

(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2010-30937

(P2010-30937A)

(43) 公開日 平成22年2月12日(2010.2.12)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 7 D 401/14 (2006.01)	C O 7 D 401/14 C S P	3 K 1 0 7
C O 9 K 11/06 (2006.01)	C O 9 K 11/06 6 9 O	4 C O 6 3
H O 1 L 51/50 (2006.01)	H O 5 B 33/14 B	

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 64 頁)

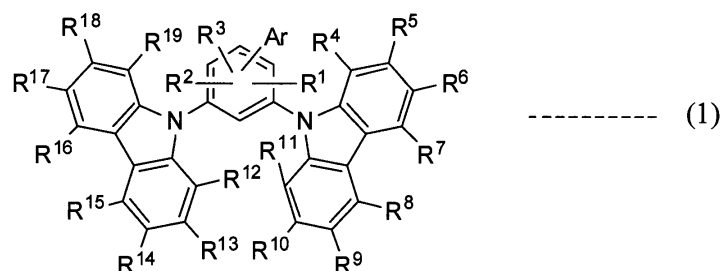
(21) 出願番号	特願2008-193206 (P2008-193206)	(71) 出願人	394013644
(22) 出願日	平成20年7月28日 (2008.7.28)		ケミプロ化成株式会社
			兵庫県神戸市中央区京町83番地
		(74) 代理人	100094466
			弁理士 友松 英爾
		(74) 代理人	100116481
			弁理士 岡本 利郎
		(72) 発明者	城戸 淳二
			山形県米沢市林泉寺3-12-16
		(72) 発明者	蘇 仕健
			山形県米沢市東2-7-146山形大学職
			員宿舍11-301
		(72) 発明者	大前 吉則
			兵庫県神戸市中央区京町83番地 ケミプ
			ロ化成株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 新規なジカルバゾリルフェニル誘導体、それを用いたホスト材料および有機エレクトロルミネッセンス素子

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】素子の低電圧駆動を可能にし、高効率な素子を提供するために必要な新規なジカルバゾリルフェニル誘導体、それを用いたホスト材料および有機エレクトロルミネッセンス素子の提供。

【解決手段】下記一般式(1)



10

(式中、 $R^1 \sim R^3$ は、水素およびアルキル基、 $R^4 \sim R^{19}$ は、水素、アルキル基、アリール基、Ar はピリジル基、ピラジル基、ピラゾリル基、ピリミジル基およびトリアゾリル基。)で示されることを特徴とするジカルバゾリルフェニル誘導体、それを用いたホスト材料および有機エレクトロルミネッセンス素子。

【選択図】なし

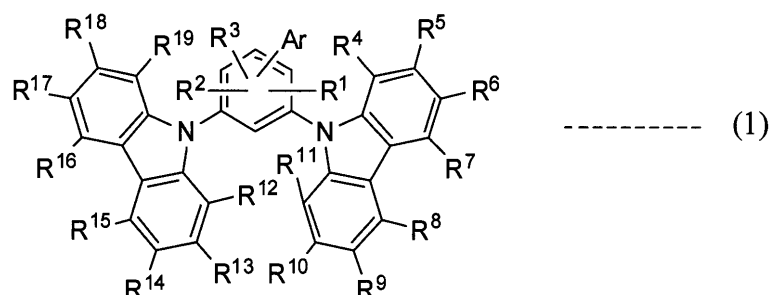
20

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式 (1)

【化 1】

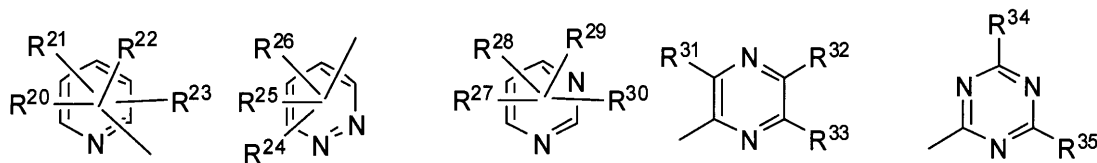


10

(式中、 $R^1 \sim R^3$ は、水素および炭素数 1 ~ 6 の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、また、 $R^4 \sim R^{19}$ は、水素、炭素数 1 ~ 6 の直鎖または分岐のアルキル基、および炭素数 1 ~ 6 の直鎖または分岐のアルキル基が付加していても構わない炭素数 6 ~ 20 のアリール基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、Ar は下記式

【化 2】

20



で示されるピリジル基、ピラジリル基、ピラゾリル基、ピリミジリル基およびトリアゾリル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、 $R^{20} \sim R^{35}$ は、水素および炭素数 1 ~ 4 の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基である。)

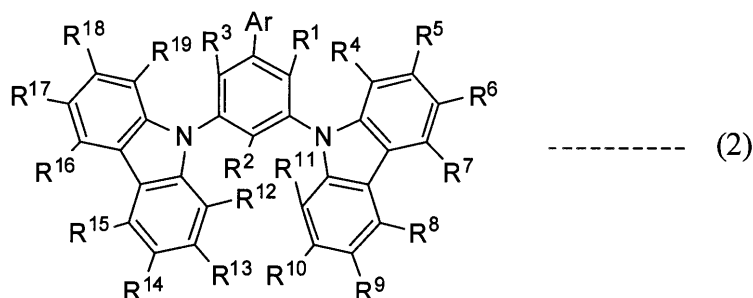
30

で示されることを特徴とするジカルパゾリルフェニル誘導体。

【請求項 2】

下記一般式 (2)

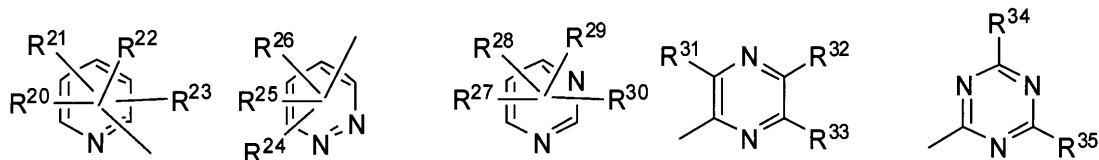
【化 3】



40

(式中、 $R^1 \sim R^3$ は、水素および炭素数 1 ~ 6 の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、また、 $R^4 \sim R^{19}$ は、水素、炭素数 1 ~ 6 の直鎖または分岐のアルキル基、および炭素数 1 ~ 6 の直鎖または分岐のアルキル基が付加していても構わない炭素数 6 ~ 20 のアリール基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、Ar は下記式

【化 4】



で示されるピリジル基、ピラジリル基、ピラゾリル基、ピリミジリル基およびトリアゾリル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、 $R^{20} \sim R^{35}$ は、水素および炭素数1～4の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基である。）

で示されることを特徴とするジカルバゾリルフェニル誘導体。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 記載のジカルバゾリルフェニル誘導体よりなるホスト材料。

【請求項 4】

請求項 1 または 2 記載のジカルバゾリルフェニル誘導体を用いた有機エレクトロルミネッセンス素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、新規なジカルバゾリルフェニル誘導体、それを用いたホスト材料および有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【背景技術】

【0002】

有機EL素子（有機エレクトロルミネッセンス素子）の実用化に向けた研究開発が、国内外の電気メーカーや材料メーカーなどが中心になって進められている。液晶表示素子や発光ダイオードなどの既に世間で知られているディスプレイなどと、互角に渡り歩いていくには消費電力の低減および素子の長寿命化が必須の課題として挙げられている。

そこでこの問題を解決する目的で、近年リン光材料による有機EL素子の検討がなされている（非特許文献1）。

リン光材料は、従来の蛍光材料と異なり、三重項励起状態を使用することができるため量子効率が非常に高く、エネルギー失活がほとんどなく内部発光量子収率でほぼ100%に達する材料である。

しかしこのリン光材料は、濃度消光を起こしやすいため蛍光材料と同様にホスト材料との併用が必要になってくる。

高効率発光を得るためには、輸送材料やホスト材料の最適化を図らないといけないが、リン光材料は蛍光材料と異なり三重項エネルギーを完全に閉じ込めないと満足な効果が得られない。特に青色の材料に関してはエネルギーレベルが非常に高い。そのためにこれまで使用されていた4,4'-ジ(N-カルバゾール)-1,1'-ビフェニル(CBP)では十分なエネルギーの閉じ込めができない。これまでこの青色リン光エネルギーを満足に閉じ込めることのできるワイドギャップ化されたホスト材料はほとんどなく、青色リン光材料の開発を妨げる一つの要因になっていた。

【0003】

【非特許文献1】Appl. Phys. Lett., 75(1)4(1999)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本発明の目的は、素子の低電圧駆動を可能にし、高効率な素子を提供するために必要な新規なジカルバゾリルフェニル誘導体、それを用いたホスト材料および有機エレクトロルミネッセンス素子を提供する点にある。

10

20

30

40

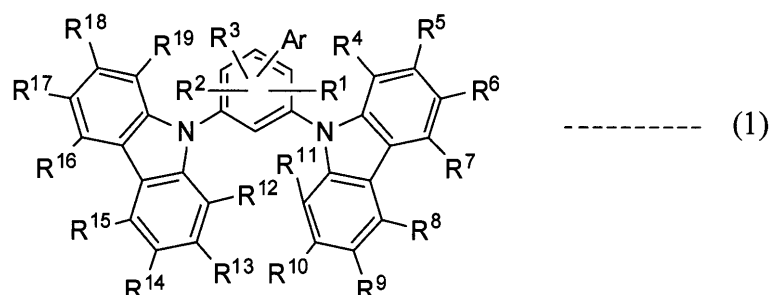
50

【課題を解決するための手段】

【0005】

本発明の第1は、下記一般式(1)

【化5】

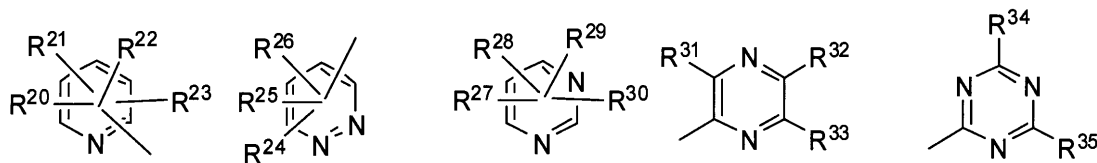


10

(式中、 $R^1 \sim R^3$ は、水素および炭素数1～6の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、また、 $R^4 \sim R^{19}$ は、水素、炭素数1～6の直鎖または分岐のアルキル基、および炭素数1～6の直鎖または分岐のアルキル基が付加していても構わない炭素数6～20のアリール基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、Arは下記式

【化6】

20



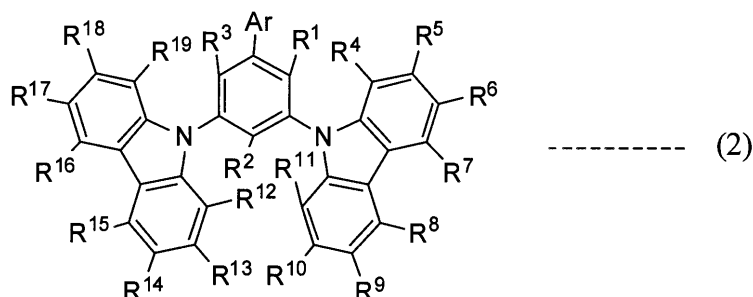
で示されるピリジル基、ピラジリル基、ピラゾリル基、ピリミジリル基およびトリアゾリル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、 $R^{20} \sim R^{35}$ は、水素および炭素数1～4の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基である。)

30

で示されることを特徴とするジカルバゾリルフェニル誘導体に関する。

本発明の第2は、下記一般式(2)

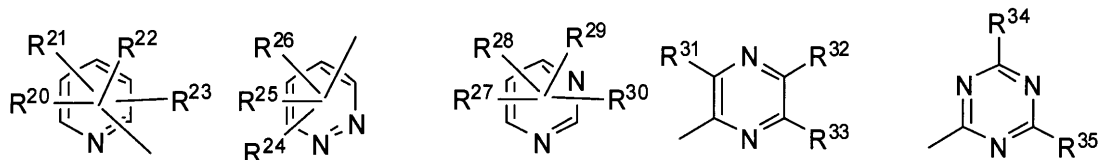
【化7】



40

(式中、 $R^1 \sim R^3$ は、水素および炭素数1～6の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、また、 $R^4 \sim R^{19}$ は、水素、炭素数1～6の直鎖または分岐のアルキル基、および炭素数1～6の直鎖または分岐のアルキル基が付加していても構わない炭素数6～20のアリール基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、Arは下記式

【化 8】



で示されるピリジル基、ピラジリル基、ピラゾリル基、ピリミジリル基およびトリアゾリル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、 $R^{20} \sim R^{35}$ は、水素および炭素数1～4の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基である。）

10

で示されることを特徴とするジカルバゾリルフェニル誘導体に関する。

本発明の第3は、請求項1または2記載のジカルバゾリルフェニル誘導体よりなるホスト材料に関する。

本発明の第4は、請求項1または2記載のジカルバゾリルフェニル誘導体を用いた有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【0006】

前記 $R^1 \sim R^{19}$ における炭素数1～6の直鎖または分岐のアルキル基としては、メチル、エチル、*n*-プロピル、*iso*-プロピル、*n*-ブチル、*iso*-ブチル、*sec*-ブチル、*tert*-ブチル、*n*-ペンチル、*iso*-ペンチル、2,2-ジメチルプロピル、*n*-ヘキシル、2-メチルペンチル、3-メチルペンチル、4-メチルペンチル、2,2-ジメチルブチル、2,3-ジメチルブチル、3,3-ジメチルブチルなどを挙げるることができる。

20

また $R^4 \sim R^{19}$ の炭素数6～20のアリール基としては、フェニル基、ナフチル基、アントラニル基などを例示することができる。これらのアリール基には前記で例示したような炭素数1～6の直鎖または分岐のアルキル基が付加していても構わない。

$R^{20} \sim R^{35}$ における炭素数1～4の直鎖または分岐のアルキル基としては、メチル、エチル、*n*-プロピル、*iso*-プロピル、*n*-ブチル、*iso*-ブチル、*sec*-ブチル、*tert*-ブチルなどを挙げるることができる。

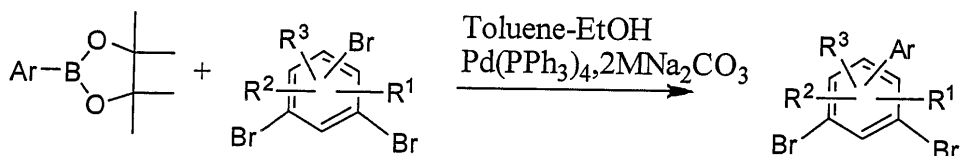
30

【0007】

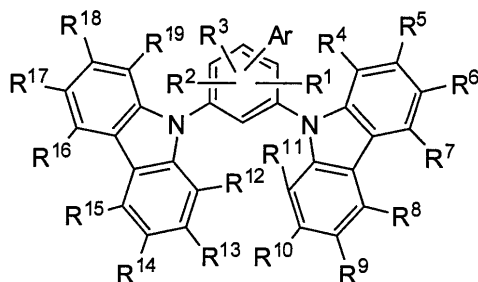
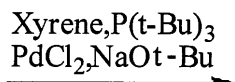
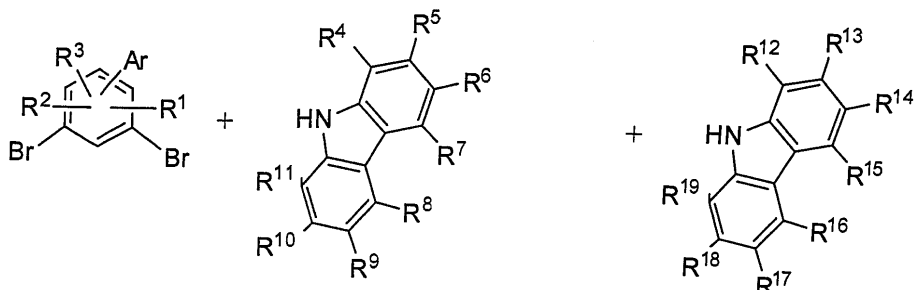
本発明の化合物は、下記の反応により製造することができる。

【化 9】

第一反応

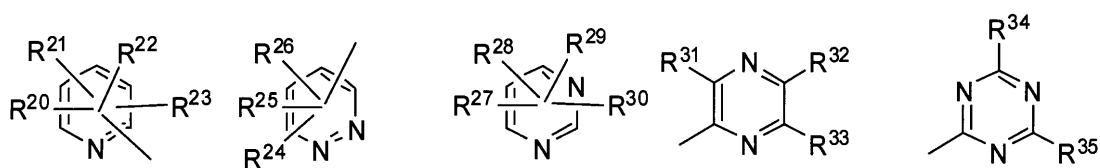


第二反応



(式中、 $R^1 \sim R^3$ は、水素および炭素数 1 ～ 6 の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、また、 $R^4 \sim R^{19}$ は、水素、炭素数 1 ～ 6 の直鎖または分岐のアルキル基、および炭素数 1 ～ 6 の直鎖または分岐のアルキル基が付加していても構わない炭素数 6 ～ 20 のアリール基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、Ar は下記式

【化 10】



で示されるピリジル基、ピラジリル基、ピラゾリル基、ピリミジリル基およびトリアゾリル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基であり、 $R^{20} \sim R^{35}$ は、水素および炭素数 1 ～ 4 の直鎖または分岐のアルキル基よりなる群からそれぞれ独立して選ばれた基である。)

【0008】

第一反応は鈴木カップリング反応で詳細は、Miyaura, N.; Suzuki, A. Chem. Rev. 1995, 95, 2457などに記述されている。用いる溶媒は、芳香属炭化水素系溶媒とアルコール系溶媒の混合物もしくはエーテル系溶媒が使用できる。前記芳香属炭化水素系溶媒としては、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、トリメチルベンゼンなどが例示できる。また前記アルコール系溶媒としては、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノールなどが例示できる。エーテル系溶媒としては、テトラヒドロフランや1,4-ジオキサンのような環状エーテルやメチルセロソルブ、エチルセロソルブ、エチレングリコールジメトキシエーテルやエチレングリコールジエトキシエーテルなどが例示できる。

10

溶媒に対する原料の溶解性が反応進行の鍵になるため、好ましくはトルエンとアルコール系の混合溶媒、より好ましくはトルエンとエタノールの混合溶媒である。

反応で使用する塩基類に関しては、アルカリ金属を含むものであれば特に限定されるものではない。例示すれば、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化セシウムのような水酸化物、炭酸リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸セシウムのような炭酸塩、炭酸水素リチウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素セシウムのような重炭酸塩あるいはリチウム、ナトリウム、カリウムあるいはセシウムなどのアルカリ金属のアルコラート、酢酸塩などの有機塩基である。好ましくは、炭酸塩もしくはアルコラートである。より好ましくは上記で述べた溶媒類に可溶な炭酸塩（化9では Na_2CO_3 を例示）であり、反応時間を考慮した場合炭酸ナトリウムである。

20

反応で使用するパラジウムについては、第一反応はハロゲン化合物とホウ酸化合物とのカップリング反応であるため、 $\text{Pd}(0)$ のものが使用できる。好ましくは、テトラキス（トリフェニルホスフィン）パラジウムあるいはトリス（ジベンジリデンアセトン）ジパラジウムであり、より好ましくはパラジウム化合物の反応性よりテトラキス（トリフェニルホスフィン）パラジウム〔 $\text{Pd}(\text{pph}_3)_4$ 〕である。

【0009】

第二反応の、カルバゾールとハロゲン化合物とのカップリング反応で使用するパラジウム触媒については、 $\text{Pd}(II)$ のものが使用できる。例えば、塩化パラジウム、臭化パラジウム、ヨウ化パラジウムおよび酢酸パラジウムが挙げられる。好ましくは、塩化パラジウムと酢酸パラジウム、より好ましくは塩化パラジウムを挙げることができる。

30

またパラジウムを活性化するために添加するリン触媒については、第3アルキルホスフィンを使用することができる。例えば、トリメチルホスフィン、トリエチルホスフィン、トリ〔 n -（iso-）プロピル〕ホスフィン、トリ〔 n -（iso-、tert-）ブチル〕ホスフィンを挙げることができる。好ましくは、トリ〔 n -（iso-、tert-）ブチル〕ホスフィン、より好ましくは、トリ（tert-ブチル）ホスフィンを挙げることができる。

ここで使用する溶媒としては、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、テトラリン、デカリンなどの芳香族炭化水素系の溶媒で、原料のカルバゾールと反応するハロゲンを含有しないものであれば特に限定されるものではない。好ましくは、トルエン、キシレンおよびエチルベンゼンであり、より好ましくはキシレンである。キシレンに関しては、 o -、 m -、 p -の3種類の異性体が存在するが、これらが必ずしも分離されている必要はなく単一のもので2種類以上の異性体が混合していても構わない。

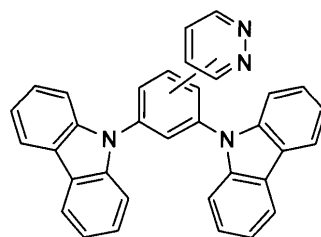
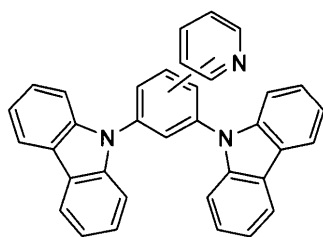
40

【0010】

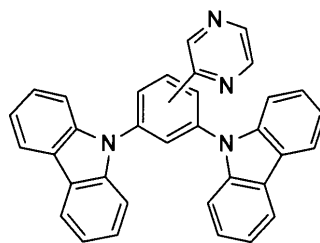
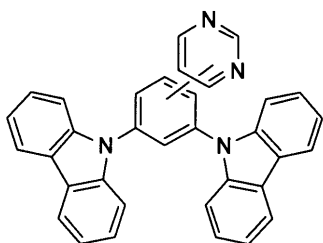
本発明の化合物の具体例を以下に例示する。なお、下記例示化合物においてメチル基は、他のアルキル基例えばエチル基やプロピル基などと置き換えることができる。

【0011】

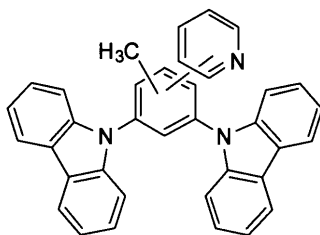
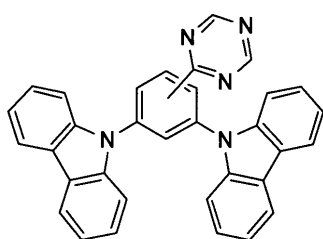
【化 1 1】



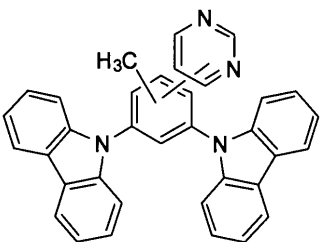
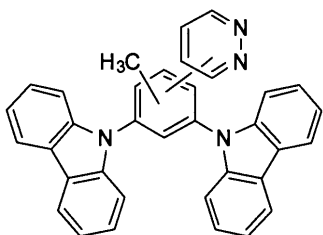
10



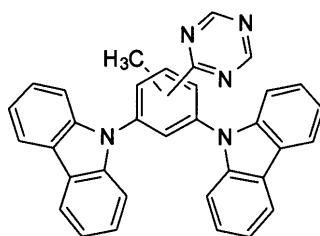
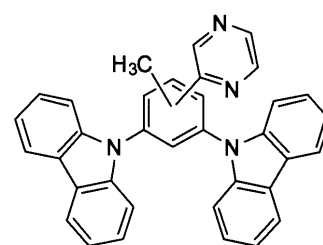
20



30

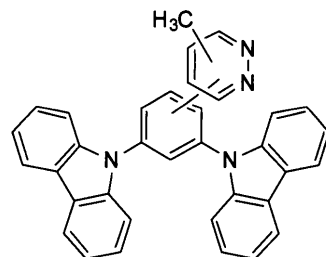
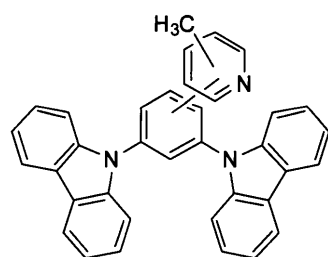


40

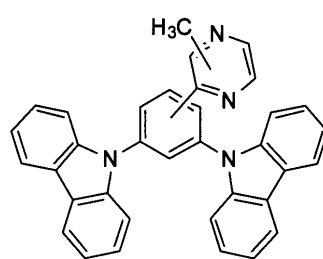
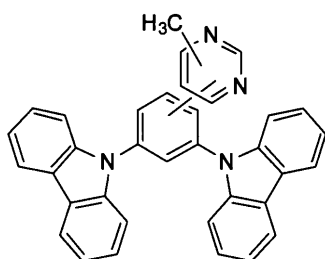


【 0 0 1 2】

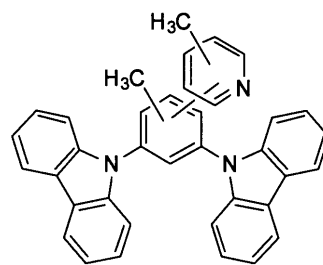
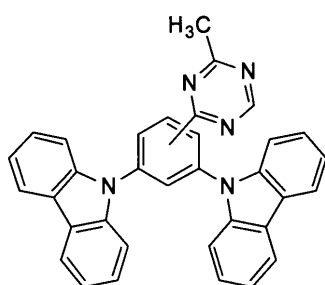
【化 1 2】



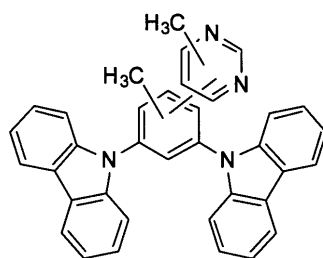
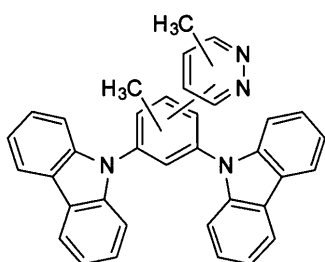
10



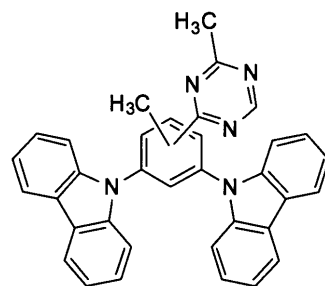
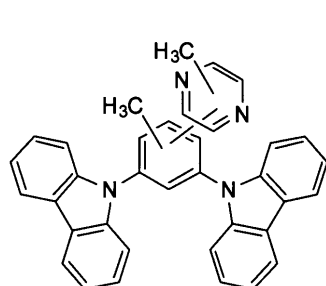
20



30

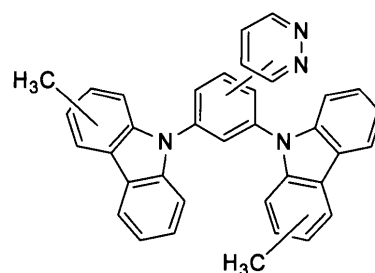
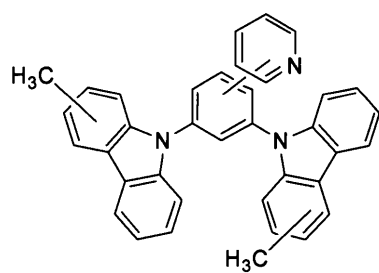


40

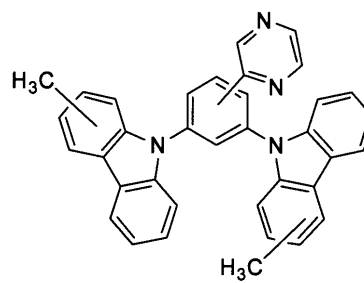
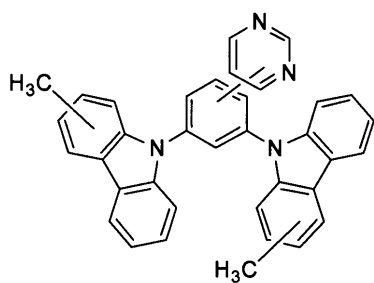


【 0 0 1 3】

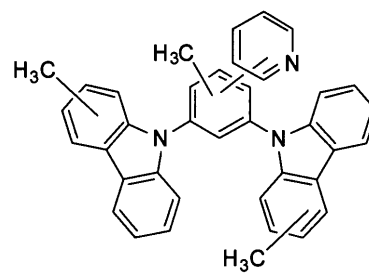
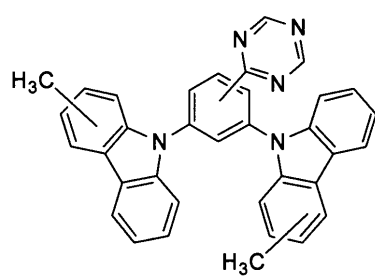
【化 1 3】



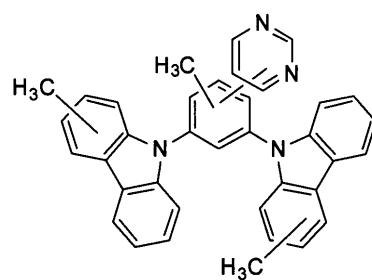
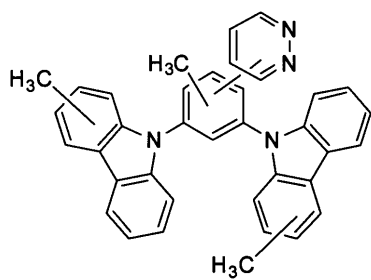
10



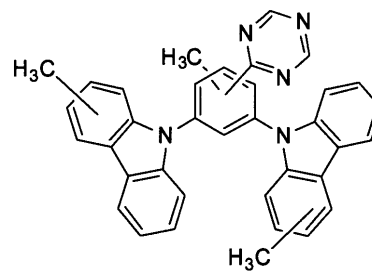
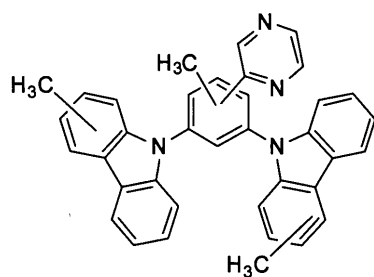
20



30

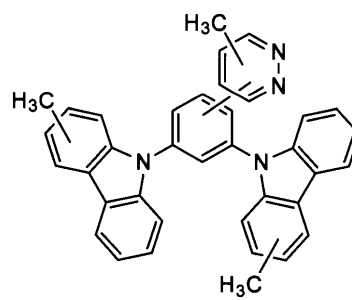
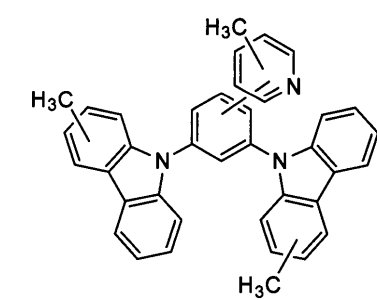


40

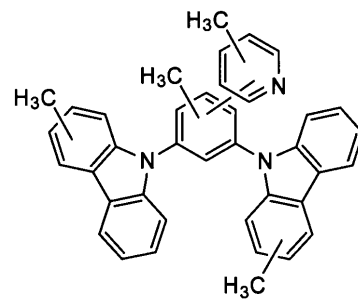
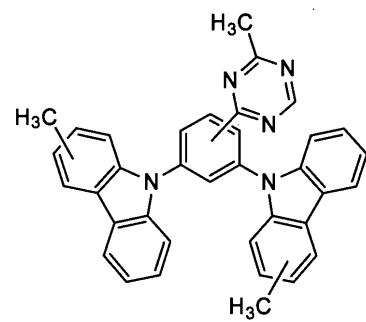
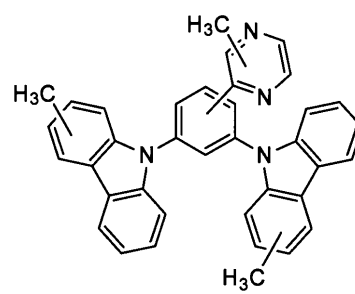
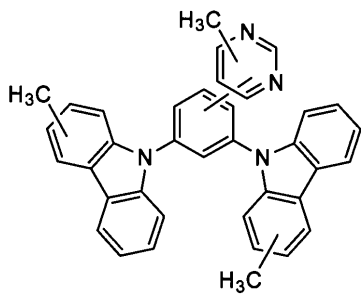


【 0 0 1 4】

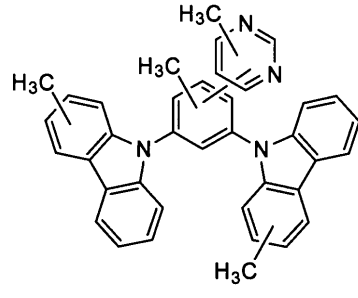
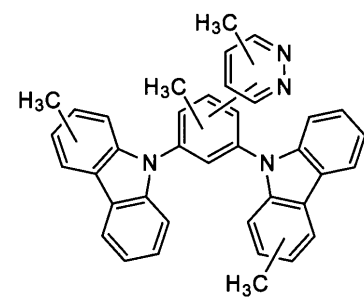
【化 1 4】



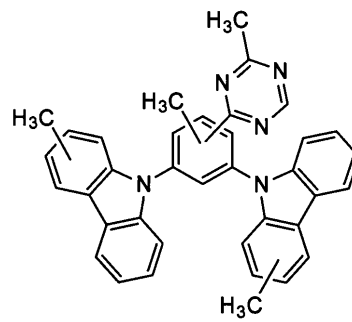
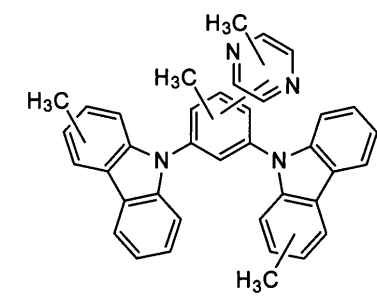
10



20



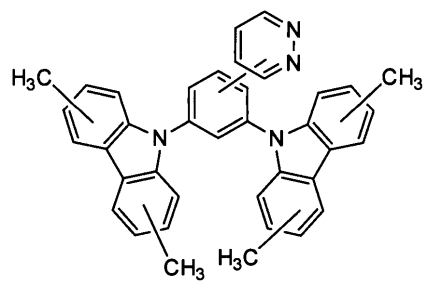
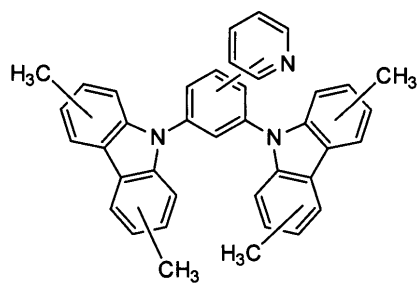
30



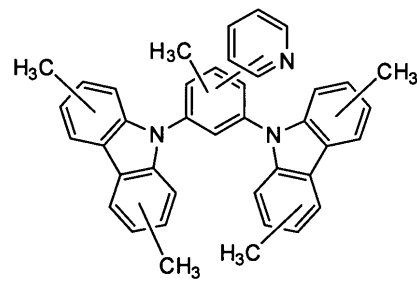
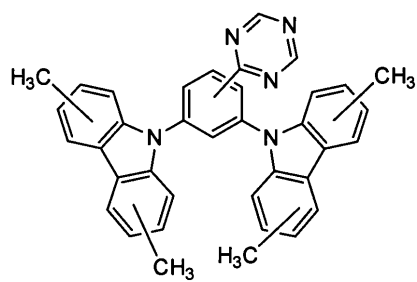
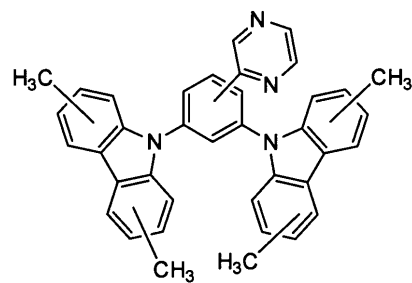
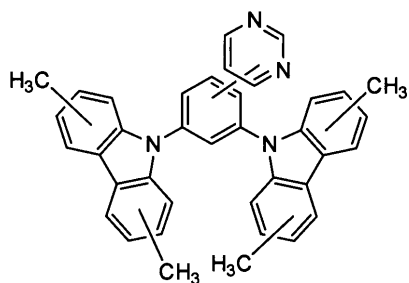
40

【 0 0 1 5 】

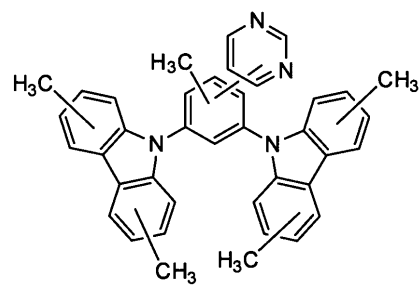
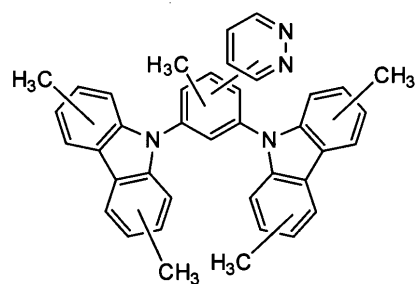
【化 1 5】



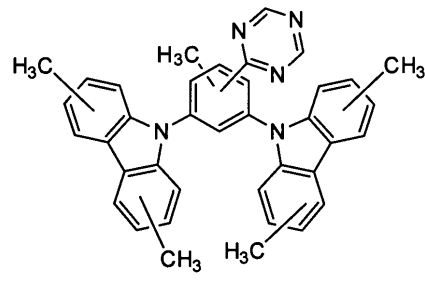
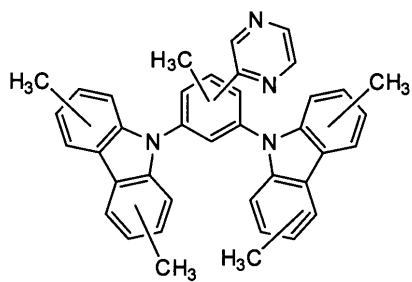
10



20



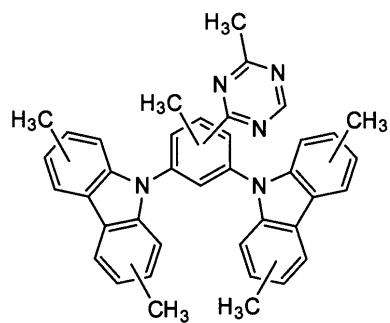
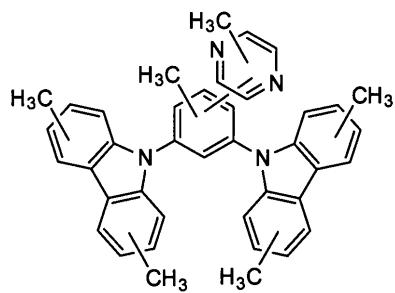
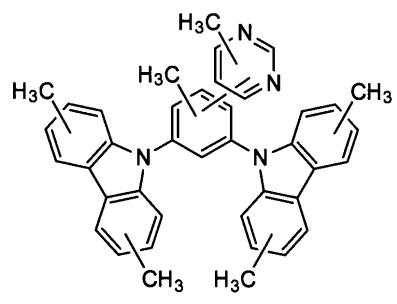
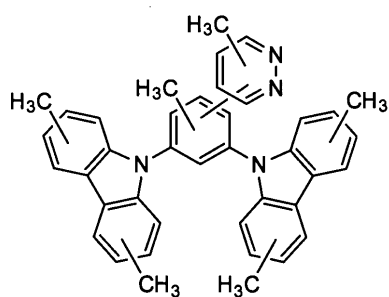
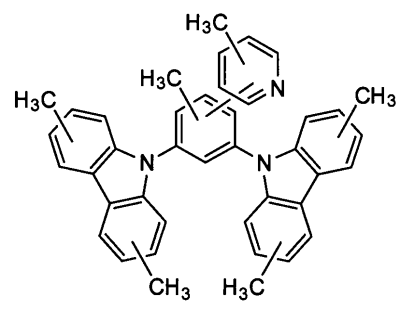
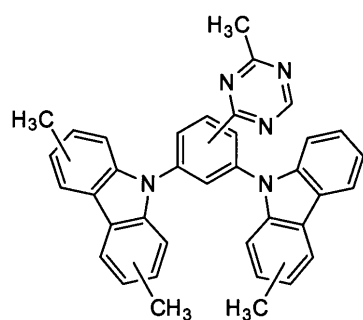
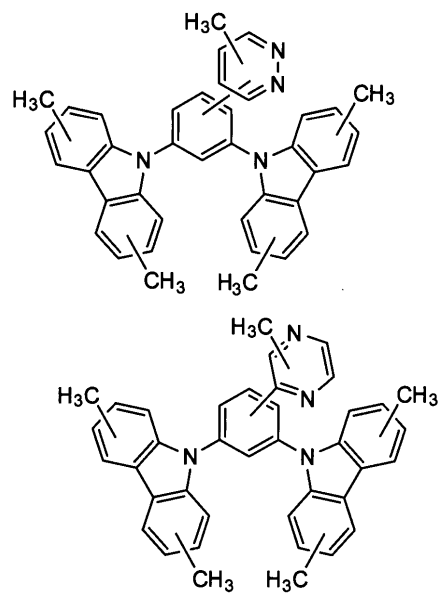
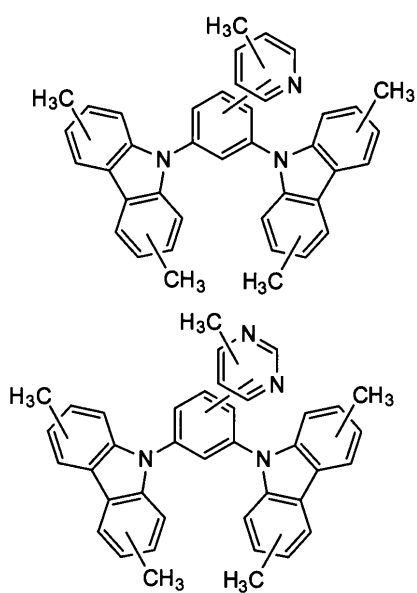
30



40

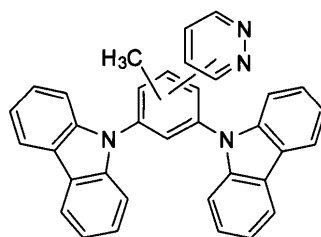
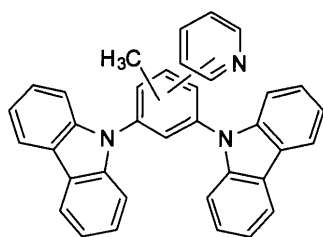
【 0 0 1 6 】

【化 1 6】

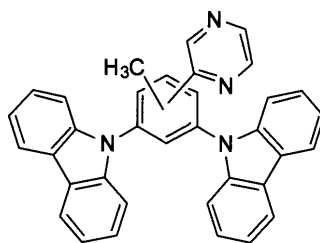
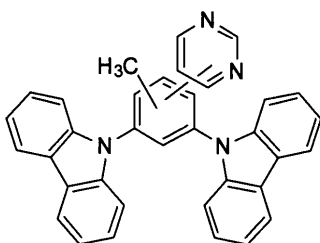


【 0 0 1 7 】

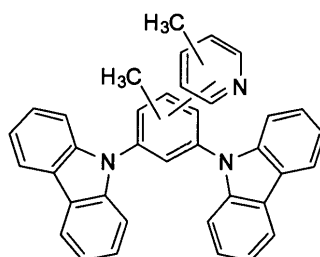
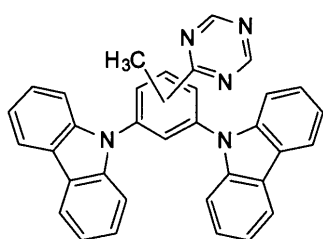
【化 1 7】



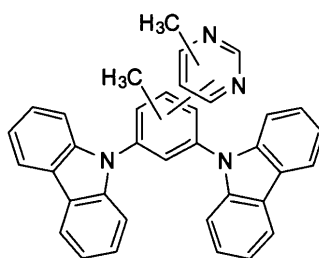
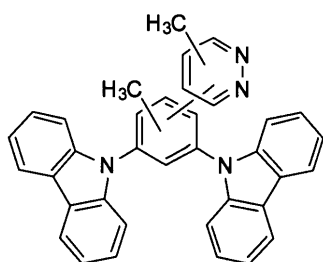
10



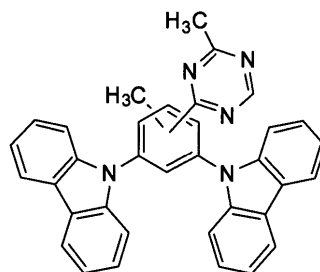
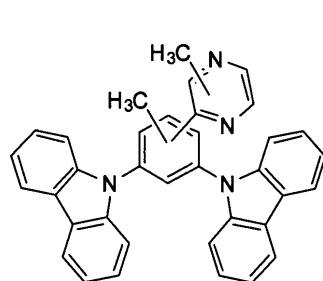
20



30

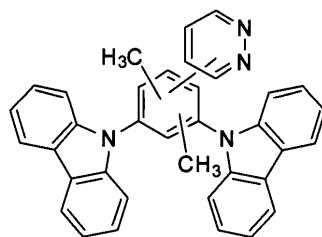
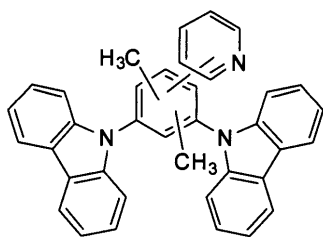


40

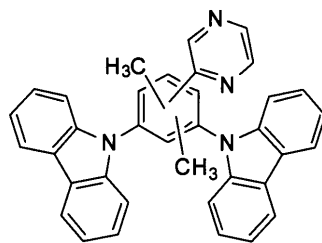
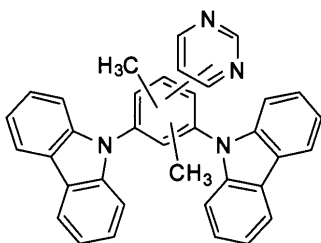


【 0 0 1 8 】

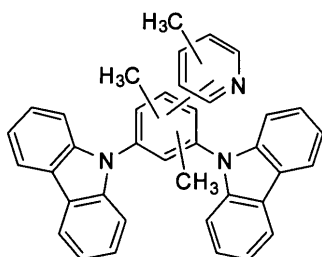
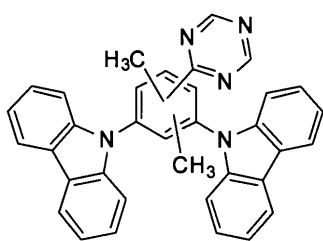
【化 1 8】



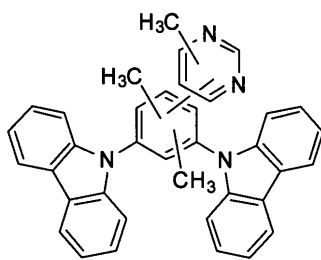
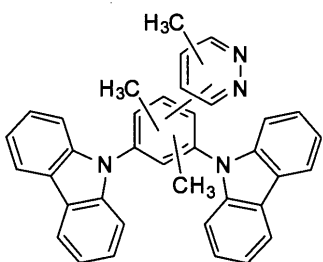
10



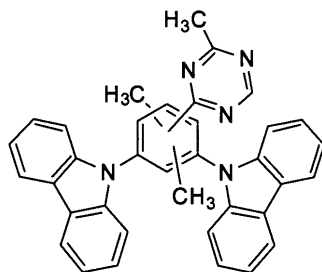
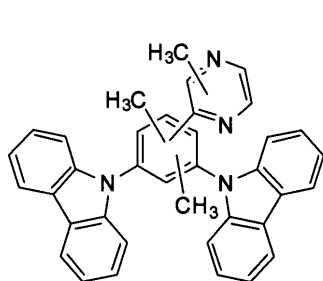
20



30

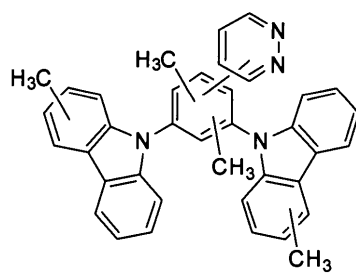
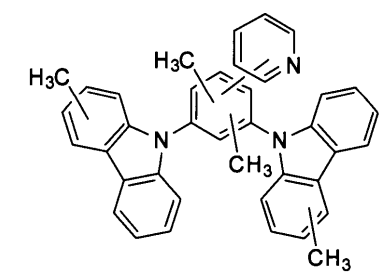


40

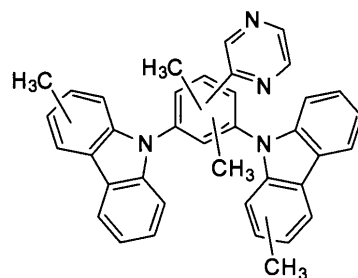
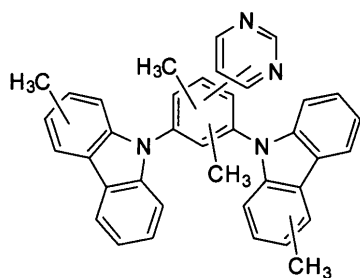


【 0 0 1 9】

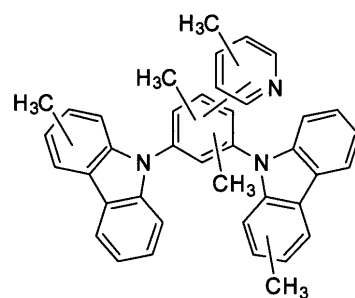
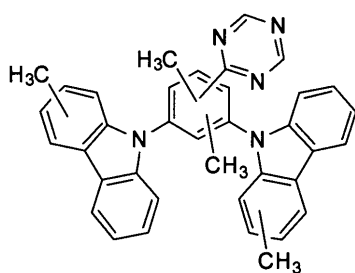
【化 1 9】



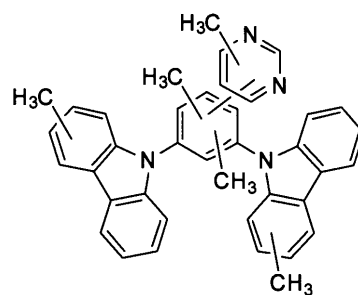
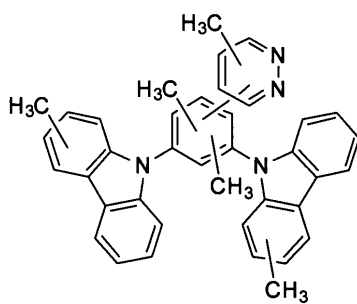
10



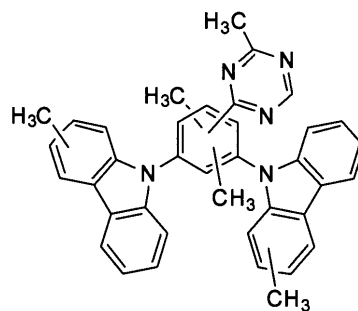
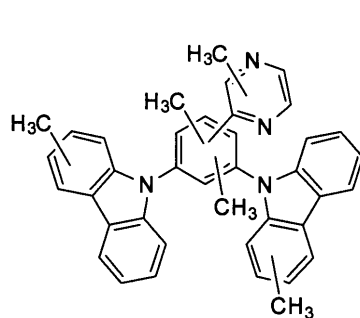
20



30

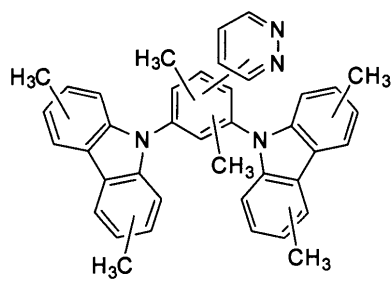
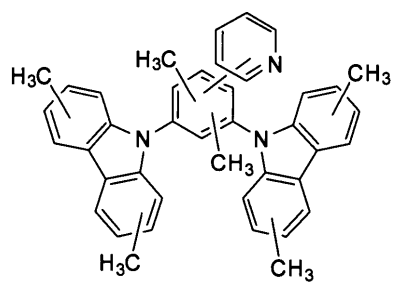


40

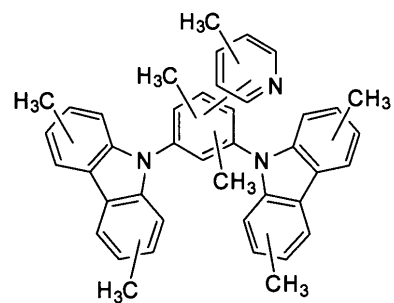
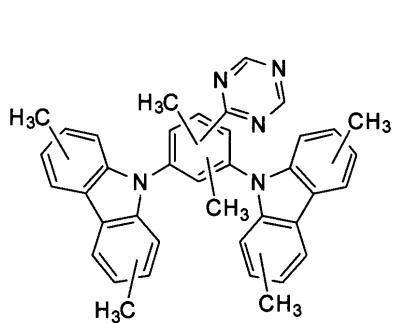
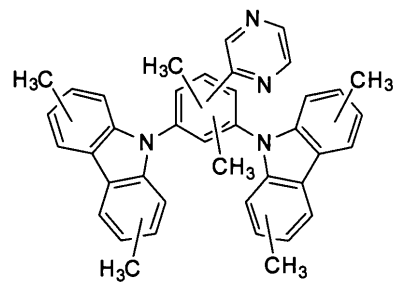
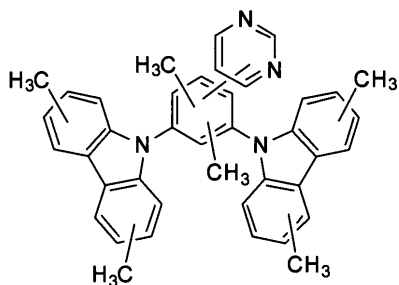


【 0 0 2 0 】

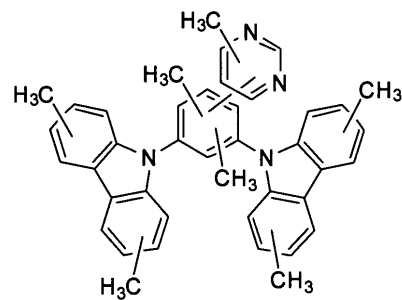
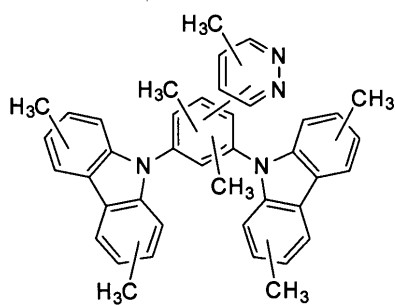
【化 2 0】



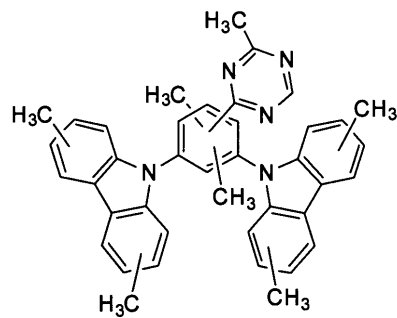
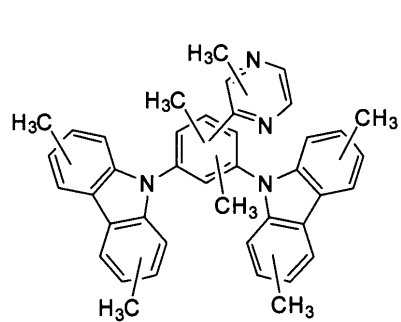
10



20



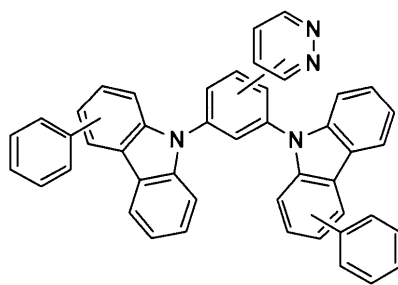
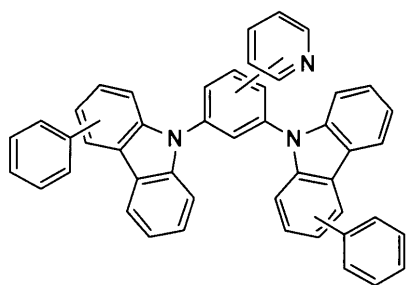
30



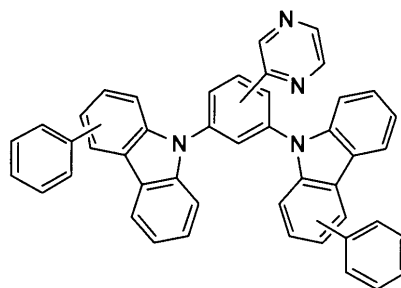
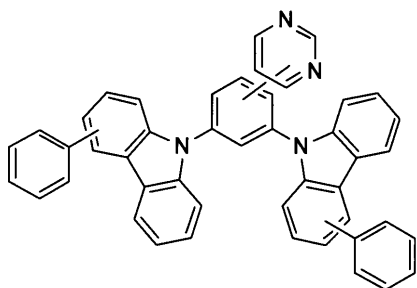
40

【 0 0 2 1】

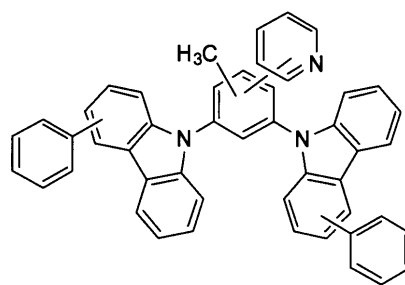
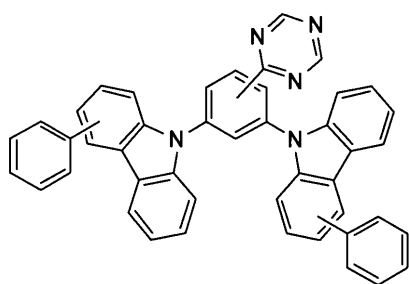
【化 2 1】



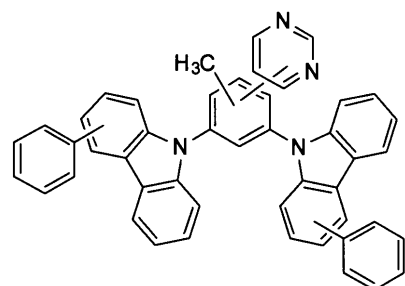
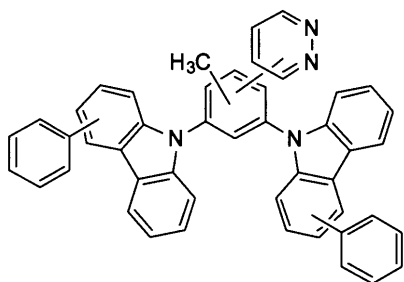
10



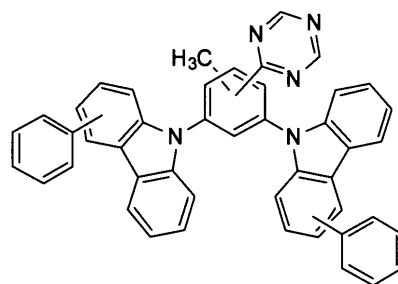
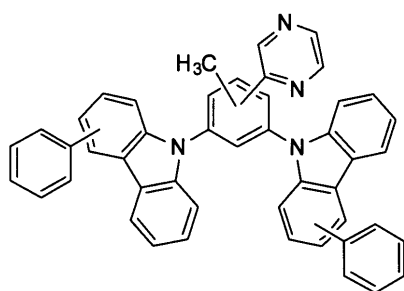
20



30

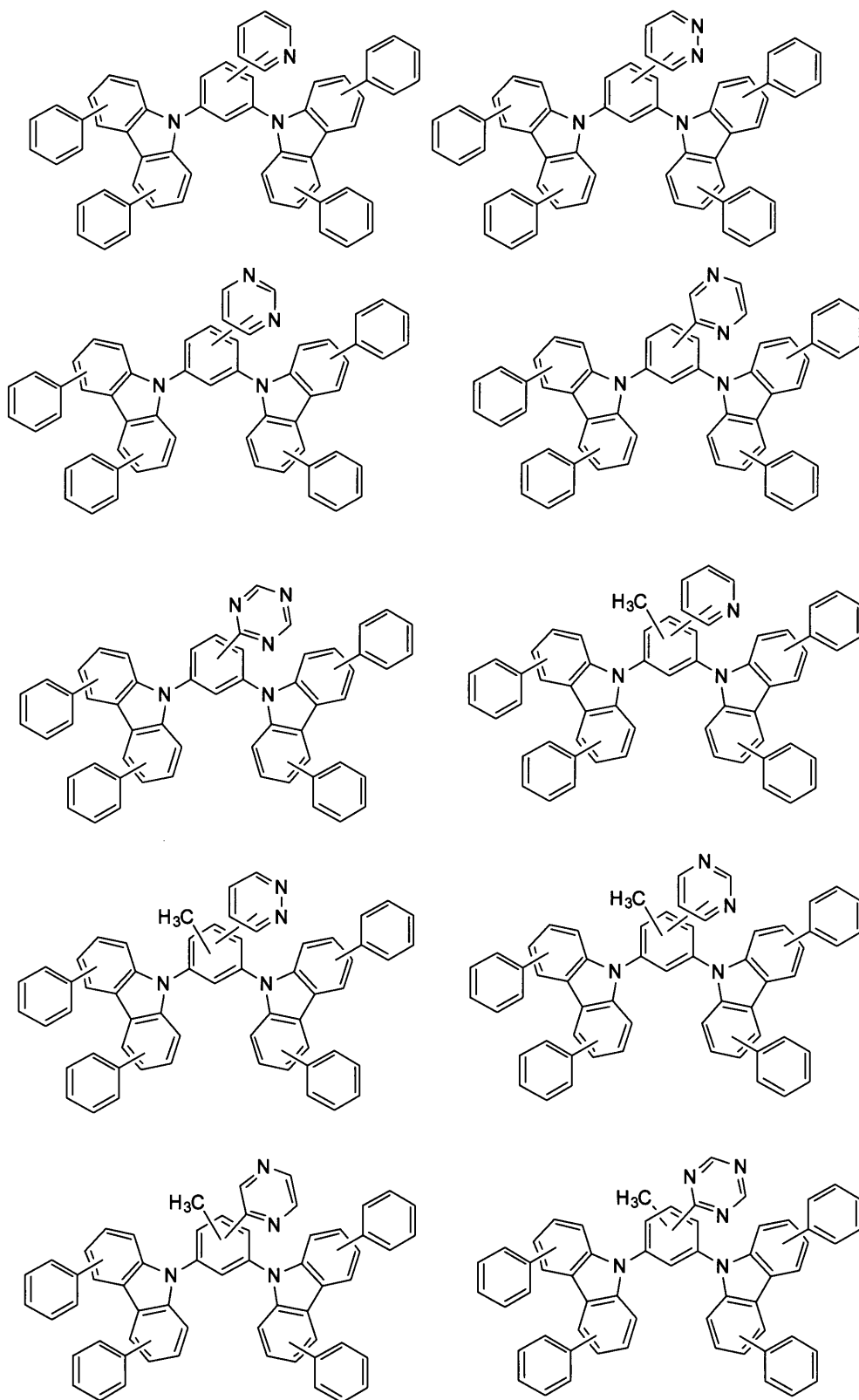


40



【 0 0 2 2】

【化 2 2】



10

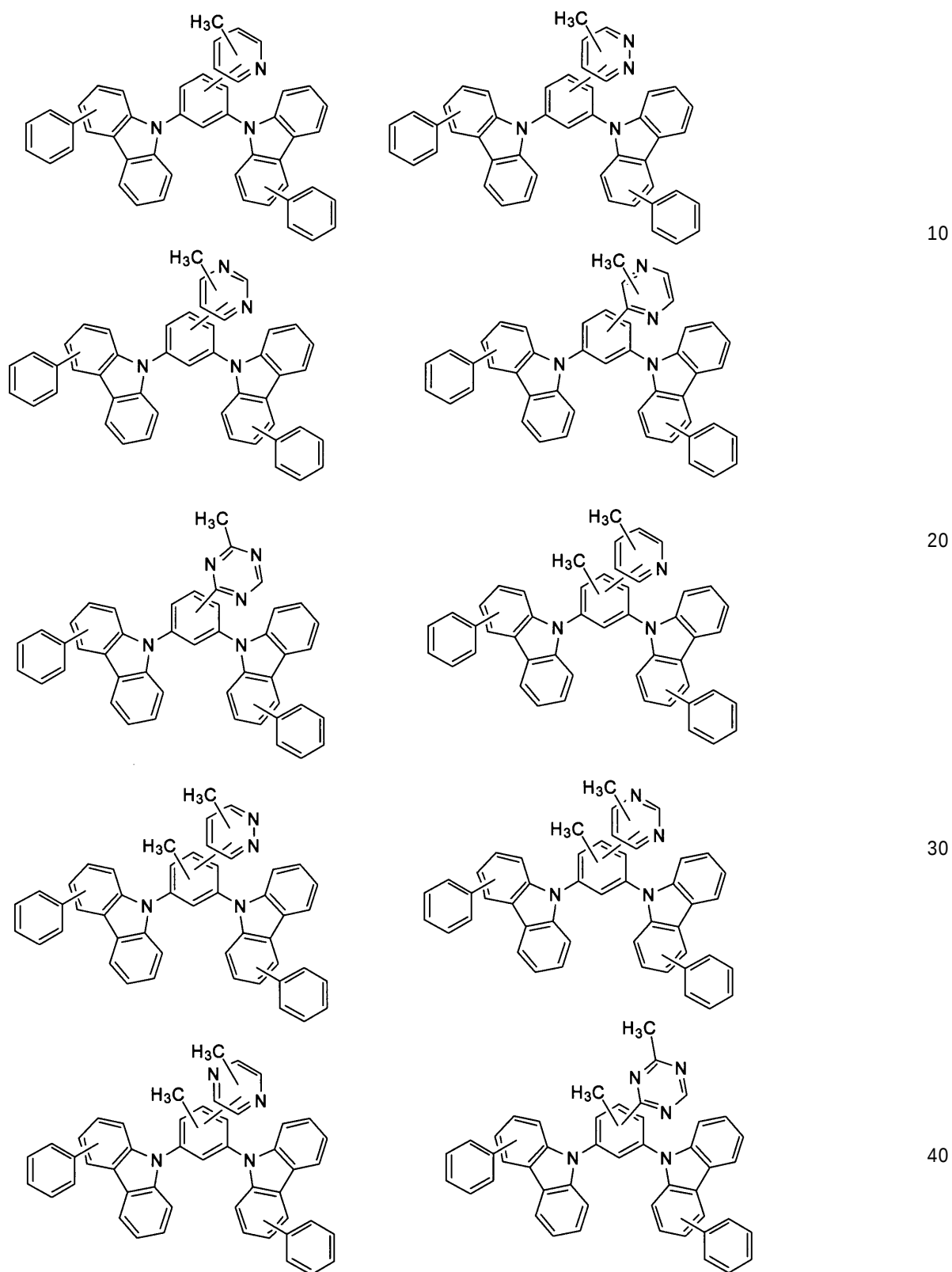
20

30

40

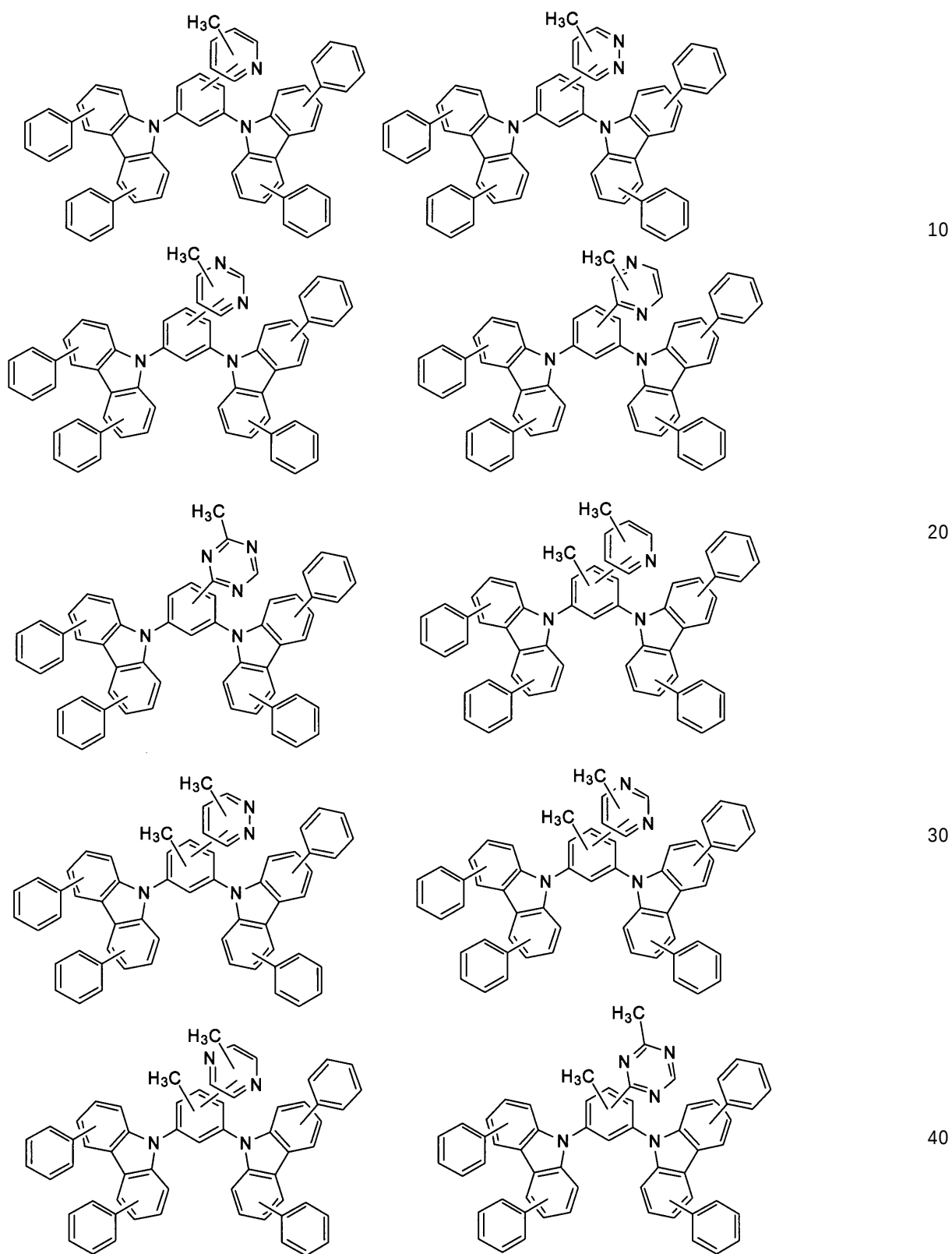
【 0 0 2 3 】

【化 2 3】



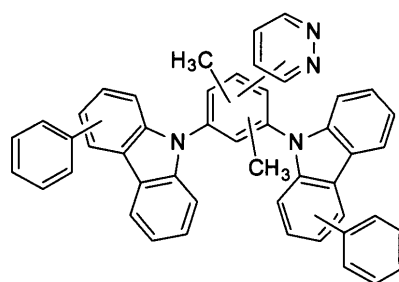
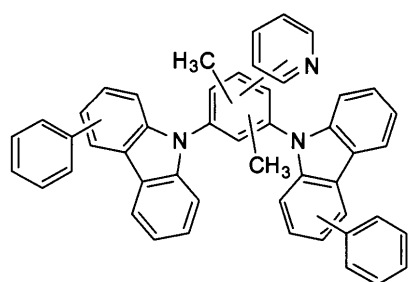
【 0 0 2 4】

【化 2 4】

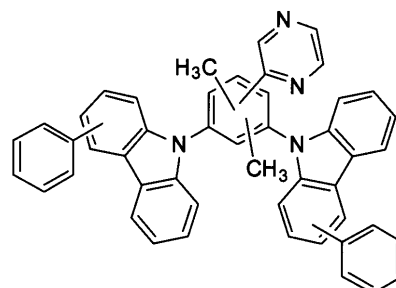
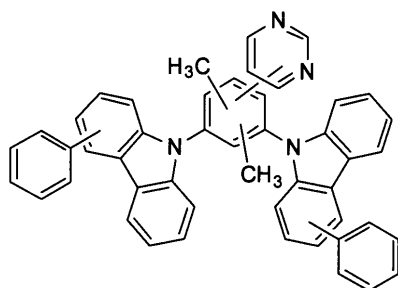


【 0 0 2 5 】

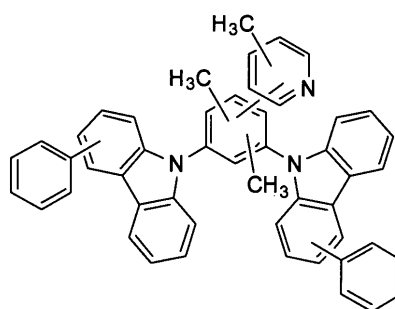
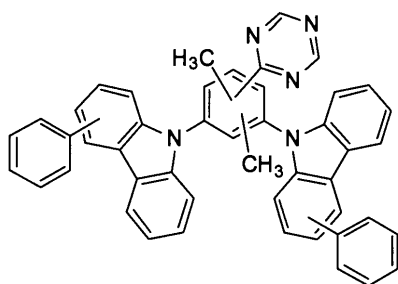
【化 2 5】



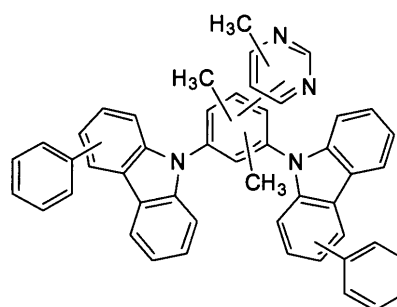
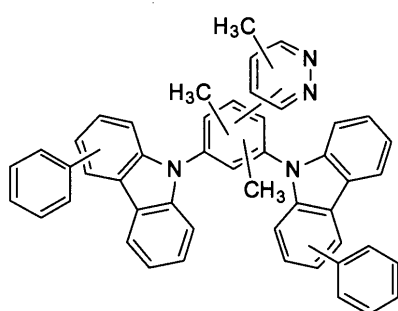
10



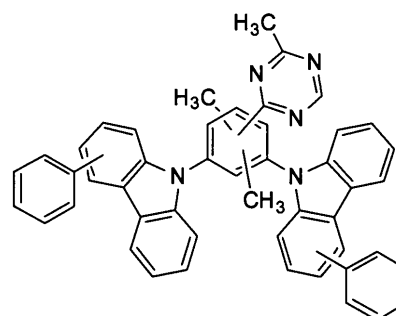
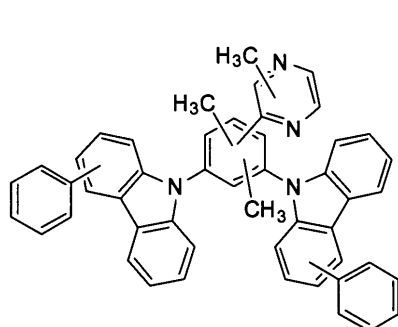
20



30

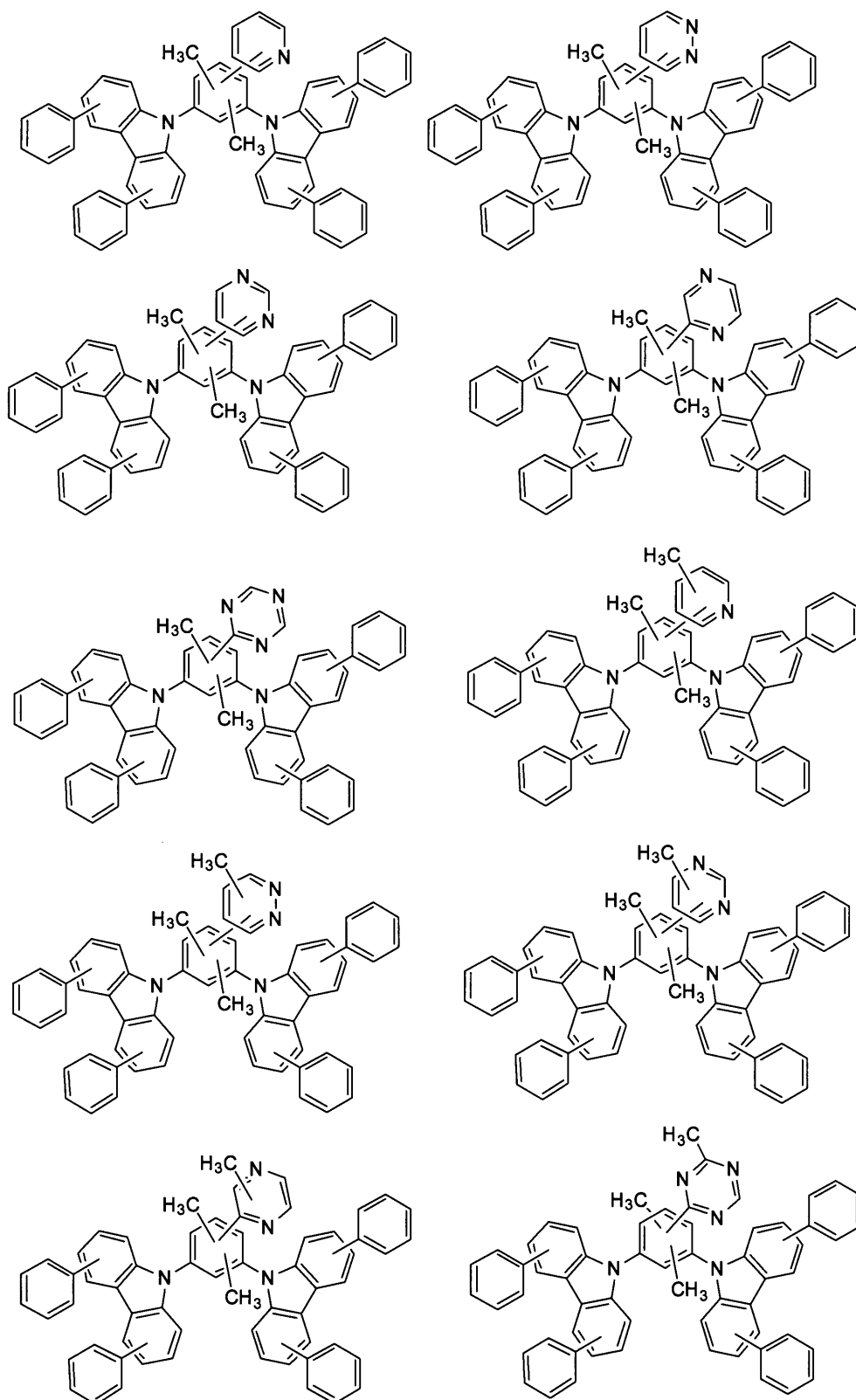


40



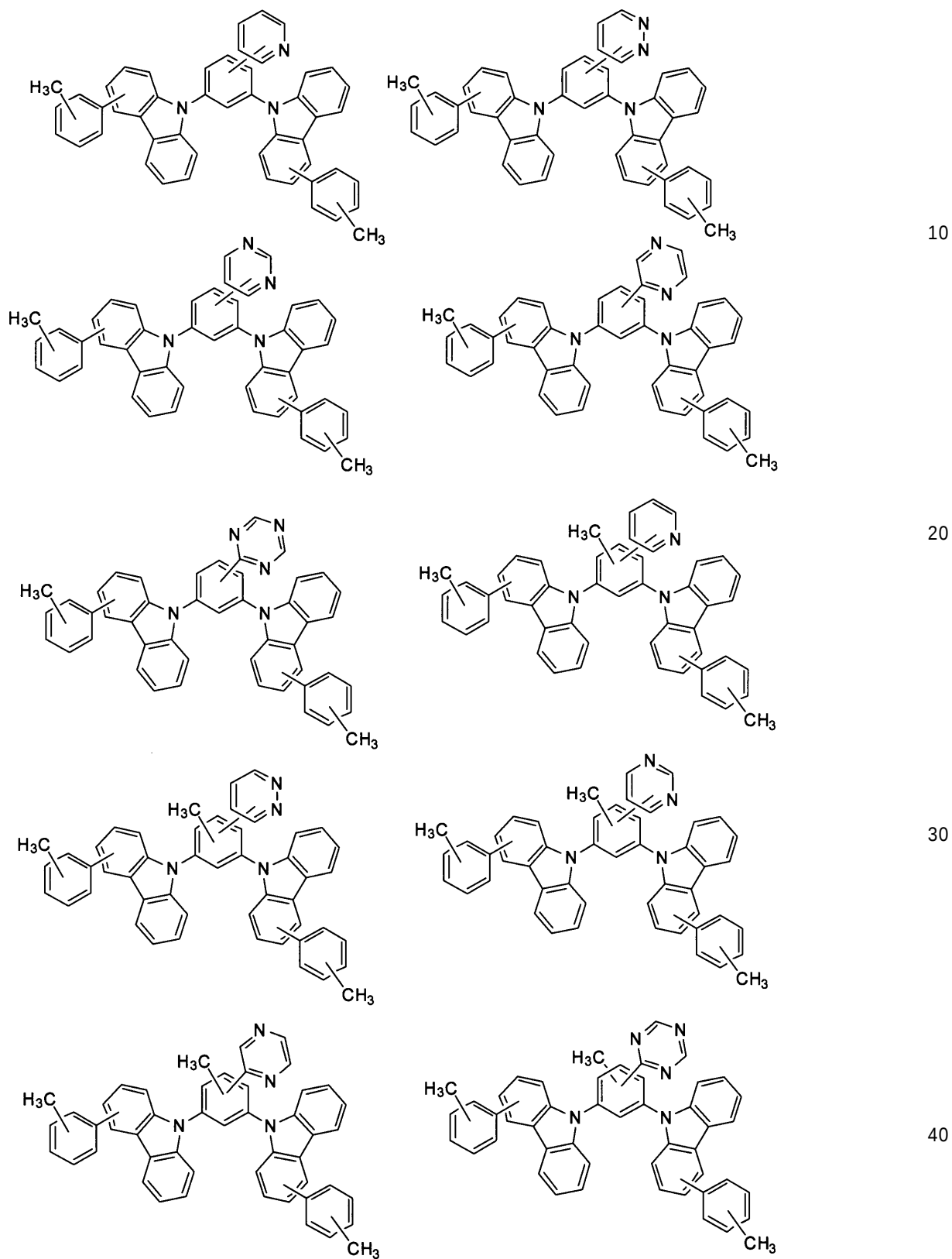
【 0 0 2 6 】

【化 2 6】



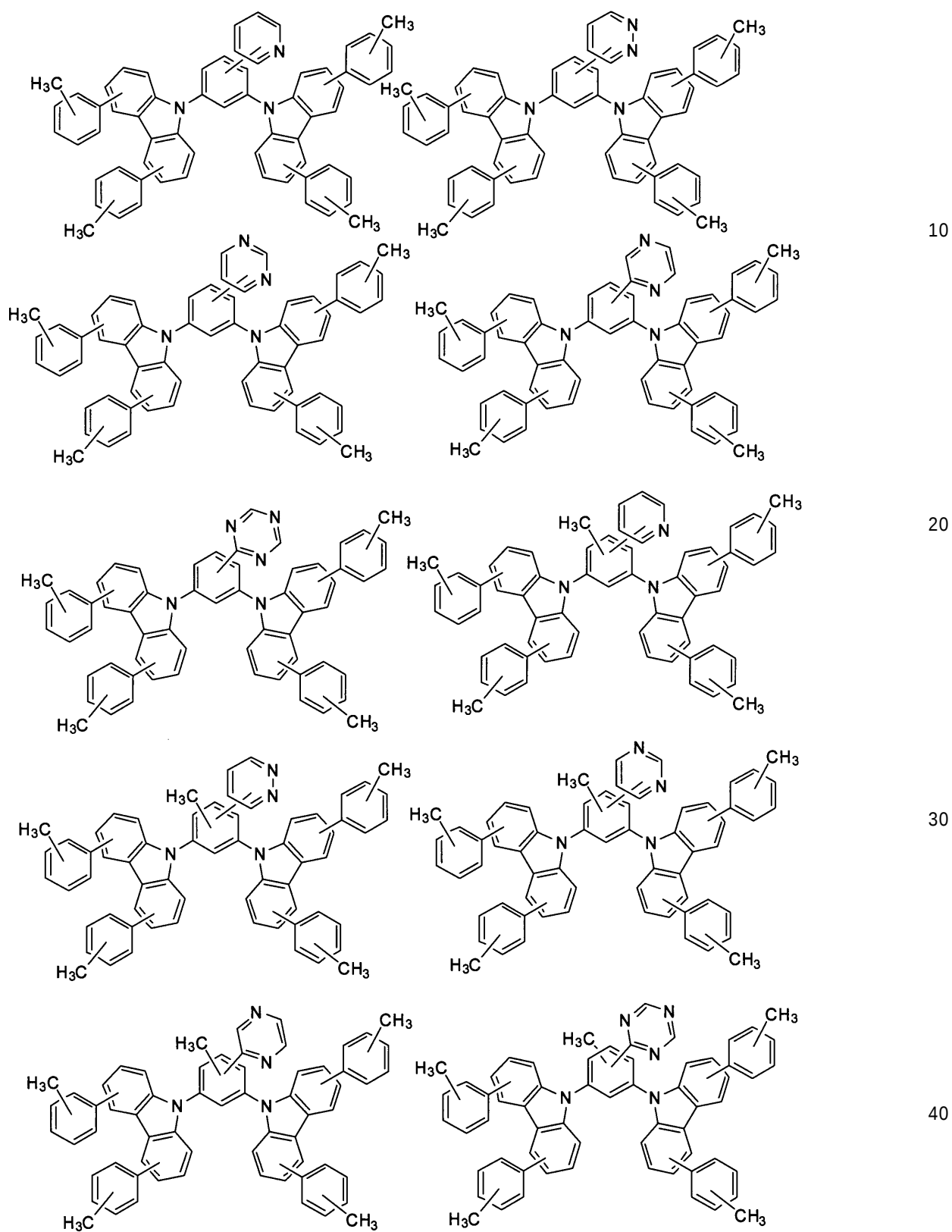
【 0 0 2 7 】

【化 2 7】



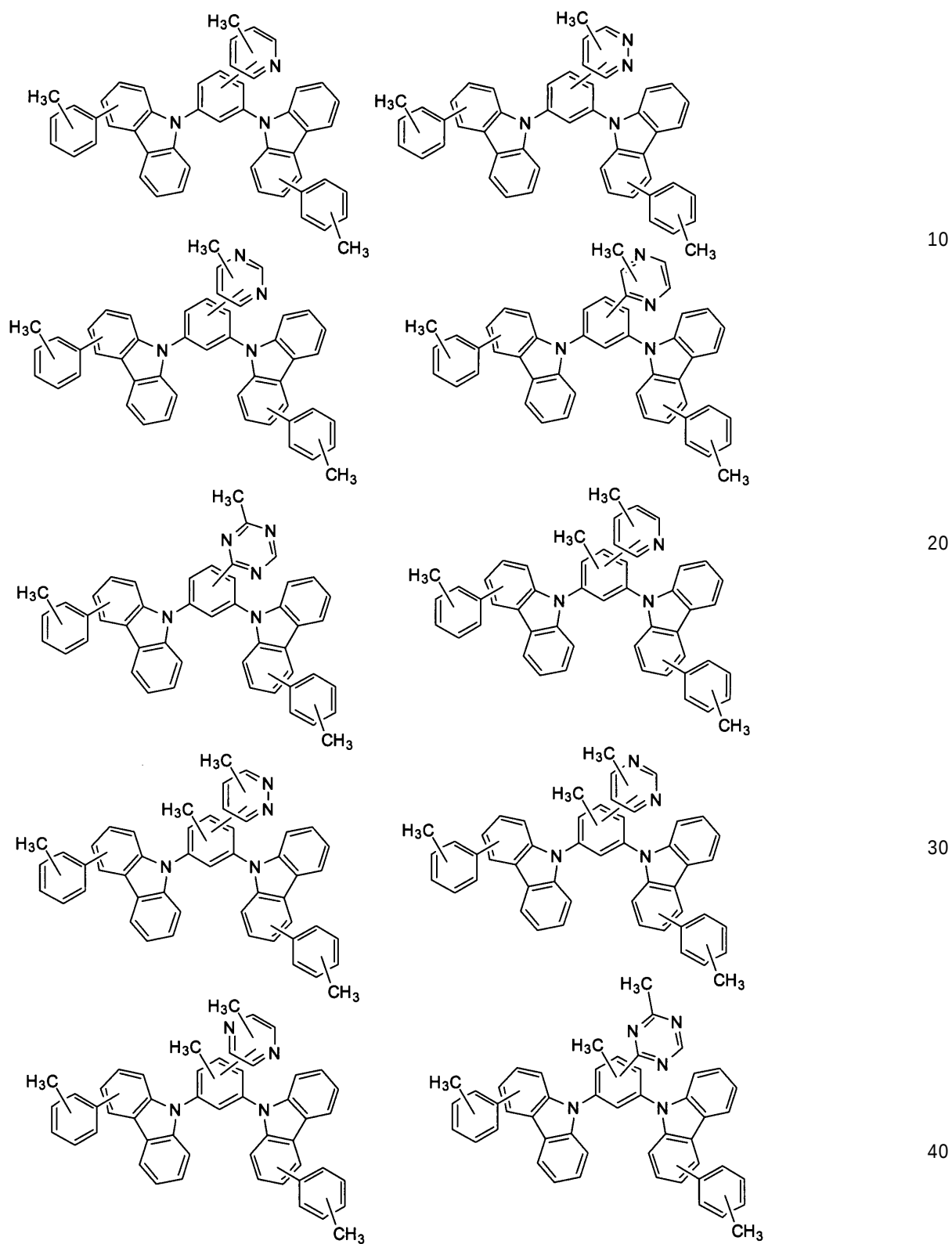
【 0 0 2 8 】

【化 2 8】



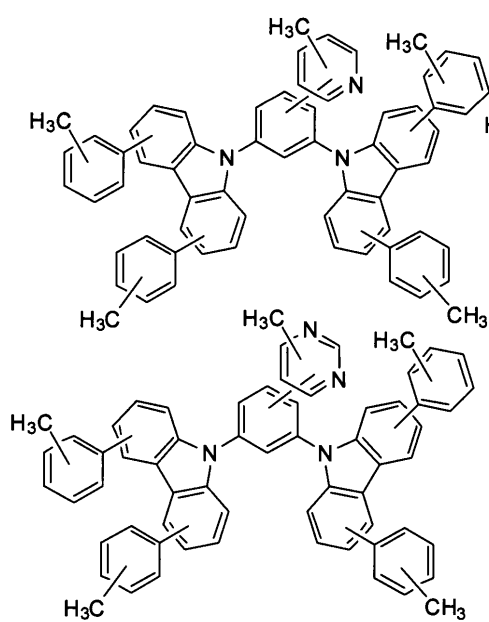
【 0 0 2 9 】

【化 2 9】

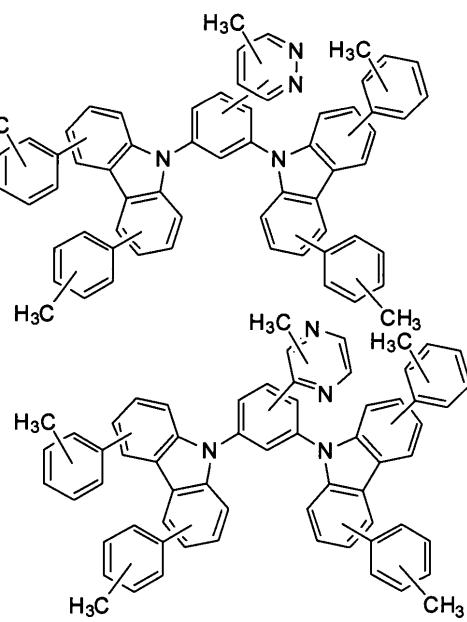


【 0 0 3 0 】

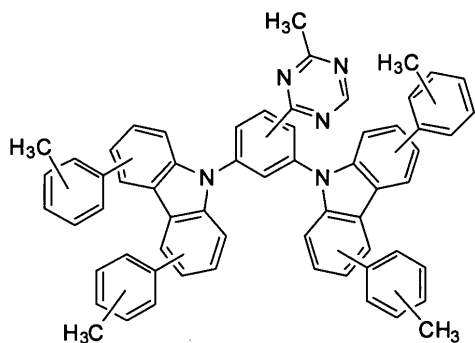
【化 3 0】



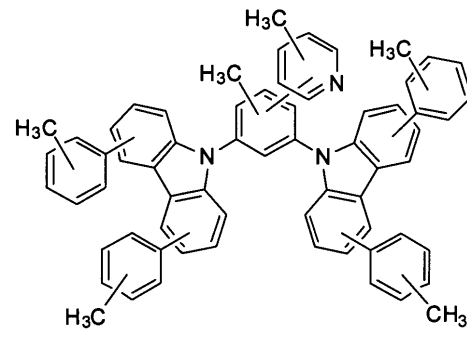
10



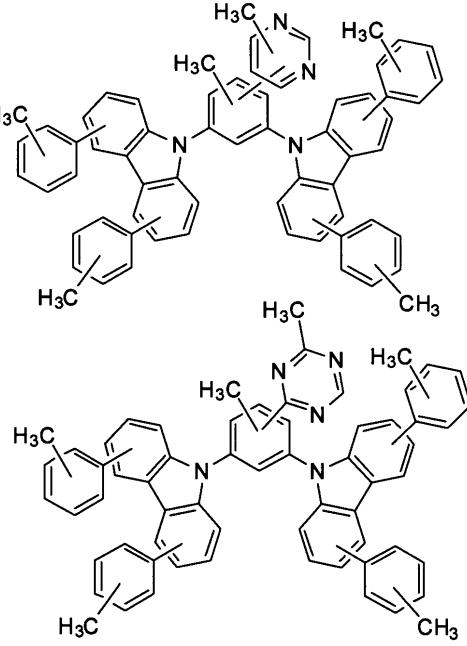
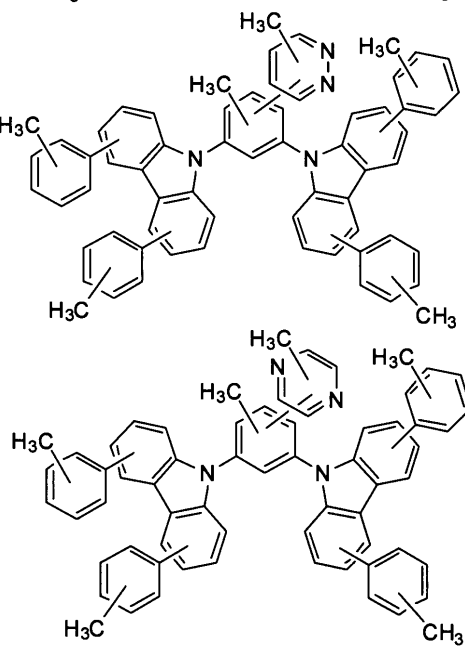
20



30

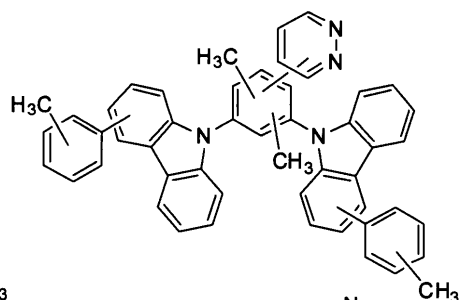
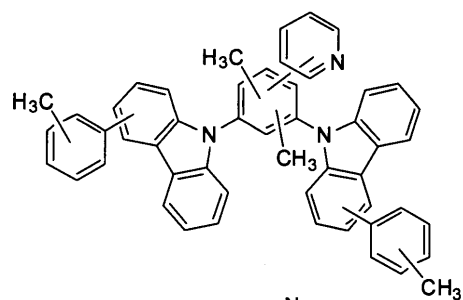


40

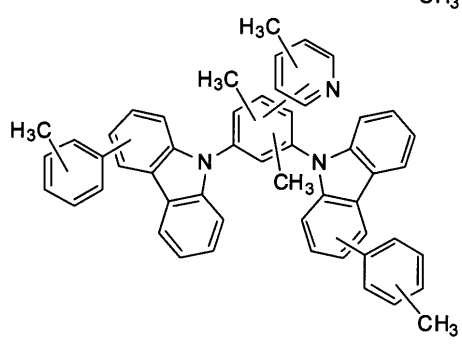
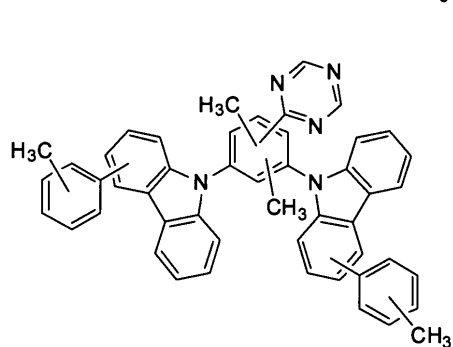
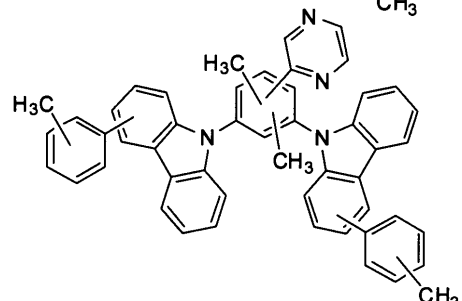
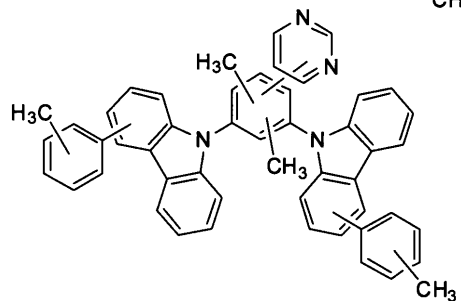


【 0 0 3 1】

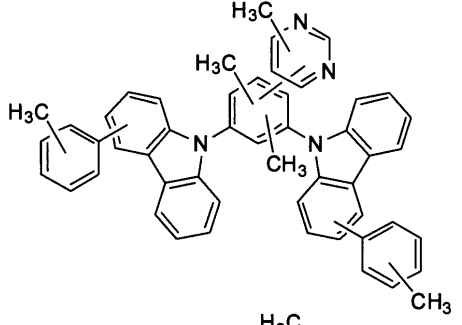
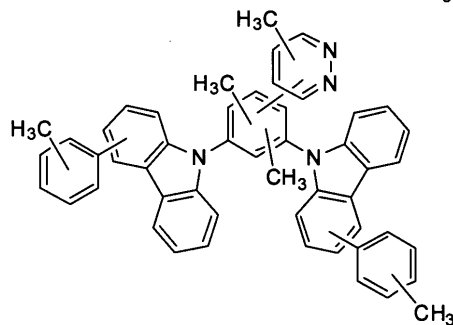
【化 3 1】



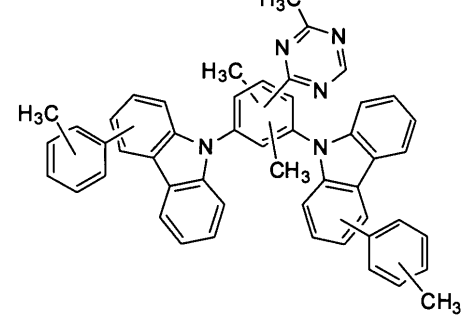
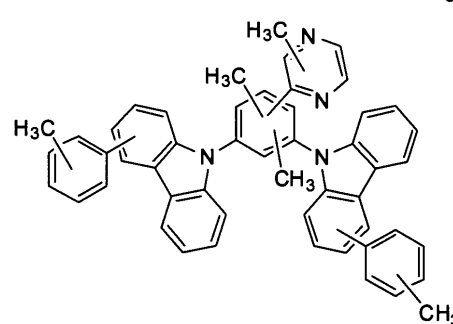
10



20



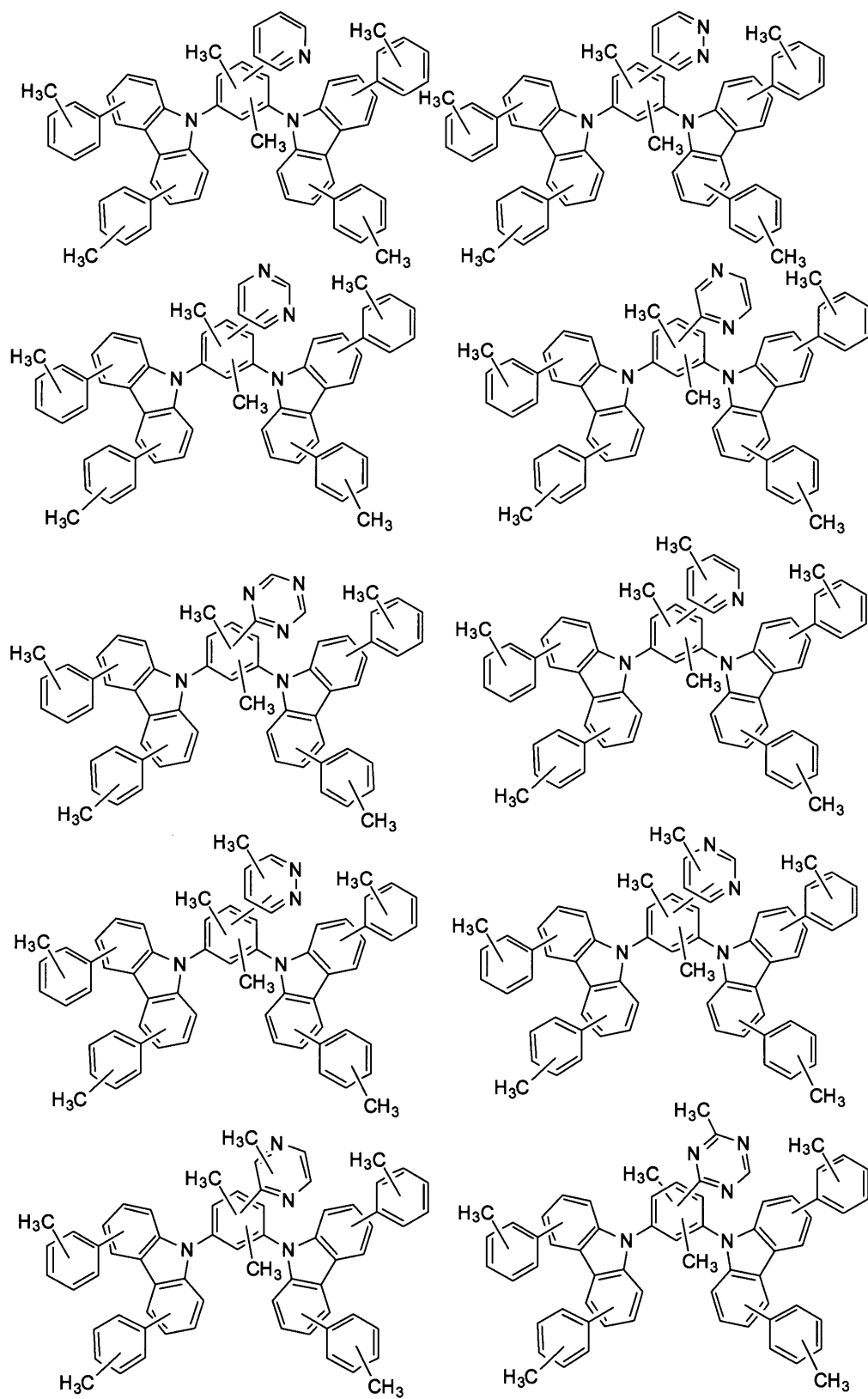
30



40

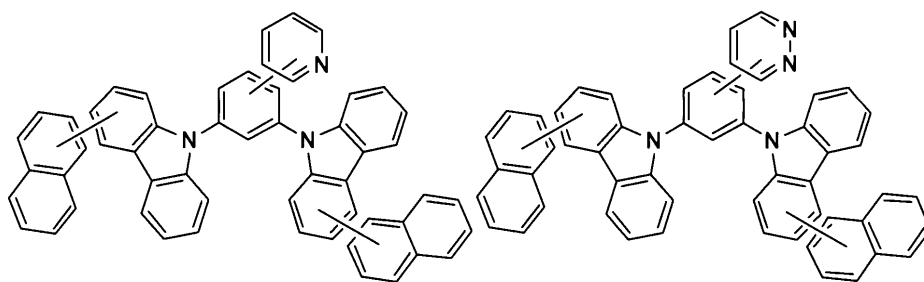
【 0 0 3 2 】

【化 3 2】

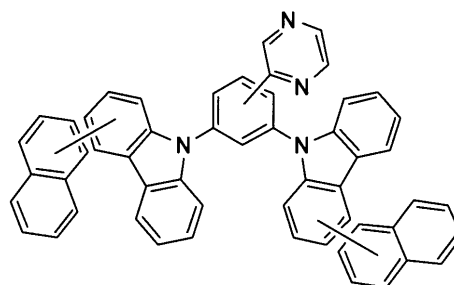
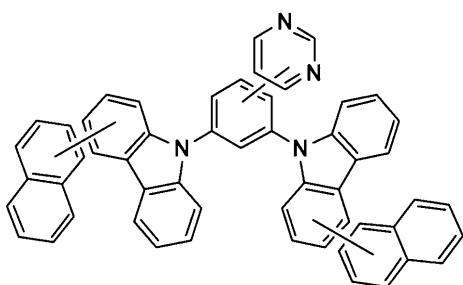


【 0 0 3 3 】

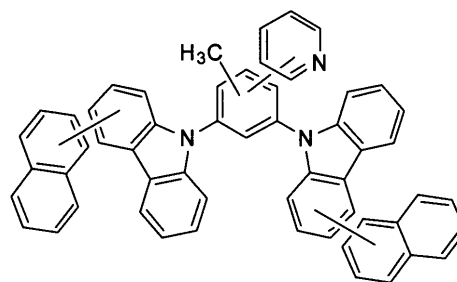
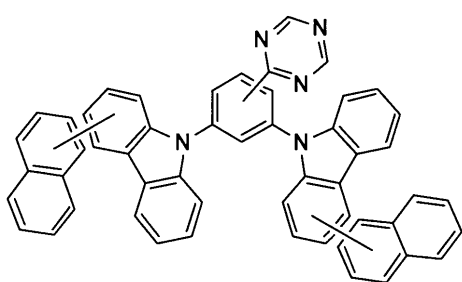
【化 3 3】



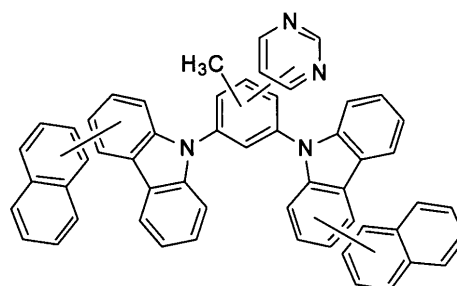
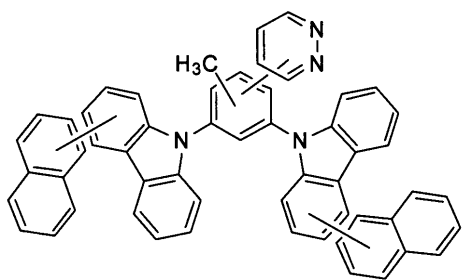
10



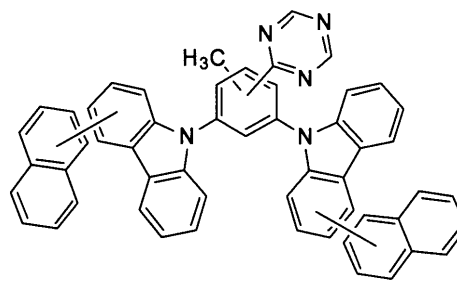
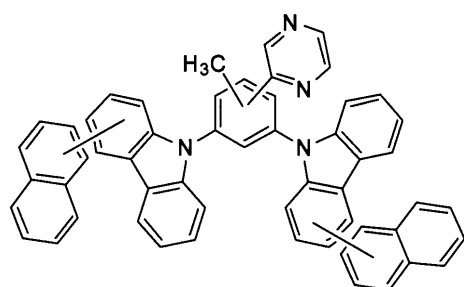
20



30

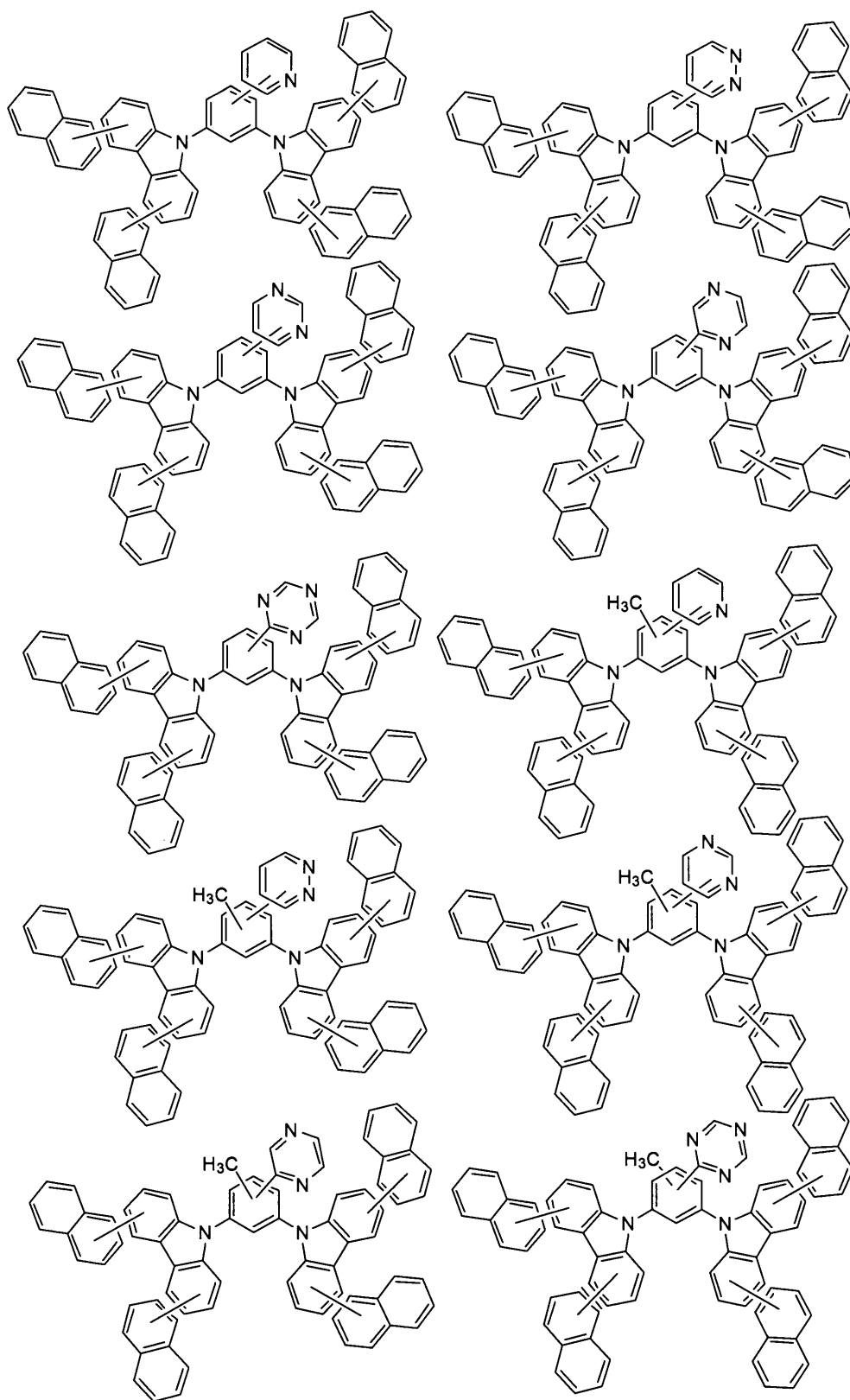


40



【 0 0 3 4 】

【化 3 4】



10

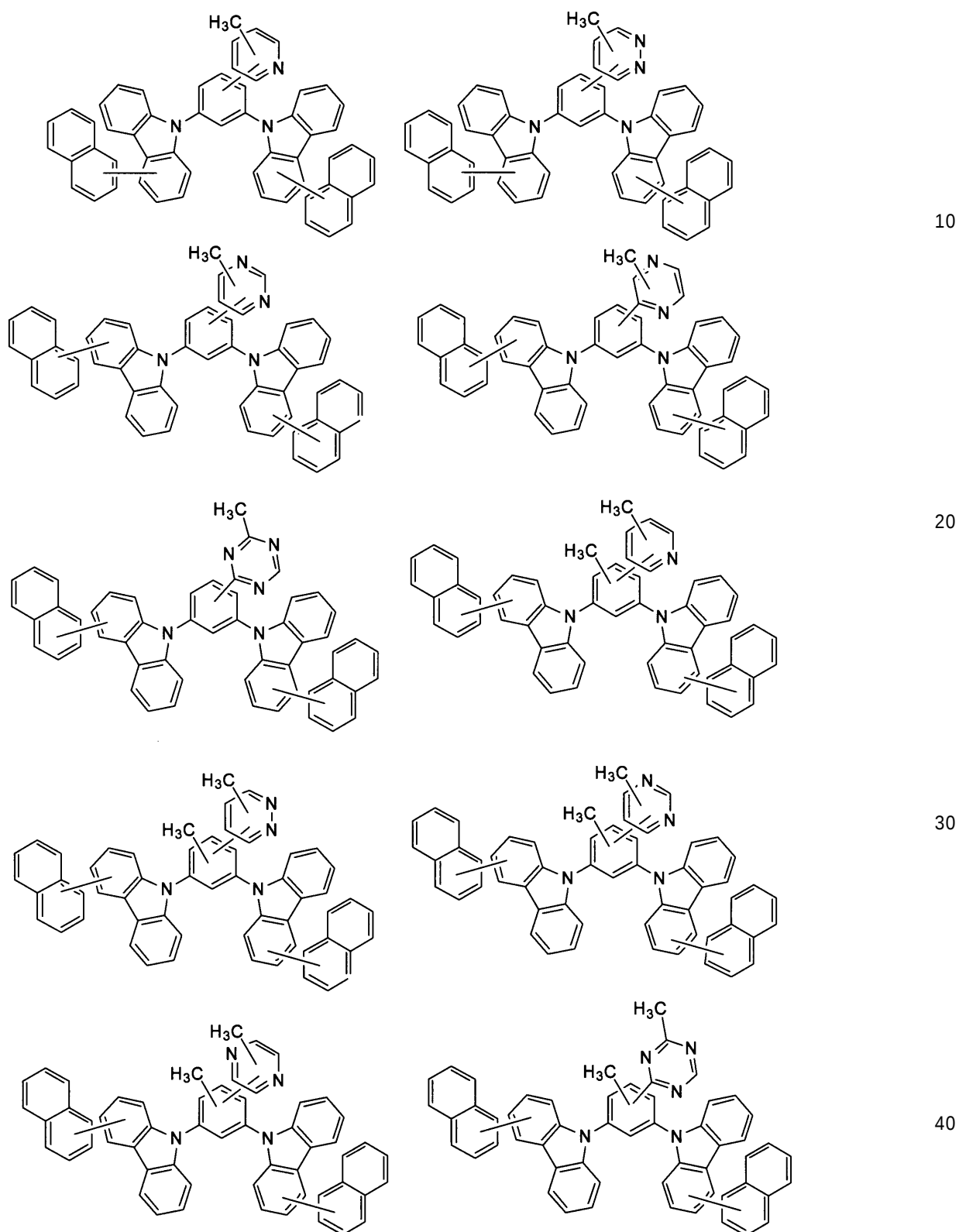
20

30

40

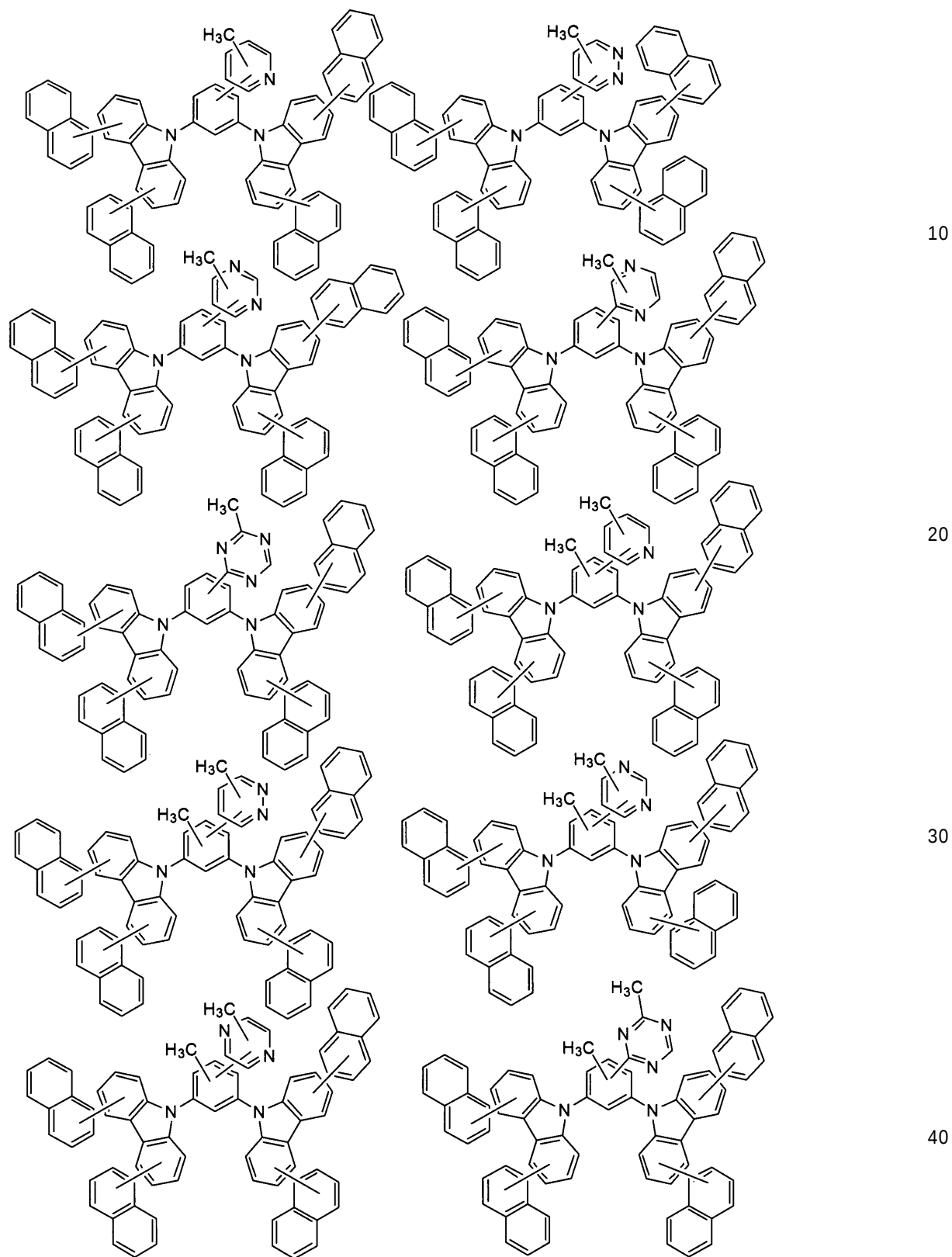
【 0 0 3 5 】

【化 3 5】



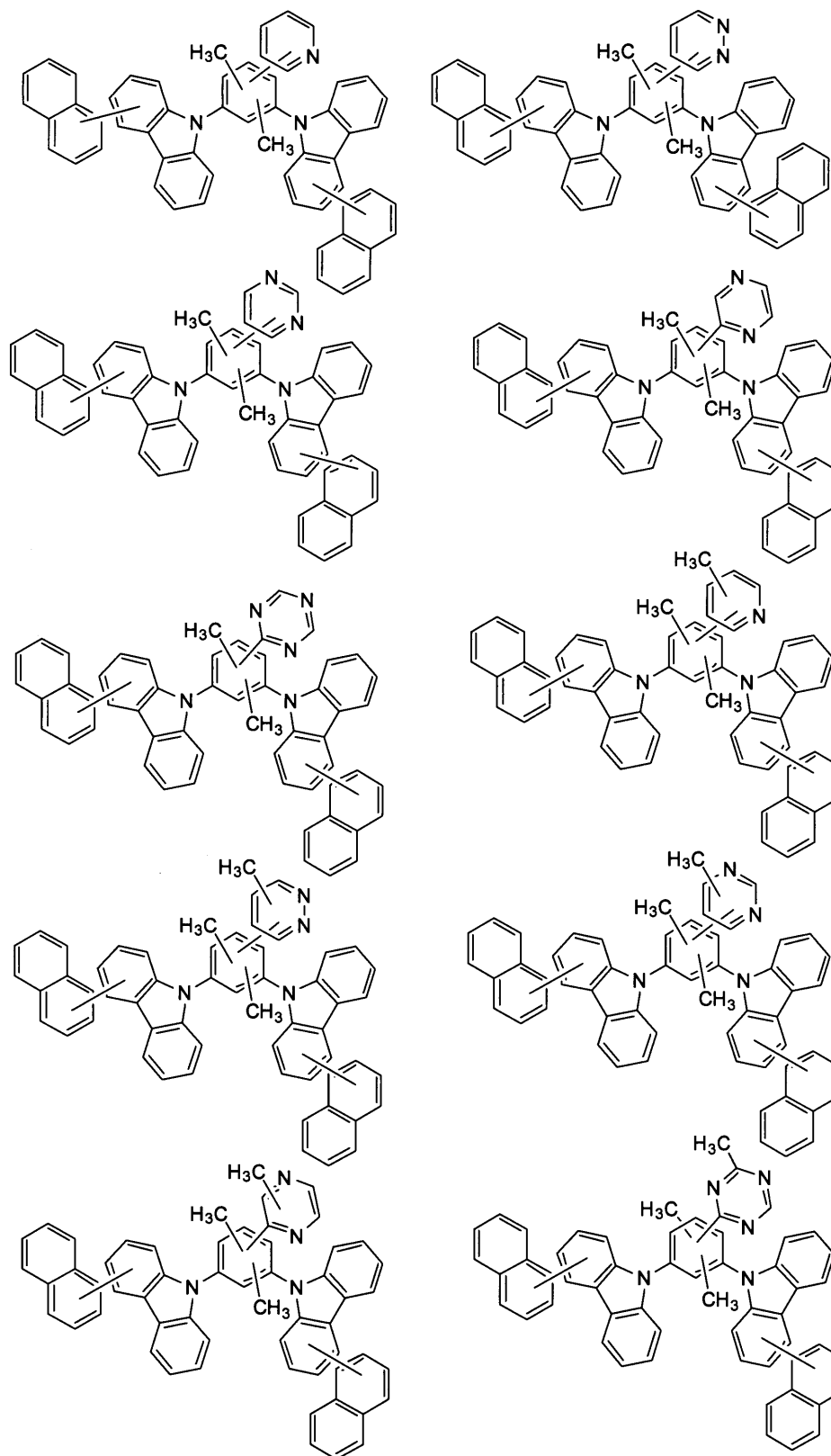
【 0 0 3 6 】

【化 3 6】



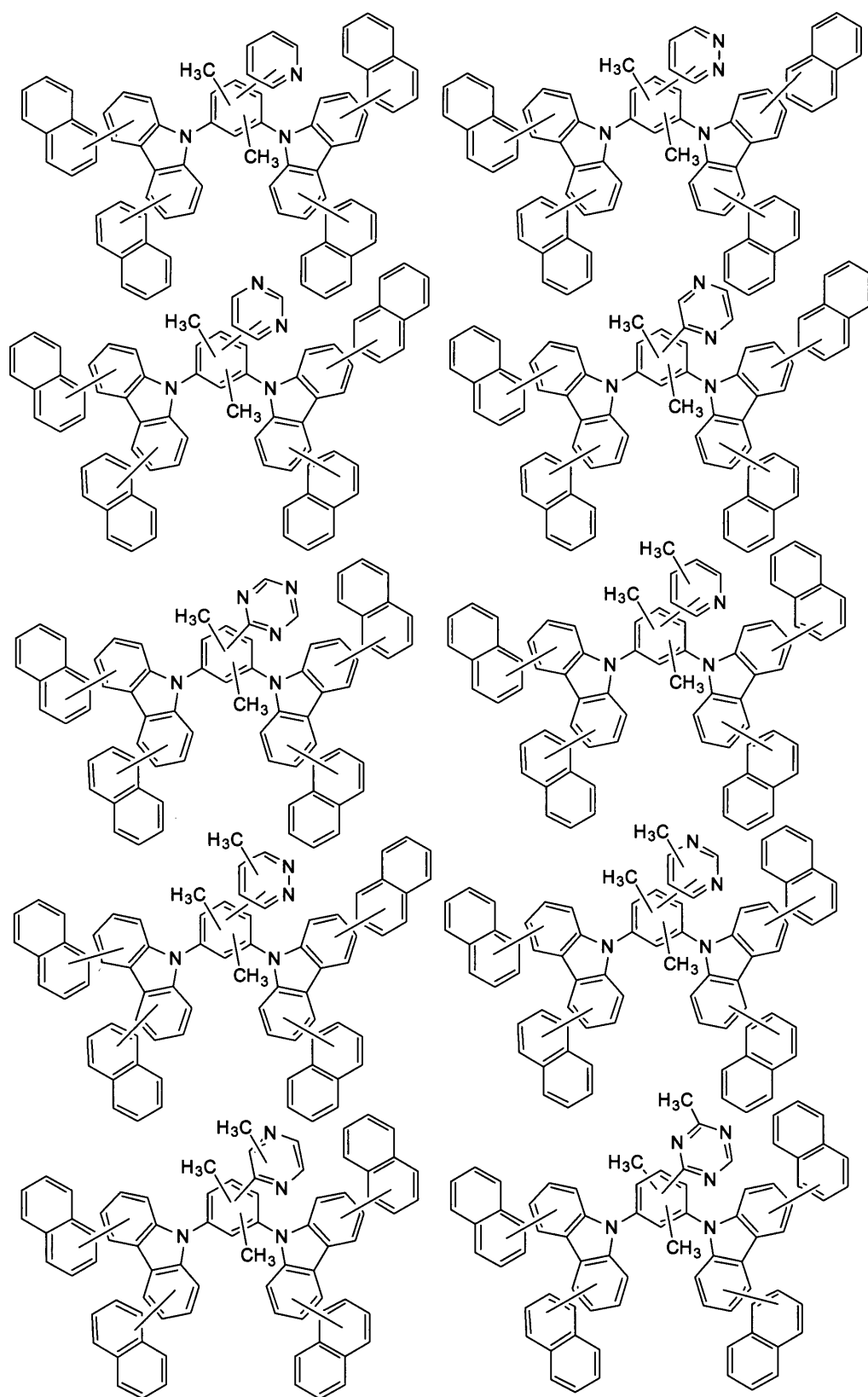
【 0 0 3 7 】

【化 3 7】



【 0 0 3 8 】

【化 3 8】



10

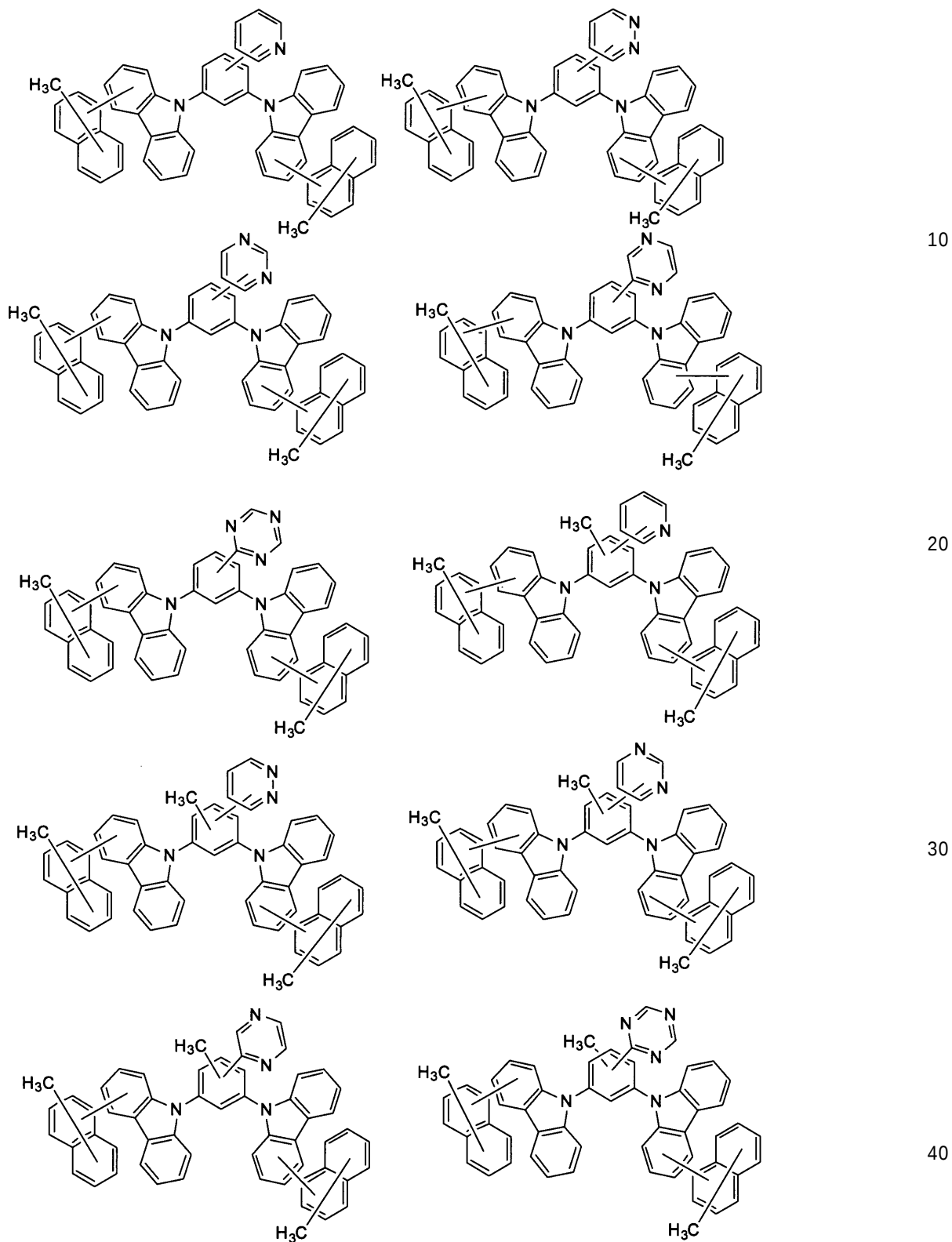
20

30

40

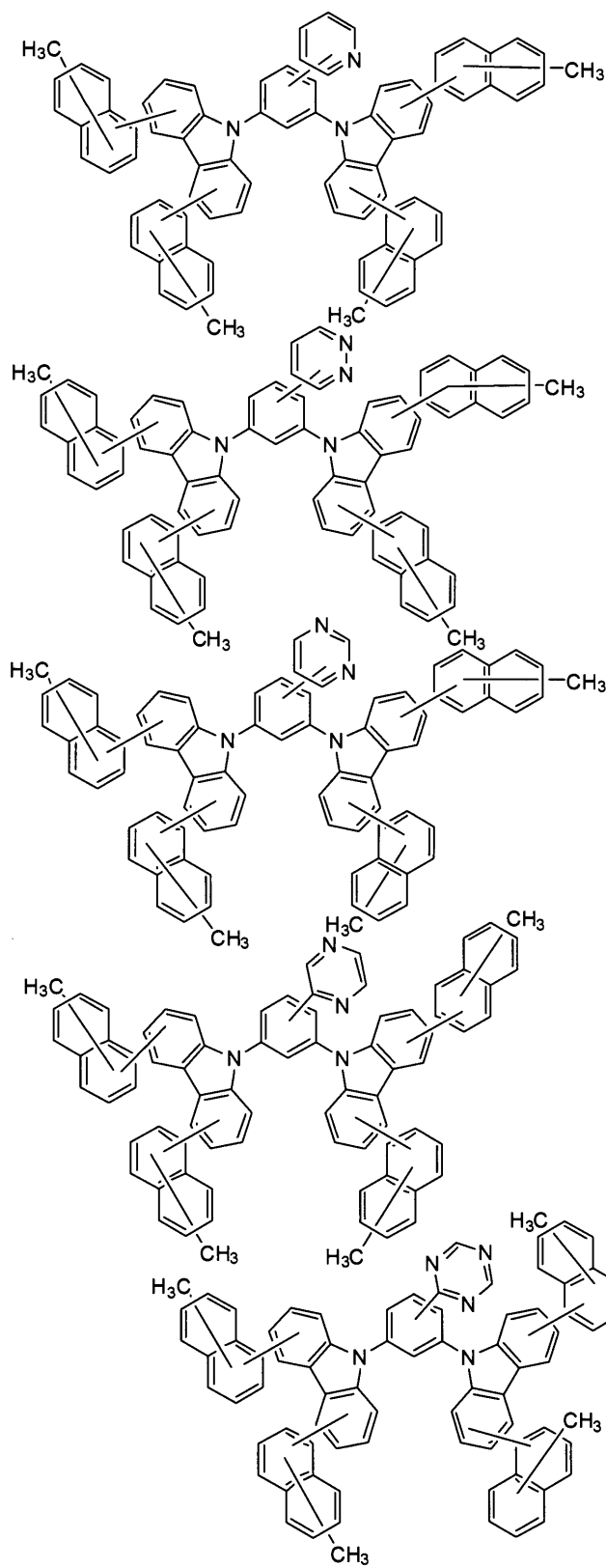
【 0 0 3 9 】

【化 3 9】



【 0 0 4 0 】

【化 4 0】



10

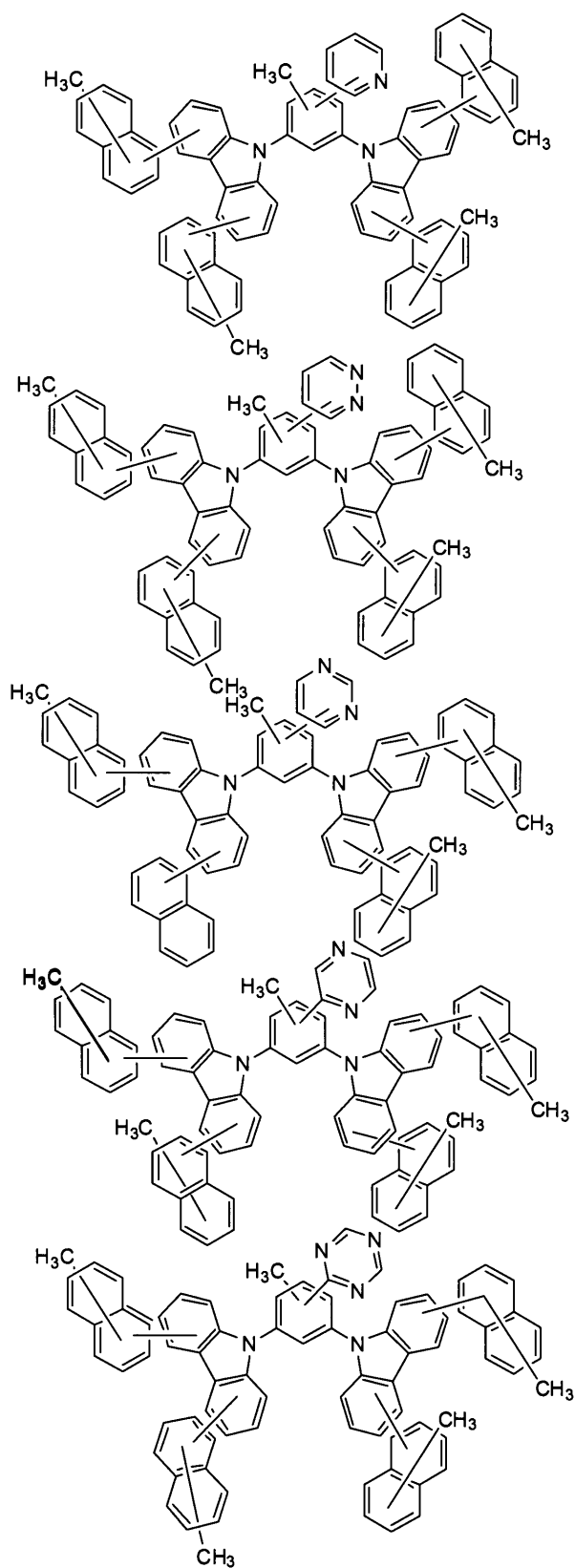
20

30

40

【 0 0 4 1】

【化 4 1】



10

20

30

40

【 0 0 4 2】

10

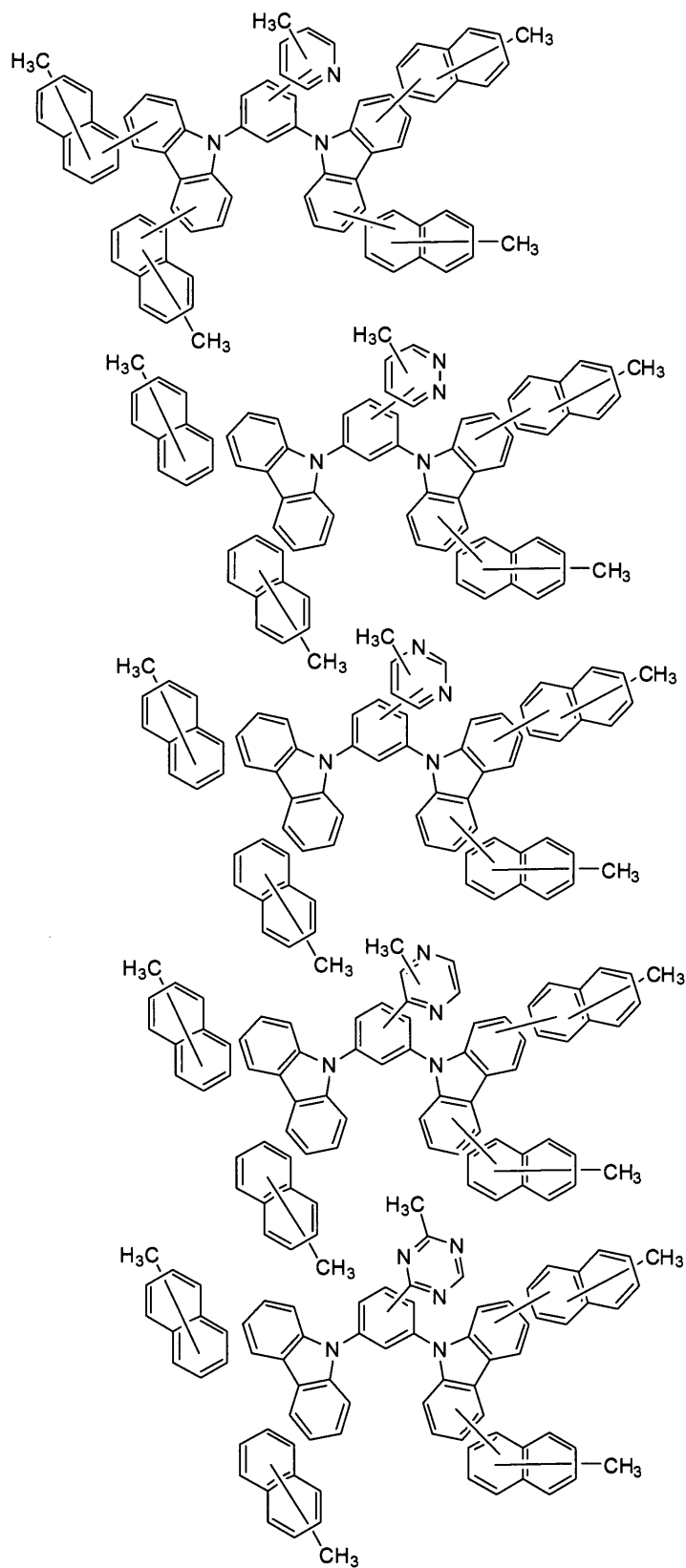


30

40

【 0 0 4 3 】

【化 4 3】



10

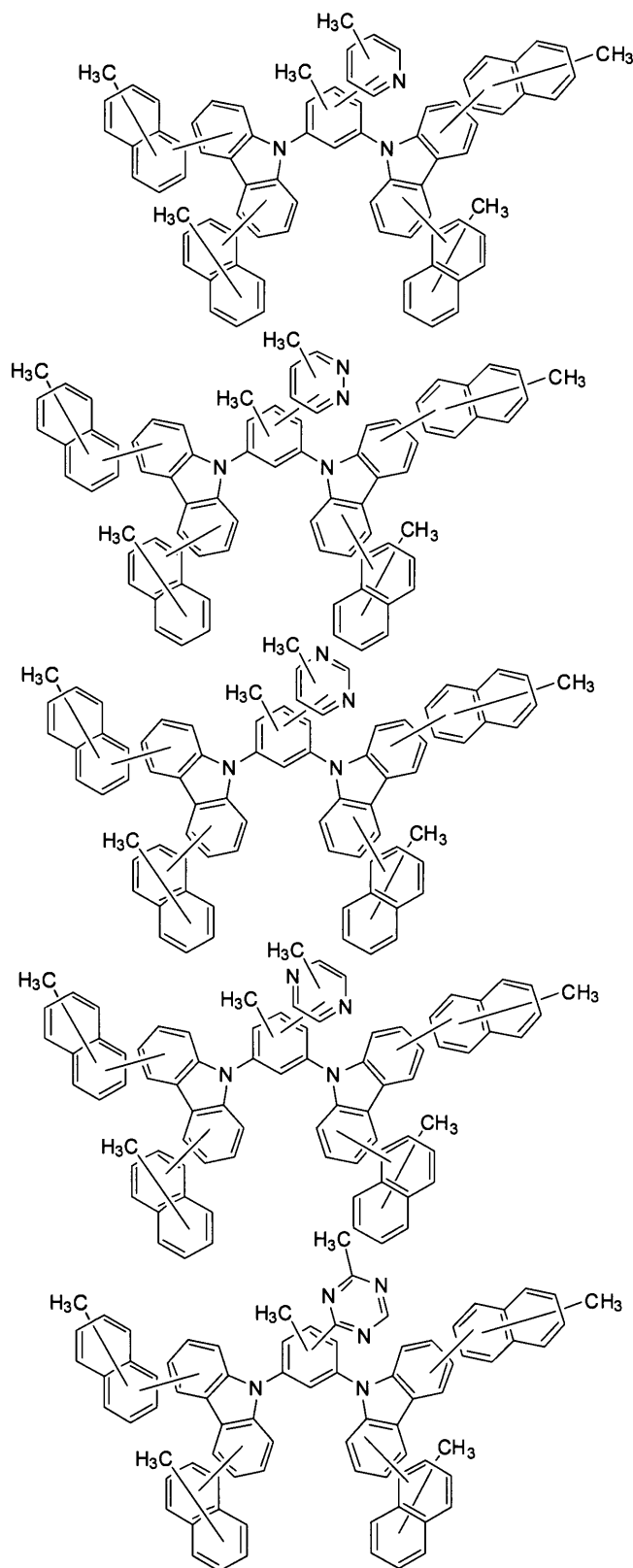
20

30

40

【 0 0 4 4 】

【化 4 4】



10

20

30

40

【 0 0 4 5】

10

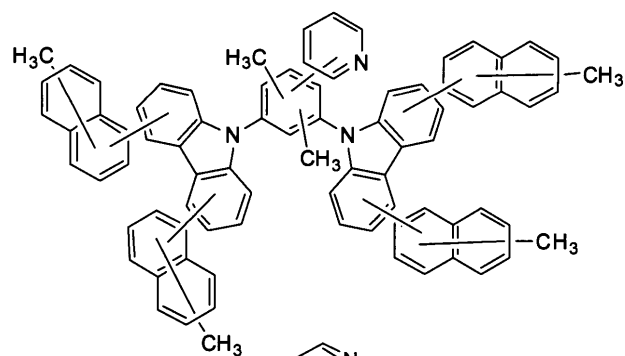


30

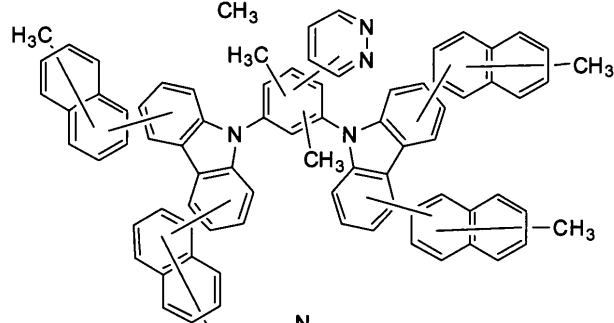
40

【 0 0 4 6 】

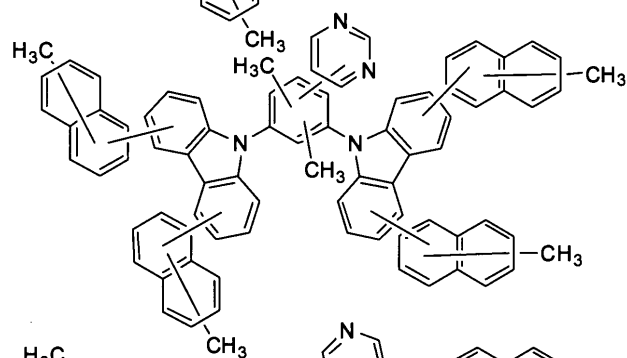
【化 4 6】



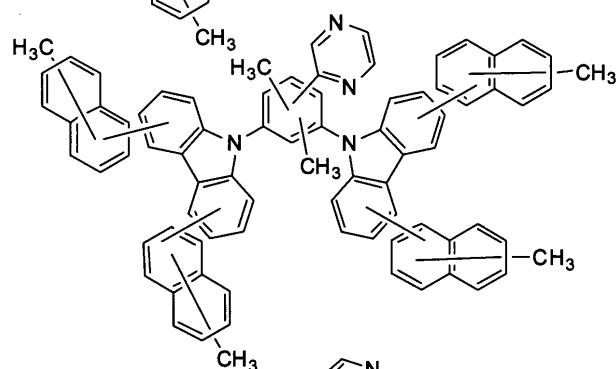
10



20



30

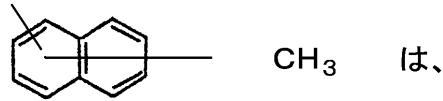


40

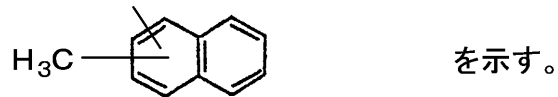
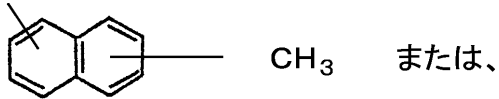
【 0 0 4 7 】

【化 4 7】

なお、式中、



10



20

【 0 0 4 8 】

本発明のジカルバゾリルフェニル誘導体は高いキャリア輸送性能を有する。従って、ホスト材料として使用することができる。これらはいずれも蒸着により層形成を行うのが望ましい。

【 0 0 4 9 】

本発明のジカルバゾリルフェニル誘導体を有機エレクトロルミネッセンス素子に使用する場合、適当な発光材料と組み合わせて使用することができる。

30

【 0 0 5 0 】

本発明のジカルバゾリルフェニル誘導体を発光層に用いる場合、本発明の化合物はホスト材料として使用できる。

【 0 0 5 1 】

次に本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子（有機EL素子）について説明する。本発明の有機EL素子は、陽極と陰極間に複数層の有機化合物を積層した素子であり、発光層のホスト材料として本発明のジカルバゾリルフェニル誘導体を含有する。発光層は、発光材料とホスト材料から構成される。多層型の有機EL素子の構成例としては、例えば陽極（例えばITO）／ホール輸送層／発光層／電子輸送層／陰極、ITO／ホール輸送層／発光層／電子輸送層／電子注入層／陰極、ITO／ホール輸送層／発光層／ホールブロック層／電子輸送層／陰極、ITO／ホール輸送層／発光層／ホールブロック層／電子輸送層／電子注入層／陰極、ITO／ホール注入層（正孔注入層）／ホール輸送層／発光層／ホールブロック層／電子輸送層／電子注入層／陰極等の多層構成で積層したものが挙げられる。また、必要に応じて陰極上に封止層を有していても良い。

40

【 0 0 5 2 】

ホール輸送層、電子輸送層、および発光層のそれぞれの層は、各機能を分離した多層構造であることが望ましい。またホール輸送層、電子輸送層はそれぞれの層で注入機能を受け持つ層（ホール注入層および電子注入層）と輸送機能を受け持つ層（ホール輸送層および電子輸送層）を別々に設けることもできる。

【 0 0 5 3 】

50

以下本発明の有機EL素子の構成要素に関して、陽極／ホール輸送層／発光層／電子輸送層／陰極からなる素子構成を例として取り上げて説明する。本発明の有機EL素子は、基板に支持されていることが好ましい。

【0054】

基板の素材については特に制限はなく、例えば、従来の有機EL素子に慣用されているものが使用でき、例えば、ガラス、石英ガラス、透明プラスチックなどからなるものを用いることができる。

【0055】

本発明の有機EL素子の陽極としては、仕事関数の大きな金属単体（4 eV以上）、仕事関数の大きな金属同士の合金（4 eV以上）または導電性物質およびこれらの混合物を電極材料とすることが好ましい。このような電極材料の具体例としては、金、銀、銅等の金属、ITO（インジウム・スズオキサイド）、酸化スズ（ SnO_2 ）、酸化亜鉛（ ZnO ）などの導電性透明材料、ポリピロール、ポリチオフェン等の導電性高分子材料が挙げられる。陽極はこれらの電極材料を、例えば蒸着、スパッタリング、塗布などの方法により形成することができる。陽極のシート電気抵抗は数百 Ω/cm^2 以下が好ましい。陽極の膜厚は材料にもよるが、一般に5～1,000 nm程度、好ましくは10～500 nmである。

10

【0056】

陰極としては、仕事関数の小さな金属単体（4 eV以下）、仕事関数の小さい金属同士の合金（4 eV以下）または導電性物質およびこれらの混合物を電極材料とすることが好ましい。このような電極材料の具体例としては、リチウム、リチウム・インジウム合金、ナトリウム、ナトリウム・カリウム合金、マグネシウム、マグネシウム・銀合金、マグネシウム・インジウム合金、アルミニウム、アルミニウム・リチウム合金、アルミニウム・マグネシウム合金などが挙げられる。陰極はこれらの電極材料を、例えば蒸着、スパッタリングなどの方法により、薄膜を形成させることにより作成することができる。陰極のシート電気抵抗は数百 Ω/cm^2 以下が好ましい。陰極の膜厚は材料にもよるが、一般に5～1,000 nm程度、好ましくは10～500 nmである。

20

本発明の有機EL素子の発光を効率よく取り出すために、陽極または陰極の少なくとも一方の電極は透明もしくは半透明であることが好ましい。

【0057】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子のホール輸送層（正孔輸送層）は、ホール（正孔）伝達化合物からなるもので、陽極より注入されたホール（正孔）を発光層に伝達する機能を有している。電界が与えた2つの電極の間に正孔伝達化合物が配置されて陽極からホールが注入された場合、少なくとも $10^{-6} \text{ cm}^2/\text{V} \cdot \text{秒}$ 以上のホール移動度を有するホール伝達物質が好ましい。本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子のホール輸送層に使用するホール伝達物質は、前記の好ましい性能を有するものであれば特に制限はない。従来から光導電材料においてホールの電荷注入材料として慣用されているものや有機エレクトロルミネッセンス素子のホール輸送層に使用されている公知の材料の中から任意のものを選択して用いることができる。

30

【0058】

前記のホール伝達物質としては、たとえば銅フタロシアニンなどのフタロシアニン誘導体、N,N,N',N'-テトラフェニル-1,4-フェニレンジアミン、N,N'-ジ(m-トリル)-N,N'-ジフェニル-4,4-ジアミノフェニル(TPD)、N,N'-ジ(1-ナフチル)-N,N'-ジフェニル-4,4-ジアミノフェニル(α -NPD)等のトリアリールアミン誘導体、ポリフェニレンジアミン誘導体、ポリチオフェン誘導体、および水溶性のPEDOT-PSS（ポリエチレンジオキサチオフェン-ポリスチレンスルホン酸）などが挙げられる。ホール輸送層は、これらの他のホール伝達化合物の一種または二種以上からなる一層で構成されたものでよく、前記のホール伝達物質とは別の化合物からなるホール輸送層を積層したもので良い。

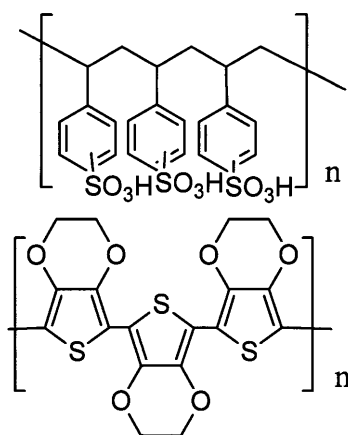
40

ホール注入材料としては、下記化学式に示されるPEDOT-PSS（ポリマー混合物

50

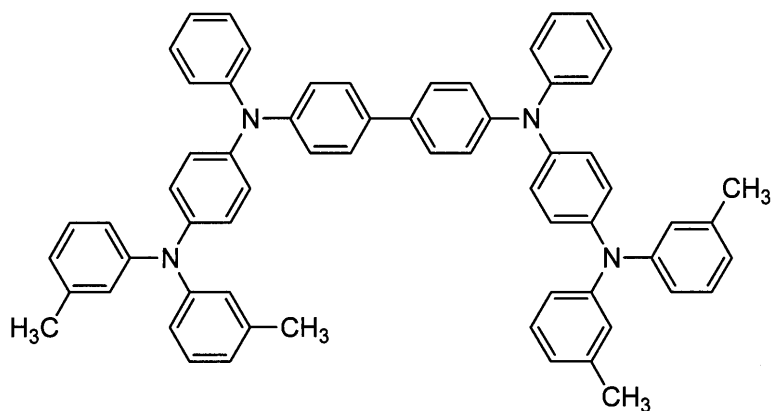
）やDNTPDを挙げることができる。

【化48】



10

PEDOT-PSS



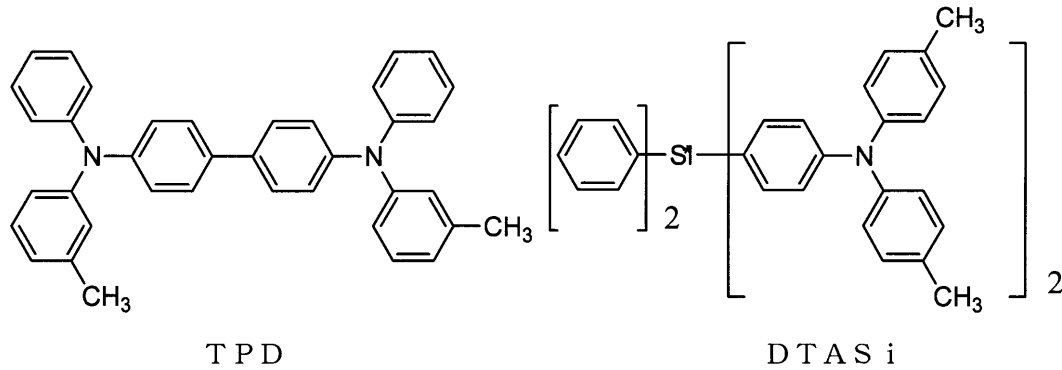
20

DNTPD

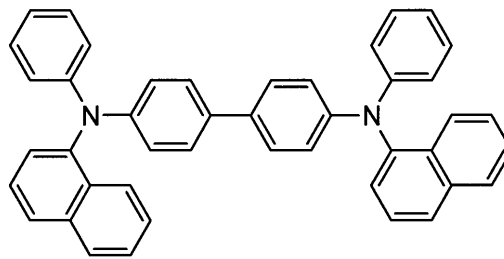
ホール輸送材料としては、下記化学式に示すTPD、DTASi、 α -NPDなどを挙げることができる。

30

【化 4 9】



10

 α -NPD

20

【0059】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の電子輸送層は、電子輸送材料からなるもので、陰極より注入された電子を発光層に伝達する機能を有している。電界を与えた2つの電極の間に電子輸送材料が配置されて陰極から電子が注入された場合、少なくとも $10^{-6} \text{ cm}^2 / \text{V} \cdot \text{秒}$ 以上の電子移動度を有する電子輸送材料が好ましい。本発明の有機EL素子の電子輸送層に使用する電子輸送材料は、前記の好ましい性能を有するものであれば特に制限はない。従来から光導電材料において電子の電荷注入材料として慣用されているものや有機エレクトロルミネッセンス素子の電子輸送層に使用されている公知の材料の中から任意のものを選択して用いることができる。

30

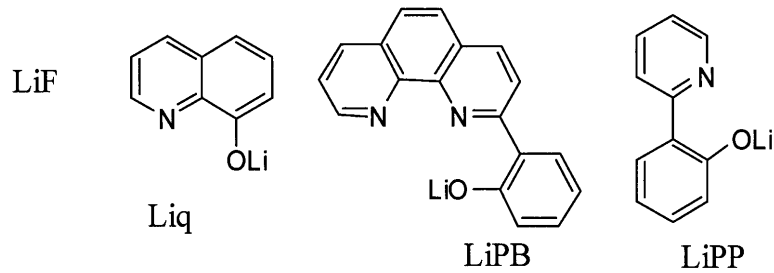
【0060】

前記の電子輸送材料としては、たとえばトリス(8-ヒドロキシキノリノラト)アルミニウム錯体(A1q₃)のようなキノリン錯体、1-N-フェニル-2-(p-ビフェニル)-5-(p-tert-ブチルフェニル)-1,3,5-トリアジン(TAZ)のようなトリアジン誘導体、1,4-ジ(1,10-フェナントロリン-2-イル)ベンゼン(DPB)のようなフェナントロリン誘導体、フッ化リチウムのようなハロゲン化アルカリ金属などが挙げられる。電子輸送層は、これらの他の電子輸送材料の一種または二種以上からなる一層で構成されたものでよく、前記の電子輸送材料とは別の化合物からなる電子輸送層を積層したものでも良い。

電子注入材料としては、下記化学式に示されるフッ化リチウム(LiF)や8-ヒドロキシキノリノラトリチウム錯体(Liq)などを挙げることができるが、本出願人の特願2006-292032号にかかげるフェナントロリン誘導体のリチウム錯体(LiPB)や特願2007-29695号に掲げるフェノキシピリジンのリチウム錯体(LiPP)を用いることもできる。

40

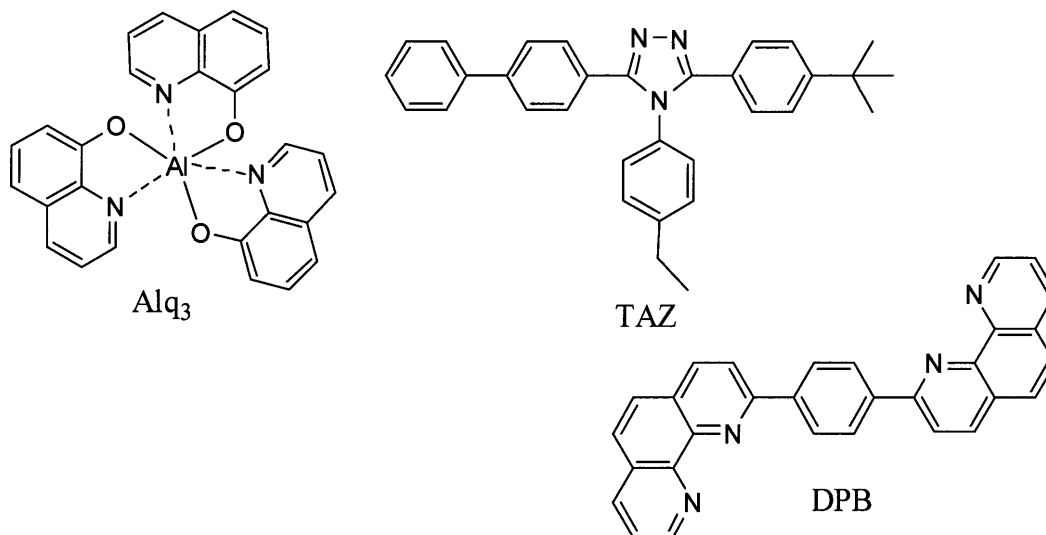
【化 5 0】



10

電子輸送材料としては、下記化学式に示す Alq_3 、TAZ、DPBなどを挙げる
ことができる。

【化 5 1】



20

【0061】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の発光層に用いられる発光材料については、特に制限はなく、任意のものを選択して用いることができる。

30

【0062】

発光材料としては、ペリレン誘導体、ナフタセン誘導体、キナクリドン誘導体、クマリン誘導体（例えばクマリン1、クマリン540、クマリン545など）、ピラン誘導体（例えばDCM-1、DCM-2、DCJTBなど）、有機金属錯体、例えばトリス（8-ヒドロキシキノリノラト）アルミニウム錯体（ Alq_3 ）、トリス（4-メチル-8-ヒドロキシキノリノラト）アルミニウム錯体（ $Almq_3$ ）等の蛍光材料や〔2-（4,6-ジフルオロフェニル）ピリジル-N, C2'〕イリジウム（III）ピコリレート（FIrpic）、トリス〔1-〔4-（トリフルオロメチル）フェニル〕-1H-ピラゾラト-N, C2'〕イリジウム（III）（Irtpmpps₃）、ビス〔2-（4',6'-ジフルオロフェニル）ピリジナト-N, C2'〕イリジウム（III）テトラキス（1-ピラゾリル）ボレート（FIr6）、トリス（2-フェニルピリジナト）イリジウム（III）Ir(pppy)₃などのリン光材料などを挙げる
ことができる。

40

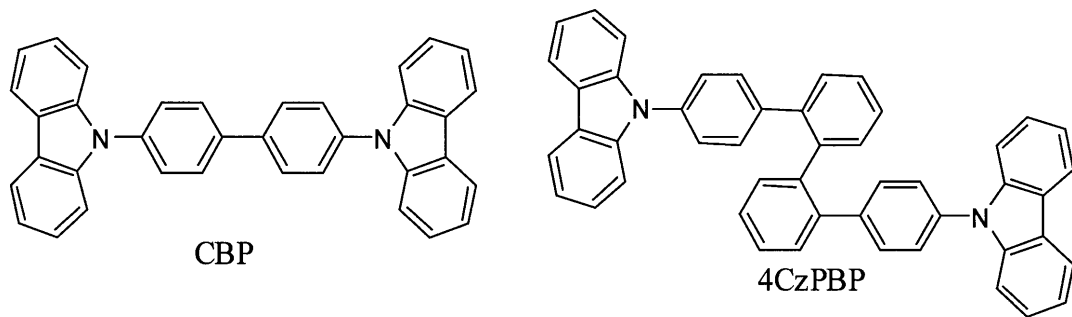
【0063】

発光層は、ホスト材料と発光材料（ドーバント）から形成される〔Appl. Phys. Lett., 65 3610 (1989)〕。特にリン光材料を発光層に使用する場合、ホスト材料の使用が必要であり、この時使用されるホスト材料としては本発明のジカルバゾリルフェニル誘導体を用いることが好ましい。その他既存のホスト材料4,4'-ジ（N-カルバゾリル）-1,1'-ビフェニル（CBP）、1,4-ジ（N-カルバゾリル）ベンゼン-2,2'-ジ〔4''-（N-カルバゾリル）フェニル〕-1,1'-ビフ

50

エニル（４ＣｚＰＢＰ）等と併用することもできる。

【化５２】

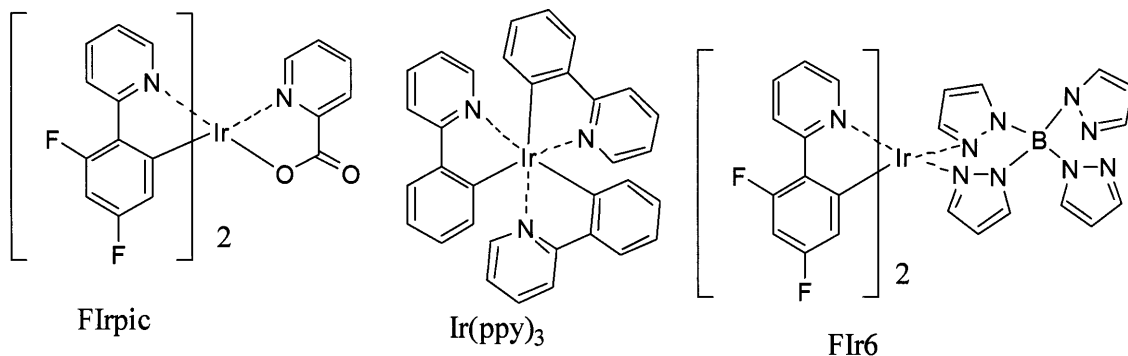


10

【００６４】

発光材料は、ホスト材料に対して好ましくは０．０１～４０重量％であり、より好ましくは０．１～２０重量％である。発光材料としては、下記に示す従来公知のFIrpic、Ir(ppy)₃、FIr6等を挙げることができる。

【化５３】



20

【００６５】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子は、ホール注入性をさらに向上させる目的で陽極と有機化合物の層の間に有機導電体から構成されるホール注入層をさらに設けても良い。ここで使用されるホール注入材料としては、本発明の化合物の他に銅フタロシアニンなどのフタロシアニン誘導体、ポリフェニレンジアミン誘導体、ポリチオフェン誘導体、およびPEDOT-PPS（ポリエチレンジオキシチオフェン-ポリスチレンスルホン酸）などが挙げられる。

30

【００６６】

本発明のジカルバゾリルフェニル誘導体を含む素子のホール注入層、ホール輸送層の形成方法については特に限定されるものではない。例えば乾式製膜法（例えば真空蒸着法、イオン化蒸着法など）、湿式製膜法〔溶媒塗布法（例えばスピンコート法、キャスト法、インクジェット法など）〕を使用することができる。電子輸送層の製膜については、湿式製膜法で行うと下層が溶出する恐れがあるため乾式製膜法（例えば真空蒸着法、イオン化蒸着法など）に限定される。素子の作成については上記の製膜法を併用しても構わない。

40

【００６７】

真空蒸着法によりホール輸送層、発光層、電子輸送層などの各層を形成する場合、真空蒸着条件は特に限定されるものではない。通常 10^{-5} Torr程度以下の真空下で $50 \sim 500$ 程度のボート温度（蒸着原温度）、 $-50 \sim 300$ 程度の基板温度で、 $0.01 \sim 50$ nm/sec程度蒸着することが好ましい。正孔輸送層、発光層、電子輸送層の各層を複数の化合物を使用して形成する場合、化合物を入れたボートをそれぞれ温度制御しながら共蒸着することが好ましい。

【００６８】

50

ホール注入層、ホール輸送層を溶媒塗布法で形成する場合、各層を構成する成分を溶媒に溶解または分散させて塗布液とする。溶媒としては、炭化水素系溶媒（例えばヘプタン、トルエン、キシレン、シクロヘキサン等）、ケトン系溶媒（例えばアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン等）、ハロゲン系溶媒（例えばジクロロメタン、クロロホルム、クロロベンゼン、ジクロロベンゼン等）、エステル系溶媒（例えば酢酸エチル、酢酸ブチル等）、アルコール系溶媒（例えばメタノール、エタノール、ブタノール、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ等）、エーテル系溶媒（例えばジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、1,2-ジメトキシエタン等）、非プロトン性溶媒（例えばN,N'-ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシド等）、水等が挙げられる。溶媒は単独で使用しても良く、複数の溶媒を併用しても良い。

10

【0069】

ホール輸送層、発光層、電子輸送層等の各層の膜厚は、特に限定されるものではないが、通常5～5,000nmになるようにする。

【0070】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子は、酸素や水分等の接触を遮断する目的で保護層（封止層）を設けたり、不活性物質中に素子を封入して保護することができる。不活性物質としては、パラフィン、シリコンオイル、フルオロカーボン等が挙げられる。保護層に使用する材料としては、フッ素樹脂、エポキシ樹脂、シリコン樹脂、ポリエステル、ポリカーボネート、光硬化性樹脂等がある。

【0071】

本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子は、通常直流駆動の素子として使用できる。直流電圧を印加する場合、陽極をプラス、陰極をマイナスの極性として通常1.5～20V程度印加すると発光が観察される。また本発明の有機EL素子は交流駆動の素子としても使用できる。交流電圧を印加する場合には、陽極がプラス、陰極がマイナスの状態になった時に発光する。本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子は、例えば電子写真感光体、フラットパネルディスプレイなどの平面発光体、複写機、プリンター、液晶ディスプレイのバックライト、計器等の光源、各種発光素子、各種表示装置、各種標識、各種センサー、各種アクセサリなどに使用することができる。

20

【0072】

図27～35に、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の好ましい例を示す。

30

【0073】

図27は、本発明の有機EL素子における一例を示す断面図である。図27は、基板1上に陽極2、正孔輸送層5、発光層3および陰極4を順次設けた構成のものである。この場合、発光層は電子輸送性の機能を有している場合に有用である。

【0074】

図28は、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子における他の例を示す断面図である。図28は、基板1上に陽極2、正孔輸送層5、発光層3、電子輸送層6および陰極4を順次設けた構成のものである。これはキャリア輸送と発光の機能を分離したものであり、材料選択の自由度が増すために、発光の高効率化や発光色の自由度が増すことになる。

40

【0075】

図29は、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子における他の例を示す断面図である。図29は、基板1上に陽極2、ホール注入層7、ホール輸送層5、発光層3、電子輸送層6および陰極4を順次設けた構成のものである。この場合、ホール注入層7を設けることにより、陽極2とホール輸送層5の密着性を高め、陽極からのホールの注入を良くし、発光素子の低電圧化に効果がある。

【0076】

図30は、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子における他の例を示す断面図である。図30は、基板1上に陽極2、ホール輸送層5、発光層3、電子輸送層6、電子注入層8および陰極4を順次設けた構成のものである。この場合、陰極4から電子の注入を

50

良くし、発光素子の低電圧化に効果がある。

【 0 0 7 7 】

図 3 1 は、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子における他の例を示す断面図である。図 3 1 は、基板 1 上に陽極 2、ホール注入層 7、ホール輸送層 5、発光層 3、電子輸送層 6、電子注入層 8 および陰極 4 を順次設けた構成のものである。この場合、陽極 2 からホールの注入を良くし、陰極 4 から電子注入を良くし、最も低電圧駆動に効果がある構成である。

【 0 0 7 8 】

図 3 2 ~ 3 5 は素子の中にホールブロック層を挿入したものの断面図である。ホールブロック層は、陽極から注入されたホール、あるいは発光層 3 で再結合により生成した励起子が、陰極 4 に抜けることを防止する効果があり、有機エレクトロルミネッセンス素子の発光効率の向上に効果がある。ホールブロック層 9 については、発光層 3 と陰極 4 の間もしくは発光層 3 と電子輸送層 6 の間あるいは発光層 3 と電子注入層 8 の間に挿入することができる。より好ましいものは発光層 3 と電子輸送層 6 の間である。

10

【 0 0 7 9 】

図 3 2 ~ 3 5 で、ホール輸送層 5、ホール注入層 7、電子輸送層 6、電子注入層 8、発光層 3、ホールブロック層 9 のそれぞれの層は、一層構造であっても多層構造であっても良い。

【 0 0 8 0 】

図 2 7 ~ 3 5 は、あくまでも基本的な素子構成であり、本発明の化合物を用いた有機エレクトロルミネッセンス素子の構成はこれに限定されるものではない。

20

【 発明の効果 】

【 0 0 8 1 】

本発明のジカルバゾリルフェニル誘導体、このものを発光層のホスト材料に用いた素子は、輝度 - 電流特性、電流密度 - 電圧特性が従来のホスト材料を用いた有機エレクトロルミネッセンス素子に比べて良好である。また長時間素子を点灯させても電圧上昇も少ない。

よって本発明の化合物は、素子を高効率化させるために必要なものであり、工業的に極めて重要なものである。

【 実施例 】

30

【 0 0 8 2 】

以下に実施例を挙げて本発明を説明するが、本発明はこれにより何ら限定されるものではない。

【 0 0 8 3 】

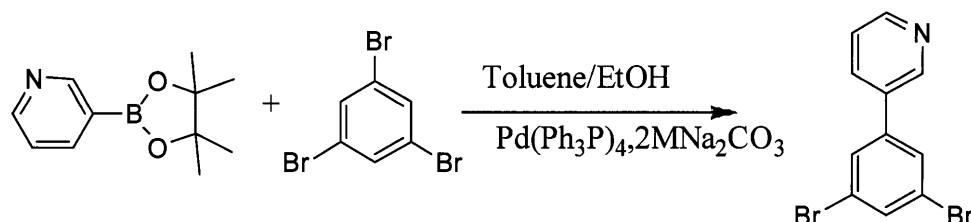
実施例 1

3 - { 3 , 5 - ジ (カルバゾール - 9 - イル) フェニル } ピリジン (略称 D C z P y B) の合成

1) 3 - (3 , 5 - ジブロモフェニル) ピリジン (略称 D B r P y B) の合成

【 化 5 4 】

40



四つ口フラスコに 1 , 3 , 5 - トリブロモベンゼン (1 , 3 , 5 - t r i b r o m o b e n z e n e) (1 8 . 9 g , 6 0 m m o l)、3 - { 4 , 4 , 5 , 5 - テトラメチル - (1 , 3 , 2) ジオキサボロラニル } - ピリジン { 3 - { 4 , 4 , 5 , 5 - T e t r a m

50

ethyl - (1, 3, 2) dioxaborolanyl - pyridine} (12.3 g, 60 mmol)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム [Pd(PPh₃)₄] (693 mg, 0.67 mmol)、トルエン/エタノール (3/1, 270 mL) と 2 M Na₂CO₃ (70 mL) を入れて、窒素気流下 90 で 24 時間反応させた。反応終了後、反応溶液を水に注ぎ、クロロホルムで抽出し、飽和食塩水で洗浄した。無水硫酸マグネシウムで脱水し、溶媒をエバポレーターで除去した。

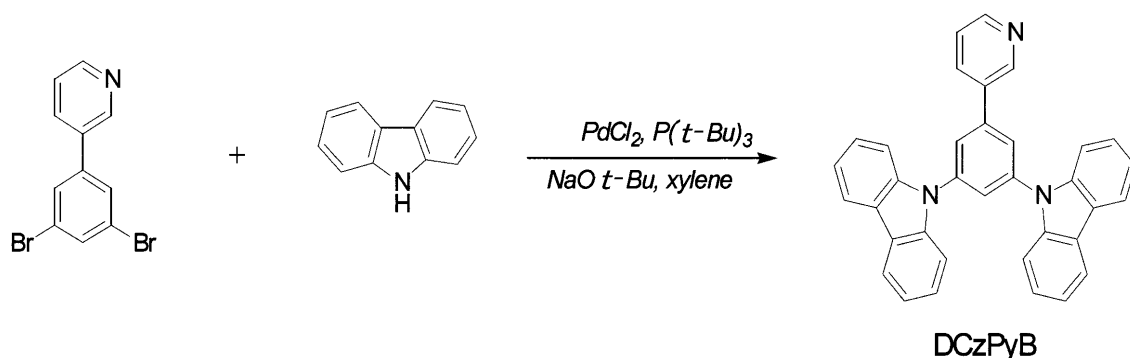
精製はカラムクロマトグラフィー法 (展開溶媒: クロロホルム/酢酸エチル = 1/2, クロロホルム/酢酸エチル/メタノール = 10/20/1) を行った。3 - (3, 5 - ジブロモフェニル) ピリジン [3 - (3, 5 - Dibromo - phenyl) pyridine] (DBrPyB) 収量: 9.33 g, 収率: 49.7%、

10

構造の確認は ¹H - NMR で行い、その結果を図 1 に示す。

2) 3 - [3, 5 - ジ(カルバゾール - 9 - イル)フェニル] ピリジン (略称 DCzPyB) の合成

【化 55】



20

四つ口フラスコに 3 - (3, 5 - ジブロモフェニル) ピリジン (DBrPyB) (939 mg, 3.0 mmol)、カルバゾール (carbazole) (1.05 g, 6.3 mmol)、PdCl₂ (26.6 mg, 0.15 mmol)、トリ(tert - ブチル)ホスフィン [P(t - Bu)₃] (121 mg, 0.60 mmol)、NaOt - Bu (865 mg, 9.0 mmol) と脱水キシレン (80 mL) を入れて、窒素気流下 125 で 48 時間反応させた。その後、反応溶液に水を注ぎ、クロロホルムで抽出し、飽和食塩水で洗浄した。無水硫酸マグネシウムで脱水し、溶媒をエバポレーターで除去した。

30

精製はカラムクロマトグラフィー法 (展開溶媒: クロロホルム) を行い、白色の固体を得た。収率: 73.4%。

構造の確認は ¹H - NMR、¹³C - NMR と質量分析 (MS) で行った。¹H - NMR のチャートを図 2 に、¹³C - NMR のチャートを図 3 に示す。また MS の結果、得られたクロマトグラフを図 4 に、スペクトルを図 5 に示す。

得られた 3 - [3, 5 - ジ(カルバゾール - 9 - イル)フェニル] ピリジン (略称 DCzPyB) の蒸着膜 (厚み 500 nm) の紫外線吸収スペクトル (Abs) と蛍光スペクトル (PL) を図 6 に示す。

40

また電気化学特性を表 1 に示す。

【表 1】

Material	Ip(eV)	Ea(eV)	Eg(eV)
DCzPyB	6.18	2.65	3.53

Ip: イオン化ポテンシャル: AC - 3 (測定装置) による測定

Ea: エネルギーアフィニティ (電子親和力) (Ip - Eg) に相当する

50

E g : エネルギーギャップ : U V の吸収端より求めた。

エネルギーギャップ (E g) については、蒸着機で作成した薄膜を紫外 - 可視吸光度計で薄膜の吸収曲線を測定する。その薄膜の短波長側の立ち上がりのところに接線を引き、求めた交点の波長 W (n m) を次の式に代入し目的の値を求める。それによって得た値が E g になる。

$$E g = 1240 \div W$$

例えば接線を引いて求めた値 W (n m) が 470 n m だったとしたらこの時の E g の値は

$$E g = 1240 \div 470 = 2.63 (e V)$$

ということになる。

I P (イオン化ポテンシャル) はイオン化ポテンシャル測定装置 (例えば理研計器 A C - 3) を使用して測定し、測定するサンプルがイオン化を開始したところの電圧 (e V) の値を読む。

E a (電子親和力) は、I p から E g を引いた値である。

3 - [3 , 5 - ジ (カルバゾール - 9 - イル) フェニル] ピリジン (略称 D C z P y B) の熱特性を表 2 に示す。

【表 2】

Material	Tg(°C)	Tm(°C)	Td5(°C)
DCzPyB	105	221	407

T g : ガラス転移温度

T m : 融点

T d 5 : 目的物を加熱していき、熱分解により重量減少が 5 % 発生した時点の温度を指す。

【 0 0 8 4 】

実施例 2

実施例 1 で合成した 3 - [3 , 5 - ジ (カルバゾール - 9 - イル) フェニル] ピリジン (略称 D C z P y B) の蒸着膜 (厚み 500 n m) を作成し、リン光スペクトルを測定した。また D C z P y B に F I r p i c を 3 w t % ドープした膜 (厚み 500 n m) を作成し、それぞれのリン光減衰曲線を測定した。

D C z P y B のリン光減衰曲線を図 7 に、D C z P y B の蒸着膜に F I r p i c を 3 w t % ドープして得られた膜のリン光減衰曲線を図 8 に示す。これによりドーパントの励起子が閉じこめられ、リン光だけが出ているかどうかを調べている。

図 8 において、0 μ s からまっすぐ立上って、そのまま減衰して行く直線は、リン光が減衰して行くときの理想である。リン光ドーパントからのリン光の衰退については、他の因子がない場合、この直線にのるような感じで減衰する。一方、ギザギザ状のラインは実測したラインである。大局的にみて、実測ラインがほぼ理想の直線状であると解釈できることから、このケースではドーパントからの発光だけがおこっているものと解される。ホスト材料の三重項レベルと F I r p i c への三重項エネルギー閉じこめ効果の相関関係を表 3 に示す。

【表 3】

Hosts	E_T (eV)		τ^* (μs)	A^*
	onset	peak		
FIrpic	2.74	2.64	-	-
DCzPyB	2.83(+0.09)	2.76(+0.12)	1.699	1.076

$$I_{PL}(t) = A e^{-t/\tau}$$

I_{PL} : PL 強度

t : 減衰時間

E_T : 各材料の三重項レベルの状態を示すもの

onset : 各材料の三重項エネルギーの立ち上り部を示すもの

peak : 各材料の三重項エネルギーのピークを示すもの

τ : 組成物の寿命

μs : マイクロ秒

A^* : 励起状態における組成物の発光量

- : 測定不能

10

表 3 は、図 7 と関係している。DCzPyB のリン光の立ち上りは 438 nm (2.83 eV) のところからはじまり、449 nm (2.76 eV) で極大に達している。一方、FIrpic のリン光の立ち上りは 452 nm (2.74 eV) から始まり、469 nm (2.64 eV) で極大に達するものであるから、図 7 で得られた結果から、DCzPyB のリン光の方が早く立ち上りはじめて、FIrpic のリン光の立ち上りの手前で極大になり、この極大のエネルギーより FIrpic が立ち上るという関係が成り立っている。このようにホストはドーパントより早く立ち上り、早く極大をむかえなければ、ドーパントをよりよく発光させることはできない。

20

【0085】

実施例 3 および比較例 1

実施例 1 で合成した 3 - [3, 5 - ジ(カルバゾール - 9 - イル)フェニル]ピリジン (略称 DCzPyB) をホスト材料に使用した青色リン光素子を作成した。また比較のためにホスト材料に CBP を用いた素子もあわせて作成し、両者の比較を行った。

30

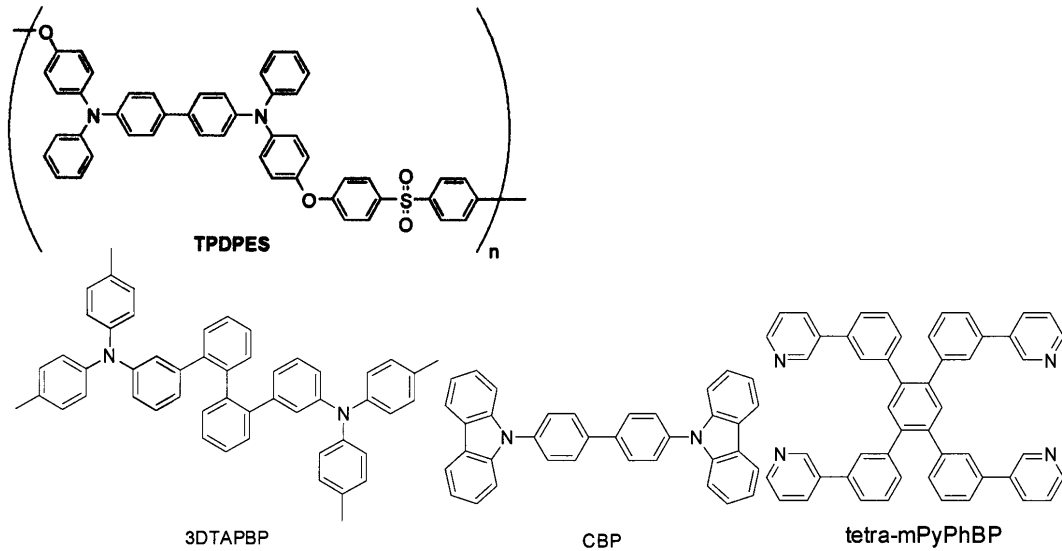
素子構造：

実施例 3 ● : ITO / TPDPES (20 nm) (ホール注入層) / 3DTAPBP (30 nm) (ホール輸送層) / DCzPyB : FIrpic (13 wt %) (10 nm) (発光層) / tetra - mPyPhBP (40 nm) (電子輸送層) / LiF (0.5 nm) (電子注入層) / Al (100 nm) ;

比較例 1 ○ : ITO / TPDPES (20 nm) (ホール注入層) / 3DTAPBP (30 nm) (ホール輸送層) / CBP : FIrpic (13 wt %) (10 nm) (発光層) / tetra - mPyPhBP (40 nm) (電子輸送層) / LiF (0.5 nm) (電子注入層) / Al (100 nm) .

40

【化 5 6】



10

これらの素子の

電流密度 - 電圧特性は図 9 に、

輝度 - 電圧特性は図 10 に、

視感効率 - 電圧特性は図 11 に、

電流効率 - 電圧特性は図 12 に、

視感効率 - 輝度特性は図 13 に、

外部量子効率 - 輝度特性は図 14 に

エレクトロルミネッセンス (EL) スペクトルは図 15 に、

拡大図は図 16 に、

それぞれ示す。

100 cd/m² 時の電圧、電流密度、視感効率および外部量子効率を表 4 に示す。

20

【表 4】

Host	Voltage (V)	Current density (mA/cm ²)	P.E. (lm/W)	Q.E. (p/e%)
DCzPyB	3.42	0.237	40.1	20.0
CBP	3.72	0.357	25.0	13.4

30

また 1000 cd/m² 時の電圧、電流密度、視感効率および外部量子効率を表 5 に示す。

【表 5】

Host	Voltage (V)	Current density (mA/cm ²)	P.E. (lm/W)	Q.E. (p/e%)
DCzPyB	4.27	3.11	24.6	15.3
CBP	4.86	4.25	15.4	10.9

40

表 4 および表 5 のデータから明らかなように実施例 3 で用いた DCzPyB は、CBP に比べ、より低電圧で機能するので、視感効率、外部量子効率が向上している。

【0086】

実施例 4 および比較例 2

50

実施例 1 で合成した 3 - [3 , 5 - ジ (カルバゾール - 9 - イル) フェニル] ピリジン (略称 DCzPyB) をホスト材料に使用した青色リン光素子を作成した。また比較のためにホスト材料に CBP を用いた素子もあわせて作成し両者の比較を行った。

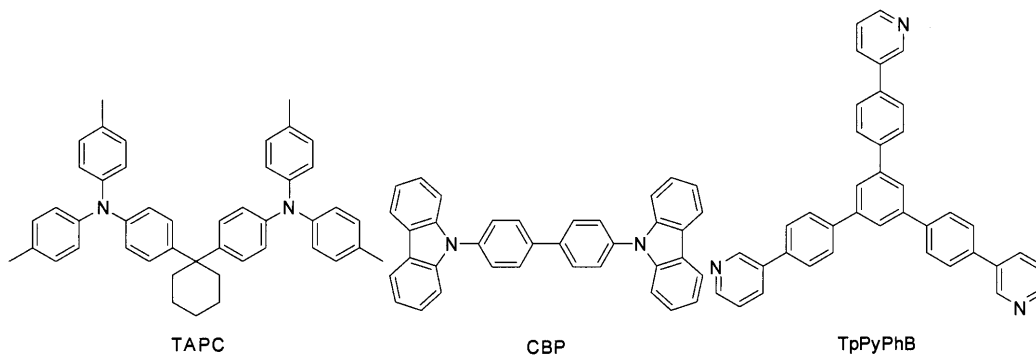
素子構造 :

比較例 2 ○ : ITO / TPDPES (20 nm) (ホール注入層) / TAPC (30 nm) / CBP : Ir (PPy)₃ (8 wt %) (10 nm) (発光層) / TpPyPhB (50 nm) (電子輸送層) / LiF (0.5 nm) (電子注入層) / Al (100 nm) ;

実施例 4 ● : ITO / TPDPES (20 nm) / TAPC (30 nm) / DCzPyB : Ir (PPy)₃ (8 wt %) (10 nm) (発光層) / TpPyPhB (50 nm) (電子輸送層) / LiF (0.5 nm) (電子注入層) / Al (100 nm) .

10

【化 5 7】



20

これらの素子の

電流密度 - 電圧特性は図 17 に、

輝度 - 電圧特性は図 18 に、

視感効率 - 電圧特性は図 19 に、

電流効率 - 電圧特性は図 20 に、

視感効率 - 輝度特性は図 21 に、

外部量子効率 - 輝度特性は図 22 に、

エレクトロルミネッセンス (EL) スペクトルは図 23 に、

それぞれ示す。

100 cd / m² 時の電圧、電流密度、視感効率および外部量子効率を表 6 に示す。

30

【表 6】

Host	Voltage (V)	Current density (mA/cm ²)	P.E. (lm/W)	Q.E. (p/e%)
DCzPyB	2.84	0.0984	113.0	28.5
CBP	2.95	0.105	101.8	26.8

40

また 1000 cd / m² 時の電圧、電流密度、視感効率および外部量子効率を表 7 に示す。

【表 7】

Host	Voltage (V)	Current density (mA/cm ²)	P.E. (lm/W)	Q.E. (p/e%)
DCzPyB	3.16	1.05	94.9	26.7
CBP	3.30	1.15	82.8	24.4

表 6 と表 7 も、前記表 4 と表 5 のデータと同様の効果を示している。

10

【0087】

実施例 5

実施例 1 で合成した 3 - [3 , 5 - ジ (カルバゾール - 9 - イル) フェニル] ピリジン (略称 DCzPyB) のホールと電子の移動特性を調べるために、以下に示すような素子を作成した。

素子構造：

実施例 5 ○ : ITO / α - NPD (50 nm) (ホール輸送層) / DCzPyB (10 nm) (発光層) / Alq₃ (50 nm) (電子輸送層) / LiF (0.5 nm) (電子注入層) / Al (100 nm)

20

この素子の

電流密度 - 電圧特性は図 24 に、

輝度 - 電圧特性は図 25 に、

エレクトロルミネッセンス (EL) スペクトルは図 26 に、

それぞれ示す。

電子輸送層側 (Alq₃) およびホール輸送層側 (α - NPD) 由来の発光比率 (@ 0.625 mA / cm²) の結果を表 8 に示す。@ は、単位電流密度を示す。

【表 8】

Materials	I _p , eV	E _a , eV	f _{NPD}	f _{Alq3}
DCzPyB	6.18	2.65	0.84	0.16

30

f_{NPD} は、NPD 側での励起子の発光確率

f_{Alq3} は、Alq₃ での励起子の発光確率

この表から、電子輸送能がホール輸送性に比べて約 5 倍 (0.84 ÷ 0.16) 高いことが判る。

【図面の簡単な説明】

【0088】

40

【図 1】実施例 1 の DBrPyB の ¹H - NMR を示す。図中、1 および 2 の表示は、そのケミカルシフトにおける水素の数を示す。

【図 2】実施例 1 の DCzPyB の ¹H - NMR を示す。図中、ピーク部分の中段にある「ヒゲ」のような部分は各ケミカルシフトの水素の積分強度を示す。

【図 3】実施例 1 の DCzPyB の ¹³C - NMR を示す。

【図 4】実施例 1 の DCzPyB の MS のクロマトグラフを示す。

【図 5】実施例 1 の DCzPyB の MS のスペクトルを示す。

【図 6】実施例 1 の DCzPyB の蒸着膜での紫外線吸収スペクトル (Abs) と蛍光スペクトル (PL) を示す。

【図 7】実施例 2 での DCzPyB の蒸着膜でのリン光スペクトルを示す。

50

【図 8】実施例 2 での DCzPyB に Firpic を 3 wt % ドープした膜のリン光減衰曲線を示す。

【図 9】実施例 3 と比較例 1 の電流密度 - 電圧特性を示す。

【図 10】実施例 3 と比較例 1 の輝度 - 電圧特性を示す。

【図 11】実施例 3 と比較例 1 の視感効率 - 電圧特性を示す。

【図 12】実施例 3 と比較例 1 の電流効率 - 電圧特性を示す。

【図 13】実施例 3 と比較例 1 の視感効率 - 輝度特性を示す。

【図 14】実施例 3 と比較例 1 の外部量子効率 - 輝度特性を示す。

【図 15】実施例 3 と比較例 1 のエレクトロルミネッセンス (EL) スペクトルを示す。

【図 16】実施例 3 と比較例 1 のエレクトロルミネッセンス (EL) スペクトル (拡大図) を示す。 10

【図 17】実施例 4 と比較例 2 の電流密度 - 電圧特性を示す。

【図 18】実施例 4 と比較例 2 の輝度 - 電圧特性を示す。

【図 19】実施例 4 と比較例 2 の視感効率 - 電圧特性を示す。

【図 20】実施例 4 と比較例 2 の電流効率 - 電圧特性を示す。

【図 21】実施例 4 と比較例 2 の視感効率 - 輝度特性を示す。

【図 22】実施例 4 と比較例 2 の外部量子効率 - 輝度特性を示す。

【図 23】実施例 4 と比較例 2 のエレクトロルミネッセンス (EL) スペクトルを示す。

【図 24】実施例 5 の電流密度 - 電圧特性を示す。

【図 25】実施例 5 の輝度 - 電圧特性を示す。 20

【図 26】実施例 5 のエレクトロルミネッセンス (EL) スペクトルを示す。

【図 27】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。

【図 28】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。

【図 29】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。

【図 30】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。

【図 31】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。 30

【図 32】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。

【図 33】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。

【図 34】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。

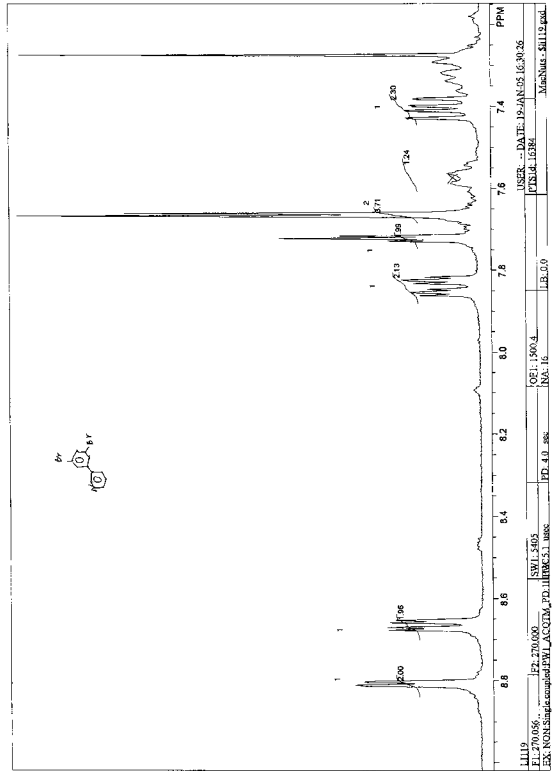
【図 35】本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子の一例を示す断面図である。

【符号の説明】 40

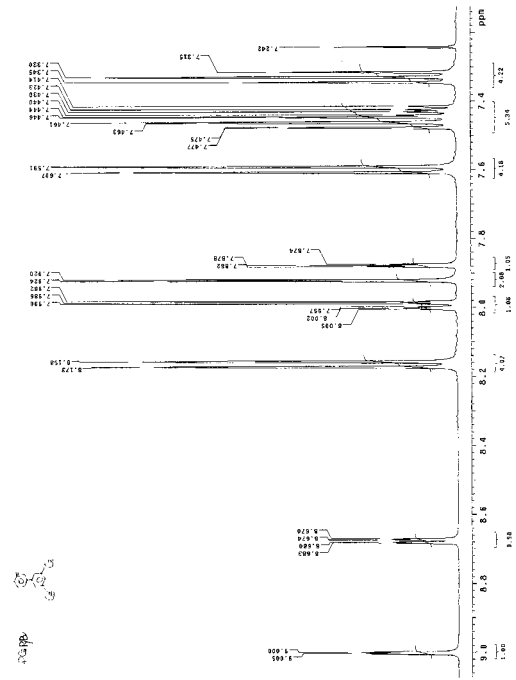
【0089】

- 1 基板
- 2 陽極 (ITO)
- 3 発光層
- 4 陰極
- 5 正孔 (ホール) 輸送層
- 6 電子輸送層
- 7 正孔 (ホール) 注入層
- 8 電子注入層
- 9 正孔 (ホール) ブロック層

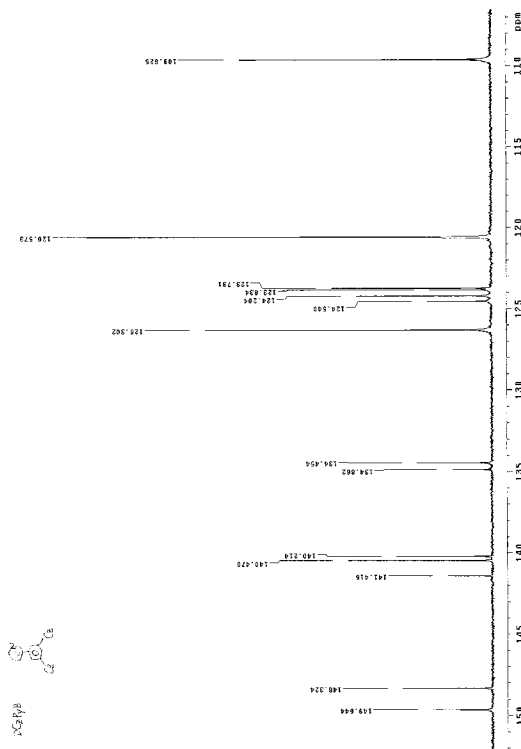
【図 1】



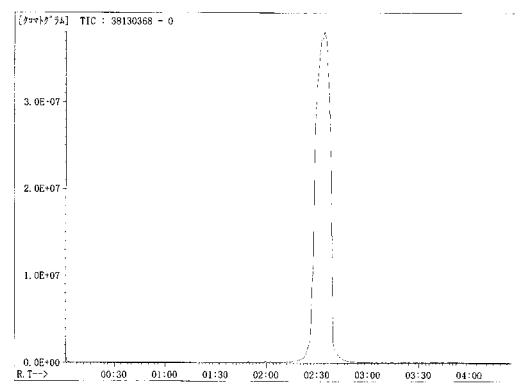
【図 2】



【図 3】

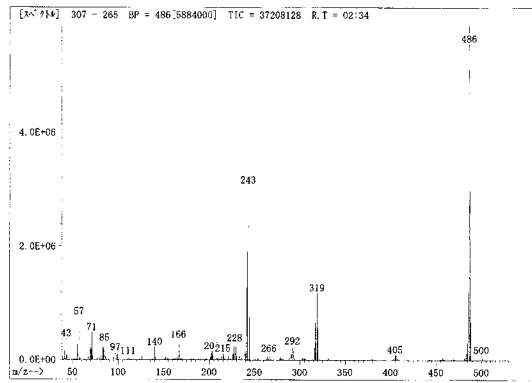


【図 4】



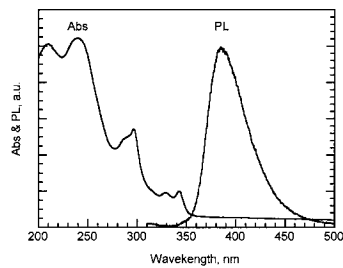
縦軸はイオン強度、横軸は保持時間を示す。

【図 5】



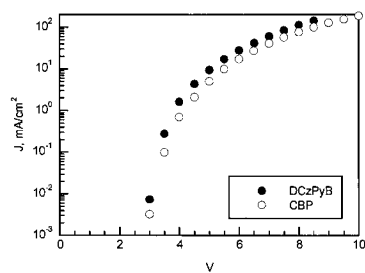
縦軸はイオン強度、横軸は分子量を示す。

【図 6】



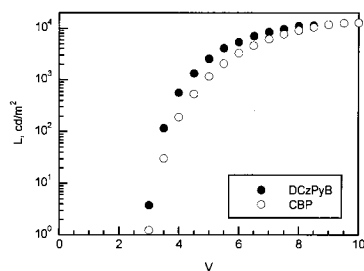
縦軸は強度、横軸は波長を表す。

【図 9】



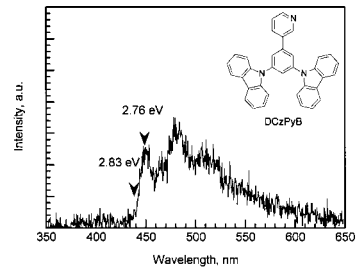
縦軸は電流密度、横軸は電圧を表す。

【図 10】



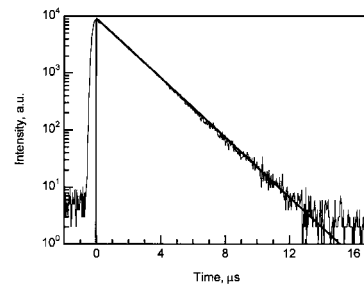
縦軸は輝度、横軸は電圧を表す。

【図 7】



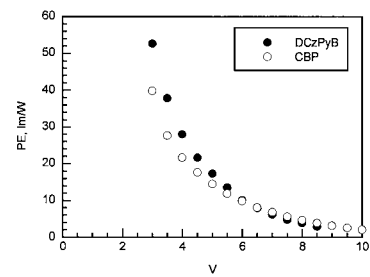
縦軸は強度、横軸は波長を表す。

【図 8】



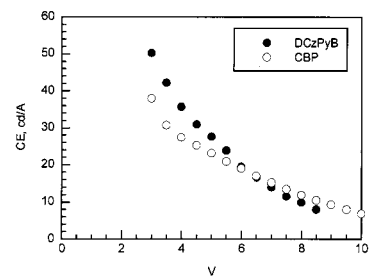
縦軸は強度、横軸は時間を表す。

【図 11】



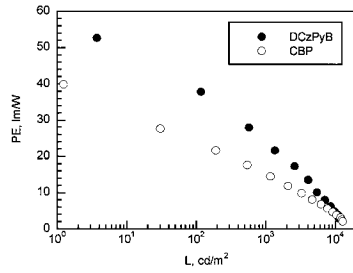
縦軸は視感効率、横軸は電圧を表す。

【図 12】



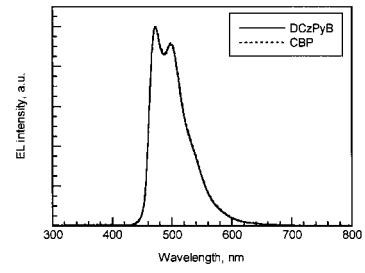
縦軸は電流効率、横軸は電圧を表す。

【図 13】



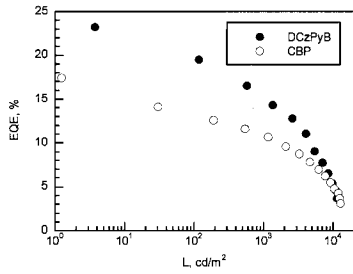
縦軸は視感効率、横軸は輝度を表す。

【図 15】



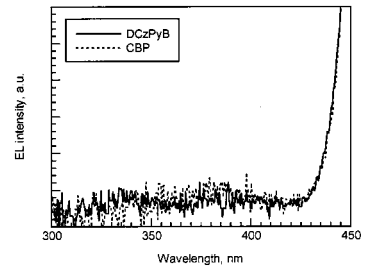
縦軸は発光強度、横軸は波長を表す。

【図 14】



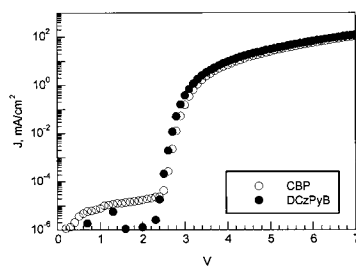
縦軸は外部量子効率を、縦軸は輝度を表す。

【図 16】



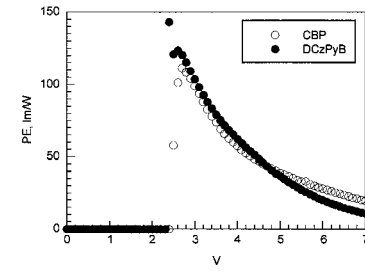
縦軸は発光強度、横軸は波長を表す。

【図 17】



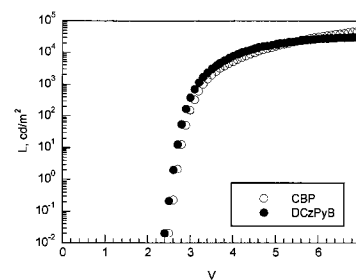
縦軸は電流密度、横軸は電圧を表す。

【図 19】



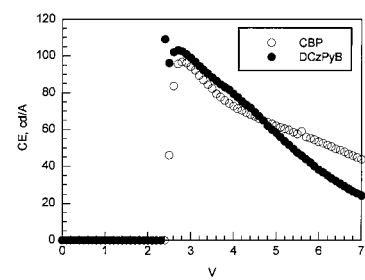
縦軸は視感効率、横軸は電圧を表す。

【図 18】



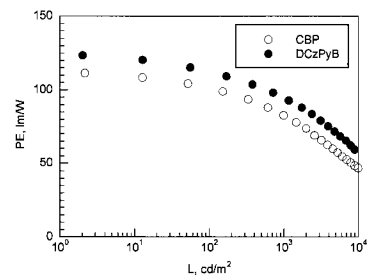
縦軸は輝度、横軸は電圧を表す。

【図 20】



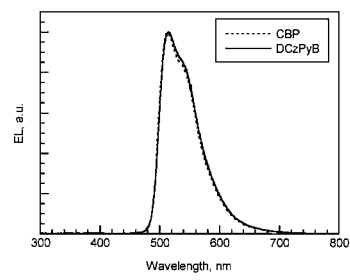
縦軸は電流効率、横軸は電圧を表す。

【図 2 1】



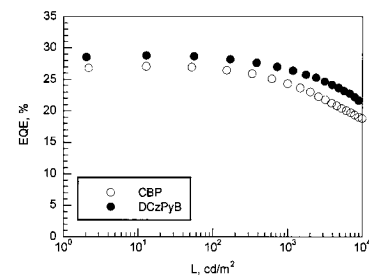
縦軸は視感効率、横軸は輝度を表す。

【図 2 3】



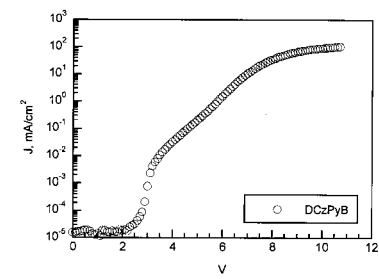
縦軸は発光強度、横軸は波長を表す。

【図 2 2】



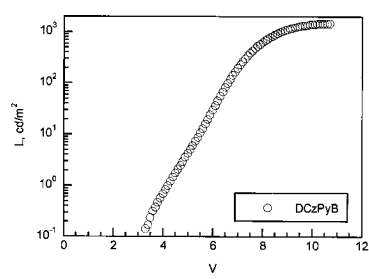
縦軸は外部量子効率、横軸は輝度を表す。

【図 2 4】



縦軸は電流密度、横軸は電圧を表す。

【図 2 5】



縦軸は輝度、横軸は電圧を表す。

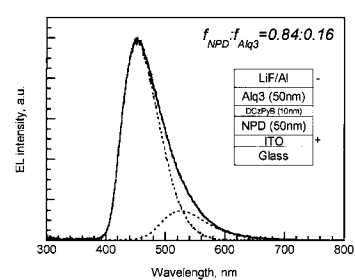
【図 2 7】

4
3
5
2
1

【図 2 8】

4
6
3
5
2
1

【図 2 6】



縦軸は発光強度、横軸は波長を表す。

【図 2 9】

4
6
3
5
7
2
1

【図 3 0】

4
8
6
3
5
2
1

【図 3 1】

4
8
6
3
5
7
2
1

【図 3 2】

4
6
9
3
5
2
1

【図 3 5】

4
8
6
9
3
5
7
2
1

【図 3 3】

4
6
9
3
5
7
2
1

【図 3 4】

4
8
6
9
3
5
2
1

フロントページの続き

F ターム(参考) 3K107 AA01 BB01 CC03 CC12 DD59 DD68
4C063 AA03 BB06 CC12 DD08 EE10