化合物。

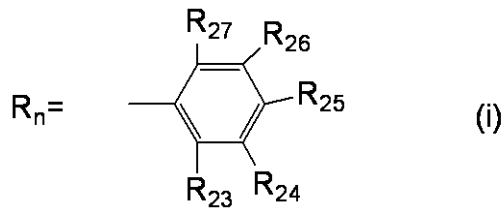
【化 1】



[I]

(式 [I] において、 R_{14} , R_{15} , R_{16} , R_{20} 及び R_{21} のうちいずれかは下記一般式 (i) で示される R_n を表す。

【化 2】



(式(i)において、 R_{23} 、 R_{24} 、 R_{25} 及び R_{26} のうち、少なくとも一組の隣り合う置換基同士は互いに結合し環構造を形成する。 R_{23} 乃至 R_{27} のうち該環構造の形成に寄与しない置換基は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、置換あるいは無置換のアルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アミノ基、アリール基又は複素環基を表し、それぞれ同じであっても異なってもよい。)

10

R_{11} 乃至 R_{22} のうち R_n ではない置換基は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、置換あるいは無置換のアルケニル基、置換あるいは無置換のアルキニル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換アミノ基、アリール基又は複素環基を表し、それぞれ同じであっても異なってもよい。)

【請求項 2】

前記 R_{15} が R_n であることを特徴とする、請求項 1 に記載のベンゾ[a]フルオランテン化合物。

20

【請求項 3】

前記 R_n が、フルオレニル基、フルオランテニル基、ベンゾフルオランテニル基、ピレニル基又はペリレニル基であることを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載のベンゾ[a]フルオランテン化合物。

【請求項 4】

陽極と陰極と、

該陽極と該陰極との間に挟持される有機化合物からなる層と、から構成され、

該有機化合物からなる層に、請求項 1 乃至 3 のいずれか一項に記載のベンゾ[a]フルオランテン化合物が少なくとも 1 種類含まれることを特徴とする、有機発光素子。

30

【請求項 5】

前記ベンゾ[a]フルオランテン化合物が発光層に含まれることを特徴とする、請求項 4 に記載の有機発光素子。

【請求項 6】

基板上に設けられた薄膜トランジスタと接続していることを特徴とする、請求項 4 又は 5 に記載の有機発光素子。

【請求項 7】

基板側から光を取り出すボトムエミッション構成であることを特徴とする、請求項 4 乃至 6 のいずれか一項に記載の有機発光素子。

【請求項 8】

基板の反対側から光を取り出すトップエミッション構成であることを特徴とする、請求項 4 乃至 6 のいずれか一項に記載の有機発光素子。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、ベンゾ[a]フルオランテン化合物及びそれを用いた有機発光素子に関する。

【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又は燐光性有機化合物を含む薄

50

膜を挟持する素子である。また、各電極からホール（正孔）及び電子を注入することで蛍光性化合物又は燐光性化合物の励起子を生成させることにより、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射する。

【 0 0 0 3 】

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。

【 0 0 0 4 】

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や酸素を含む雰囲気気体や湿気等による劣化等の耐久性の面で未だ多くの問題がある。

【 0 0 0 5 】

さらにはフルカラーディスプレイ等への応用を考慮すると、色純度のよい青、緑、赤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に解決したとは言えない。

【 0 0 0 6 】

上述した解決する方法として、ベンゾフルオランテン化合物を有機発光素子の構成材料として使用することが提案されている。ベンゾフルオランテン化合物を、有機発光素子の構成材料として使用した例として、特許文献 1、特許文献 2 及び非特許文献 1 が挙げられる。

【 0 0 0 7 】

【特許文献 1】特開平 1 0 - 1 8 9 2 4 7 号広報

【特許文献 2】特開 2 0 0 2 - 8 8 6 7 号公報

【非特許文献 1】Chem. Mater. 2003, 15, 4854 - 4862

【非特許文献 2】Steaven L. Murov, Ian Carmichael, Gordon L. Hug, Handbook of Photochemistry, 1993 年

【非特許文献 3】J. Phys. Chem. 1994, 98, 5639 - 5643

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 8 】

本発明の目的は、新規なベンゾ[a]フルオランテン化合物を提供することにある。また本発明の他の目的は、極めて発光効率及び輝度が良好で、かつ耐久性のある有機発光素子を提供することにある。

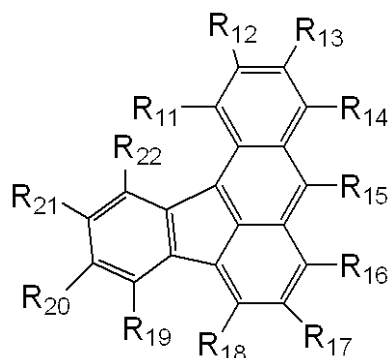
【課題を解決するための手段】

【 0 0 0 9 】

本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物は、下記一般式 [I] で示されることを特徴とする。

【 0 0 1 0 】

【化 1】



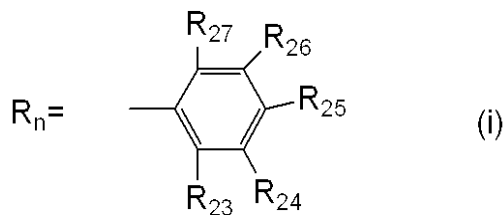
[I]

（式 [I] において、 R_{14} 、 R_{15} 、 R_{16} 、 R_{20} 及び R_{21} のうちいずれかは下記一般式 (i

)で示される R_n を表す。

【 0 0 1 1 】

【 化 2 】



(式(i)において、 R_{23} 、 R_{24} 、 R_{25} 及び R_{26} のうち、少なくとも一組の隣り合う置換基同士は互いに結合し環構造を形成する。 R_{23} 乃至 R_{27} のうち該環構造の形成に寄与しない置換基は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、置換あるいは無置換のアルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、アミノ基、アリール基又は複素環基を表し、それぞれ同じであっても異なってもよい。)

10

R_{11} 乃至 R_{22} のうち R_n ではない置換基は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、置換あるいは無置換のアルケニル基、置換あるいは無置換のアルキニル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換アミノ基、アリール基又は複素環基を表し、それぞれ同じであっても異なってもよい。)

20

【 発明の効果 】

【 0 0 1 2 】

本発明によれば、新規なベンゾ[a]フルオランテン化合物を提供することができる。また本発明によれば、極めて発光効率及び輝度が良好で、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。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 1 3 】

まず、本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物について説明する。

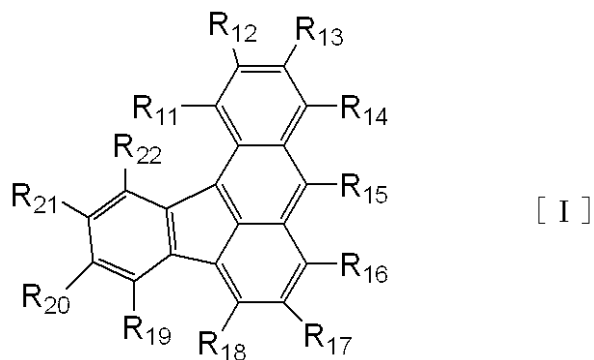
【 0 0 1 4 】

本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物は、下記一般式[I]で示される化合物である。

30

【 0 0 1 5 】

【 化 3 】

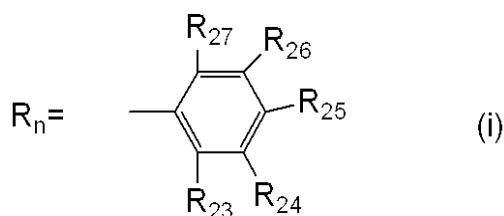


40

式[I]において、 R_{14} 、 R_{15} 、 R_{16} 、 R_{20} 及び R_{21} のうち少なくとも一つが下記一般式(i)で示される R_n を表す。好ましくは、 R_{15} が R_n である。

【 0 0 1 6 】

【化 4】



【 0 0 1 7 】

尚、 R_n の詳細については後述する。

【 0 0 1 8 】

式 [I] において、 R_{11} 乃至 R_{22} のうち R_n ではない置換基は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、置換あるいは無置換のアルケニル基、置換あるいは無置換のアルキニル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換アミノ基、アリール基又は複素環基を表す。

【 0 0 1 9 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表されるハロゲン原子として、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等が挙げられる。

【 0 0 2 0 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表されるアルキル基として、メチル基、エチル基、ノルマルプロピル基、イソプロピル基、ノルマルブチル基、ターシャリーブチル基、セカンダリーブチル基、オクチル基、1 - アダマンチル基、2 - アダマンチル基等が挙げられる。

【 0 0 2 1 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表されるアルコキシ基として、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等が挙げられる。

【 0 0 2 2 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表されるアリールオキシ基として、フェノキシ基、4 - メチルフェノキシ基、ナフトキシ基等が挙げられる。

【 0 0 2 3 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表されるアルケニル基として、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、フェニルビニル基、ジフェニルビニル基等が挙げられる。

【 0 0 2 4 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表されるアルキニル基として、エチニル基、プロピニル基、ブチニル基、フェネチニル基等が挙げられる。

【 0 0 2 5 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表されるアラルキル基として、ベンジル基、フェネチル基等が挙げられる。

【 0 0 2 6 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表される置換アミノ基として、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、ジターシャルブチルアミノ基、ジアニソリルアミノ基、カルバゾイル基等が挙げられる。

【 0 0 2 7 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表されるアリール基として、フェニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、アズレニル基、ペンタレニル基、インデニル基、ピレニル基、インダセニル基、アセナフテニル基、フェナレニル基、フルオランテニル基、ベンゾフルオランテニル基、アセフェナントリル基、アセアントリル基、トリフェニレニル基、クリセニル基、ペリレニル基、フルオレニル基等が挙げられる。

【 0 0 2 8 】

R_{11} 乃至 R_{22} で表される複素環基として、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基、ピリミジル基、ビピリジル基、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

10

20

30

40

50

アゾリル基、ターチエニル基、イミダゾリル基、カルバゾリル基、アクリジニル基、フェナントロリル基等が挙げられる。

【 0 0 2 9 】

上記アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルケニル基、アルキニル基及びアラルキル基がさらに有してもよい置換基として、メチル基、エチル基、プロピル基、ターシャリーブチル基等のアルキル基、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、フェニルビニル基、ジフェニルビニル基等のアルケニル基、エチニル基、プロピニル基、ブチニル基、フェネチニル基等のアルキニル基、ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基、フェニル基、ビフェニル基、フルオレニル基、フルオランテニル基、ベンゾフルオランテニル基、3, 5 - ジターシャリーブチルフェニル基、2, 4, 6 - トリメチルフェニル基、4 - ターシャリーブチルフェニル基、3, 5 - ジメチルフェニル基、9, 9 - ジメチル - 9 H - フルオレニル基、トリル基等のアリール基、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基等の複素環基、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、ジアニソリルアミノ基、フェニルナフチルアミノ基、ジ - (4 - ターシャリーブチルフェニル) アミノ基等の置換アミノ基、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等のアルコキシ基、フェノキシ基、4 - メチルフェノキシ基、ナフトキシ基等のアリールオキシ基、フッ素、塩素等のハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基等が挙げられる。

10

【 0 0 3 0 】

また R_{11} 乃至 R_{22} のうち R_n ではない置換基は、それぞれ同じであっても異なっていて

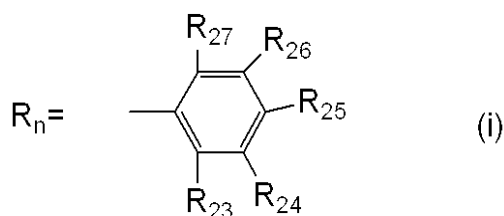
20

【 0 0 3 1 】

次に、下記一般式 (i) で示される R_n について説明する。

【 0 0 3 2 】

【 化 5 】



30

【 0 0 3 3 】

式 (i) において、 R_{23} 、 R_{24} 、 R_{25} 及び R_{26} のうち、少なくとも一組の隣り合う置換基同士は互いに結合し環構造を形成する。尚、環構造を形成する隣り合う置換基の組み合わせは二組以上であってもよい。

【 0 0 3 4 】

R_{23} 、 R_{24} 、 R_{25} 及び R_{26} のうち、少なくとも一組の隣り合う置換基によって形成される環構造とは、具体的には、縮合多環基である。ここで縮合多環基として、具体的には、ナフチル基、アズレニル基、ペンタレニル基、インデニル基、ピレニル基、インダセニル基、アセナフテニル基、フェナントリル基、フェナレニル基、フルオランテニル基、ベンゾフルオランテニル基、アセフェナントリル基、アセアントリル基、トリフェニレニル基、クリセニル基、ペリレニル基、フルオレニル基、イミダゾリル基、カルバゾリル基、アクリジニル基、フェナントロリル基等が挙げられる。好ましくは、フルオレニル基、フルオランテニル基、ベンゾフルオランテニル基、ピレニル基又はペリレニル基である。

40

【 0 0 3 5 】

この縮合多環基はさらに置換基を有してもよい。例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ターシャリーブチル基等のアルキル基、ビニル基、プロペニル基、ブテニル基、フェニルビニル基、ジフェニルビニル基等のアルケニル基、エチニル基、プロピニル基、ブチニル基、フェネチニル基等のアルキニル基、ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基、フェニル基、ビフェニル基、フルオレニル基、フルオランテニル基、ベンゾフルオラ

50

ンテニル基、3, 5 - ジターシャリーブチルフェニル基、2, 4, 6 - トリメチルフェニル基、4 - ターシャリーブチルフェニル基、3, 5 - ジメチルフェニル基、9, 9 - ジメチル - 9H - フルオレニル基、トリル基等のアリール基、チエニル基、ピロリル基、ピリジル基等の複素環基、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、ジアニソリルアミノ基、フェニルナフチルアミノ基、ジ - (4 - ターシャリーブチルフェニル) アミノ基等の置換アミノ基、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等のアルコキシ基、フェノキシ基、4 - メチルフェノキシ基、ナフトキシ基等のアリールオキシ基、フッ素、塩素等のハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基等が挙げられる。

【0036】

10

R_{23} 乃至 R_{27} のうち上記環構造の形成に寄与しない置換基は、それぞれ水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、置換あるいは無置換のアルキル基、置換あるいは無置換のアルコキシ基、置換あるいは無置換のアリールオキシ基、置換あるいは無置換のアルケニル基、置換あるいは無置換のアルキニル基、置換あるいは無置換のアラルキル基、置換アミノ基、アリール基又は複素環基を表す。

【0037】

R_{23} 乃至 R_{27} で表されるハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルケニル基、アルキニル基、アラルキル基、置換アミノ基、アリール基及び複素環基の具体例は、 R_{11} 乃至 R_{22} のうち R_n ではない置換基の具体例と同様である。

【0038】

20

また上記アルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アルケニル基、アルキニル基及びアラルキル基がさらに有してもよい置換基の具体例も R_{11} 乃至 R_{22} のうち R_n ではない置換基の具体例と同様である。

【0039】

R_{23} 乃至 R_{27} のうち該環構造の形成に寄与しない置換基は、それぞれ同じであっても異なってもよい。

【0040】

本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物を有機発光素子の発光材料として用いる場合、有機発光素子の発光効率を向上させるためには、発光中心材料であるベンゾ [a] フルオランテンの発光量子収率が大きいことが望ましい。

30

【0041】

しかし、無置換のベンゾ [a] フルオランテンは、分子自体の蛍光量子収率が低いので、このベンゾフルオランテン骨格に分子自体の蛍光量子収率を向上させる置換基を導入する必要がある。ここで、ベンゾ [a] フルオランテンを含む各種化合物について、化合物自体の蛍光量子収率を下記の表 1 に示す。尚、下記の表 1 において、ベンゾ [a] フルオランテンの蛍光量子収率は実験値であり、ベンゾ [a] フルオランテン以外の化合物の蛍光量子収率は、非特許文献 2 に記載されている数値である。

【0042】

【表 1】

| 化合物 | 蛍光量子収率 |
|----------------|--------|
| ベンゾ [a]フルオランテン | 0.19 |
| フルオレン | 0.68 |
| フルオランテン | 0.35 |
| ベンゾ [k]フルオランテン | 1.0 |
| ペリレン | 0.77 |
| ベンゼン | 0.06 |
| ビフェニル | 0.15 |
| トリフェニルアミン | 0.045 |

10

【0043】

上記表 1 より、一般式 [I] 中の R_n が一般式 (i) で表される構造である、フルオレン、フルオランテン、ベンゾ [k] フルオランテン、ピレン及びペリレンは、ベンゾ [a] フルオランテンよりも蛍光量子収率が高い。このため、これらの化合物に由来する置換基を少なくともひとつ、ベンゾ [a] フルオランテン骨格に導入すると、ベンゾ [a] フルオランテン化合物の蛍光量子収率が向上する。

【0044】

20

一方、上記表 1 よりベンゼン、ビフェニルアミン類であるトリフェニルアミンは、ベンゾ [a] フルオランテンよりも蛍光量子収率が低い。このため、これらの化合物に由来する置換基をベンゾ [a] フルオランテン骨格に導入しても、ベンゾ [a] フルオランテンの蛍光量子収率は向上しない。

【0045】

また、一般式 [I] 中の R_n が 9 位を結合手とするアントラセンは蛍光量子収率の向上が見られない。特に、一般式 [I] 中の R_{15} に 9 位を結合手とするアントラセン骨格を導入すると、ベンゾ [a] フルオランテン骨格とアントラセン骨格との間で生じる立体的反発が大きすぎる。従って、一般式 (i) の R_n において、 R_{26} と結合して 9 位を結合手とするアントラセン骨格を形成し得る R_{27} は環形成に寄与しないことが望ましい。

30

【0046】

また、ベンゾ [a] フルオランテン化合物の蛍光量子収率を向上させる置換基は、好ましくは、一般式 [I] 中の R_{14} 、 R_{15} 、 R_{16} 、 R_{20} 及び R_{21} のいずれかに導入される。当該置換基は、 R_{14} 、 R_{15} 、 R_{16} 、 R_{20} 及び R_{21} のいずれかに導入されているのであれば、複数導入されてもよい。これらの位置で当該置換基を導入することは、ベンゾ [a] フルオランテン化合物自身の遷移モーメントの方向に当該置換基を導入することと同じである。当該置換基を導入することにより、ベンゾ [a] フルオランテン化合物の遷移モーメントが大きくなるので、ベンゾ [a] フルオランテン化合物の蛍光量子収率がさらに向上する。

【0047】

40

本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物は、有機発光素子を構成する材料として使用することができる。また、本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物を有機発光素子の構成材料として含有させることにより有機発光素子の発光効率、色純度及び耐久性が向上する。これらの性能が向上する理由を以下に説明する。

【0048】

本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物は、5 員環構造を含むものである。ここで 5 員環構造に起因する電子吸引力により、本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物は電子注入性を備える。このため本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物を有機発光素子を構成する材料として使用すると、陰極から発生した電子を効率よく輸送できるので、素子の駆動電圧を低下させることができる。この結果、有機発光素子の発光効率を向上さ

50

せることができる。また、有機発光素子の長寿命化にも寄与する。

【0049】

また本発明のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物は、置換基を導入することで、HOMOとLUMOのレベルを適宜調節することが可能である。このため、ホールや電子のキャリア注入のバランスを考慮した、分子設計が可能である。

【0050】

有機発光素子が発する光の色純度を向上させるためには、非特許文献3によれば、素子を構成する発光材料について、以下の要件を満たす必要がある。

1. 発光材料である分子のストークスシフトが小さいこと（基底状態と励起状態を比較して構造変化が小さいこと）
2. 発光材料の分子同士の分子会合が抑制されていること
3. 発光材料である分子の発光スペクトルの半値幅が狭いこと

【0051】

ここで本発明のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物に導入される置換基、特に、フルオレニル基、ベンゾフルオランテニル基、フルオランテニル基、ピレニル基、ペリレニル基等は、ストークスシフトが小さい。

【0052】

また、上述したように、本発明のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物は、立体障害の大きい置換基を有しているので、化合物分子同士の会合は抑制されている。

【0053】

さらに、本発明のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物は、ストークスシフトが小さい置換基や回転部位が少ない置換基を導入することにより発光材料である分子の発光スペクトルの半値幅を狭くすることができる。具体的には、本発明のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物において、ビフェニル基よりもフルオレン基の方が、回転部位が少なく、ストークスシフトも小さいので、フルオレン基を導入する方が発光スペクトルの半値幅を狭くすることができる。従って、本発明のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物を発光材料とすると、有機発光素子が発する光の色純度を向上させることができる。具体的には、フルオレニル基、ベンゾフルオランテニル基、フルオランテニル基、ピレニル基、ペリレニル基等を置換基として用いた場合は、ストークスシフトが小さい。

【0054】

また、本発明のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物は、様々な置換基を導入することができるので、所望の発光色に対応して化合物の分子設計をすることが可能である。

【0055】

有機発光素子の耐久性は、素子を構成する材料の化学的安定性が重要な要素となる。

【0056】

本発明のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物は、5員環構造に由来す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いので、化学的に安定であるという特徴を有する。

【0057】

ここで式[I]のベンゾ[*a*]フルオランテン化合物において、好ましくは、R₁₅の位置に、炭素原子及び水素原子から構成される置換基を導入する。この位置では、ベンゾ[*a*]フルオランテン骨格の中でも求電子反応性が一番高い置換位置であるので、この位置に水素原子よりも脱離能が低く化学反応性が低い置換基を導入すると、ベンゾ[*a*]フルオランテン化合物の化学的安定性がより高くなる。

【0058】

さらに好ましくは、式[I]のR₁₅の位置に、アリール基や複素環基の中でも立体的に嵩高い縮合多環基を導入する。この場合、立体障害による化学反応性低下の効果により、さらに化合物自体の化学的安定性が高くなる。

【0059】

一方、ベンゾ[*a*]フルオランテン骨格に置換する置換基が、ベンゾ[*a*]フルオラン

10

20

30

40

50

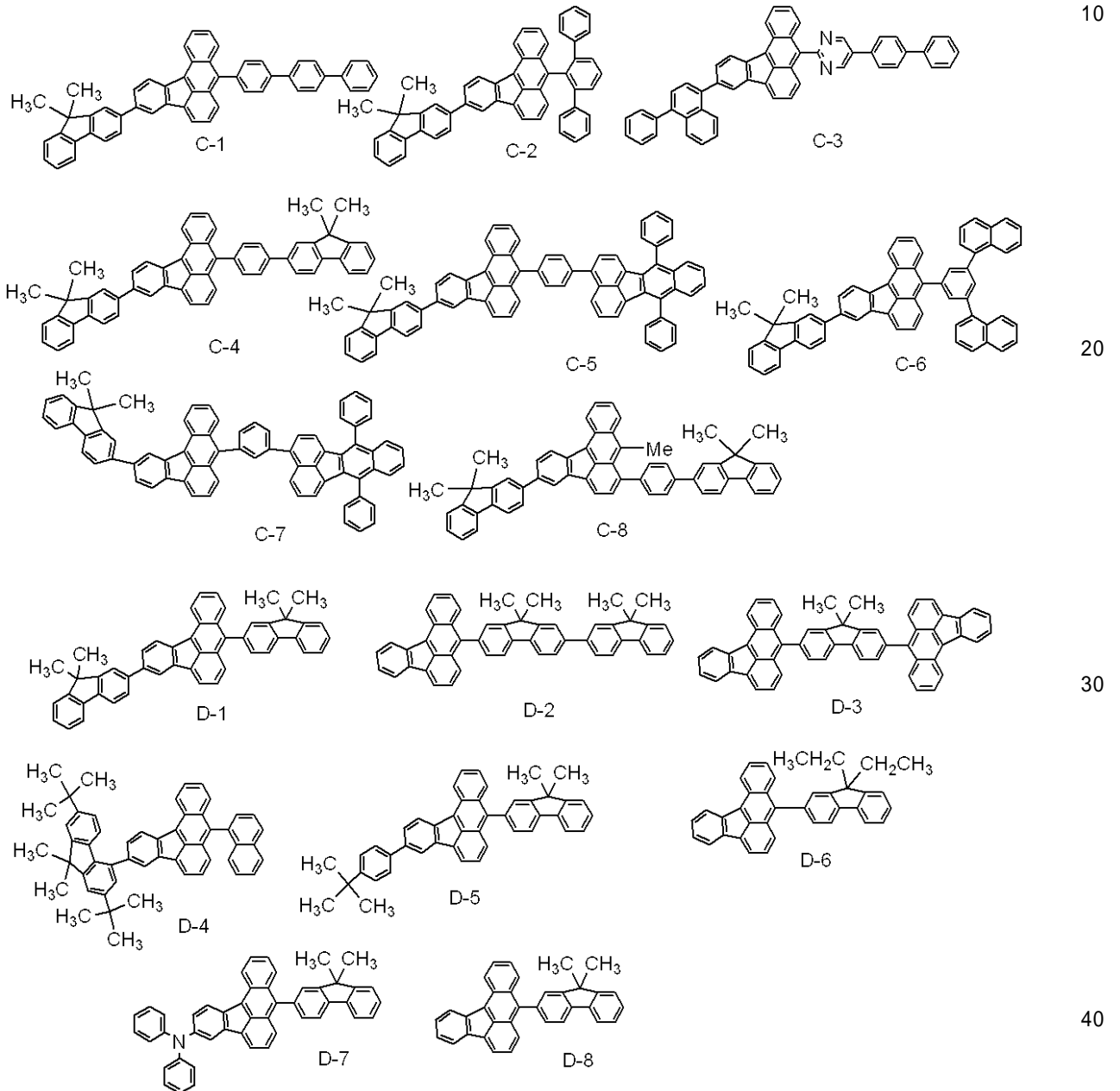
テンよりもバンドギャップが広い場合には、分子自体の発光については、その置換基に由来する発光が支配的となる。これは、HOMO軌道やLUMO軌道がベンゾ[*a*]フルオランテン骨格内に局在化するからである。この場合、ベンゾ[*a*]フルオランテン骨格の化学的安定性の効果はさらに増大するので、有機発光素子の耐久性が向上する。

【0060】

以下、一般式[Ⅰ]で示される化合物の具体例を以下に示す。しかし、本発明はこれらに限られるものではない。

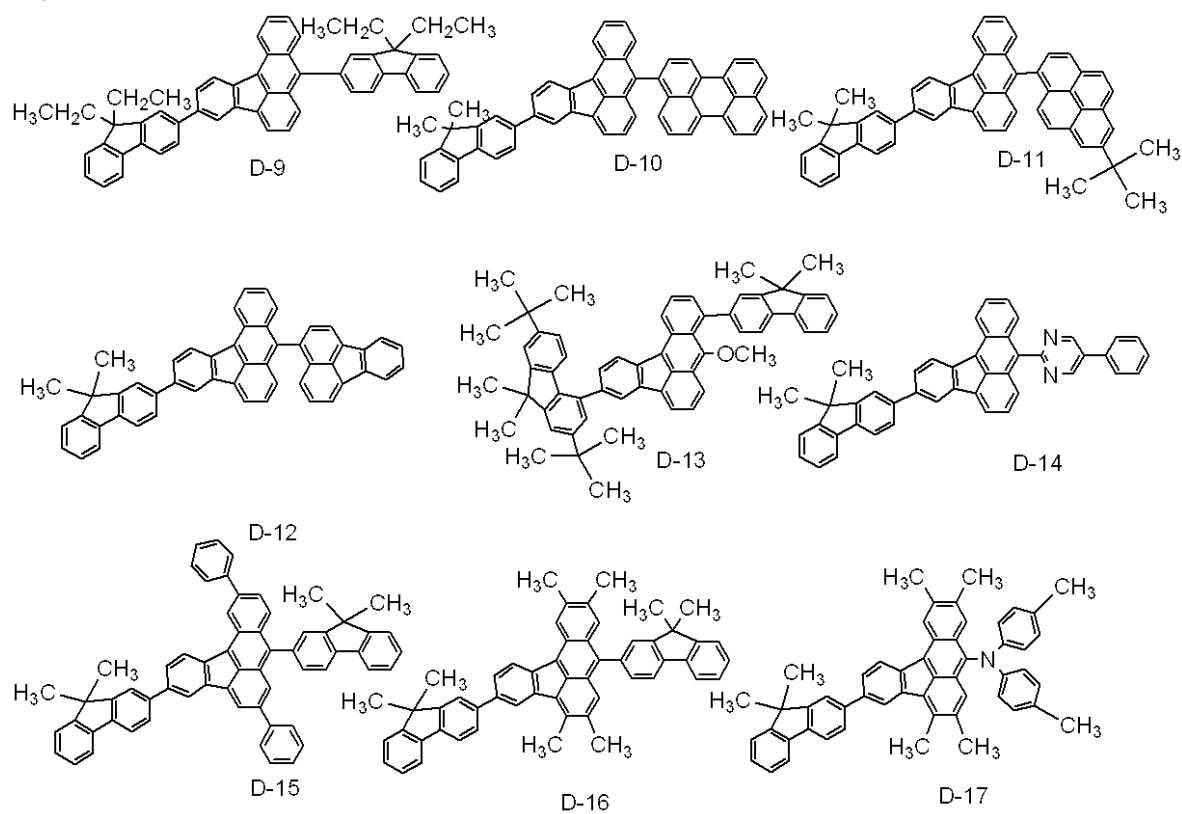
【0061】

【化6】



【0062】

【化 7】

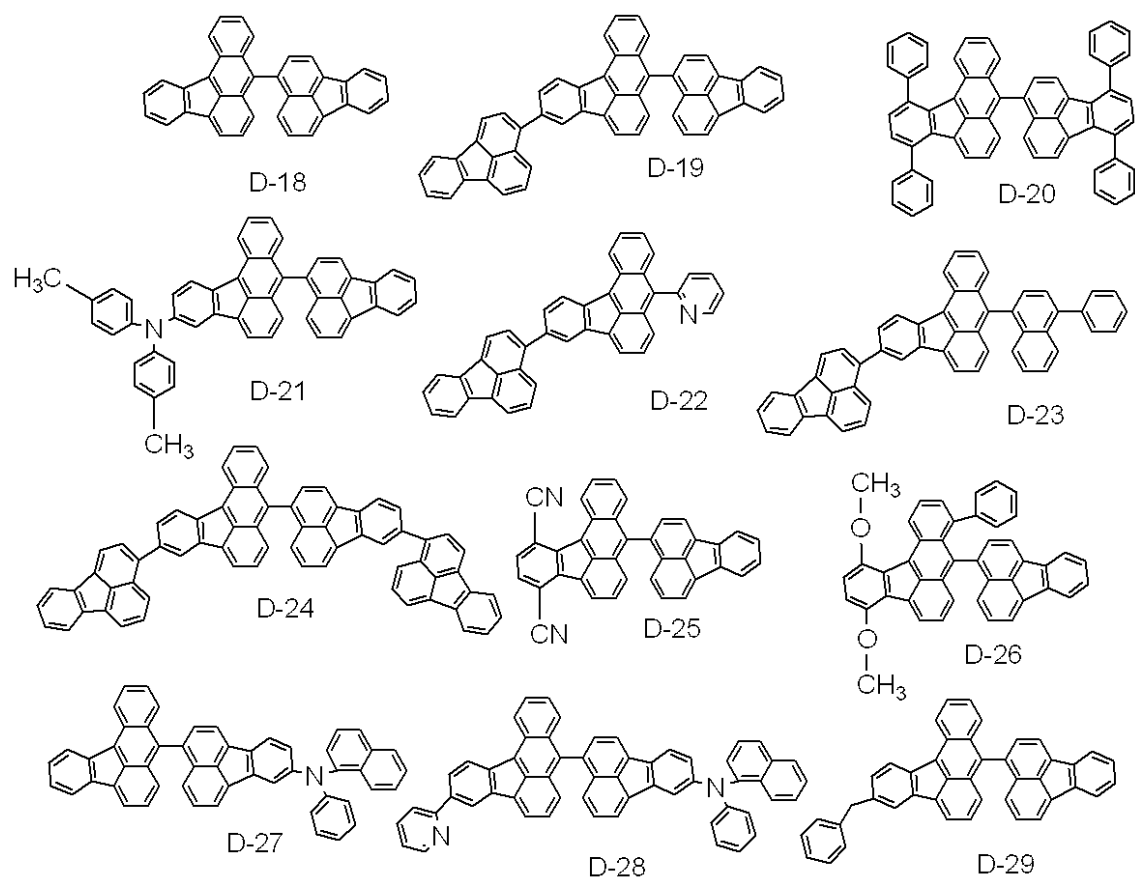


10

20

【 0 0 6 3 】

【化 8】

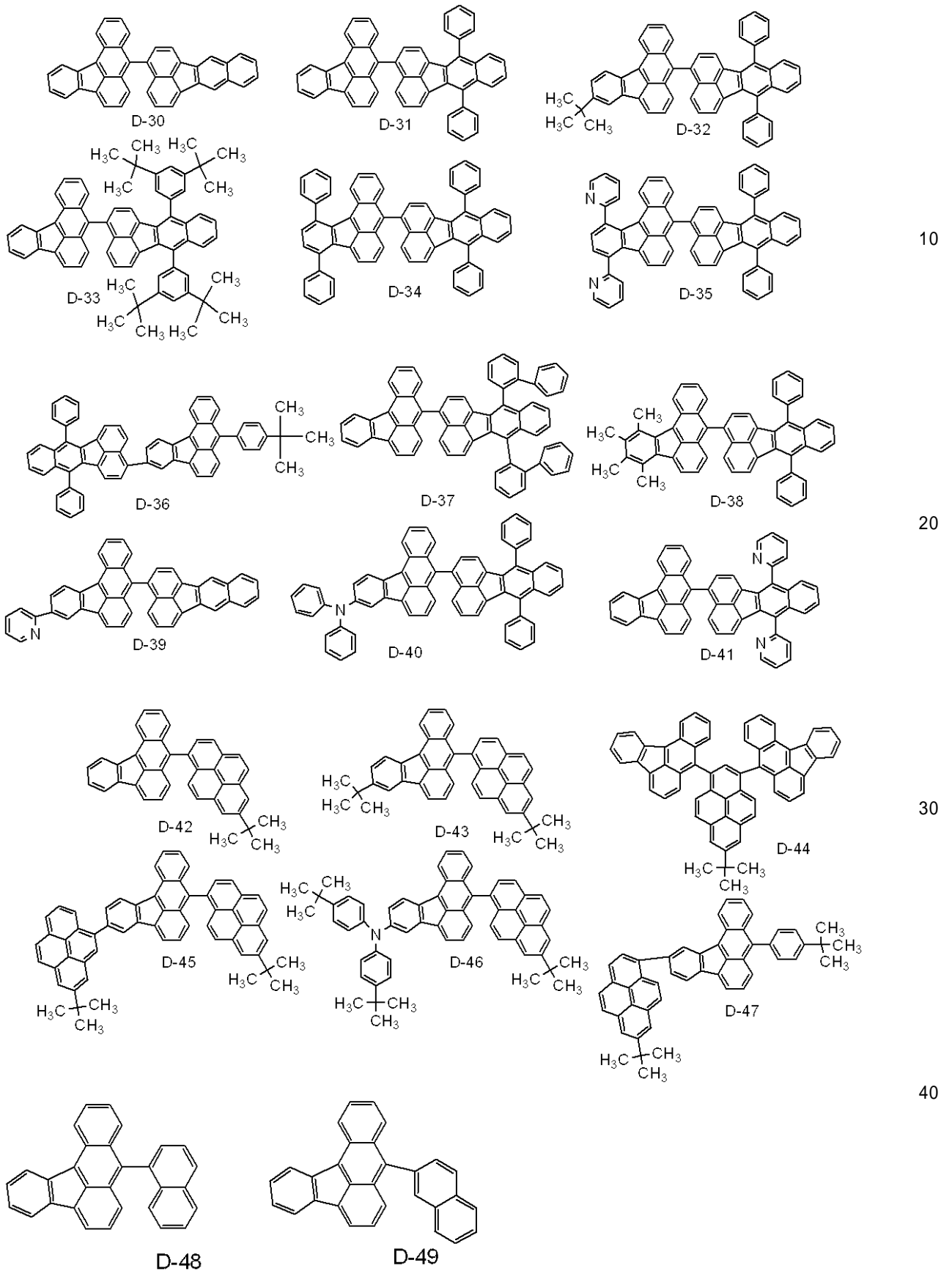


30

40

【 0 0 6 4 】

【化 9】



【0065】

次に、本発明の有機発光素子について詳細に説明する。

【0066】

本発明の有機発光素子は、陽極と陰極と、この陽極と陰極との間に挟持される有機化合

10

20

30

40

50

物からなる層と、から構成される。また、この有機化合物からなる層に、本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物を少なくとも 1 種類含まれることを特徴とする。

【 0 0 6 7 】

以下、図面を参照しながら本発明の有機発光素子について詳細に説明する。

【 0 0 6 8 】

図 1 は、本発明の有機発光素子における第一の実施形態を示す断面図である。図 1 の有機発光素子 1 0 は、基板 1 上に、陽極 2、発光層 3 及び陰極 4 が順次設けられている。この有機発光素子 1 0 は、発光層 3 が、ホール輸送能、電子輸送能及び発光性の性能を全て有する有機化合物で構成されている場合に有用である。また、ホール輸送能、電子輸送能及び発光性のいずれかの特性を有する有機化合物を混合して構成される場合にも有用である。

10

【 0 0 6 9 】

図 2 は、本発明の有機発光素子における第二の実施形態を示す断面図である。図 2 の有機発光素子 2 0 は、基板 1 上に、陽極 2、ホール輸送層 5、電子輸送層 6 及び陰極 4 が順次設けられている。この有機発光素子 2 0 は、ホール輸送性及び電子輸送性のいずれかを備える発光性の有機化合物と、電子輸送性のみ又はホール輸送性のみを備える有機化合物とを組み合わせ使用する場合に有用である。また、有機発光素子 2 0 は、ホール輸送層 5 又は電子輸送層 6 が発光層を兼ねている。

【 0 0 7 0 】

図 3 は、本発明の有機発光素子における第三の実施形態を示す断面図である。図 3 の有機発光素子 3 0 は、図 2 の有機発光素子 2 0 において、ホール輸送層 5 と電子輸送層 6 との間に発光層 3 を挿入したものである。この有機発光素子 3 0 は、キャリア輸送と発光の機能を分離したものであり、ホール輸送性、電子輸送性、発光性の各特性を有した有機化合物を適宜組み合わせ使用することができる。このため、極めて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有機化合物が使用することができるので、発光色相の多様化が可能になる。さらに、中央の発光層 3 にキャリアあるいは励起子を有効に閉じこめて、有機発光素子 3 0 の発光効率の向上を図ることも可能になる。

20

【 0 0 7 1 】

図 4 は、本発明の有機発光素子における第四の実施形態を示す断面図である。図 4 の有機発光素子 4 0 は、図 3 の有機発光素子 3 0 において、陽極 2 とホール輸送層 5 との間にホール注入層 7 を挿入したものである。この有機発光素子 4 0 は、ホール注入層 7 を設けたことにより、陽極 2 とホール輸送層 5 との間の密着性又はホールの注入性が改善されるので、低電圧化に効果的である。

30

【 0 0 7 2 】

図 5 は、本発明の有機発光素子における第五の実施形態を示す断面図である。図 5 の有機発光素子 5 0 は、図 3 の有機発光素子 3 0 において、ホール又は励起子（エキシトン）が陰極 4 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 8 ）を、発光層 3 と電子輸送層 6 との間に挿入したものである。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 8 の構成材料として使用することにより、有機発光素子 5 0 の発光効率が向上する。

40

【 0 0 7 3 】

ただし、上記の第一乃至第五の実施形態はあくまでごく基本的な素子構成であり、本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物を使用した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、接着層又は干渉層を設ける、ホール輸送層がイオン化ポテンシャルの異なる二層から構成される等の多様な構成をとることができる。

【 0 0 7 4 】

本発明のベンゾ [a] フルオランテン化合物は、上記の第一乃至第五のいずれの実施形態でも使用することができる。

【 0 0 7 5 】

50

本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物は、有機発光素子用材料として使用できる。具体的には、ホール輸送層、電子輸送層及び発光層を構成する材料として使用することができる。このとき使用されるベンゾ[a]フルオランテン化合物は、1つであってもよいし、複数であってもよい。また、ベンゾ[a]フルオランテン化合物は複数の層に含まれていてもよい。本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物を使用すると、有機発光素子の発光効率及び寿命が向上する。

【 0 0 7 6 】

特に、本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物を、発光層を構成する材料として使用すると、種々の態様で使用するほか、色純度、発光効率及び寿命の点で有機発光素子の性能を向上させることができるので好ましい。

10

【 0 0 7 7 】

発光層は、本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物のみで構成されていてもよい。また、発光層はホストとゲストとから構成されてもよい。ここで本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物は、ゲストであるドーパント材料、並びにホストである蛍光材料及び燐光材料のいずれの態様でも使用することができる。本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物を発光層中のホスト又はゲストとして使用すると、色純度、発光効率及び寿命の点で有機発光素子の性能を向上させることができる。

【 0 0 7 8 】

本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物を、発光層のゲストとして使用する場合、対応するホストは、特に限定されないが、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という観点から、好ましくは、縮合多環誘導体である。ここで、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、ホスト自身の発光量子収率が高いことやホスト自体の化学的安定性が必要とされる。これらの要件を満たす縮合多環誘導体として、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が挙げられる。これらの誘導体は、蛍光量子収率が高く化学的に安定である。

20

【 0 0 7 9 】

ここで、本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物を、発光層のゲストとして使用する場合、その含有量は、発光層を構成する材料の全重量に対して、好ましくは、0 . 1 重量%以上3 0 重量%以下である。濃度消光抑制の観点から、さらに好ましくは、0 . 1 重量%以上1 5 重量%以下である。

30

【 0 0 8 0 】

一方、本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物を、発光層のホストとして使用する場合、対応するゲストは特に制限はなく所望する発光色等によって適宜選択することができる。また、必要に応じてゲスト以外に、正孔輸送性化合物、電子輸送性化合物等を一緒にドーピングして使用することもできる。

【 0 0 8 1 】

本発明の有機発光素子は、特に、発光層を構成する材料として、本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物を使用するものである。また、本発明の有機発光素子は、本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物の他に、必要に応じてこれまで知られている低分子系及びポリマー系のホール輸送性化合物、発光性化合物、電子輸送性化合物等を一緒に使用することもできる。

40

【 0 0 8 2 】

ホール輸送性化合物として、トリアリールアミン誘導体、アリールジアミン誘導体、フタロシアニン誘導体、ポルフィリン誘導体、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等が挙げられる。

【 0 0 8 3 】

発光性化合物として、本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物の他に、縮合環芳香族化合物(例えばナフタレン誘導体、フェナントレン誘導体、フルオレン誘導体、ピレン誘導体、テトラセン誘導体、コロネン誘導体、クリセン誘導体、ペリレン誘導体、9 , 1

50

0 - ジフェニルアントラセン誘導体、ルブレン等)、キナクリドン誘導体、アクリドン誘導体、クマリン誘導体、ピラン誘導体、ナイルレッド、ピラジン誘導体、ベンゾイミダゾール誘導体、ベンゾチアゾール誘導体、ベンゾオキサゾール誘導体、スチルベン誘導体、有機金属錯体(例えば、トリス(8 - キノリノラート)アルミニウム等の有機アルミニウム錯体、有機ベリリウム錯体)及びポリ(フェニレンビニレン)誘導体、ポリ(フルオレン)誘導体、ポリ(フェニレン)誘導体、ポリ(チエニレンビニレン)誘導体、ポリ(アセチレン)誘導体等の高分子誘導体等が挙げられる。

【0084】

電子輸送性化合物として、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、有機金属錯体等が挙げられる。

10

【0085】

陽極の構成材料としては仕事関数に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、タングステン等の金属単体又はこれらを組み合わせた合金、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使用してもよいし、複数併用して使用してもよい。また、陽極は一層構成でもよく、多層構成でもよい。

20

【0086】

陰極の構成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、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。また、これらの金属を組み合わせて合金にしてもよい。例えば、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 - インジウム等の合金が使用できる。また、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使用してもよいし、複数併用して使用してもよい。また、陰極は一層構造でもよく、多層構造でもよい。

30

【0087】

本発明で使用する基板としては、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使用される。

【0088】

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、誘電体反射膜等を用いて発色光をコントロールする事も可能である。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製することも可能である。

【0089】

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。

40

【0090】

本発明の有機発光素子は、真空蒸着法、溶液塗布法、レーザー等を用いた転写法、スプレー法等の方法で作製される。ここで本発明のベンゾ[a]フルオランテン化合物が含まれる有機層は、真空蒸着法や溶液塗布法等によって形成すると、形成される層自体の結晶化等が起こりにくく経時安定性に優れているので好ましい。

【実施例】

【0091】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明していくが、本発明はこれらに限定されるものではない。

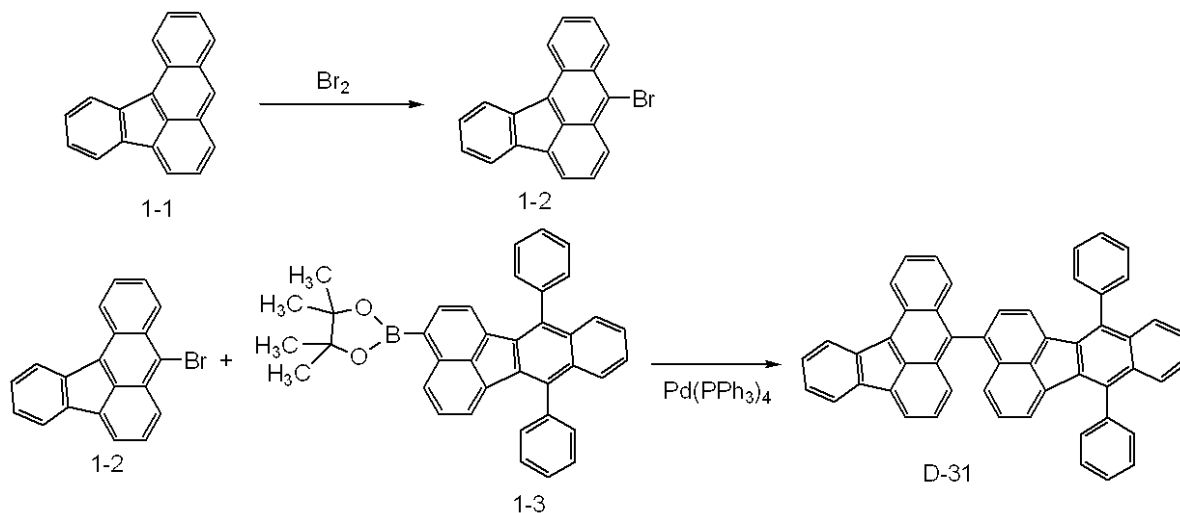
50

【 0 0 9 2 】

< 実施例 1 > [例示化合物 D - 3 1 の合成]

【 0 0 9 3 】

【 化 1 0 】



10

【 0 0 9 4 】

(a) 中間体化合物 1 - 2 の合成

20

200 ml の三ツ口フラスコに、下記の試薬、溶媒を仕込んだ。

化合物 1 - 1 : 1.0 g (3.96 mmol)

ジクロロメタン : 50 ml

【 0 0 9 5 】

次に、反応溶液を窒素雰囲気下氷冷下の条件で攪拌しながら、臭素 0.20 ml とジクロロメタン 10 ml とを混合した溶液を滴下した。次に、この温度条件のまま反応溶液を 5 時間攪拌した。反応終了後、反応溶液をろ過して得られた結晶をメタノールで洗浄することにより、中間体 1 - 2 を黄色結晶として 1.24 g (収率 95%) 得た。

【 0 0 9 6 】

(b) 例示化合物 D - 3 1 の合成

30

200 ml の三ツ口フラスコに、以下の試薬、溶媒を仕込んだ。

化合物 1 - 2 : 0.205 g (0.623 mmol)

化合物 1 - 3 : 0.220 g (0.415 mmol)

トルエン : 50 ml

エタノール : 20 ml

【 0 0 9 7 】

次に、反応溶液を窒素雰囲気下室温で攪拌しながら、炭酸セシウム 5 g と水 50 ml とを混合した水溶液を滴下した後、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム (0) 0.100 g をさらに添加した。次に、反応溶液を 77 ° に昇温し、この温度条件で 5 時間攪拌した。反応終了後、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去することにより粗生成物を得た。次に、この粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (展開溶媒 : トルエン - ヘプタン混合溶媒) で精製することにより、例示化合物 D - 3 1 を黄色結晶として 0.231 g (収率 85%) 得た。

40

【 0 0 9 8 】

質量分析法により、例示化合物 D - 3 1 の M^+ である 655 を確認した。

【 0 0 9 9 】

また、 1H -NMR 測定により、例示化合物 D - 3 1 の構造を確認した。

【 0 1 0 0 】

1H -NMR ($CDCl_3$, 400 MHz) (ppm) : 8.84 (d, 1H), 8.44 (d, 1H), 8.02 (d, 1H), 7.98 - 7.96 (m, 1H), 7.

50

7.3 - 7.58 (m, 14H), 7.52 - 7.48 (t, 1H), 7.44 - 7.39 (m, 6H), 7.28 - 7.24 (m, 1H), 7.10 - 7.06 (t, 1H), 6.98 (d, 1H), 6.80 (d, 1H), 6.60 (d, 1H)

【0101】

また、例示化合物 D - 31 について、濃度 10^{-6} mol/l のトルエン希薄溶液を調製し、このトルエン希薄溶液の発光スペクトルを測定したところ、発光ピークが 513 nm である良好な緑色を示した。尚、発光スペクトル測定は、蛍光分光光度 (F - 4500、(株)日立製作所社製) を用い、励起波長を 340 nm とした。

【0102】

さらに、以下に示す方法により、例示化合物 D - 31 の発光量子収率の評価を行った。

10

【0103】

具体的には、まず例示化合物 D - 31 について、濃度 10^{-6} mol/l のトルエン希薄溶液を調製した。次に、当該希薄溶液について、分光光度計 (U - 3310、(株)日立製作所社製) を用いて、波長 340 nm における吸光度を測定した。

【0104】

次に、当該希薄溶液について、蛍光分光光度測定装置 (F - 4500、(株)日立製作所社製) を用い、340 nm を励起波長としたとき発光スペクトルを測定し、得られた発光スペクトルから発光ピークの面積を算出した。

【0105】

上記の吸光度及び発光ピークの面積を用いて、ジフェニルアントラセンを 1.0 とした場合の発光量子収率の相対値を算出し、これを相対量子収率 1 とした。一方、ベンゾ [a] フルオランテンを 1.0 とした場合の発光量子収率の相対値を同様に算出し、これを相対量子収率 2 とした。例示化合物 D - 31 における相対量子収率 1 及び相対量子収率 2 の算出結果を表 3 に示す。

20

【0106】

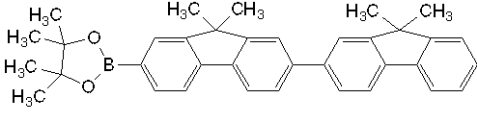
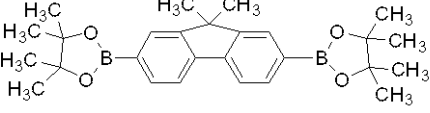
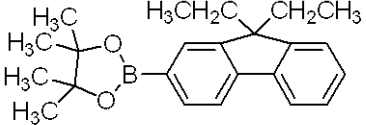
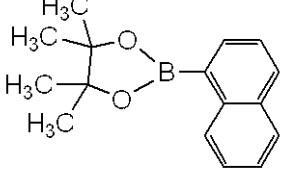
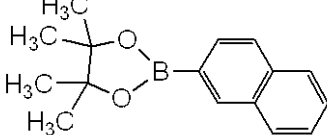
< 実施例 2 乃至 6 > [例示化合物 D - 2、D - 3、D - 6、D - 48 及び D - 49 の合成]

実施例 1 (b) において、化合物 1 - 3 の代わりに、下記表 2 に示されるピナコールボラン誘導体を使用することで、例示化合物 D - 2、D - 3、D - 6、D - 48 及び D - 49 をそれぞれ合成することができる。

30

【0107】

【表 2】

| | ベンゾ[a]フルオランテン誘導体 | ビナールホラン誘導体 | 発光波長 [nm] |
|-------|------------------|---|--------------|
| 実施例 2 | 例示化合物 D-2 |  | 515 |
| 実施例 3 | 例示化合物 D-3 |  | 513 |
| 実施例 4 | 例示化合物 D-6 |  | 513 |
| 実施例 5 | 例示化合物 D-48 |  | 502 |
| 実施例 6 | 例示化合物 D-49 |  | 508 |

10

20

【0108】

尚、例示化合物 D - 2、D - 3、D - 6、D - 48 及び D - 49 の ^1H - NMR スペクトルは以下の通りである。

30

【0109】

例示化合物 D - 2 : ^1H - NMR (CDCl_3 , 400 MHz) (ppm) : 8 . 87 (d , 1 H) , 8 . 45 (d , 1 H) , 8 . 08 - 8 . 03 (m , 3 H) , 7 . 97 - 7 . 91 (m , 2 H) , 7 . 83 - 7 . 67 (m , 8 H) , 7 . 62 - 7 . 57 (m , 2 H) , 7 . 53 - 7 . 32 (m , 7 H) , 1 . 65 (s , 6 H) , 1 . 59 (s , 6 H)

【0110】

例示化合物 D - 3 : ^1H - NMR (CDCl_3 , 400 MHz) (ppm) : 8 . 80 (d , 2 H) , 8 . 47 (d , 2 H) , 8 . 11 - 8 . 06 (m , 8 H) , 7 . 81 (d , 2 H) , 7 . 73 - 7 . 42 (m , 14 H) , 1 . 66 (s , 6 H)

【0111】

例示化合物 D - 6 : ^1H - NMR (CDCl_3 , 400 MHz) (ppm) : 8 . 87 (d , 1 H) , 8 . 46 (d , 1 H) , 8 . 07 - 8 . 01 (m , 3 H) , 7 . 92 (d , 1 H) , 7 . 84 (d , 1 H) , 7 . 74 (d , 1 H) , 7 . 70 - 7 . 68 (m , 1 H) , 7 . 60 - 7 . 57 (t , 1 H) , 7 . 54 - 7 . 49 (m , 3 H) , 7 . 45 - 7 . 38 (m , 5 H) , 2 . 10 - 2 . 06 (m , 4 H) , 0 . 48 - 0 . 45 (m , 3 H)

40

【0112】

例示化合物 D - 48 : ^1H - NMR (CDCl_3 , 400 MHz) (ppm) : 8 . 88 (d , 1 H) , 8 . 48 (d , 1 H) , 8 . 06 (t , 1 H) , 8 . 01 (t , 1 H) , 7 . 70 (t , 1 H) , 7 . 66 (t , 1 H) , 7 . 63 (d , 1 H) , 7 . 60 (

50

d, 1H), 7.53 (t, 1H), 7.49 - 7.43 (m, 3H), 7.39 (d, 1H), 7.31 (t, 1H), 7.21 (t, 1H), 7.15 (d, 1H)

例示化合物 D - 49: ^1H -NMR (CDCl₃, 400 MHz) (ppm): 8.88 (d, 1H), 8.47 (d, 1H), 8.07 - 8.02 (m, 5H), 7.97 - 7.93 (m, 2H), 7.71 - 7.65 (m, 3H), 7.62 - 7.60 (m, 2H), 7.57 - 7.51 (m, 2H), 7.45 - 7.40 (m, 2H)

【0113】

また、例示化合物 D - 2、D - 3、D - 6、D - 48 及び D - 49 について、実施例 1 と同様に、濃度 10^{-6}mol/l のトルエン希薄溶液における発光スペクトルの測定を行った。結果を表 2 に示す。

10

【0114】

さらに、例示化合物 D - 2、D - 3 及び D - 6 について、実施例 1 と同様に、相対量子収率 1 及び相対量子収率 2 の算出を行った。算出結果を表 3 に示す。

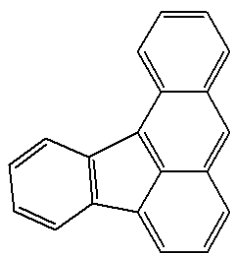
【0115】

< 比較例 1 >

下記に示す化合物 2 - 1 について、濃度 10^{-6}mol/l のトルエン希薄溶液を調製した。

【0116】

【化 1 1】



2-1

20

【0117】

このトルエン希薄溶液について、実施例 1 と同様に吸収スペクトル及び発光スペクトルを測定した。また、得られた吸収スペクトル及び発光スペクトルから、実施例 1 と同様に相対量子収率 1 及び相対量子収率 2 の算出を行った。算出結果を表 3 に示す。

30

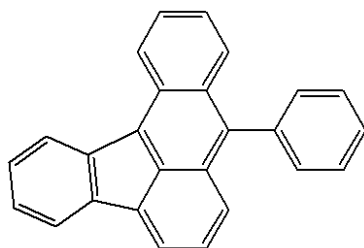
【0118】

< 比較例 2 >

下記に示す化合物 2 - 2 について、濃度 10^{-6}mol/l のトルエン希薄溶液を調製した。

【0119】

【化 1 2】



2-2

40

【0120】

このトルエン希薄溶液について、実施例 1 と同様に吸収スペクトル及び発光スペクトルを測定した。また、得られた吸収スペクトル及び発光スペクトルから、実施例 1 と同様に

50

相対量子収率 1 及び相対量子収率 2 の算出を行った。算出結果を表 3 に示す。

【 0 1 2 1 】

【表 3】

| | 化合物 | 相対量子収率 1 | 相対量子収率 2 |
|-------|------------|----------|----------|
| 実施例 1 | 例示化合物 D-31 | 0.37 | 1.94 |
| 実施例 2 | 例示化合物 D-2 | 0.41 | 2.15 |
| 実施例 3 | 例示化合物 D-3 | 0.37 | 1.94 |
| 実施例 4 | 例示化合物 D-6 | 0.34 | 1.78 |
| 比較例 1 | 化合物 2-1 | 0.19 | 1.0 |
| 比較例 2 | 化合物 2-2 | 0.23 | 1.21 |

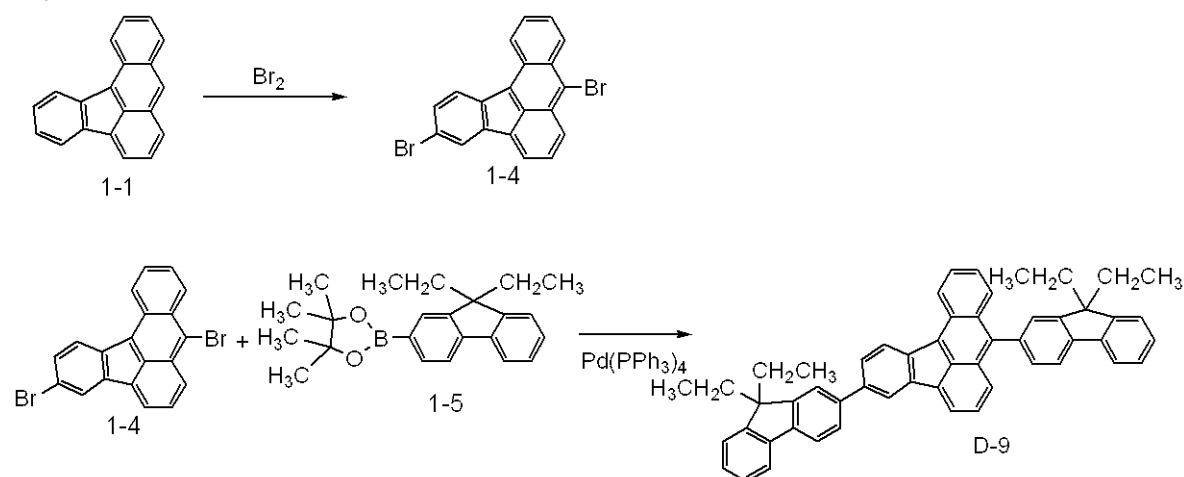
10

【 0 1 2 2 】

< 実施例 7 > [例示化合物 D - 9 の合成]

【 0 1 2 3 】

【化 1 3】



20

30

【 0 1 2 4 】

(a) 中間体化合物 1 - 4 の合成

200 ml の三ツ口フラスコに、以下に示す試薬、溶媒を仕込んだ。

化合物 1 - 1 : 1.0 g (3.96 mmol)

ジクロロメタン : 50 ml

【 0 1 2 5 】

次に、反応溶液を、窒素雰囲気下氷冷下の条件で攪拌しながら、臭素 0.40 ml とジクロロメタン 10 ml との混合溶液を滴下した後、この温度条件で 5 時間攪拌した。反応終了後、反応溶液をろ過して得られた結晶をメタノールで洗浄することにより、中間体 1 - 4 を黄色結晶として 1.46 g (収率 90%) 得た。

40

【 0 1 2 6 】

(b) 例示化合物 D - 9 の合成

200 ml の三ツ口フラスコに、以下に示す試薬、溶媒を仕込んだ。

化合物 1 - 4 : 0.255 g (0.623 mmol)

化合物 1 - 5 : 0.626 g (1.80 mmol)

トルエン : 50 ml

エタノール : 20 ml

【 0 1 2 7 】

次に、反応溶液を、窒素雰囲気下室温で攪拌しながら、炭酸セシウム 5 g と水 50 ml とを混合した水溶液を滴下した後、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(

50

0) 0.150 g をさらに添加した。次に、反応溶液を 77 に昇温した後、この温度条件で 5 時間攪拌した。反応終了後、有機層をトルエンで抽出し無水硫酸ナトリウムで乾燥後、溶媒を減圧留去することで粗生成物を得た。次に、この粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒：トルエン - ヘプタン混合溶媒）で精製することにより、例示化合物 D - 9 を橙色結晶として 0.323 g（収率 75%）得た。

【0128】

質量分析法により、例示化合物 D - 9 の M^+ である 693 を確認した。

【0129】

また、 1H - NMR 測定により、例示化合物 D - 9 の構造を確認した。

【0130】

1H - NMR (CDCl₃, 600 MHz) (ppm): 8.90 (d, 1H), 8.52 (d, 1H), 8.35 (s, 1H), 8.16 (d, 1H), 8.04 (d, 1H), 7.94 (d, 1H), 7.85 - 7.51 (m, 10H), 7.45 - 7.34 (m, 8H), 2.16 - 2.08 (m, 8H), 0.49 - 0.42 (m, 12H)

【0131】

< 実施例 8 > [有機発光素子の作製]

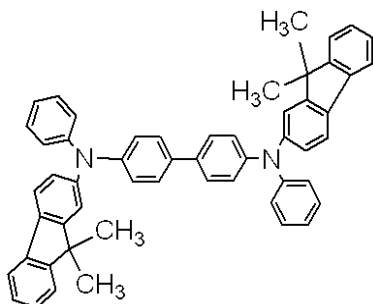
ガラス基板上に、陽極として酸化錫インジウム (ITO) をスパッタ法にて 120 nm の膜厚で成膜した。これをアセトン、イソプロピルアルコール (IPA) で順次超音波洗浄し、次いで IPA で煮沸洗浄後乾燥した。次に、UV / オゾン洗浄した。このようにして処理を行った基板を透明導電性支持基板として使用した。

【0132】

次に、透明導電性支持基板上に下記に示される化合物 3 - 1 のクロロホルム溶液 10^{-6} mol / l を塗布しスピンコート法により成膜することで正孔輸送層を形成した。このとき正孔輸送層の膜厚を 20 nm とした。

【0133】

【化 14】



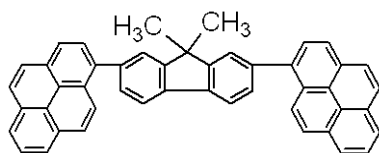
化合物3-1

【0134】

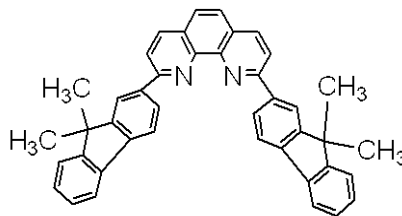
次に、他の有機層及び陰極を構成する層を、 10^{-5} Pa の真空チャンバー内での抵抗加熱による真空蒸着法により連続的に製膜した。具体的には、まずゲストである例示化合物 D - 2 と下記に示す化合物 3 - 2 とを、重量濃度比にして 5 : 95 となるように共蒸着して発光層を形成した。このとき発光層の膜厚を 20 nm とした。次に、下記に示す化合物 3 - 3 を成膜して電子輸送層を形成した。このとき電子輸送層の膜厚を 40 nm とした。次に、LiF を成膜して第一金属電極層を形成した。このとき第一金属電極層の膜厚を 0.5 nm とした。次に、Al を成膜し第二金属電極層を形成した。このとき第二金属電極層の膜厚を 150 nm とした。ここで、第一金属電極層及び第二金属電極層は陰極として機能する。

【0135】

【化 1 5】



化合物3-2



化合物3-3

【 0 1 3 6】

以上のようにして、有機発光素子を作製した。

10

【 0 1 3 7】

本実施例で作製した有機発光素子について、6.1Vの印加電圧をかけたところ、電流密度は18mA/cm²であり、発光輝度1720cd/m²の緑色発光が観測された。

【 0 1 3 8】

さらに、本実施例の有機発光素子について、窒素雰囲気下で電流密度を165mA/cm²に保ちながら、100時間連続して素子を駆動させた。その結果、初期輝度に対する100時間駆動後の輝度劣化率は5%以下と小さいものであった。

【 0 1 3 9】

<実施例9> [有機発光素子の作製]

実施例8において、発光層のゲストを例示化合物D-31とし、電子輸送層の膜厚を30nmとした以外は、実施例8と同様の方法により有機発光素子を作製した。

20

【 0 1 4 0】

本実施例で作製した有機発光素子について、6.1Vの印加電圧をかけたところ、電流密度は30mA/cm²であり、発光輝度1957cd/m²の緑色発光が観測された。

【 0 1 4 1】

さらに、本実施例の有機発光素子について、窒素雰囲気下で電流密度を165mA/cm²に保ちながら、100時間連続して素子を駆動させた。その結果、初期輝度に対する100時間駆動後の輝度劣化率は1%以下と小さいものであった。

【 0 1 4 2】

<実施例10>

実施例8において、発光層のゲストを例示化合物D-3とした以外は、実施例8と同様の方法により有機発光素子を作製した。

30

【 0 1 4 3】

本実施例で作製した有機発光素子について、6.1Vの印加電圧をかけたところ、電流密度は18mA/cm²であり、発光輝度1421cd/m²の緑色発光が観測された。

【 0 1 4 4】

さらに、本実施例の有機発光素子について、窒素雰囲気下で電流密度を165mA/cm²に保ちながら、100時間連続して素子を駆動させた。その結果、初期輝度に対する100時間駆動後の輝度劣化率は8%以下と小さいものであった。

【 0 1 4 5】

<実施例11>

実施例8において、発光層のゲストを例示化合物D-48とした以外は、実施例8と同様の方法により有機発光素子を作製した。

40

【 0 1 4 6】

本実施例で作製した有機発光素子について、6.1Vの印加電圧をかけたところ、電流密度は18mA/cm²であり、発光輝度1205cd/m²の緑色発光が観測された。

【 0 1 4 7】

さらに、本実施例の有機発光素子について、窒素雰囲気下で電流密度を165mA/cm²に保ちながら、100時間連続して素子を駆動させた。その結果、初期輝度に対する100時間駆動後の輝度劣化率は8%以下と小さいものであった。

50

【 0 1 4 8 】

< 実施例 1 2 >

実施例 8 において、発光層のゲストを例示化合物 D - 4 9 とした以外は、実施例 8 と同様の方法により有機発光素子を作製した。

【 0 1 4 9 】

本実施例で作製した有機発光素子について、6 . 1 V の印加電圧をかけたところ、電流密度は $18 \text{ mA} / \text{cm}^2$ であり、発光輝度 $1250 \text{ cd} / \text{m}^2$ の緑色発光が観測された。

【 0 1 5 0 】

さらに、本実施例の有機発光素子について、窒素雰囲気下で電流密度を $165 \text{ mA} / \text{cm}^2$ に保ちながら、100 時間連続して素子を駆動させた。その結果、初期輝度に対する 100 時間駆動後の輝度劣化率は 8 % 以下と小さいものであった。

10

【図面の簡単な説明】

【 0 1 5 1 】

【図 1】本発明の有機発光素子における第一の実施形態を示す断面図である。

【図 2】本発明の有機発光素子における第二の実施形態を示す断面図である。

【図 3】本発明の有機発光素子における第三の実施形態を示す断面図である。

【図 4】本発明の有機発光素子における第四の実施形態を示す断面図である。

【図 5】本発明の有機発光素子における第五の実施形態を示す断面図である。

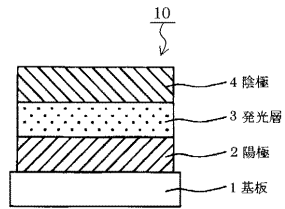
【符号の説明】

【 0 1 5 2 】

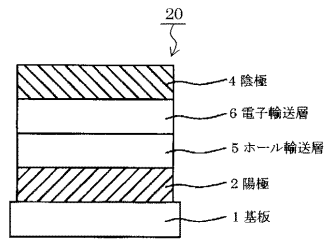
20

- 1 基板
- 2 陽極
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 ホール輸送層
- 6 電子輸送層
- 7 ホール注入層
- 8 ホール / エキシトンブロッキング層
- 10 , 20 , 30 , 40 , 50 有機発光素子

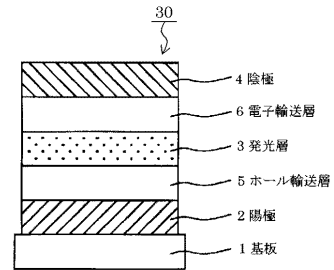
【図 1】



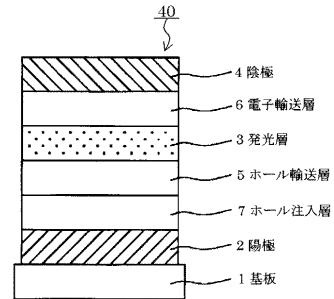
【図 2】



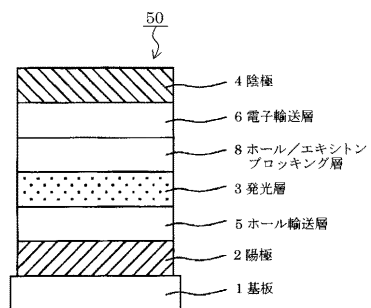
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

- (72)発明者 橋本 雅司
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 中須 三奈子
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 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
- (72)発明者 岡田 伸二郎
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 土橋 敬介

- (56)参考文献 特開2002-069044(JP,A)
特開2003-142256(JP,A)
特開2003-347058(JP,A)
特開平10-189247(JP,A)
特開2008-263112(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- | | |
|----------------------|-------|
| C07C | 13/62 |
| C09K | 11/06 |
| H01L | 51/50 |
| CAplus/REGISTRY(STN) | |
| Scopus | |