

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5532705号
(P5532705)

(45) 発行日 平成26年6月25日 (2014. 6. 25)

(24) 登録日 平成26年5月9日 (2014. 5. 9)

(51) Int. Cl.

F I

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

H O 5 B 33/22

B

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

H O 5 B 33/14

A

C O 9 K 11/06 6 9 0

請求項の数 5 (全 28 頁)

(21) 出願番号 特願2009-156633 (P2009-156633)
(22) 出願日 平成21年7月1日 (2009. 7. 1)
(65) 公開番号 特開2010-34548 (P2010-34548A)
(43) 公開日 平成22年2月12日 (2010. 2. 12)
審査請求日 平成24年3月26日 (2012. 3. 26)
(31) 優先権主張番号 特願2008-172126 (P2008-172126)
(32) 優先日 平成20年7月1日 (2008. 7. 1)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(73) 特許権者 000003159
東レ株式会社
東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号
(72) 発明者 富永 剛
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社滋賀事業場内
(72) 発明者 新井 猛
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社滋賀事業場内
(72) 発明者 池田 武史
滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社滋賀事業場内

審査官 越河 勉

最終頁に続く

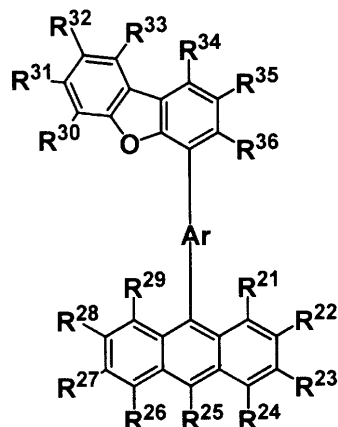
(54) 【発明の名称】 発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

陽極と陰極の間に少なくとも発光層と正孔阻止層と電子輸送層が存在し、発光層と正孔阻止層と電子輸送層がこの順に接して積層され、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、該正孔阻止層が下記一般式(2)で表されるアントラセン骨格を有する化合物を含有することを特徴とする発光素子。

【化 1】



(2)

($R^{21} \sim R^{36}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシ基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基、シリル基および $-P(=O)R^{37}R^{38}$ からなる群より選ばれる。ただし $R^{21} \sim R^{29}$ のうち少なくとも 1 つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基を含有する基である。 R^{37} および R^{38} はアリール基またはヘテロアリール基である。 $R^{21} \sim R^{36}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 Ar はフェニレン基である。)

【請求項 2】

R^{25} がアリール基またはヘテロアリール基である請求項 1 記載の発光素子。

10

【請求項 3】

$R^{21} \sim R^{29}$ のうち少なくとも 1 つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基を含有する基である請求項 1 または 2 記載の発光素子。

【請求項 4】

電子受容性窒素を有するヘテロアリール基が、ピリジル基、ピリミジル基、キノリル基およびトリアジル基からなる群より選ばれる請求項 3 記載の発光素子。

【請求項 5】

電子輸送層が電子受容性窒素を有する複素芳香環からなる化合物を含有し、該複素芳香環からなる化合物が共有結合のみで形成される化合物であることを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか記載の発光素子。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、電気エネルギーを光に変換できる発光素子であって、表示素子、フラットパネルディスプレイ、バックライト、照明、インテリア、標識、看板、電子写真機および光信号発生器などの分野に利用可能な発光素子に関するものである。

【背景技術】

【0002】

陰極から注入された電子と陽極から注入された正孔が両極に挟まれた有機蛍光体内で再結合する際に発光するという有機薄膜発光素子の研究が、近年活発に行われている。この発光素子は、薄型でかつ低駆動電圧下での高輝度発光と、蛍光材料を選ぶことによる多色発光が特徴であり、注目を集めている。

30

【0003】

この研究は、コダック社の C. W. Tang らが有機薄膜素子が高輝度に発光することを示して以来、多くの研究機関が検討を行っている。コダック社の研究グループが提示した有機薄膜発光素子の代表的な構成は、ITO ガラス基板上に正孔輸送性のジアミン化合物、発光層である 8 - ヒドロキシキノリンアルミニウム、そして陰極として Mg : Ag を順次設けたものであり、10 V 程度の駆動電圧で $1,000 \text{ cd/m}^2$ の緑色発光が可能であった(非特許文献 1 参照)。

40

【0004】

また、有機薄膜発光素子は、発光層に種々の蛍光材料を用いることにより、多様な発光色を得ることが可能であることから、ディスプレイなどへの実用化研究が盛んである。三原色の発光材料の中では緑色発光材料の研究が最も進んでおり、現在は赤色発光材料と青色発光材料において、特性向上を目指して鋭意研究がなされている。

【0005】

一方、有機薄膜発光素子の発光効率と耐久性の向上、および駆動電圧の低下のために、材料面だけでなく、素子構成の面からも検討されている。例えば、発光層に正孔を閉じこめることを目的として、発光層と電子輸送層の間に正孔阻止層を積層することが検討されている。正孔阻止層を用いることで、発光層中での正孔と電子の再結合確率を向上させ、

50

発光効率の向上を期待することができる。また、電子輸送層への正孔の進入を阻止することで、正孔による電子輸送層の劣化を抑えて耐久性の向上を期待する事もできる。正孔阻止材料としては、フェナントロリン誘導体やトリアゾール誘導体などが提案されている（特許文献 1、2 参照）。また、青色ホスト材料を有機リン光素子の正孔阻止層として使用する技術も提案されている（特許文献 3 参照）。また、電子輸送材料と正孔輸送材料を特定の材料とする技術も提案されている（特許文献 4 参照）。また、アントラセン誘導体を正孔阻止バッファ層として用いる技術も提案されている（特許文献 5 ～ 6 参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

10

【特許文献 1】特開平 10 - 233284 号公報

【特許文献 2】特開 2001 - 267080 号公報

【特許文献 3】特開 2006 - 49570 号公報

【特許文献 4】特開 2005 - 93425 号公報

【特許文献 5】国際公開 WO 2005 / 38941 号パンフレット

【特許文献 6】国際公開 WO 2004 / 75603 号パンフレット

【非特許文献】

【0007】

【非特許文献 1】“Applied Physics Letters”，（米国），1987 年，51 巻，12 号，p. 913 - 915

20

【非特許文献 2】“Applied Physics Letters”，（米国），1999 年，74 巻，3 号，p. 442 - 444

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかしながら、特許文献 1 ～ 2 のような方法では、駆動電圧の面で十分な効果が得られていない。また、特許文献 3 ～ 6 のような従来技術を用いた場合であっても耐久性の面で十分な効果が得られておらず、発光効率、耐久性、低駆動電圧のすべてを満足する発光素子は達成されていなかった。そこで、本発明はかかる従来技術の問題を解決し、発光効率や駆動電圧は損なわずに、耐久性に優れた発光素子を提供することを目的とするものである。

30

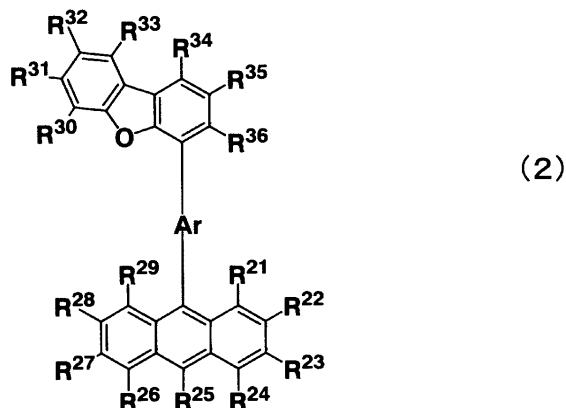
【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、陽極と陰極の間に少なくとも発光層と正孔阻止層と電子輸送層が存在し、発光層と正孔阻止層と電子輸送層がこの順に接して積層され、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、該正孔阻止層が下記一般式（2）で表されるアントラセン骨格を有する化合物を含有することを特徴とする発光素子である。

【0010】

【化 1】



10

【 0 0 1 1 】

($R^{21} \sim R^{36}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシ基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基、シリル基および $-P(=O)R^{37}R^{38}$ からなる群より選ばれる。ただし $R^{21} \sim R^{29}$ のうち少なくとも 1 つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基を含有する基である。 R^{37} および R^{38} はアリール基またはヘテロアリール基である。 $R^{21} \sim R^{36}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 Ar は フェニレン 基である。)

20

【発明の効果】

【 0 0 1 2 】

本発明によれば、優れた耐久性を有する発光素子が得られる。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 3 】

本発明の発光素子の実施の形態について詳細に説明する。本発明の発光素子は、陽極と陰極、およびそれら陽極と陰極の間に介在する発光素子材料からなる有機層とで基本的に構成されている。発光素子材料とは、自ら発光するもの、またはその発光を助けるもののいずれかに該当し、発光に関与している化合物を指すものであり、具体的には、正孔輸送材料、発光材料、正孔阻止材料および電子輸送材料などが該当する。

30

【 0 0 1 4 】

本発明の発光素子は、有機層が発光素子材料からなる層により形成され、陽極と陰極の間に、発光素子材料からなる少なくとも発光層と正孔阻止層と電子輸送層が存在する。有機層の構成例としては、1) 正孔輸送層/発光層/正孔阻止層/電子輸送層、および、2) 発光層/正孔阻止層/電子輸送層などの積層構成が挙げられる。また、上記各層は、それぞれ単一層からなってもよいし、複数層からなってもよい。本発明の正孔阻止層は、陽極から発光層を経由して移動してくる正孔を発光層内に閉じこめることを目的とする。この働きにより、正孔による電子輸送層の劣化を抑制することができる。

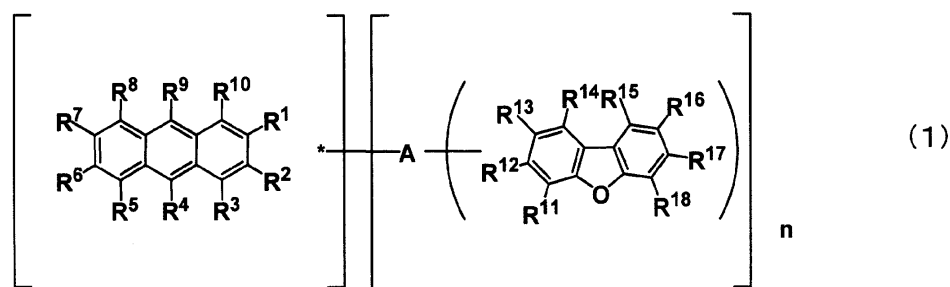
40

【 0 0 1 5 】

本発明の正孔阻止層は、下記一般式(1)で表されるアントラセン骨格を有する化合物を含有することが特徴である。

【 0 0 1 6 】

【化 2】



10

【0017】

$R^1 \sim R^{18}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシ基、オキシカルボニル基、カルボモイル基、アミノ基、シリル基および $-P(=O)R^{19}R^{20}$ からなる群より選ばれる。 R^{19} および R^{20} はアリール基またはヘテロアリール基である。 $R^1 \sim R^{18}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。 n は 1 ~ 4 の整数である。 A は単結合、アリーレン基およびヘテロアリーレン基からなる群より選ばれる。 $R^1 \sim R^{18}$ のうちいずれか n 個および $R^{19} \sim R^{20}$ のうちいずれか 1 つは A との連結に用いられる。

20

【0018】

これらの置換基のうち、アルキル基とは、例えば、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、イソプロピル基、 n -ブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基などの飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。置換されている場合の追加の置換基には特に制限は無く、例えば、アルキル基、アリール基、ヘテロアリール基等を挙げることができ、この点は、以下の記載にも共通する。また、アルキル基の炭素数は特に限定されないが、入手の容易性やコストの点から、通常 1 以上 20 以下、より好ましくは 1 以上 8 以下の範囲である。

【0019】

シクロアルキル基とは、例えば、シクロプロピル、シクロヘキシル、ノルボルニル、アダマンチルなどの飽和脂環式炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。アルキル基部分の炭素数は特に限定されないが、通常、3 以上 20 以下の範囲である。

30

【0020】

複素環基とは、例えば、ピラン環、ピペリジン環、環状アミドなどの炭素以外の原子を環内に有する脂肪族環を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。複素環基の炭素数は特に限定されないが、通常、2 以上 20 以下の範囲である。

【0021】

アルケニル基とは、例えば、ビニル基、アリル基、ブタジエニル基などの二重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。アルケニル基の炭素数は特に限定されないが、通常、2 ~ 20 の範囲である。

40

【0022】

シクロアルケニル基とは、例えば、シクロペンテニル基、シクロペンタジエニル基、シクロヘキセニル基などの二重結合を含む不飽和脂環式炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。

【0023】

アルキニル基とは、例えば、エチニル基などの三重結合を含む不飽和脂肪族炭化水素基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。アルキニル基の炭素数は特に限定されないが、通常、2 ~ 20 の範囲である。

【0024】

50

アルコキシ基とは、例えば、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基などのエーテル結合を介して脂肪族炭化水素基が結合した官能基を示し、この脂肪族炭化水素基は置換基を有していても有していなくてもよい。アルコキシ基の炭素数は特に限定されないが、通常、1以上20以下の範囲である。

【0025】

アルキルチオ基とは、アルコキシ基のエーテル結合の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。アルキルチオ基の炭化水素基は置換基を有していても有していなくてもよい。アルキルチオ基の炭素数は特に限定されないが、通常、1以上20以下の範囲である。

【0026】

アリールエーテル基とは、例えば、フェノキシ基など、エーテル結合を介した芳香族炭化水素基が結合した官能基を示し、芳香族炭化水素基は置換基を有していても有していなくてもよい。アリールエーテル基の炭素数は特に限定されないが、通常、6以上40以下の範囲である。

10

【0027】

アリールチオエーテル基とは、アリールエーテル基のエーテル結合の酸素原子が硫黄原子に置換されたものである。アリールエーテル基における芳香族炭化水素基は置換基を有していても有していなくてもよい。アリールエーテル基の炭素数は特に限定されないが、通常、6以上40以下の範囲である。

【0028】

アリール基とは、例えば、フェニル基、ナフチル基、ビフェニル基、フェナントリル基、ターフェニル基、ピレニル基などの芳香族炭化水素基を示す。アリール基は、置換基を有していても有していなくてもよい。アリール基の炭素数は特に限定されないが、通常、6～40の範囲である。

20

【0029】

ヘテロアリール基とは、ピリジル基、キノリニル基、ピラジニル基、ナフチリジル基、ジベンゾフラニル基、ジベンゾチオフェニル基、カルバゾリル基などの炭素以外の原子を一個または複数個環内に有する環状芳香族基を示し、これは無置換でも置換されていてもかまわない。ヘテロアリール基の炭素数は特に限定されないが、通常、2～30の範囲である。

【0030】

30

ハロゲン原子とは、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素を示す。カルボニル基、カルボキシル基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基は、置換基を有していても有していなくてもよく、置換基としては例えばアルキル基、シクロアルキル基、アリール基、ヘテロアリール基などが挙げられ、これら置換基はさらに置換されてもよい。

【0031】

シリル基とは、例えば、トリメチルシリル基などのケイ素原子への結合を有する官能基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。シリル基の炭素数は特に限定されないが、通常、3～20の範囲である。また、ケイ素数は、通常、1～6である。

【0032】

アリーレン基とは、フェニル基、ナフチル基、ビフェニル基、フェナントリル基、ターフェニル基、ピレニル基などの芳香族炭化水素基から導かれる2価の基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。アリーレン基の炭素数は特に限定されないが、通常、6～40の範囲である。一般式(1)のAがアリーレン基の場合、該アリーレン基は置換基を有していても有していなくてもよいが、置換基も含めて炭素数は6～30の範囲である。

40

【0033】

ヘテロアリーレン基とは、ピリジル基、キノリニル基、ピラジニル基、ナフチリジル基、ジベンゾフラニル基、ジベンゾチオフェニル基、カルバゾリル基などの炭素以外の原子を一個または複数個環内に有する環状芳香族基から導かれる2価の基を示し、これは置換基を有していても有していなくてもよい。ヘテロアリーレン基の炭素数は特に限定されな

50

いが、通常、置換基も含めて2～30の範囲である。

【0034】

隣接する置換基同士で環を形成する場合、任意の隣接2置換基（例えば一般式（1）の R^1 と R^2 ）が互いに結合して共役または非共役の縮合環を形成できる。縮合環の構成元素として、炭素以外にも窒素、酸素、硫黄、リン、ケイ素原子を含んでいてもよい、さらに別の環と縮合してもよい。

【0035】

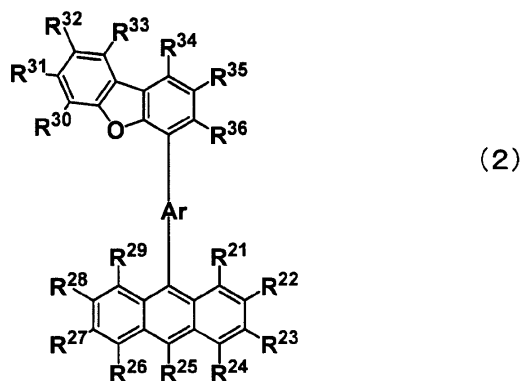
本発明の一般式（1）で表されるアントラセン化合物は、分子中にアントラセン骨格と立体的に嵩高い置換基であるジベンゾフラニル基を1～4個有することにより、高い薄膜安定性と優れた耐熱性を有する。ジベンゾフラニル基の数はより好ましくは1～2である。さらに、原料の入手性や合成の容易さから、 R^4 がAと結合することが好ましい。また、 R^4 または R^9 がアリール基またはヘテロアリール基であると、ガラス転移温度が上昇して膜質が安定化し、耐久性が向上するため好ましい。

【0036】

このようなアントラセン化合物の中でも、さらに一般式（2）で表されるアントラセン化合物であることが好ましい。

【0037】

【化3】



【0038】

$R^{21} \sim R^{36}$ はそれぞれ同じでも異なってもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルケニル基、シクロアルケニル基、アルキニル基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、ハロゲン、カルボニル基、カルボキシ基、オキシカルボニル基、カルバモイル基、アミノ基、シリル基および $-P(=O)R^{37}R^{38}$ からなる群より選ばれる。 R^{37} および R^{38} はアリール基またはヘテロアリール基である。 $R^{21} \sim R^{36}$ は隣接する置換基同士で環を形成してもよい。Arはアリーレン基またはヘテロアリーレン基である。

【0039】

中でも、 R^{25} がアリール基またはヘテロアリール基であると、ガラス転移温度が上昇して膜質が安定化し、耐久性が向上するため好ましい。

【0040】

さらに、本発明に用いられる一般式（1）～（2）で表されるアントラセン化合物は、 $R^1 \sim R^{10}$ または $R^{21} \sim R^{29}$ の少なくとも1つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基を含有していることが好ましい。これにより、アントラセン骨格の有する高い電子輸送能に加えて、電子輸送層からの電子を効率よく受け取ることで低駆動電圧が可能となり、さらに、正孔ブロック能が高まることで発光効率が高まるため好ましい。本発明の一般式（1）の形態の場合、 R^1 、 R^4 および R^9 の少なくとも1つが電子受容性窒素を有するヘテロアリール基を含有することが、より好ましい。また、本発明の一般式（2）の形態の場合、 R^{22} および R^{25} の少なくとも1つが電子受容性窒素を有するヘテロア

リール基を含有することが、より好ましい。これらの電子受容性窒素を有するヘテロアリアル基はアントラセン骨格に直接結合していても、連結基を介してアントラセン骨格に導入されていても良い。連結基の例としては、フェニレン基、ビフェニレン基、ナフチレン基、アントラニレン基、チエニレン基、フラニレン基、カルバゾリレン基などのアリーレン基、ヘテロアリーレン基が挙げられる。これらの連結基はアルキル基で置換されていても良い。中でも、分子内電荷移動を効率よく行わせる観点から、直接結合およびアルキル基で置換されたまたは無置換のフェニレン基を介した導入が好ましい。

【 0 0 4 1 】

なお、本発明における電子受容性窒素とは、隣接原子との間に多重結合を形成している窒素原子を表す。窒素原子が高い電子陰性度を有することから、この多重結合は電子受容的な性質を有する。電子受容性窒素を有するヘテロアリアル基としては、例えば、ピリジル基、ピラジル基、ピリミジル基、キノリニル基、キノキサリル基、ナフチリジル基、ピリミドピリミジル基、ベンゾキノリル基、フェナントロリル基、トリアジル基、イミダゾリル基、オキサゾリル基、オキサジアゾリル基、トリアゾリル基、チアゾリル基、チアジアゾリル基、ベンゾオキサゾリル基、ベンゾチアゾリル基、ベンズイミダゾリル基およびフェナンスロイミダゾリル基などが挙げられる。中でも、ピリジル基、ピリミジル基、キノリル基、トリアジル基などが、より低駆動電圧が可能となるため好ましい。

【 0 0 4 2 】

上記のようなアントラセン化合物として、特に限定されるものではないが、具体的には以下のような例が挙げられる。

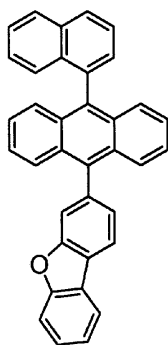
【 0 0 4 3 】

10

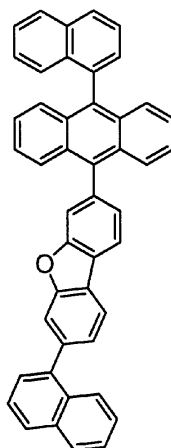
20

【化 4】

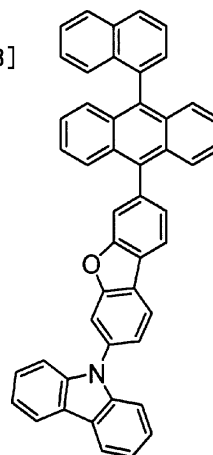
[1]



[2]

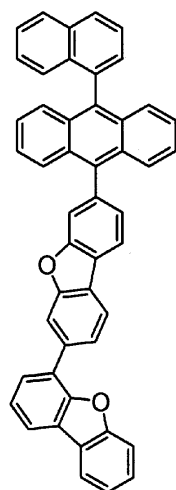


[3]

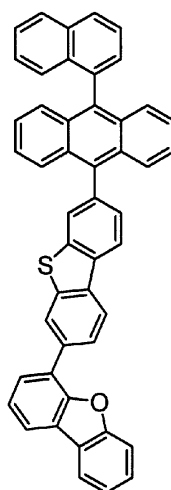


10

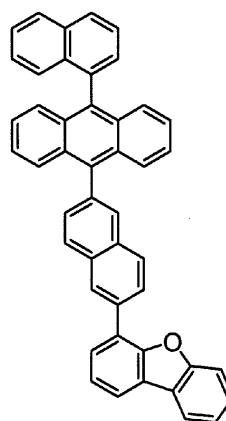
[4]



[5]

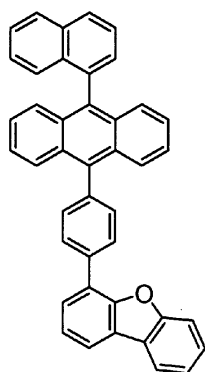


[6]

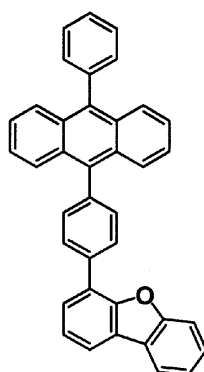


20

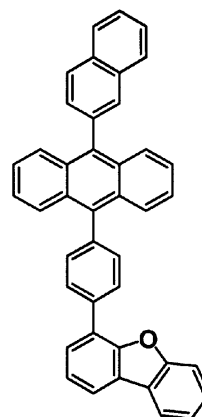
[7]



[8]



[9]

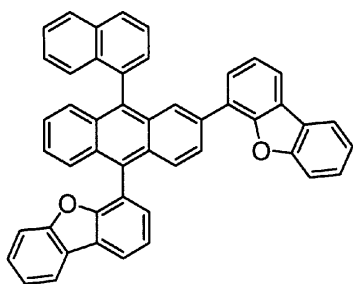


30

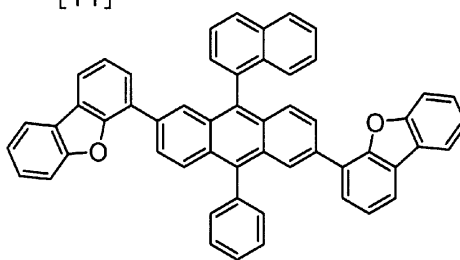
【 0 0 4 4 】

【化 5】

[10]

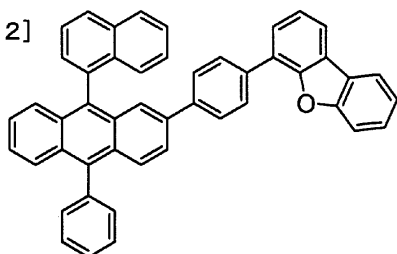


[11]

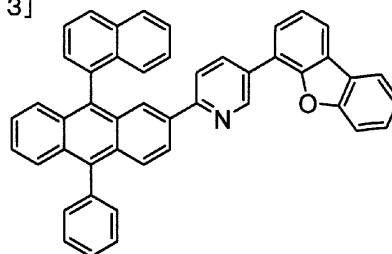


10

[12]

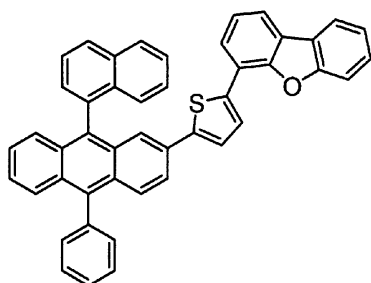


[13]

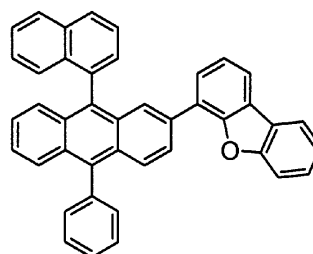


20

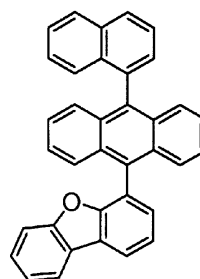
[14]



[15]

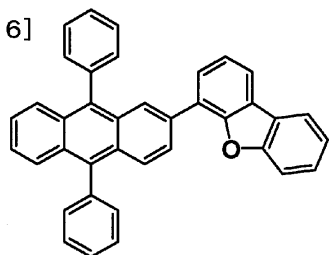


[17]



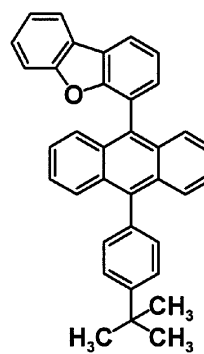
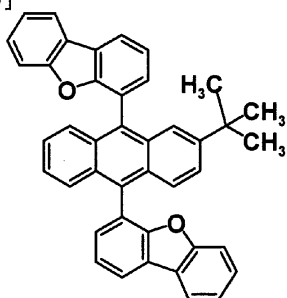
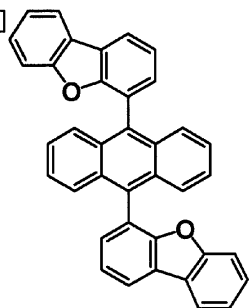
30

[16]

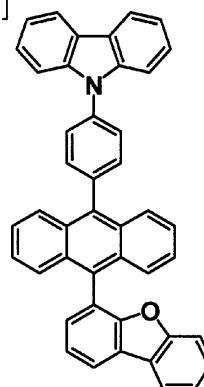
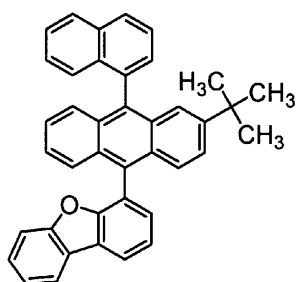
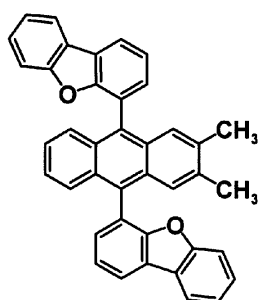


【 0 0 4 5 】

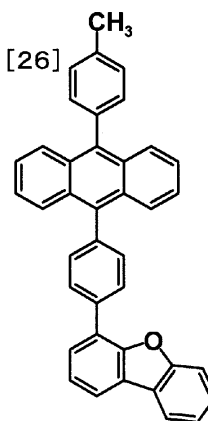
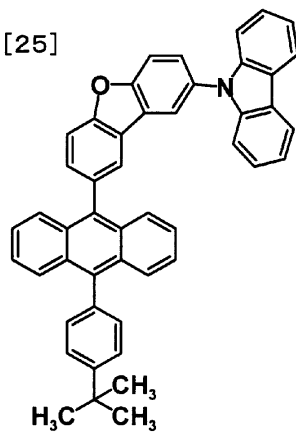
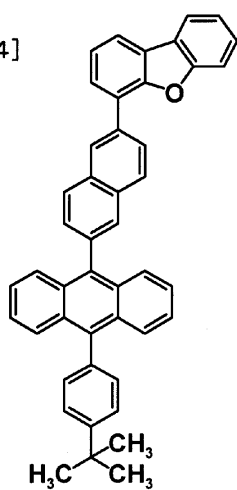
[18],



10

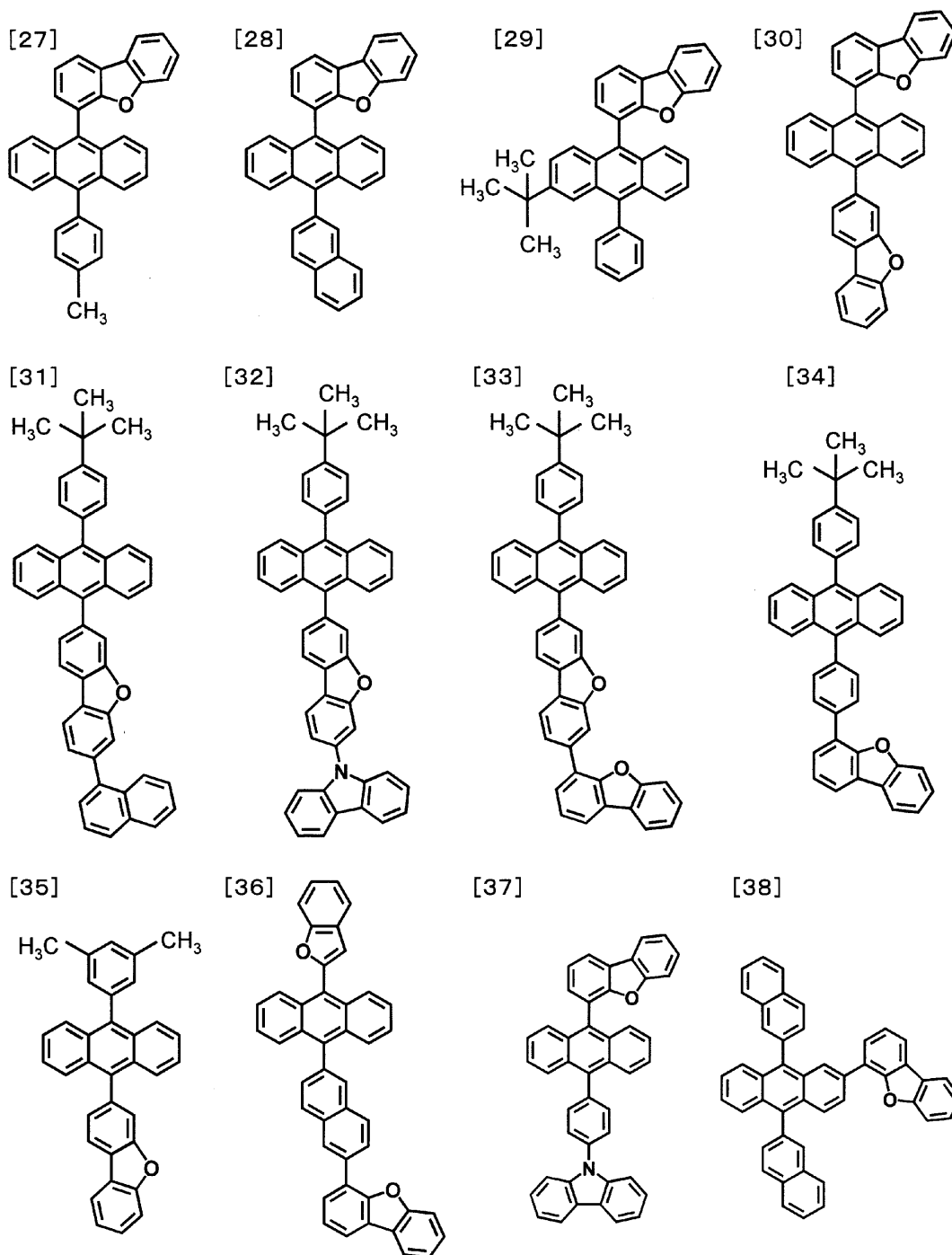


20



30

【化 7】



10

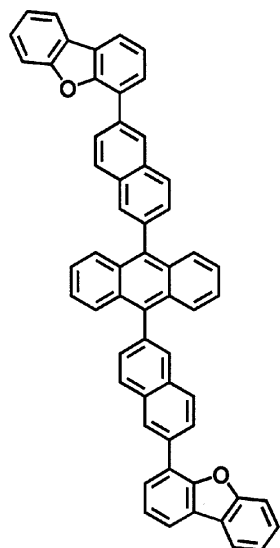
20

30

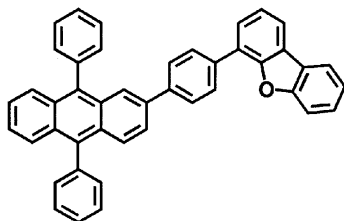
【 0 0 4 7 】

【化 8】

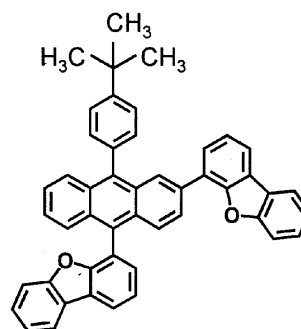
[39]



[40]

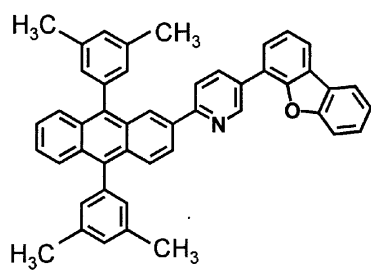


[41]

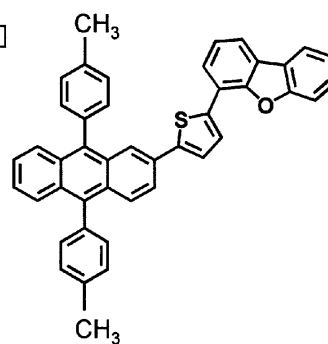


10

[42]

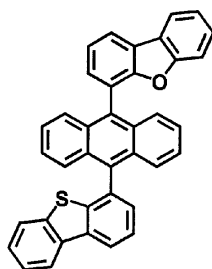


[43]

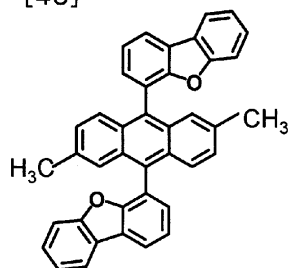


20

[44]



[45]

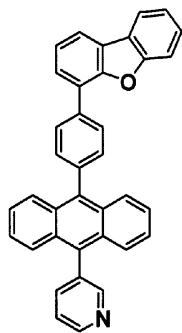


30

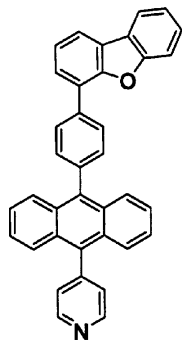
【 0 0 4 8 】

【化 9】

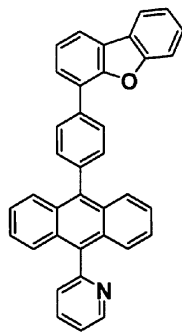
[46]



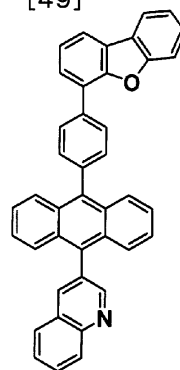
[47]



[48]

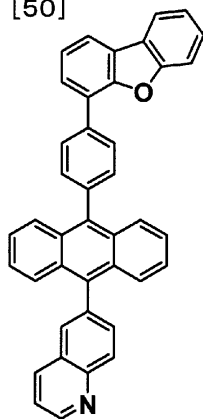


[49]

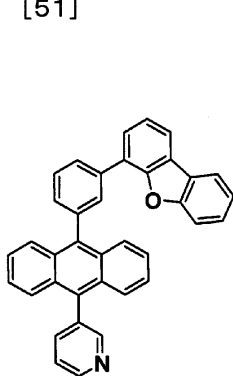


10

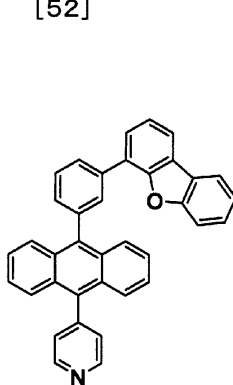
[50]



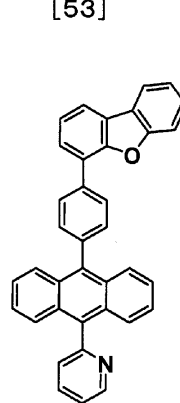
[51]



[52]

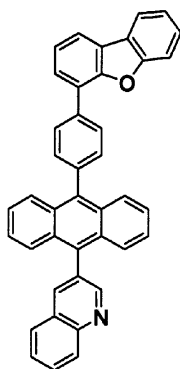


[53]

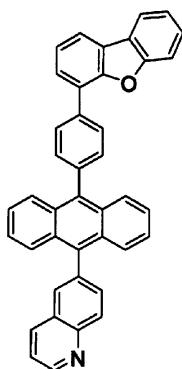


20

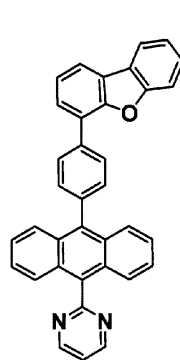
[54]



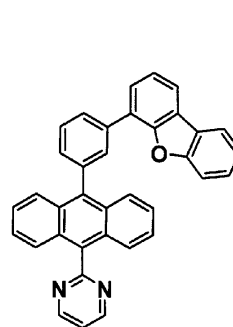
[55]



[56]



[57]

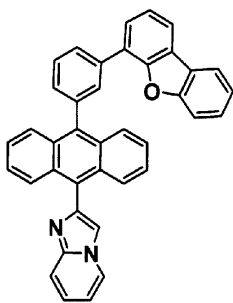


30

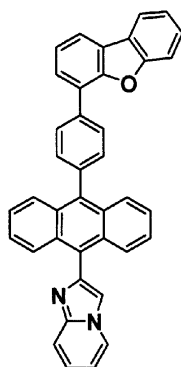
【 0 0 4 9 】

【化 1 0】

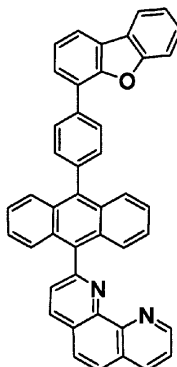
[58]



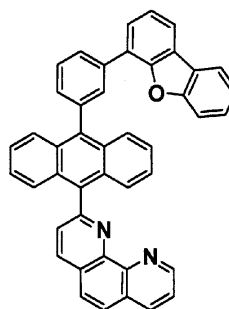
[59]



[60]

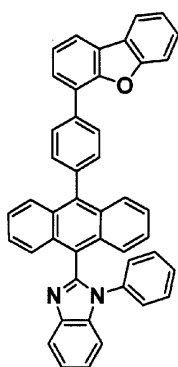


[61]

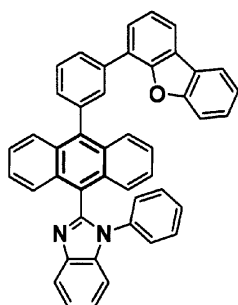


10

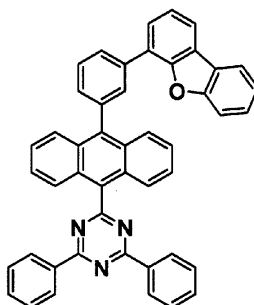
[62]



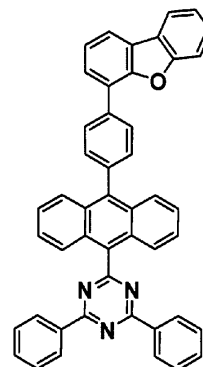
[63]



[64]

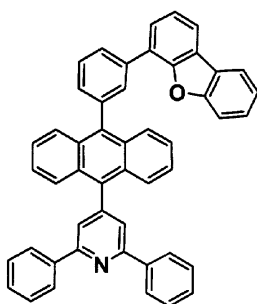


[65]

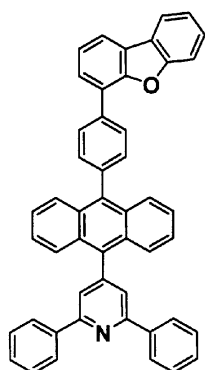


20

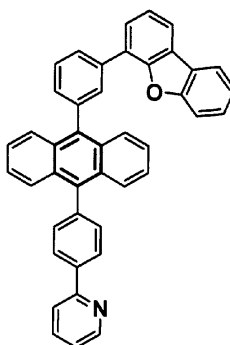
[66]



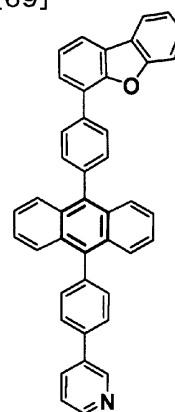
[67]



[68]



[69]

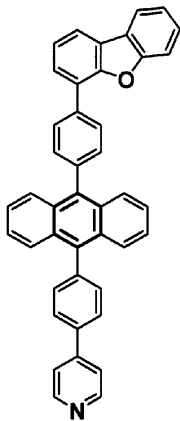


30

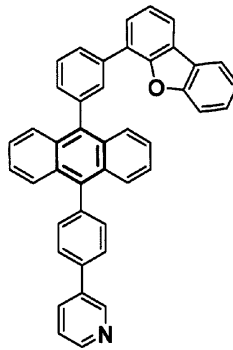
【 0 0 5 0 】

【化 1 1】

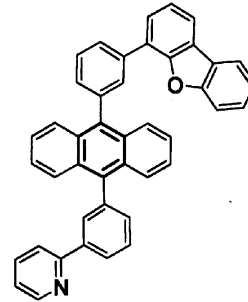
[70]



[71]

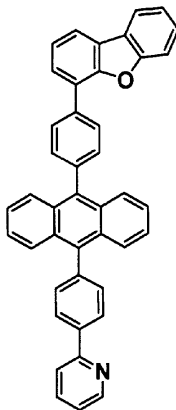


[72]

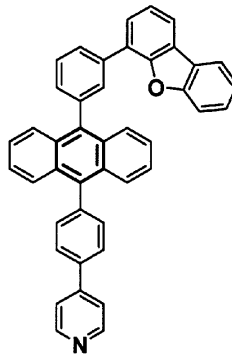


10

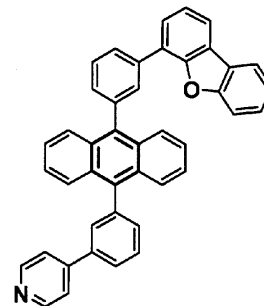
[73]



[74]

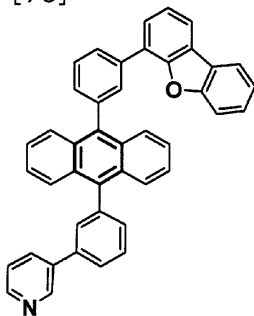


[75]

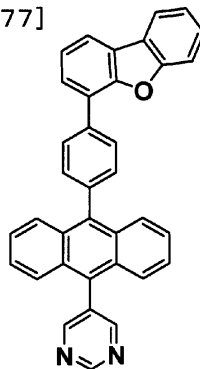


20

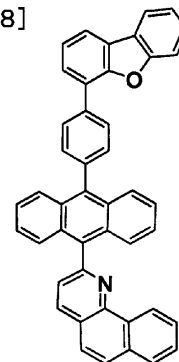
[76]



[77]



[78]



30

【0051】

一方、電子輸送層は、電子受容性窒素を有する複素芳香環からなる化合物を含有し、該複素芳香環からなる化合物が共有結合のみで形成される化合物であることが好ましく、さらに炭素、水素、窒素、酸素、ケイ素、リンの中から選ばれる元素で構成されるヘテロアリアル環構造を有する化合物を含有することが好ましい。電子受容性窒素を有する複素芳香環は、高い電子親和性を有する。電子受容性窒素を有する複素芳香環としては、例えば、ピリジン環、ピラジン環、ピリミジン環、キノリン環、キノキサリン環、ナフチリジン環、ピリミドピリミジン環、ベンゾキノリン環、フェナントロリン環、イミダゾール環、オキサゾール環、オキサジアゾール環、トリアゾール環、チアゾール環、チアジアゾール環、ベンゾオキサゾール環、ベンゾチアゾール環、ベンズイミダゾール環およびフェナンスロイミダゾール環などが挙げられる。

40

【0052】

50

また、炭素、水素、酸素、硫黄、ケイ素およびリンの中から選ばれる一種以上の原子で構成される芳香環もしくは複素芳香環としては、ベンゼン環、ナフタレン環、フェナンスレン環、アントラセン環などの炭化水素系芳香環、フラン環、チオフェン環、シロール環などの複素芳香環およびその縮合環などが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0053】

例えば、ベンズイミダゾール誘導体、ベンズオキサゾール誘導体、ベンズチアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、ピラジン誘導体、フェナントロリン誘導体、キノキサリン誘導体、キノリン誘導体、ベンゾキノリン誘導体、ピピリジンやターピリジンなどのオリゴピリジン誘導体、キノキサリン誘導体およびナフチリジン誘導体などが好ましい化合物として挙げられる。中でも、トリス(N-フェニルベンズイミダゾール-2-イル)ベンゼンなどのイミダゾール誘導体、1,3-ビス[(4-tert-ブチルフェニル)1,3,4-オキサジアゾリル]フェニレンなどのオキサジアゾール誘導体、N-ナフチル-2,5-ジフェニル-1,3,4-トリアゾールなどのトリアゾール誘導体、バソクプロインや1,3-ビス(2-フェニル-1,10-フェナントロリン-9-イル)ベンゼンなどのフェナントロリン誘導体、2,2'-ビス(ベンゾ[h]キノリン-2-イル)-9,9'-スピロビフルオレンなどのベンゾキノリン誘導体、1,3-ビス(4'-(2,2':6'2"-ターピリジニル))ベンゼンなどのターピリジン誘導体、ビス(1-ナフチル)-4-(1,8-ナフチリジン-2-イル)フェニルホスフィンオキサイドなどのナフチリジン誘導体が、電子輸送能の観点から好ましく用いられる。

【0054】

本発明における正孔阻止層および電子輸送層は、それぞれ一種または二種以上を積層、混合するか、電子輸送材料と高分子粘着剤の混合物により形成される。これらの正孔阻止層および電子輸送層の電子輸送能(または正孔ブロック能)を向上させるためにアルカリ金属、アルカリ金属を含有する無機塩、アルカリ金属と有機物との錯体、アルカリ土類金属、アルカリ土類金属を含有する無機塩またはアルカリ土類金属と有機物との錯体などを添加して用いてもよい。アルカリ金属、アルカリ土類金属の好ましい種類としては、低仕事関数で電子輸送能向上の効果が大きいリチウム、ナトリウム、セシウムといったアルカリ金属や、マグネシウム、カルシウムといったアルカリ土類金属が挙げられる。また、真空中での蒸着が容易で取り扱いに優れることから、金属単体よりも無機塩、あるいは有機物との錯体の状態であることが好ましい。さらに、大気中での取扱を容易にし、添加濃度の制御のし易さの点で、有機物との錯体の状態にあることがより好ましい。無機塩の例としては、LiO、Li₂O等の酸化物、窒化物、LiF、NaF、KF等のフッ化物、Li₂CO₃、Na₂CO₃、K₂CO₃、Rb₂CO₃、Cs₂CO₃等の炭酸塩などが挙げられる。また、アルカリ金属またはアルカリ土類金属の好ましい例としては、原料が安価で合成が容易な点から、リチウムが挙げられる。また、有機物との錯体における有機物の好ましい例としては、キノリノール、ベンゾキノリノール、フラボノール、ヒドロキシイミダゾピリジン、ヒドロキシベンズアゾール、ヒドロキシトリアゾールなどが挙げられる。中でも、アルカリ金属と有機物との錯体が好ましく、リチウムと有機物との錯体がより好ましく、リチウムキノリノールが特に好ましい。好適なドーピング濃度は材料やドーピング領域の膜厚によっても異なるが、有機化合物とドナー性化合物のモル比100:1~1:100の範囲が好ましく、10:1~1:10がより好ましい。

【0055】

本発明で用いられる陽極は、光を取り出すために、透明であれば酸化錫、酸化インジウム、酸化錫インジウム(ITO)などの導電性金属酸化物、あるいは金、銀、クロムなどの金属、ヨウ化銅、硫化銅などの無機導電性物質、ポリチオフェン、ポリピロールおよびポリアニリンなどの導電性ポリマなど、特に限定されるものでないが、ITOガラスやネサガラスを用いることが特に望ましい。

【0056】

透明電極の抵抗は、発光素子の発光に十分な電流が供給できればよいので限定されないが、発光素子の消費電力の観点からは低抵抗であることが望ましい。例えば、300 / 以下のITO基板であれば素子電極として機能するが、現在では10 / 程度の基板の供給も可能になっていることから、低抵抗品を使用することが特に望ましい。ITOの厚みは抵抗値に合わせて任意に選ぶ事ができるが、通常100 ~ 300 nmの間で用いられることが多い。

【0057】

また、ガラス基板にはソーダライムガラスや無アルカリガラスなどが用いられ、また、厚みも機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、0.5 mm以上あれば十分である。ガラスの材質については、ガラスからの溶出イオンが少ない方がよいので無アルカリガラスの方が好ましいが、SiO₂などのバリアコートを施したソーダライムガラスも市販されているのでこれを使用することができる。さらに、陽極が安定に機能するのであれば、基板はガラスである必要はなく、例えば、プラスチック基板上に陽極を形成しても良い。ITO膜形成方法は、電子線ビーム法、スパッタリング法および化学反応法などに制限を受けるものではない。

【0058】

本発明で用いられる陰極は、電子を有機層に効率良く注入できる物質であれば特に限定されないが、一般に白金、金、銀、銅、鉄、錫、亜鉛、アルミニウム、インジウム、クロム、リチウム、ナトリウム、カリウム、セシウム、カルシウムおよびマグネシウムなどが挙げられる。電子注入効率をあげて素子特性を向上させるためには、リチウム、ナトリウム、カリウム、セシウム、カルシウム、マグネシウムまたはこれら低仕事関数金属を含む合金が有効である。しかしながら、これらの低仕事関数金属は、一般に大気中で不安定であることが多く、例えば、有機層に微量のリチウム、セシウムやマグネシウム（真空蒸着の膜厚計表示で1 nm以下）をドーピングして安定性の高い電極を使用する方法が好ましい例として挙げることができるが、フッ化リチウム、フッ化セシウム、酸化リチウムおよび酸化セシウムのような無機塩の使用も可能であることから特にこれらに限定されるものではない。更に、電極保護のために白金、金、銀、銅、鉄、錫、アルミニウムおよびインジウムなどの金属、またはこれら金属を用いた合金、そしてシリカ、チタニアおよび窒化ケイ素などの無機物、ポリビニルアルコール、塩化ビニル、炭化水素系高分子化合物などを積層することが、好ましい例として挙げられる。これらの電極の作製法も、抵抗加熱、電子線ビーム、スパッタリング、イオンプレーティングおよびコーティングなど、導通を取ることができれば特に制限されない。

【0059】

正孔輸送層は、正孔輸送材料の一種または二種以上を積層、混合するか、正孔輸送材料と高分子結着剤の混合物により形成される。また、正孔輸送材料に塩化鉄(III)のような無機塩を添加して層を形成してもよい。正孔輸送材料は、電界を与えられた電極間において正極からの正孔を効率良く輸送することが必要で、正孔注入効率が高く、注入された正孔を効率良く輸送することが望ましい。そのためには適切なイオン化ポテンシャルを持ち、しかも正孔移動度が大きく、さらに安定性に優れ、トラップとなる不純物が製造時および使用時に発生しにくい物質であることが要求される。正孔輸送材料としては、例えば、N, N'-ジフェニル-N, N'-ジ(3-メチルフェニル)-4, 4'-ジフェニル-1, 1'-ジアミン、N, N'-ジナフチル-N, N'-ジフェニル-4, 4'-ジフェニル-1, 1'-ジアミン、4, 4', 4''-トリス(3-メチルフェニル(フェニル)アミノ)トリフェニルアミンなどのトリフェニルアミン誘導体、ビス(N-アシルカルバゾール)またはビス(N-アルキルカルバゾール)などのビスカルバゾール誘導体、ピラゾリン誘導体、スチルベン系化合物、ヒドラゾン系化合物、ベンゾフラン誘導体やチオフェン誘導体、オキサジアゾール誘導体、フタロシアン誘導体、ポルフィリン誘導体などの複素環化合物、ポリマー系では前記単量体を側鎖に有するポリカーボネートやスチレン誘導体、ポリビニルカルバゾールおよびポリシランなどが好ましいが、発光素子の作製に必要な薄膜を形成し、陽極から正孔が注入できて、さらに正孔を輸送できる化合物であ

10

20

30

40

50

れば特に限定されるものではない。

【0060】

さらにp型Si、p型SiC等の無機化合物も使用できる。また、ヘキサアザトリフェニレン誘導体、テトラフルオロテトラシアノキノジメタン(4F-TCNQ)または酸化モリブデンも用いることができる。(1, 4, 5, 8, 9, 12-ヘキサアザトリフェニレンヘキサカルボニトリル)が正孔輸送層または正孔注入層に含まれると、より低電圧駆動となるため好ましい。

【0061】

本発明において、発光層は単一層でも複数層からなってもどちらでもよく、それぞれ発光材料(ホスト材料、ドーパント材料)により形成され、これはホスト材料とドーパント材料との混合物であっても、ホスト材料単独であっても、いずれでもよい。すなわち、本発明の発光素子では、発光層の各層において、ホスト材料もしくはドーパント材料のみが発光してもよいし、ホスト材料とドーパント材料がともに発光してもよい。ホスト材料とドーパント材料は、それぞれ一種類であっても、複数の組み合わせであっても、いずれでもよい。ドーパント材料はホスト材料の全体に含まれていても、部分的に含まれていても、いずれであってもよい。ドーパント材料は積層されていても、分散されていても、いずれであってもよい。ドーパント材料の量は、多すぎると濃度消光現象が起きるため、ホスト材料に対して10重量%以下で用いることが好ましく、さらに好ましくは5重量%以下である。ドーピング方法としては、ホスト材料との共蒸着法によって形成することができるが、ホスト材料と予め混合してから同時に蒸着しても良い。

【0062】

本発明で用いられるドーパント材料としては、特に限定されるものではなく、既知の化合物を用いることができ、所望の発光色に応じて様々な材料の中から選択することができる。

【0063】

具体的には、これに限定されるものではないが、青～青緑色ドーパント材料としては、ナフタレン、アントラセン、フェナンスレン、ピレン、トリフェニレン、ペリレン、フルオレン、インデンなどの芳香族炭化水素化合物やその誘導体、フラン、ピロール、チオフェン、シロール、9-シラフルオレン、9, 9'-スピロビスラフルオレン、ベンゾチオフェン、ベンゾフラン、インドール、ジベンゾチオフェン、ジベンゾフラン、イミダゾピリジン、フェナントロリン、ピラジン、ナフチリジン、キノキサリン、ピロロピリジン、チオキサンテンなどの芳香族複素環化合物やその誘導体、ジスチリルベンゼン誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、スチルベン誘導体、アルダジン誘導体、クマリン誘導体、イミダゾール、チアゾール、チアジアゾール、カルバゾール、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾールなどのアゾール誘導体およびその金属錯体およびN, N'-ジフェニル-N, N'-ジ(3-メチルフェニル)-4, 4'-ジフェニル-1, 1'-ジアミンに代表される芳香族アミン誘導体などが挙げられる。

【0064】

また、緑～黄色ドーパント材料としては、クマリン誘導体、フタルイミド誘導体、ナフタルイミド誘導体、ペリノン誘導体、ピロロピロール誘導体、シクロペンタジエン誘導体、アクリドン誘導体、キナクリドン誘導体およびブレンなどのナフタセン誘導体などが挙げられ、さらに上記青～青緑色ドーパント材料として例示した化合物に、アリール基、ヘテロアリール基、アリールビニル基、アミノ基、シアノ基など長波長化を可能とする置換基を導入した化合物も好適な例として挙げられる。

【0065】

さらに、橙～赤色ドーパント材料としては、ビス(ジイソプロピルフェニル)ペリレンテトラカルボン酸イミドなどのナフタルイミド誘導体、ペリノン誘導体、アセチルアセトンやベンゾイルアセトンとフェナントロリンなどを配位子とするEu錯体などの希土類錯体、4-(ジシアノメチレン)-2-メチル-6-(p-ジメチルアミノスチリル)-4H-ピランやその類縁体、マグネシウムフタロシアニン、アルミニウムクロロフタロシア

ニンなどの金属フタロシアニン誘導体、ローダミン化合物、デアザフラビン誘導体、クマリン誘導体、キナクリドン誘導体、フェノキサジン誘導体、オキサジン誘導体、キナゾリン誘導体、ピロロピリジン誘導体、スクアリリウム誘導体、ピオラントロン誘導体、フェナジン誘導体、フェノキサゾン誘導体およびチアジアゾロピレン誘導体など挙げられ、さらに上記青～青緑色および緑～黄色ドーパント材料として例示した化合物に、アリール基、ヘテロアリール基、アリールビニル基、アミノ基、シアノ基など長波長化を可能とする置換基を導入した化合物も好適な例として挙げられる。さらに、トリス(2-フェニルピリジン)イリジウム(III)に代表されるイリジウムや白金を中心金属としたリン光性金属錯体も好適な例として挙げられる。

【0066】

10

本発明で用いられるホスト材料としては、特に限定されるものではないが、以前から発光体として知られていたアントラセンやピレンなどの縮合環誘導体、トリス(8-キノリノラト)アルミニウムをはじめとする金属キレート化オキシノイド化合物、ビススチリルアントラセン誘導体やジスチリルベンゼン誘導体などのビススチリル誘導体、テトラフェニルブタジエン誘導体、クマリン誘導体、オキサジアゾール誘導体、ピロロピリジン誘導体、ペリノン誘導体、シクロペンタジエン誘導体、オキサジアゾール誘導体、チアジアゾロピリジン誘導体、ピロロピロール誘導体、ポリマー系では、ポリフェニレンビニレン誘導体、ポリパラフェニレン誘導体、そして、ポリチオフェン誘導体が好適に用いられる。

【0067】

また、リン光発光を示す発光層のホスト材料としては、特に限定されるものではないが、4,4'-ビス(カルバゾリル-N-イル)ビフェニルやN,N'-ジフェニル-3,3'-ビスカルバゾールなどのカルバゾール誘導体、N,N'-ジフェニル-N,N'-ジ(3-メチルフェニル)-4,4'-ジフェニル-1,1'-ジアミン、N,N'-ジナフチル-N,N'-ジフェニル-4,4'-ジフェニル-1,1'-ジアミンなどのトリフェニルアミン誘導体、インドール誘導体、トリアゾール、オキサジアゾール、イミダゾールなどのアゾール誘導体、フェナントロリン誘導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、ナフチリジン誘導体、ビピリジンおよびターピリジンなどのオリゴピリジン誘導体などが挙げられる。

【0068】

発光素子を構成する上記各層の形成方法は、抵抗加熱蒸着、電子ビーム蒸着、スパッタリング、分子積層法、コーティング法など特に限定されるものではないが、通常は、抵抗加熱蒸着または電子ビーム蒸着が特性面で好ましい。

【0069】

層の厚みは、発光物質の抵抗値にもよるので限定することはできないが、1~1,000nmの間から選ばれる。発光層、正孔阻止層、電子輸送層の膜厚は、好ましくは1nm以上200nm以下であり、さらに好ましくは5nm以上100nm以下である。膜厚は通常、水晶発振式膜厚測定装置などで測定できる。

【0070】

本発明の発光素子は、電気エネルギーを光に変換できる発光素子である。ここに電気エネルギーとは主に直流電流を指すが、パルス電流や交流電流を用いることも可能である。電流値および電圧値は特に制限はないが、素子の消費電力や寿命を考慮すると、できるだけ低いエネルギーで最大の輝度が得られるようにするべきである。

【0071】

本発明の発光素子は、例えば、マトリクスおよび/またはセグメント方式で表示するディスプレイとして好適に用いられる。

【0072】

本発明におけるマトリクスとは、表示のための画素が格子状やモザイク状など二次元的に配置されたものをいい、画素の集合で文字や画像を表示する。画素の形状やサイズは用途によって決まる。例えば、パソコン、モニター、テレビの画像および文字表示には、通常一辺が300μm以下の四角形の画素が用いられ、また、表示パネルのような大型ディ

50

スプレイの場合は、一辺がmmオーダーの画素を用いることになる。モノクロ表示の場合は、同じ色の画素を配列すればよいが、カラー表示の場合には、赤、緑、青の画素を並べて表示させる。この場合、典型的にはデルタタイプとストライプタイプがある。そして、このマトリックスの駆動方法としては、線順次駆動方法やアクティブマトリックスのどちらでもよい。線順次駆動の方が構造が簡単であるという利点があるが、動作特性を考慮した場合、アクティブマトリックスの方が優れる場合があるので、これも用途によって使い分けることが必要である。

【0073】

本発明におけるセグメント方式（タイプ）とは、予め決められた情報を表示するようにパターンを形成し、決められた領域を発光させることになる。例えば、デジタル時計や温度計における時刻や温度表示、オーディオ機器や電磁調理器などの動作状態表示および自動車のパネル表示などが挙げられる。そして、前記マトリクス表示とセグメント表示は同じパネルの中に共存していてもよい。

10

【0074】

本発明の発光素子は、各種機器等のバックライトとしても好ましく用いられる。バックライトは、主に自発光しない表示装置の視認性を向上させる目的に使用され、液晶表示装置、時計、オーディオ装置、自動車パネル、表示板および標識などに使用される。特に、液晶表示装置、中でも薄型化が課題となっているパソコン用途のバックライトとしては、従来方式のものが蛍光灯や導光板からなっているため薄型化が困難であることを考えると、本発明における発光素子を用いたバックライトは薄型で軽量が特徴になる。

20

【実施例】

【0075】

以下、実施例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

【0076】

参考例 1

ITO透明導電膜を150nm堆積させたガラス基板（ジオマテック（株）製、11 / 、スパッタ品）を38×46mmに切断し、エッチングを行った。得られた基板を“セミコクリーン56”（商品名、フルウチ化学（株）製）で15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。この基板を素子を作製する直前に1時間UV - オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が 5×10^{-4} Pa以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、銅フタロシアニン（H - 1）を10nm、正孔輸送材料として、4,4'-ビス（N - （1 - ナフチル） - N - フェニルアミノ）ビフェニル（D - 1）を50nm蒸着した。次に、発光材料に、ホスト材料として化合物（1E - 1）を10nmの厚さに蒸着した。次に、正孔阻止材料として化合物（2E - 1）を10nmの厚さに積層した。次に、電子輸送材料として化合物（2E - 1）を10nmの厚さに積層した。次に、フッ化リチウムを0.5nm蒸着した後、アルミニウムを1000nm蒸着して陰極とし、5×5mm角の素子を作製した。ここで言う膜厚は、水晶発振式膜厚モニター表示値である。この発光素子を10mA/cm²で直流駆動したところ、駆動電圧5.2V、外部量子効率3.5%の高効率青色発光が得られた。この発光素子を40mA/cm²の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は250時間であった。

30

40

【0077】

参考例 2 ~ 15

ホスト材料、ドーパント材料、正孔阻止材料および電子輸送材料として表1に記載した材料を用いた以外は、参考例1と同様にして発光素子を作製した。各実施例の結果は表1に示した。

【0078】

比較例 1

正孔阻止層を設けずに、電子輸送層として2E - 1を用い、厚さを20nmとしたこと

50

以外は、参考例 1 と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を $10 \text{ mA} / \text{cm}^2$ で直流駆動したところ、駆動電圧 5.5 V 、外部量子効率 3.2% の高効率青色発光が得られた。この発光素子を $40 \text{ mA} / \text{cm}^2$ の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は 100 時間であった。

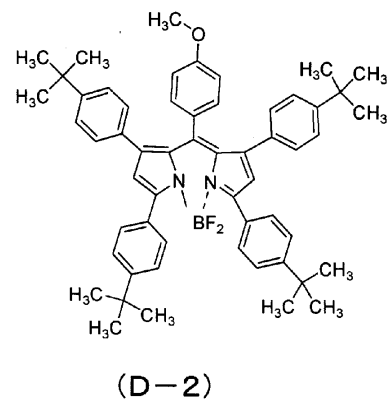
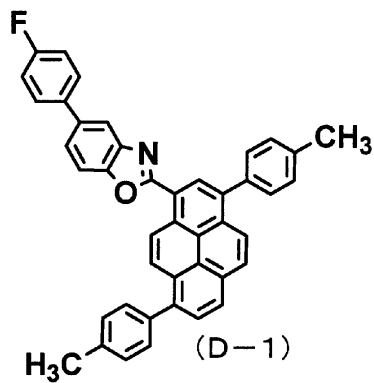
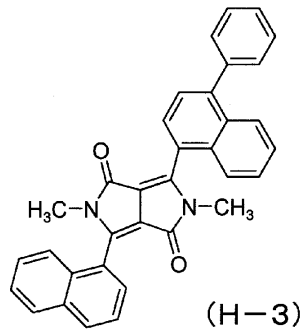
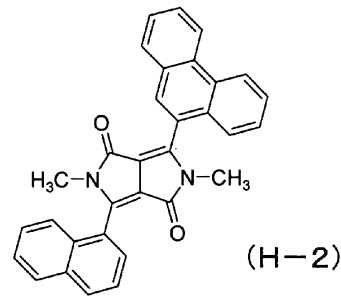
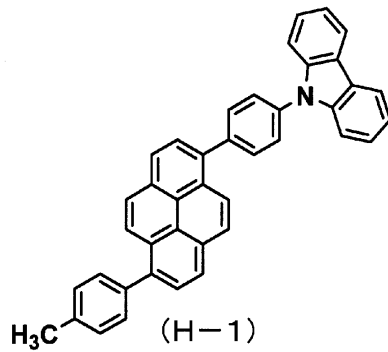
【0079】

比較例 2 ~ 6

ホスト材料、ドーパント材料、正孔阻止材料および電子輸送材料として表 1 に記載した材料を用いた以外は、参考例 1 と同様にして発光素子を作製した。各比較例の結果は表 1 に示した。

【0080】

【化 12】



【0081】

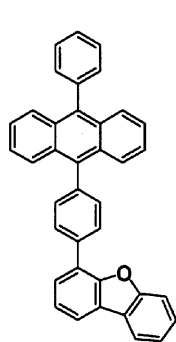
10

20

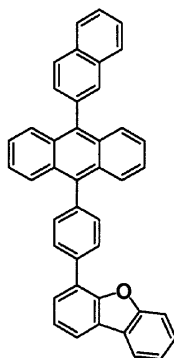
30

40

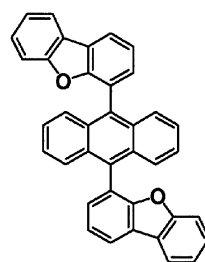
【化 1 3】



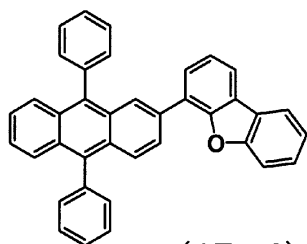
(1E-1)



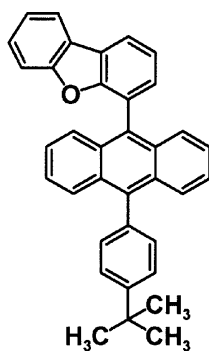
(1E-2)



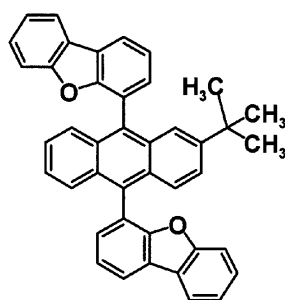
(1E-3)



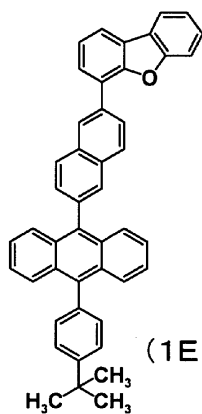
(1E-4)



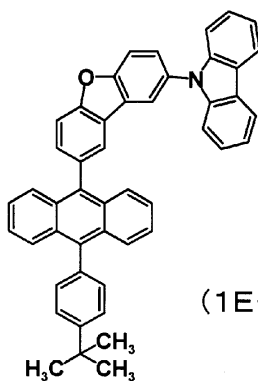
(1E-5)



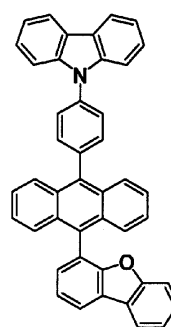
(1E-6)



(1E-7)



(1E-8)



(1E-9)

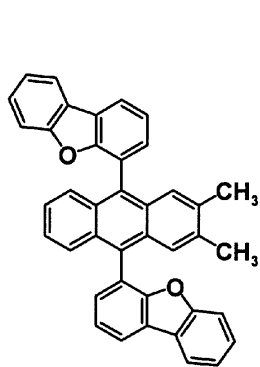
【 0 0 8 2 】

10

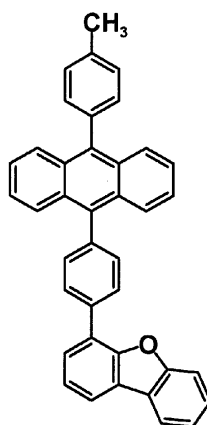
20

30

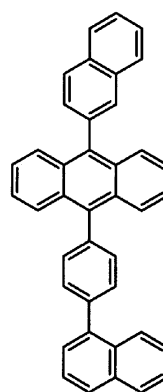
【化 1 4】



(1E-10)

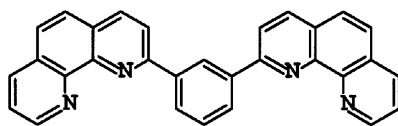


(1E-11)



(1E-12)

10



(2E-1)

20

【 0 0 8 3 】

【表 1】

【表1】

	発光材料			正孔阻止材料 (厚さnm)	電子輸送材料 (厚さnm)	外部量子 効率 (%)	駆動電圧 (V)	輝度半減 時間 (h)
	ホスト 材料	ドーパント 材料	発光色					
参考例1	H-1	D-1	青色	1E-1(10)	2E-1(10)	3.5	5.2	250
参考例2	H-1	D-1	青色	1E-2(10)	2E-1(10)	3.4	5.2	250
参考例3	H-1	D-1	青色	1E-3(10)	2E-1(10)	3.4	5.2	220
参考例4	H-1	D-1	青色	1E-4(10)	2E-1(10)	3.4	5.3	230
参考例5	H-1	D-1	青色	1E-5(10)	2E-1(10)	3.4	5.3	230
比較例1	H-1	D-1	青色	なし	2E-1(20)	3.2	5.5	100
比較例2	H-1	D-1	青色	1E-12(10)	2E-1(10)	3.3	5.4	100
参考例6	H-2	D-2	赤色	1E-1(10)	2E-1(10)	4.3	5.3	450
参考例7	H-2	D-2	赤色	1E-2(10)	2E-1(10)	4.3	5.3	460
参考例8	H-2	D-2	赤色	1E-6(10)	2E-1(10)	4.3	5.3	410
参考例9	H-2	D-2	赤色	1E-7(10)	2E-1(10)	4.3	5.3	410
参考例10	H-2	D-2	赤色	1E-8(10)	2E-1(10)	4.3	5.3	400
比較例3	H-2	D-2	赤色	なし	2E-1(20)	4.1	5.5	200
比較例4	H-2	D-2	赤色	1E-12(10)	2E-1(10)	4.2	5.4	200
参考例11	H-3	D-2	赤色	1E-1(10)	2E-1(10)	4.0	5.0	460
参考例12	H-3	D-2	赤色	1E-2(10)	2E-1(10)	4.1	5.0	450
参考例13	H-3	D-2	赤色	1E-9(10)	2E-1(10)	4.0	5.0	430
参考例14	H-3	D-2	赤色	1E-10(10)	2E-1(10)	4.0	5.0	420
参考例15	H-3	D-2	赤色	1E-11(10)	2E-1(10)	3.9	5.0	430
比較例5	H-3	D-2	赤色	なし	2E-1(20)	3.8	5.1	150
比較例6	H-3	D-2	赤色	1E-12(10)	2E-1(10)	3.9	5.0	200

【0084】

参考例 16

ITO透明導電膜を165nm堆積させたガラス基板（ジオマテック（株）製、11 / 、スパッタ品）を38×46mmに切断し、エッチングを行った。得られた基板を“セミコクリーン56”（商品名、フルウチ化学（株）製）で15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。この基板を素子を作製する直前に1時間UV-オゾン処理し、真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が 5×10^{-4} Pa以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、1, 4, 5, 8, 9, 12-ヘキサアザトリフェニレンヘキサカルボニトリルを10nm、正孔輸送材料として、4, 4'-ビス（N-（1-ナフチル）-N-フェニルアミノ）ビフェニルを50nm蒸着した。次に、発光材料に、ホスト材料として化合物（H-4）を、ドーパント材料として化合物（D-3）をドーパ濃度が5重量%になるようにして40nmの厚さに蒸着した。次に、正孔阻止材料として化合物（1E-1）を10nmの厚さに積層した。次に、電子輸送材料として化合物（2E-2）を10nmの厚さに積層した。次に、フッ化リチウムを0.5nm

蒸着した後、アルミニウムを1000nm蒸着して陰極とし、5×5mm角の素子を作製した。ここで言う膜厚は、水晶発振式膜厚モニター表示値である。この発光素子を10mA/cm²で直流駆動したところ、駆動電圧4.8V、外部量子効率4.7%の高効率青色発光が得られた。この発光素子を40mA/cm²の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は500時間であった。

【0085】

実施例1～7

ホスト材料、ドーパント材料、電子輸送材料として表2に記載した材料を用いた以外は、参考例16と同様にして発光素子を作製した。各実施例の結果は表2に示した。

【0086】

比較例7～8

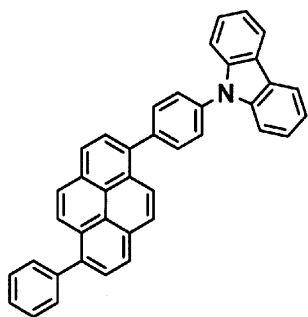
ホスト材料、ドーパント材料、電子輸送材料として表2に記載した材料を用いた以外は、参考例16と同様にして発光素子を作製した。各比較例の結果は表2に示した。

【0087】

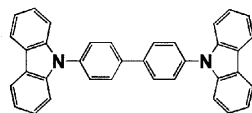
なお、表2中の化合物は以下に示すものである。

【0088】

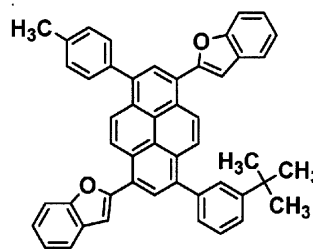
【化15】



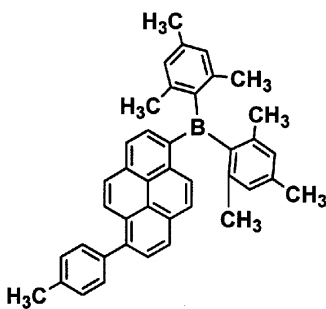
(H-4)



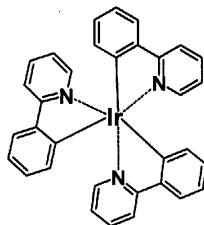
(H-5)



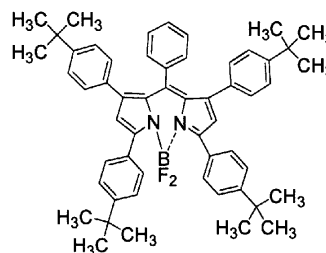
(H-6)



(D-3)



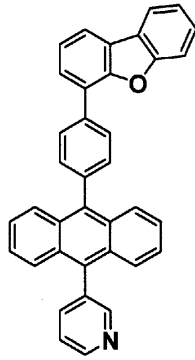
(D-4)



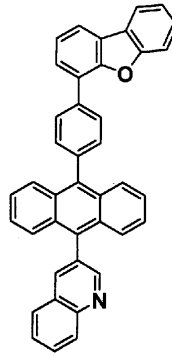
(D-5)

【0089】

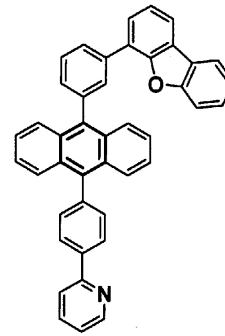
【化 16】



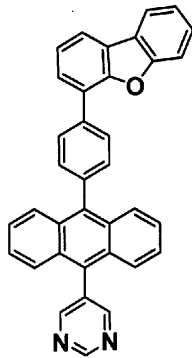
(1E-13)



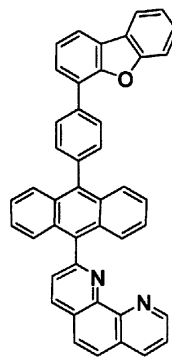
(1E-14)



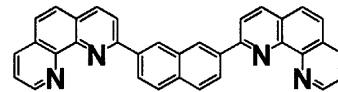
(1E-15)



(1E-16)



(1E-17)



(2E-2)

【 0 0 9 0 】

【表 2】

【表2】

	発光材料			正孔阻止材料 (厚さnm)	電子輸送材料 (厚さnm)	外部量子 効率 (%)	駆動電圧 (V)	輝度半減 時間 (h)
	ホスト 材料	ドーパント 材料	発光色					
参考例16	H-4	D-3	青色	1E-1(10)	2E-2(10)	4.7	4.8	500
実施例1	H-4	D-3	青色	1E-13(10)	2E-2(10)	5.1	4.2	800
実施例2	H-4	D-3	青色	1E-14(10)	2E-2(10)	4.8	4.5	600
実施例3	H-4	D-3	青色	1E-15(10)	2E-2(10)	5.0	4.2	750
実施例4	H-4	D-3	青色	1E-16(10)	2E-2(10)	4.7	4.6	780
実施例5	H-4	D-3	青色	1E-17(10)	2E-2(10)	5.0	4.0	500
比較例7	H-4	D-3	青色	なし	2E-2(10)	4.5	4.5	200
実施例6	H-5	D-4	緑色	1E-13(10)	2E-2(10)	6.5	6.8	500
実施例7	H-6	D-5	赤色	1E-13(10)	2E-2(10)	5.5	5.3	3000
比較例8	H-6	D-5	赤色	なし	2E-2(10)	5.2	5.4	1000

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2006-049570(JP,A)
特開2007-238500(JP,A)
特開2008-094776(JP,A)
特開2007-077094(JP,A)
特開2005-314239(JP,A)
国際公開第05/038941(WO,A2)
国際公開第09/063846(WO,A1)
特開2012-124509(JP,A)
特開2008-094777(JP,A)
特開2011-093931(JP,A)
特開2008-169197(JP,A)
特開2007-131722(JP,A)
特開2006-151844(JP,A)
米国特許出願公開第2008/0111478(US,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

CAplus/REGISTRY(STN)
H01L 51/50
C09K 11/06