

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成22年3月25日(2010.3.25)

【公開番号】特開2008-195841(P2008-195841A)

【公開日】平成20年8月28日(2008.8.28)

【年通号数】公開・登録公報2008-034

【出願番号】特願2007-33012(P2007-33012)

【国際特許分類】

C 09 K 11/06 (2006.01)

H 01 L 51/50 (2006.01)

C 07 D 209/88 (2006.01)

【F I】

C 09 K 11/06 6 4 5

C 09 K 11/06 6 5 5

C 09 K 11/06 6 5 0

C 09 K 11/06 6 6 0

H 05 B 33/14 B

H 05 B 33/22 B

C 09 K 11/06 6 9 0

C 07 D 209/88

【手続補正書】

【提出日】平成22年2月3日(2010.2.3)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

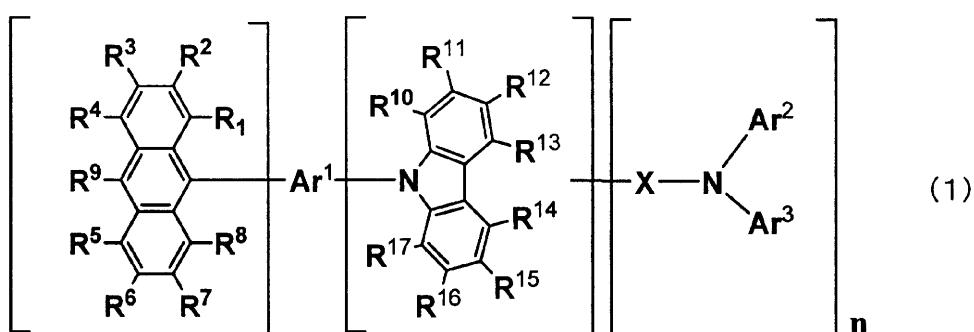
【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

一般式(1)で表されるアントラセン化合物を含有することを特徴とする発光素子材料。

【化1】



(R¹ ~ R¹⁷はそれぞれ同じでも異なっていてもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、アミノ基、シリル基、の群から選ばれる。)

R¹ ~ R¹⁷は隣接する置換基同士で環を形成していてもよい。Ar¹はアリーレン基であり、Ar² ~ Ar³はアリール基、ヘテロアリール基の群から選択され、Ar²とAr³は結合し環を形成していてもよい。Xは単結合、アリーレン基、ヘテロアリーレン基の中から選ばれる。nは1 ~ 2の整数である。Xと連結するのはR¹⁰ ~ R¹⁷のいずれか

である。但し、Xが単結合、かつ、R⁹がアリール基の場合、R⁹は置換または無置換のナフチル基、置換または無置換のフェナントリル基、置換または無置換のピレニル基の中から選ばれる。)

【請求項2】

Xの少なくとも一つがR^{1~1}もしくはR^{1~2}の位置で連結することを特徴とする請求項1記載の発光素子材料。

【請求項3】

陽極と陰極の間に少なくとも発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、発光層が請求項1または2記載の発光素子材料を含有することを特徴とする発光素子。

【請求項4】

陽極と陰極の間に少なくとも発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、発光層がホスト材料とドーパント材料からなり、前記請求項1または2記載の発光素子材料がホスト材料であることを特徴とする発光素子。

【請求項5】

発光層と陰極の間に少なくとも電子輸送層が存在し、電子輸送層が炭素、水素、窒素、酸素、ケイ素、リンの中から選ばれる元素で構成され、電子受容性窒素を含むヘテロアリール環構造を有する化合物を含有することを特徴とする請求項3または4記載の発光素子。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0009

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0009】

(R^{1~7}はそれぞれ同じでも異なっていてもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、アミノ基、シリル基、の群から選ばれる。R^{1~7}は隣接する置換基同士で環を形成していてもよい。Ar¹はアリーレン基であり、Ar^{2~3}はアリール基、ヘテロアリール基の群から選択され、Ar²とAr³は結合し環を形成していてもよい。Xは単結合、アリーレン基、ヘテロアリーレン基の中から選ばれる。nは1~2の整数である。Xと連結するのはR^{1~0}~R^{1~7}のいずれかである。但し、Xが単結合、かつ、R⁹がアリール基の場合、R⁹は置換または無置換のナフチル基、置換または無置換のフェナントリル基、置換または無置換のピレニル基の中から選ばれる。)

また、本発明は、陽極と陰極の間に少なくとも発光層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、該発光層が一般式(1)で表される発光素子材料を含有することを特徴とする発光素子である。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

R^{1~7}はそれぞれ同じでも異なっていてもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、複素環基、アルコキシ基、アルキルチオ基、アリールエーテル基、アリールチオエーテル基、アリール基、ヘテロアリール基、アミノ基、シリル基、の群から選ばれる。R^{1~7}は隣接する置換基同士で環を形成していてもよい。Ar¹はアリーレン基であり、Ar^{2~3}はアリール基、ヘテロアリール基の群から選択され、Ar²とAr³は結合し環を形成していてもよい。Xは単結合、アリーレン基、ヘテロアリーレン基の中から選ばれる。nは1~2の整数である。Xと連結するのはR^{1~0}~R^{1~7}のいずれか

である。但し、Xが単結合、かつ、R⁹がアリール基の場合、R⁹は置換または無置換のナフチル基、置換または無置換のフェナントリル基、置換または無置換のピレニル基の中から選ばれる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0061

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0061】

参考例1

化合物〔14〕の合成

2-ブロモニトロベンゼン10g、4-クロロフェニルボロン酸8.5g、リン酸三カリウム25.4g、テトラブチルアンモニウムプロミド3.9g、酢酸パラジウム270mgとジメチルホルムアミド150mlの混合溶液を窒素気流下、130で3時間加熱攪拌した。室温に冷却した後、水100mlを注入し、酢酸エチル150mlで抽出した。有機層を水100mlで2回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートした。シリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製し、真空乾燥後、2-(4-クロロフェニル)ニトロベンゼン8.6gを得た。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0070

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0070】

参考例2

化合物〔15〕の合成

4-クロロフェニルボロン酸の代わりに3-クロロフェニルボロン酸を用いた以外は、参考例1と同様の方法で合成し、3-(N-フェニル-1-ナフチルアミノ)カルバゾール550mgを得た。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0074

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0074】

実施例1

化合物〔2〕を用いた発光素子を次のように作製した。30×40mmのガラス基板(旭硝子(株)製、15/、電子ビーム蒸着品)上にITO導電膜をガラス基板中央部分に150nmの厚さで30×13mmの大きさに形成し陽極とした。陽極が形成された基板をアセトン、“セミコクリン56”(商品名、フルウチ化学(株)製)で15分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。続いて、イソプロピルアルコールで15分間超音波洗浄してから熱メタノールに15分間浸漬させて乾燥させた。素子を作製する直前にこの基板を1時間UV-オゾン処理し、さらに真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が5×10⁻⁵Pa以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、銅フタロシアニンを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、発光材料のうちホスト材料として化合物〔2〕を、またドーパント材料として下記に示すD-1をドープ濃度が5%になるように35nmの厚さに蒸着した。次に、電子輸送材料として、下記式に示すE-1を20nmの厚さに積層した。有機層上に、リチウムを0.5nmの厚さに蒸着した後、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の表示値である。この発光素子を 10 mA/cm^2 で直流駆動したところ、発光効率 4.61 m/W の高効率青色発光が得られた。この発光素子を 10 mA/cm^2 の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は3500時間であった。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0076

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0076】

実施例2～4

ホスト材料として表1に記載した材料を用いた以外は、実施例1と同様にして発光素子を作製した。各実施例の結果は表1に示した。なお、表1に示した化合物の番号は上述した具体例に挙げた化合物に付与された番号を表す。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0077

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0077】

比較例1

ホスト材料として下記に示すH-1を用いた以外は、実施例1と同様にして発光素子を作成した。この発光素子を 10 mA/cm^2 で直流駆動したところ、発光効率 2.81 m/W の青色発光が得られた。この発光素子を 10 mA/cm^2 の直流で連続駆動したところ、200時間で輝度半減した。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0079

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0079】

比較例2～10

ホスト材料として表1に記載した材料を用いた以外は、実施例1と同様にして発光素子を作製した。各比較例の結果は表1に示した。なお表1のH-2、H-3、H-4、H-5、H-6、H-7、H-8、H-9は下記に示す化合物である。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0081

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0081】

【表1】

表1

	発光層		電子輸送層	発光色	発光効率 (lm/W)	輝度半減時間 (h)
	ホスト材料	ドーパント材料				
実施例1	化合物[2]	D-1	E-1	青色	4.6	3500
実施例2	化合物[29]	D-1	E-1	青色	4.7	5900
実施例3	化合物[19]	D-1	E-1	青色	5.2	6100
実施例4	化合物[17]	D-1	E-1	青色	4.6	6600
比較例1	H-1	D-1	E-1	青色	2.8	200
比較例2	H-2	D-1	E-1	青色	3.1	50
比較例3	H-3	D-1	E-1	青色	2.8	800
比較例4	H-4	D-1	E-1	青色	2.9	300
比較例5	H-5	D-1	E-1	青色	2.7	600
比較例6	H-6	D-1	E-1	青色	2.4	400
比較例7	H-7	D-1	E-1	青色	2.6	700
比較例8	H-8	D-1	E-1	青色	2.5	800
比較例9	H-9	D-1	E-1	青色	2.7	500
比較例10	化合物[23]	D-1	E-1	青色	3.4	6600

【手続補正1-1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0082

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正1-2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0083

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正1-3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0084

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正1-4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0085

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正1-5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0086

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手續補正1-6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0087

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0088

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0089

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正19】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0090

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正20】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0091

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正21】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0092

【補正方法】削除

【補正の内容】