(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2012-124509
(P2012-124509A)
(43)公開日　平成24年6月28日(2012.6.28)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
H01L 51/50	(2006.01)	H05B 33/14	B	3K107
C09K 11/06	(2006.01)	C09K 11/06	635	4C037
C07D 307/91	(2006.01)	C09K 11/06	645	4C204
C07D 209/86	(2006.01)	C07D 307/91		
		C07D 209/86		

審査請求 有　請求項の数 6　OL　（全 42 頁）　最終頁に続く

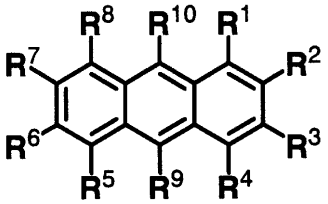
(21)出願番号　特願2012-14892(P2012-14892)
(22)出願日　平成24年1月27日(2012.1.27)
(62)分割の表示　特願2006-513709(P2006-513709)の分割
原出願日　平成17年5月19日(2005.5.19)
(31)優先権主張番号　特願2004-151463(P2004-151463)
(32)優先日　平成16年5月21日(2004.5.21)
(33)優先権主張国　日本国(JP)
(31)優先権主張番号　特願2004-160734(P2004-160734)
(32)優先日　平成16年5月31日(2004.5.31)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(71)出願人　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　村瀬　清一郎
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　北澤　大輔
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　長尾　和真
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　杉本　和則
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
最終頁に続く

(54)【発明の名称】発光素子材料および発光素子

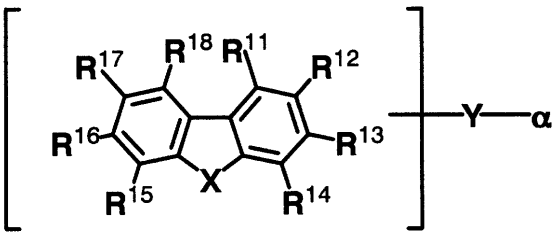
(57)【要約】
【課題】高い発光効率と優れた耐久性を有する発光素子を提供すること。
【解決手段】陽極と陰極の間に少なくとも発光層および電子輸送層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、発光層が特定のアントラセン化合物を含有し、電子輸送層が、電子受容性窒素を含み、さらに炭素、水素、窒素、酸素、ケイ素、リンの中から選ばれる元素で構成されるヘテロアリール環構造を有する化合物を含有することを特徴とする発光素子。
【選択図】　なし

【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および電子輸送層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、発光層が下記一般式（１）または一般式（３）で表されるアントラセン化合物を含有し、電子輸送層が、電子受容性窒素を含み、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発光素子。
【化１】



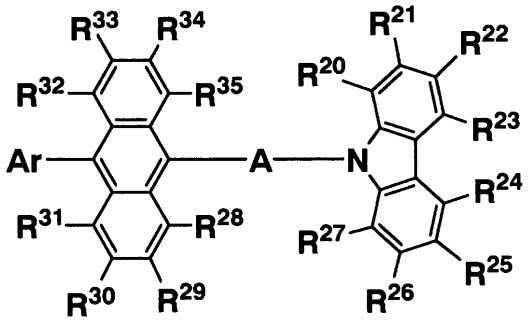
（1）

（Ｒ１～Ｒ１０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、アルコキシ基、アリール基、ヘテロアリール基の中から選ばれる。但し、Ｒ１～Ｒ１０のうち少なくとも一つは、下記一般式（２）
【化２】



（2）

（Ｒ１１～Ｒ１８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、アルコキシ基、フェニル基、ナフチル基、ヘテロアリール基の中から選ばれる。Ｘは酸素原子または硫黄原子を表し、Ｙ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。Ｒ１１～Ｒ１８のうちいずれか一つはＹとの連結に用いられ、αはアントラセン骨格との連結に用いられる。）で表される置換基である。）
【化３】



（3）

（Ｒ２０～Ｒ３５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、アルコキシ基、アルキルチオ基、フェニル基、ナフチル基の中から選ばれる。Ａは置換基を有しないフェニレン基、または、炭素数が１以上６以下のアルキル基、炭素数が１以上６以下のアルコキシ基の中から選ばれる基で置換されたフェニレン基である。Ａｒは置換基を有しないフェニル基、アルキル置換フェニル基、アルコキシ置換フェニル基、アリール置換フェニル基、置換基を有しないナフチル基、アルキル置換ナフチル基、アルコキシ置換ナフチル基の中から選ばれる。）

【請求項２】
前記電子受容性窒素を含み、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ール環構造を有する化合物におけるヘテロアリール環が、ピリジン環、ピラジン環、ピリミジン環、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、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またはフェナンスロイミダゾール環である請求項１記載の発光素子。
【請求項３】
一般式（１）のＲ^{9}が一般式（２）で表される置換基であることを特徴とする請求項１または２記載の発光素子。
【請求項４】
一般式（２）のＸが酸素原子であることを特徴とする請求項１～３のいずれか記載の発光素子。
【請求項５】
一般式（３）のＲ^{29}、Ｒ^{30}、Ｒ^{33}およびＲ^{34}のうち少なくとも一つが炭素数１～６のアルキル基で置換されてい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。
【請求項６】
発光層がホスト材料とドーパント材料を主成分とし、一般式（１）または一般式（３）で表されるアントラセン化合物を含有する発光素子材料がホスト材料であることを特徴とする請求項１～５のいずれか記載の発光素子。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、蛍光色素や電荷輸送材として有用な発光素子材料およびこれを用いた発光素子であって、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。
【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、発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。
【０００３】
この研究は、イーストマンコダック社のＣ．Ｗ．Ｔａｎｇらによって有機薄膜素子が高輝度に発光することが示されて以来、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、発光層であるトリス（８－キノリノラート）アルミニウム（III）、そして陰極としてＭｇ：Ａｇ（合金）を順次設けたものであり、１０Ｖ程度の駆動電圧で１０００ｃｄ／ｍ^{2}の緑色発光が可能であった（非特許文献１参照）。
【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】
有機薄膜発光素子における最大の課題の一つは、素子の耐久性を高めることである。特に青色発光素子に関しては、耐久性が優れ、信頼性の高い素子を提供する青色発光材料は少ない。例えば、アントラセン化合物を青色発光素子に用いる技術が開示されている。種

々のアントラセン化合物（特許文献１～６参照）を用いた青色発光素子が報告されているが、いずれも耐久性が不十分であった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００６】

【特許文献１】特開平１１－２９７４７３号公報（特許請求の範囲）

【特許文献２】特開２０００－２７３０５６号公報（特許請求の範囲）

【特許文献３】特開２００２－２６０８６１号公報（請求項４）

【特許文献４】特開２００３－１２８６５１号公報（特許請求の範囲）

【特許文献５】特開２００３－３０６４５４号公報（請求項１、００３９段）

【特許文献６】特開２００４－２３５１号公報（請求項１、００４９～００５０段）

【非特許文献】

【０００７】

【非特許文献１】アプライド　フィジックス　レターズ（Ａｐｐｌｉｅｄ　Ｐｈｙｓｉｃｓ　Ｌｅｔｔｅｒｓ）（米国）１９８７年、５１巻、１２号、ｐ．９１３－９１５

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００８】

上述のように、従来の有機薄膜発光素子では、発光効率が高く、かつ耐久性に優れた青色発光素子が提供されていなかった。そこで本発明は、従来技術の問題を解決し、発光効率が高く、かつ耐久性に優れた青色発光素子を可能にする発光素子材料、およびこれを用いた発光素子を提供することを目的とする。

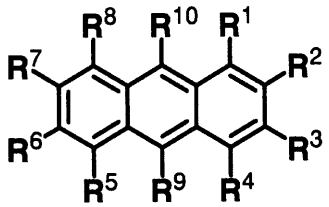
【課題を解決するための手段】

【０００９】

本発明は陽極と陰極の間に少なくとも発光層および電子輸送層が存在し、電気エネルギーにより発光する発光素子であって、発光層が下記一般式（１）または一般式（３）で表されるアントラセン化合物を含有し、電子輸送層が、電子受容性窒素を含み、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発光素子である。

【００１０】

【化１】



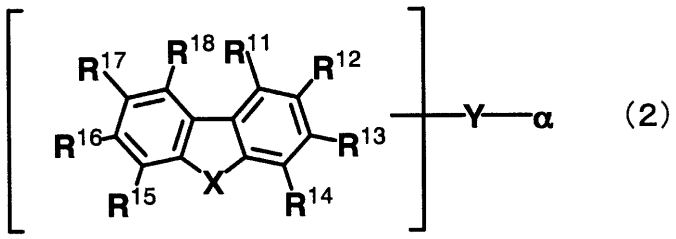
(1)

【００１１】

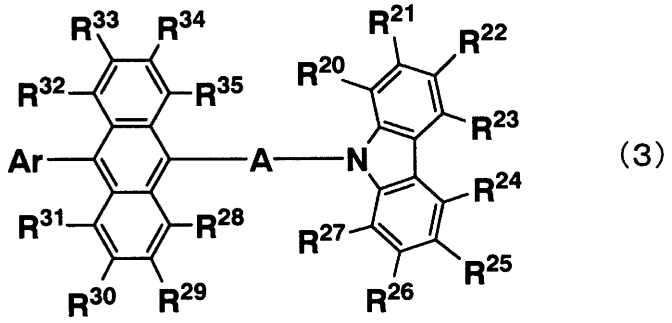
（Ｒ１～Ｒ１０はそれぞれ同じでも異なっていてもよく、水素、アルキル基、アルコキシ基、アリール基、ヘテロアリール基の中から選ばれる。但し、Ｒ１～Ｒ１０のうち少なくとも一つは、下記一般式（２）

【００１２】

【化２】

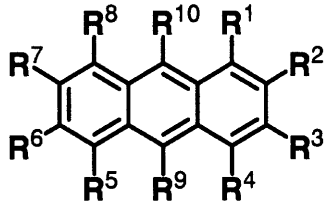


【００１３】
（Ｒ１１～Ｒ１８はそれぞれ同じでも異なっていてもよく、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、フェニル基、ナフチル基、ヘテロアリール基の中から選ばれる。Ｘは酸素原子または硫黄原子を表し、Ｙは単結合、アリーレン基、ヘテロアリーレン基の中から選ばれる。Ｒ１１～Ｒ１８のうちいずれか一つはＹとの連結に用いられ、αはアントラセン骨格との連結に用いられる。）で表される置換基である。）
【００１４】
【化３】



【００１５】
（Ｒ２０～Ｒ３５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、アルコキシ基、アルキルチオ基、フェニル基、ナフチル基の中から選ばれる。Ａは置換基を有しないフェニレン基、または、炭素数が１以上６以下のアルキル基、炭素数が１以上６以下のアルコキシ基の中から選ばれる基で置換されたフェニレン基である。Ａｒは置換基を有しないフェニル基、アルキル置換フェニル基、アルコキシ置換フェニル基、アリール置換フェニル基、置換基を有しないナフチル基、アルキル置換ナフチル基、アルコキシ置換ナフチル基の中から選ばれる。）
【発明の効果】
【００１６】
本発明は、発光素子等に利用可能で、薄膜安定性に優れた発光素子材料を提供できる。さらに本発明によれば、高い発光効率と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】
【００１７】
本発明における一般式（１）または一般式（３）で表されるアントラセン化合物について詳細に説明する。
【００１８】

【化４】



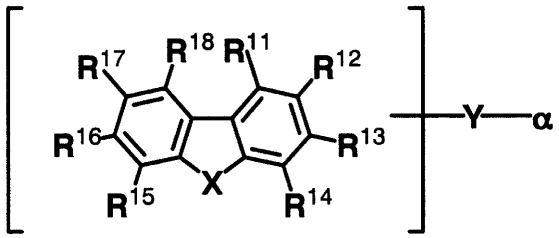
(1)

【００１９】

Ｒ１～Ｒ１０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、アルコキシ基、アリール基、ヘテロアリール基の中から選ばれる。但し、Ｒ１～Ｒ１０のうち少なくとも一つは、下記一般式（２）

【００２０】

【化５】



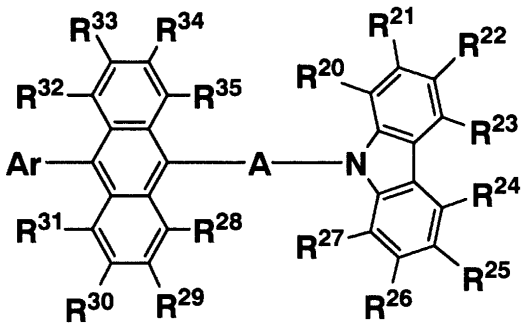
(2)

【００２１】

（Ｒ１１～Ｒ１８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、アルコキシ基、フェニル基、ナフチル基、ヘテロアリール基の中から選ばれる。Ｘは酸素原子または硫黄原子を表し、Ｙ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。Ｒ１１～Ｒ１８のうちいずれか一つはＹとの連結に用いられ、αはアントラセン骨格との連結に用いられる。）で表される置換基である。

【００２２】

【化６】



(3)

【００２３】

Ｒ２０～Ｒ３５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、アルコキシ基、アルキルチオ基、フェニル基、ナフチル基の中から選ばれる。Ａは置換基を有しないフェニレン基、または、炭素数が１以上６以下のアルキル基、炭素数が１以上６以下のアルコキシ基の中から選ばれる基で置換されたフェニレン基である。Ａｒは置換基を有しないフェニル基、アルキル置換フェニル基、アルコキシ置換フェニル基、アリール置換フェニル基、置換基を有しないナフチル基、アルキル置換ナフチル基、アルコキシ置換ナフチル基の中から選ばれる。

【００２４】

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。

【００２５】

また、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。

【００２６】

また、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。

【００２７】

また、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。

【００２８】

また、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。

【００２９】

また、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。

【００３０】

また、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。

【００３１】

また、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。

【００３２】

また、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。

【００３３】

また、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。

【００３４】

また、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。

【００３５】

また、ヘテロアリール基とは、例えば、フラニル基、チオフェニル基、オキサゾリル基、ピリジル基、キノリニル基、カルバゾリル基などの炭素以外の原子を環内に有する芳香族基を示し、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。

【００３６】

ハロゲン原子とは、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素を示す。

【００３７】

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、ホスフィンオキサイド基は、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。

【００３８】

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。

【００３９】

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（３）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６～１２の範囲である。

【００４０】

ヘテロアリーレン基とは、フラニル基、チオフェニル基、オキサゾリル基、ピリジル基、キノリニル基、カルバゾリル基など、炭素の他に炭素以外の原子を有する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いが、通常、２～３０の範囲である。

【００４１】

また、アルキル置換フェニル基とは、上述のアルキル基で置換されたフェニル基を示し、アルキル基の数は１以上５以下の範囲であり、アルキル基の種類は同一でも異なっていてもよい。

【００４２】

また、アルコキシ置換フェニル基とは、上述のアルコキシ基で置換されたフェニル基を示し、アルコキシ基の数は１以上５以下の範囲であり、アルコキシ基の種類は同一でも異なっていてもよい。

【００４３】

また、アリール置換フェニル基とは、上述のアリール基で置換されたフェニル基を示し、アリール基の数は１以上５以下の範囲であり、アリール基の種類は同一でも異なっていてもよい。アリール基の炭素数は特に限定されないが、６以上１２以下の範囲が好ましい。

【００４４】

また、アルキル置換ナフチル基とは、上述のアルキル基で置換されたナフチル基を示し、アルキル基の数は１以上７以下の範囲である。

【００４５】

また、アルコキシ置換ナフチル基とは、上述のアルコキシ基で置換されたナフチル基を示し、アルコキシ基の数は１以上７以下の範囲である。

【００４６】

また、アリール置換ナフチル基とは、上述のアリール基で置換されたナフチル基を示し、アリール基の数は１以上７以下の範囲である。

【００４７】

また、アルキル置換フェナントリル基とは、上述のアルキル基で置換されたナフチル基を示し、アルキル基の数は１以上９以下の範囲である。

【００４８】

また、アルコキシ置換フェナントリル基とは、上述のアルコキシ基で置換されたフェナントリル基を示し、アルコキシ基の数は１以上９以下の範囲である。

【００４９】

また、アリール置換フェナントリル基とは、上述のアリール基で置換されたフェナントリル基を示し、アリール基の数は１以上７以下の範囲である。

【００５０】

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電子供与性縮合芳香族であるジベンゾフラン骨格またはジベンゾチオフェン骨格とを有することにより、高い薄膜安定性と優れた耐熱性を有している。中でも一般式（２）のR^{11}～R^{18}が、水素、アルキル基、シクロアルキル基、アルコキシ基、フェニル基、ナフチル基、ヘテロアリール基の中から選ばれる少なくとも一つであることにより、薄膜安定性が向上するため、発光効率が高く、かつ耐久性に優れた発光素子が可能となる。

【００５１】

また、一般式（１）で表されるアントラセン化合物において、原料の入手性や合成の容易さから、R^{9}が一般式（２）で表される置換基であることが好ましい。さらに、一般式（２）のＸが酸素原子であると、より高い発光効率が得られるため好ましい。

【００５２】

さらに、一般式（１）のR^{1}～R^{10}に導入される一般式（２）以外の置換基のうち少なくとも一つ、もしくは一般式（２）のR^{11}～R^{18}に導入される置換基のうち少なくとも一つが電子供与性置換基であることが、電荷輸送性や耐久性の点から好ましい。電子供与性置換基は、メチル基、ｔ－ブチル基などのアルキル基、メトキシ基などのアルコキシ基、フラン、ベンゾフラン、ジベンゾフラン、チオフェン、ベンゾチオフェン、ジベンゾチオフェン、ピロール、インドールおよびカルバゾールなどのヘテロアリール基などが好ましく用いられる。

【００５３】

本発明の一般式（３）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電子供与性縮合芳香族であるカルバゾール骨格を有し、かつアントラセン骨格とカルバゾール骨格がヘテロアリーレン基または炭素数６～１２のアリーレン基で連結されていることにより、高い薄膜安定性と優れた耐熱性を有している。ここで、R^{19}～R^{27}のうちいずれか１つおよびR^{28}～R^{37}のうちいずれか１つはＡとの連結に用いられるが、原料の入手性や合成の容易さから、R^{19}およびR^{36}またはR^{37}がＡとの連結に用いられることが好ましい。

【００５４】

また、一般式（３）において、Ａが置換基を有しないフェニレン基、または、炭素数が１以上６以下のアルキル基、炭素数が１以上６以下のアルコキシ基の中から選ばれる基で置換されたフェニレン基、もしくは置換基を有しないナフチレン基、または、炭素数が１以上６以下のアルキル基、炭素数が１以上６以下のアルコキシ基の中から選ばれる基で置換されたナフチレン基であること、R^{36}またはR^{37}が置換基を有しないフェニル基、アルキル置換フェニル基、アルコキシ置換フェニル基、アリール置換フェニル基、置換基を有しないナフチル基、アルキル置換ナフチル基、アルコキシ置換ナフチル基の中から選ばれること、R^{29}、R^{30}、R^{33}およびR^{34}のうち少なくとも一つが炭素数１～６のアルキル基で置換されていることが、電荷輸送性や薄膜安定性の点から好ましい。

【００５５】

本発明の一般式（１）または（３）で表されるアントラセン化合物はアモルファス薄膜

形成性と耐熱性に優れるため、発光素子材料として用いることにより、発光効率が高く、かつ耐久性に優れた発光素子が可能となる。

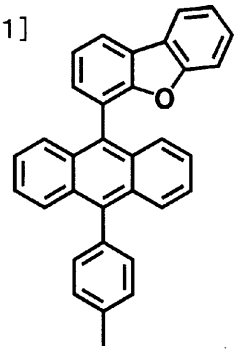
【００５６】

上記のような一般式（１）または（３）で表されるアントラセン化合物として、特に限定されないが、具体的には以下のような例が挙げられる。

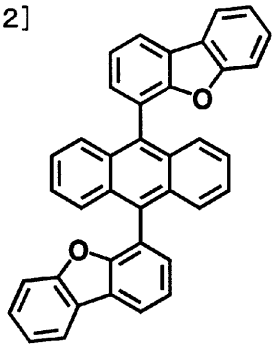
【００５７】

【化７】

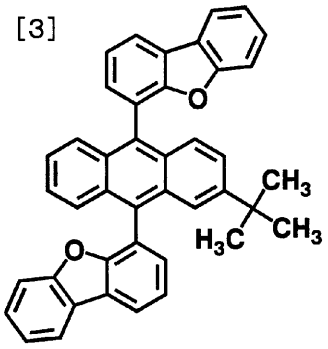
[1]



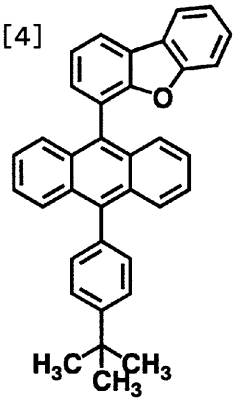
[2]



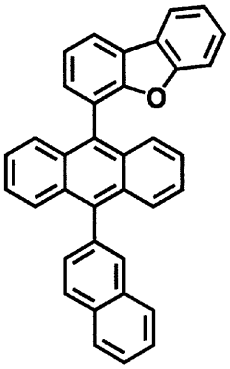
[3]



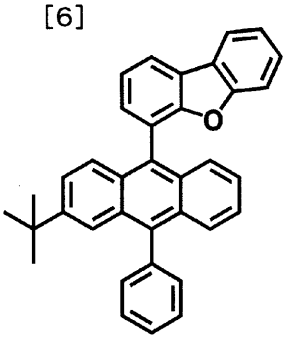
[4]



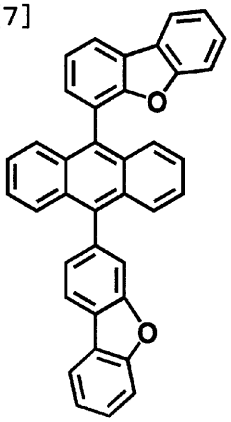
[5]



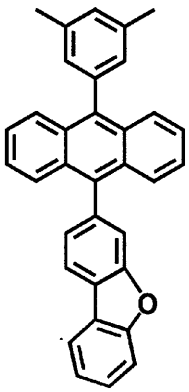
[6]



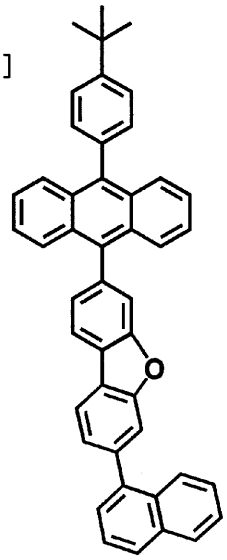
[7]



[8]



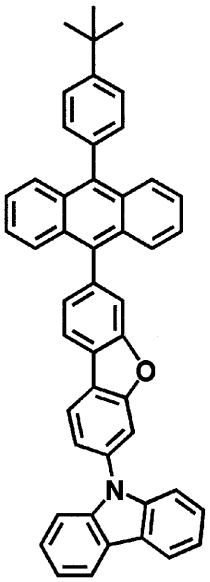
[9]



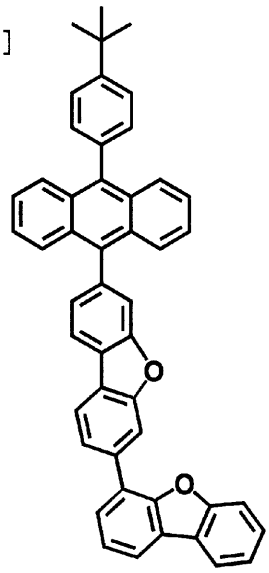
【００５８】

【化８】

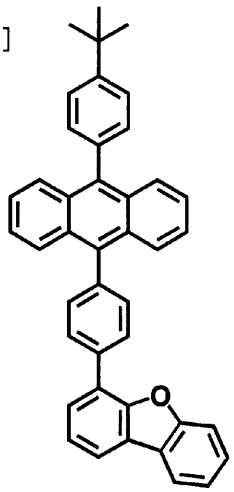
[10]



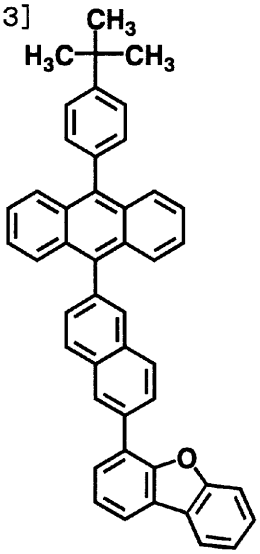
[11]



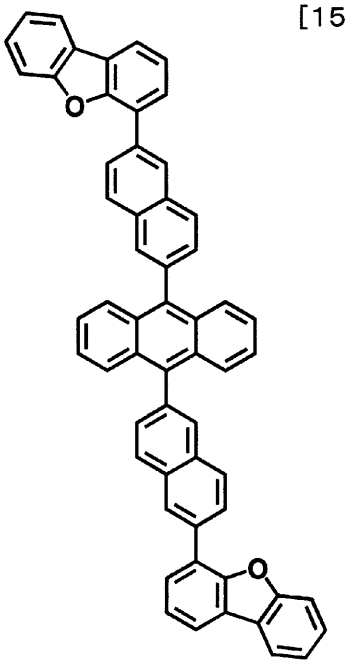
[12]



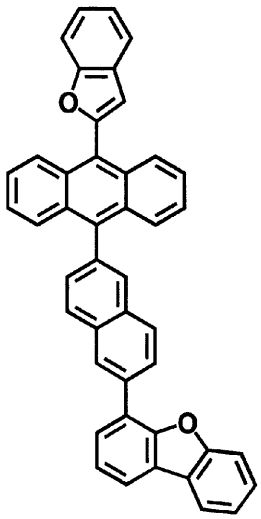
[13]



[14]



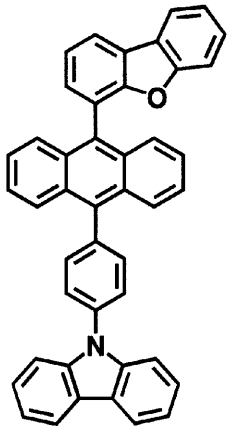
[15]



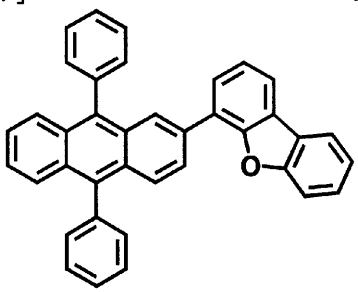
【００５９】

【化９】

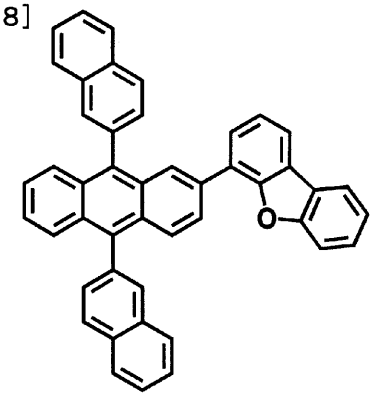
[16]



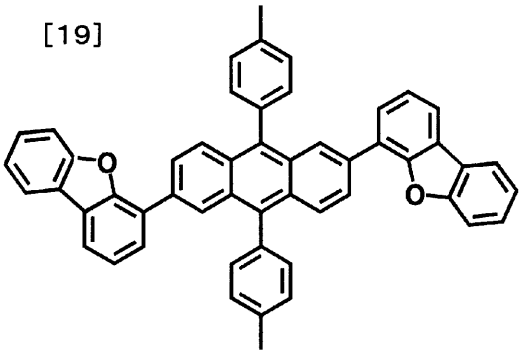
[17]



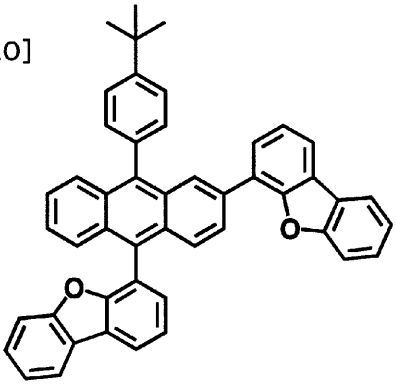
[18]



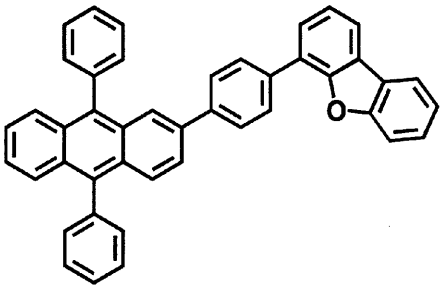
[19]



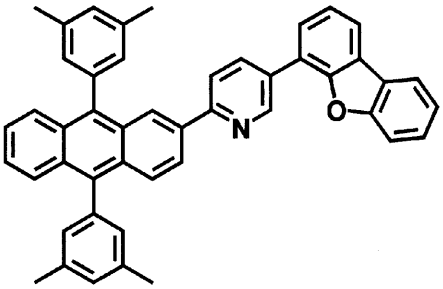
[20]



[21]



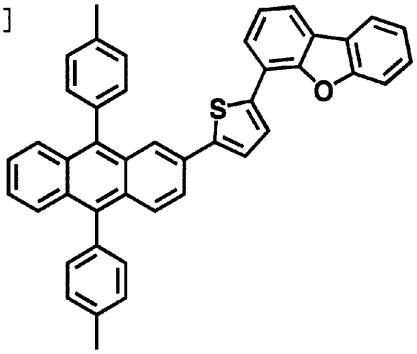
[22]



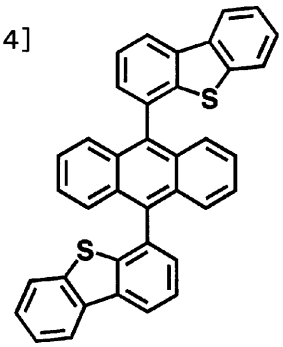
【００６０】

【化１０】

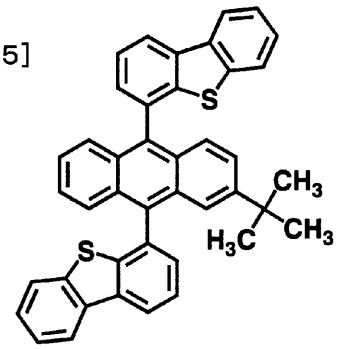
[23]



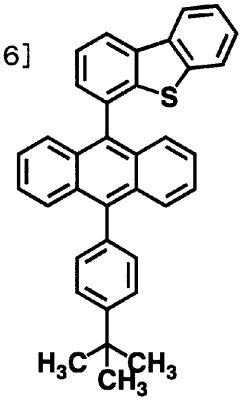
[24]



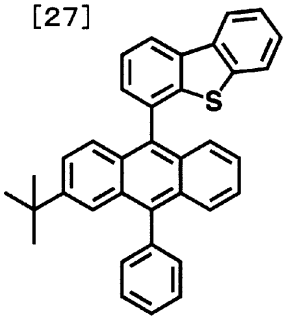
[25]



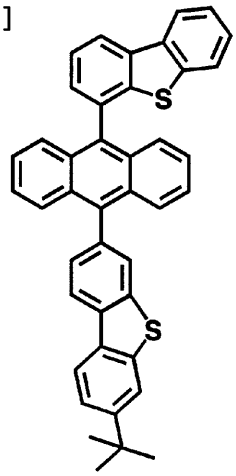
[26]



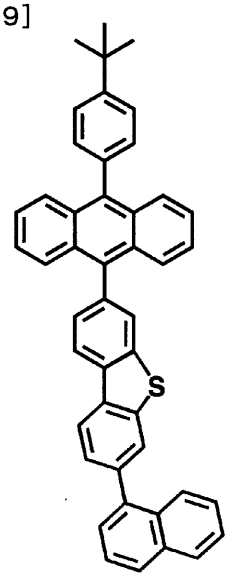
[27]



[28]



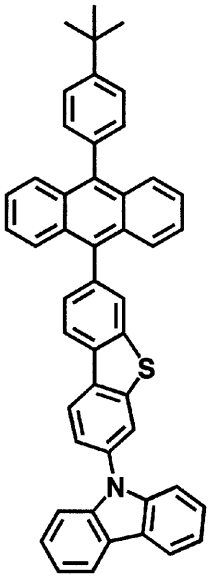
[29]



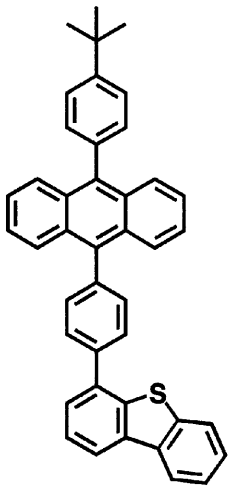
【００６１】

【化１１】

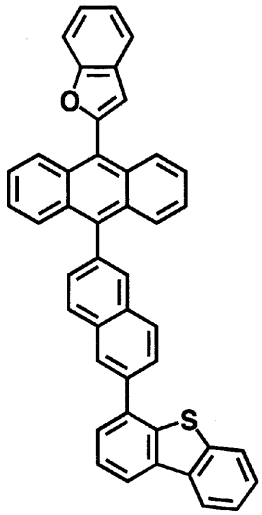
[30]



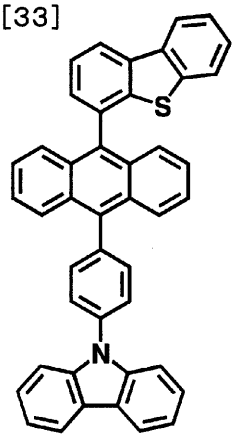
[31]



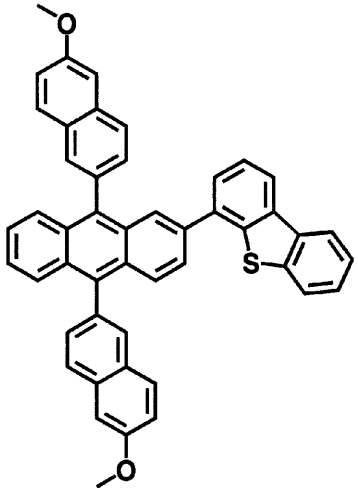
[32]



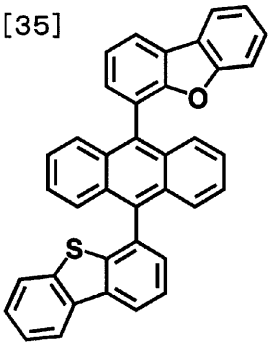
[33]



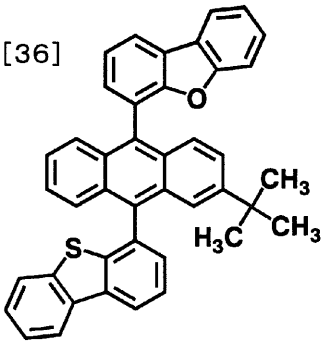
[34]



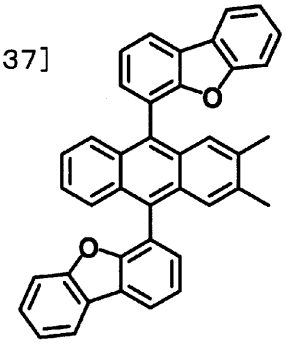
[35]



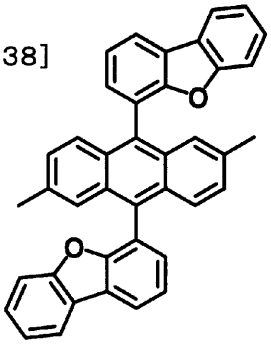
[36]



[37]



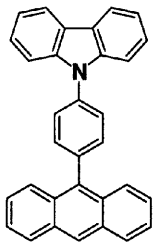
[38]



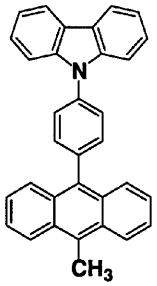
【００６２】

【化１２】

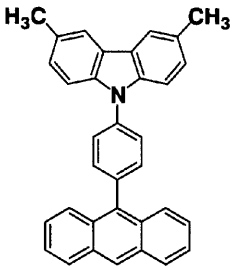
[39]



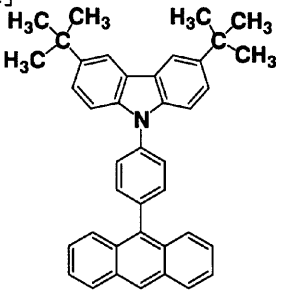
[40]



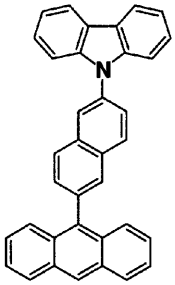
[41]



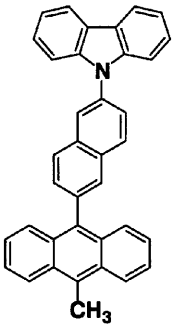
[42]



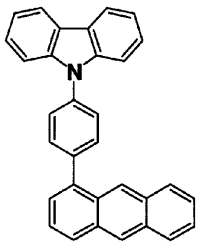
[43]



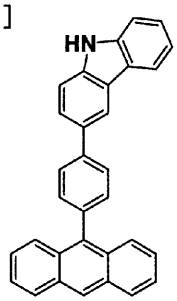
[44]



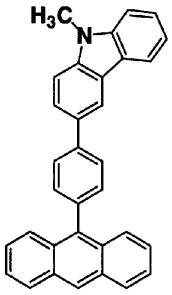
[45]



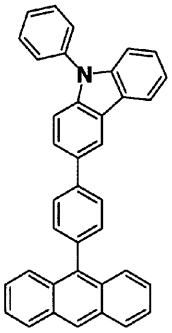
[46]



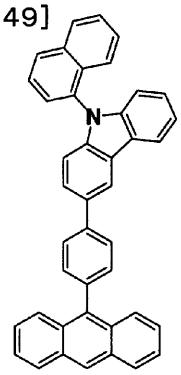
[47]



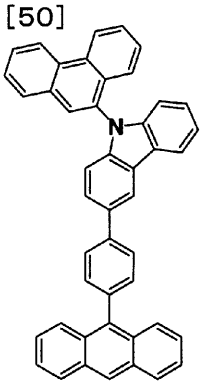
[48]



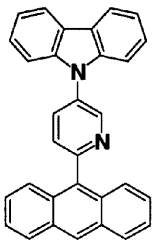
[49]



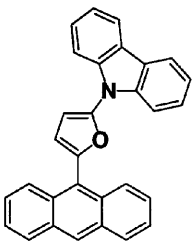
[50]



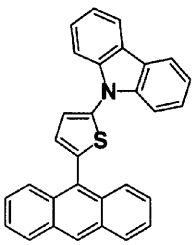
[51]



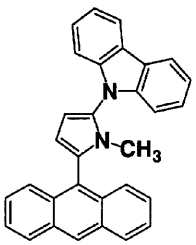
[52]



[53]



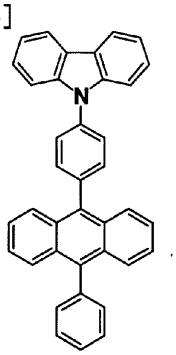
[54]



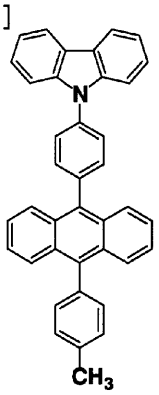
【００６３】

【化１３】

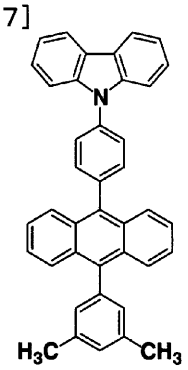
[55]



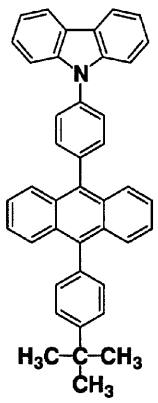
[56]



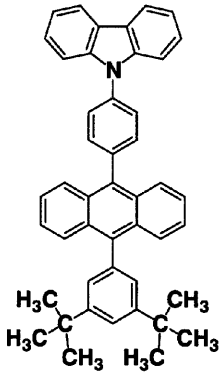
[57]



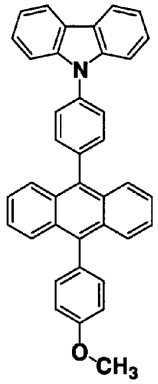
[58]



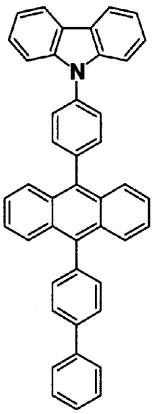
[59]



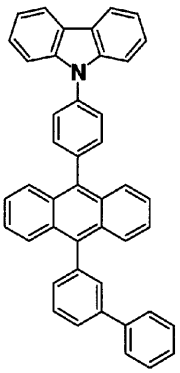
[60]



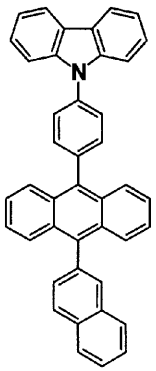
[61]



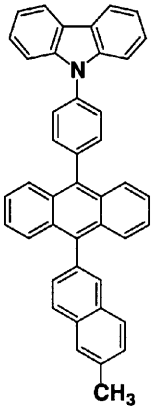
[62]



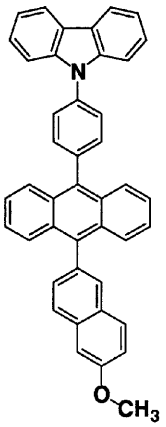
[63]



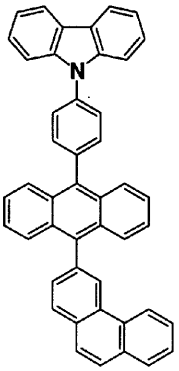
[64]



[65]



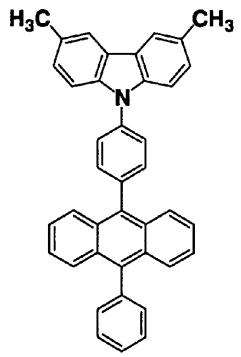
[66]



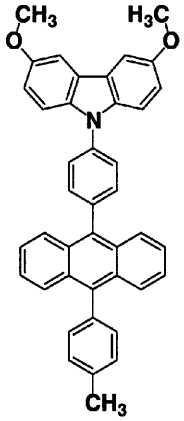
【００６４】

【化１４】

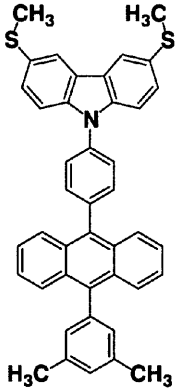
[67]



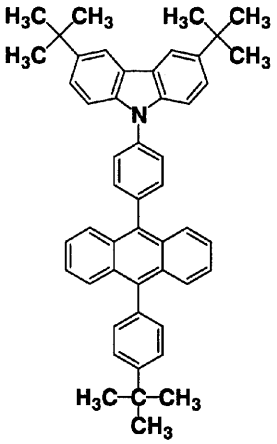
[68]



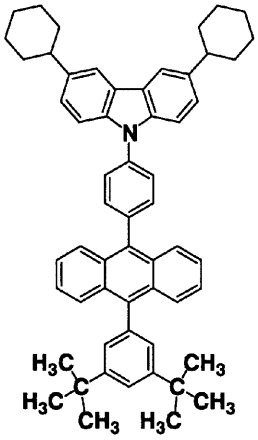
[69]



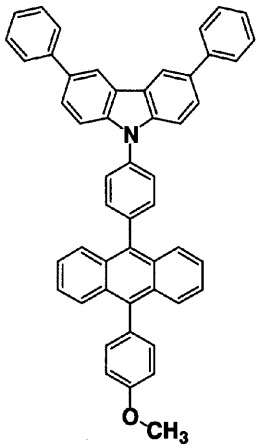
[70]



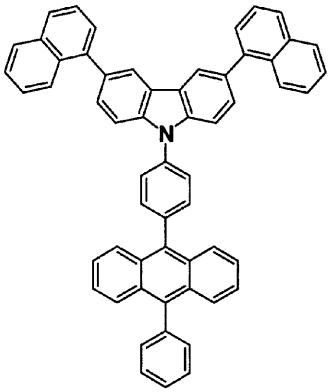
[71]



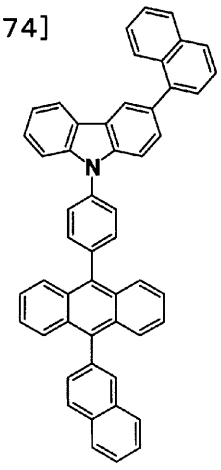
[72]



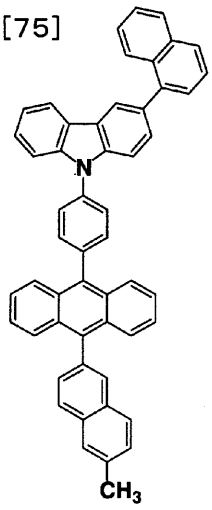
[73]



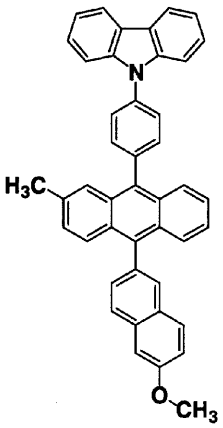
[74]



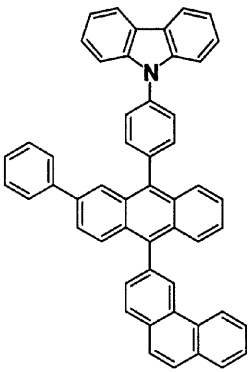
[75]



[76]



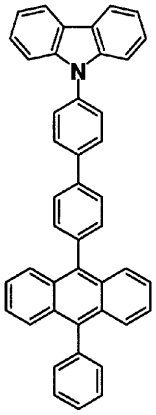
[77]



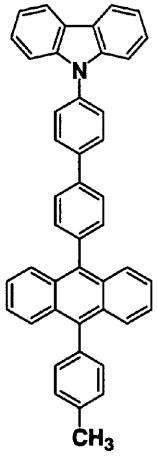
【００６５】

【化１５】

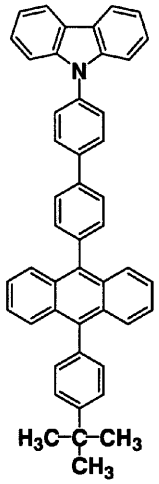
[78]



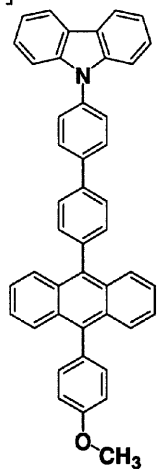
[79]



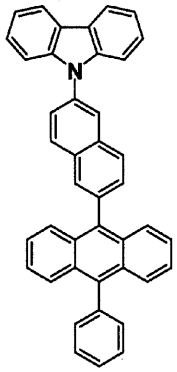
[80]



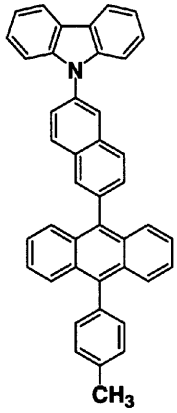
[81]



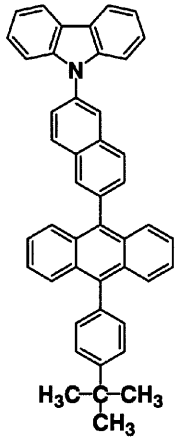
[82]



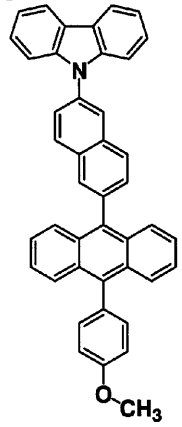
[83]



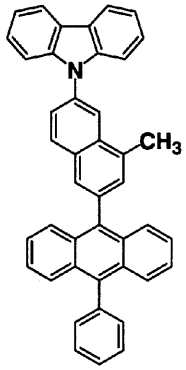
[84]



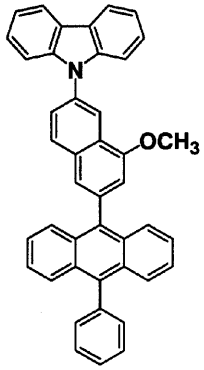
[85]



[86]



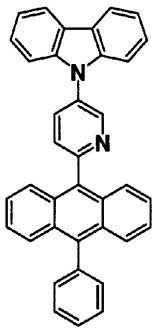
[87]



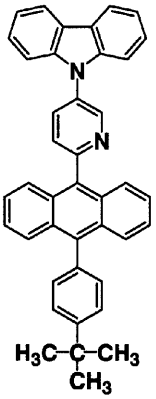
【００６６】

【化１６】

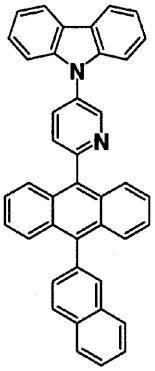
[88]



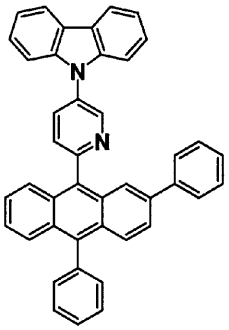
[89]



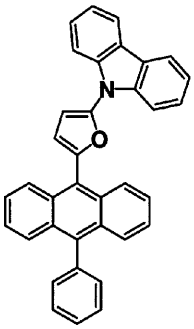
[90]



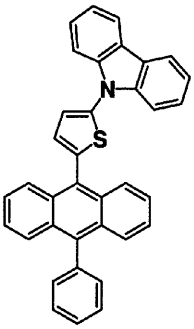
[91]



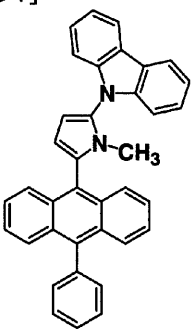
[92]



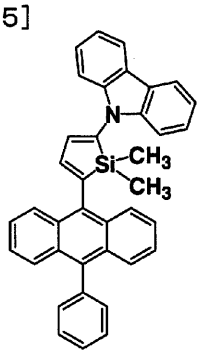
[93]



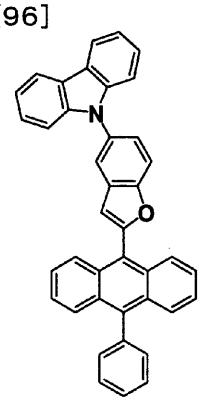
[94]



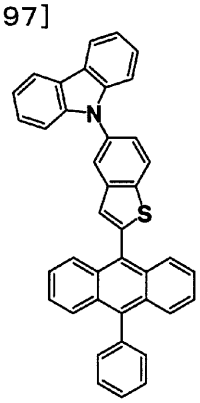
[95]



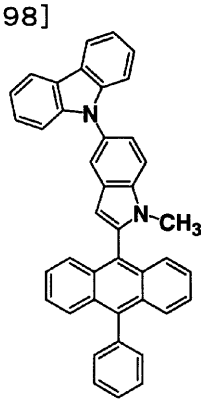
[96]



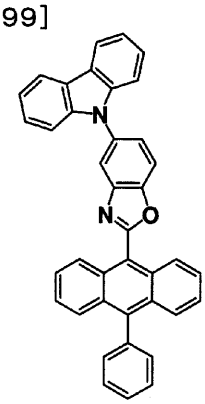
[97]



[98]



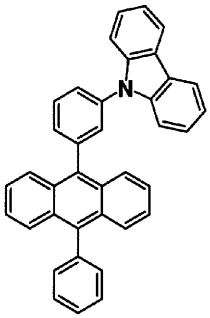
[99]



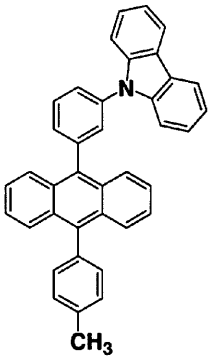
【００６７】

【化１７】

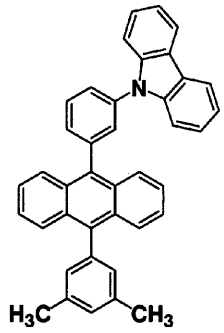
[100]



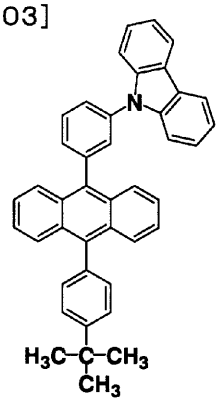
[101]



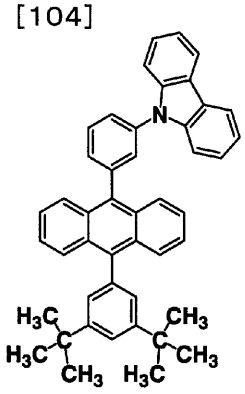
[102]



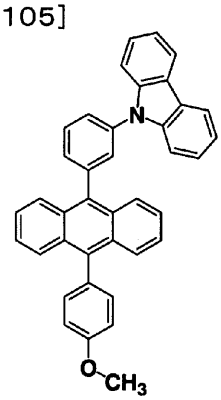
[103]



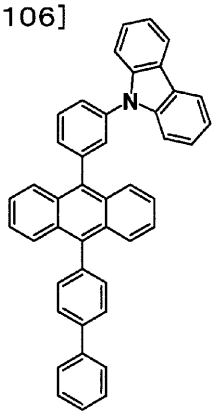
[104]



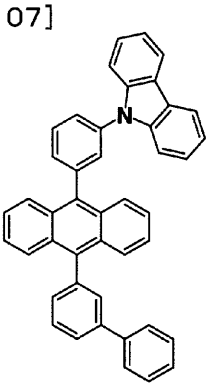
[105]



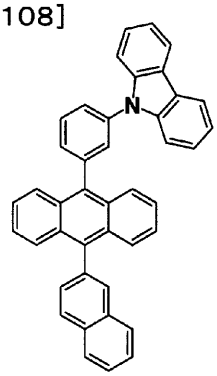
[106]



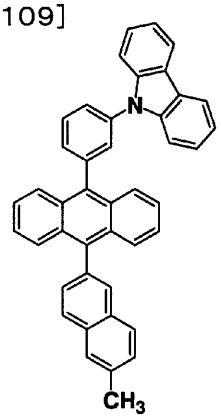
[107]



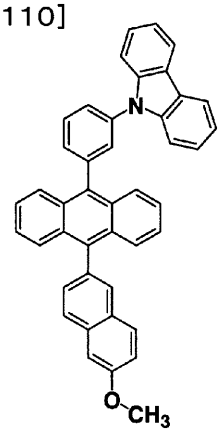
[108]



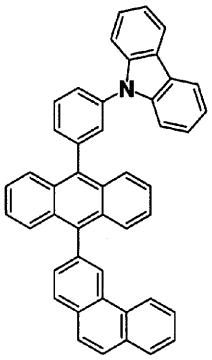
[109]



[110]



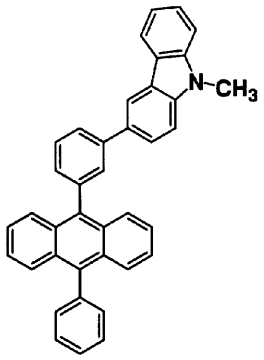
[111]



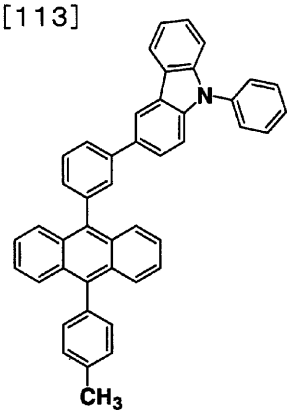
【００６８】

【化１８】

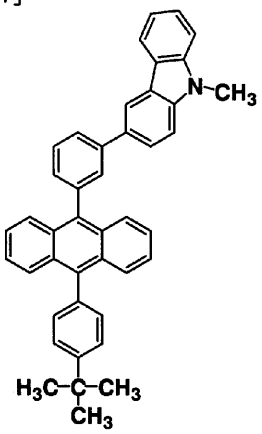
[112]



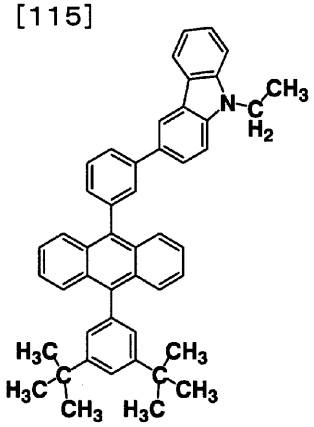
[113]



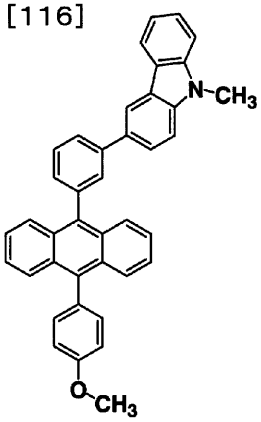
[114]



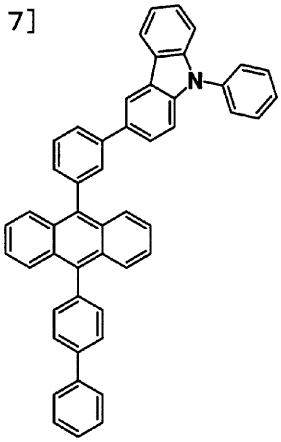
[115]



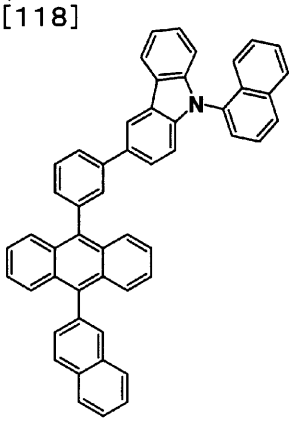
[116]



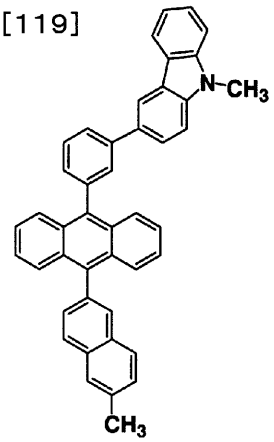
[117]



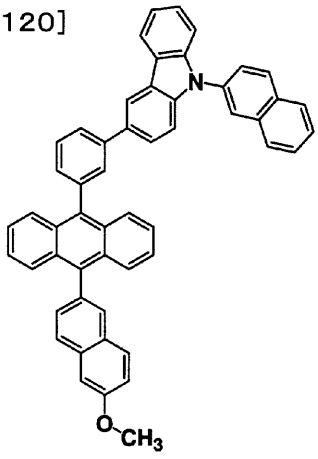
[118]



[119]



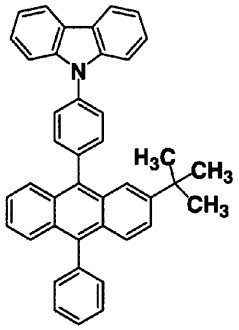
[120]



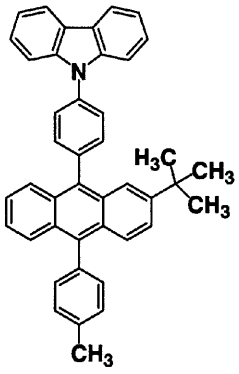
【００６９】

【化１９】

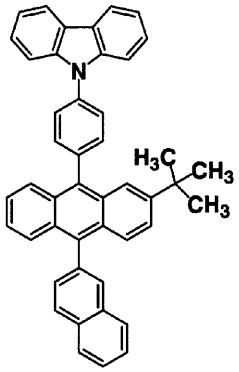
[121]



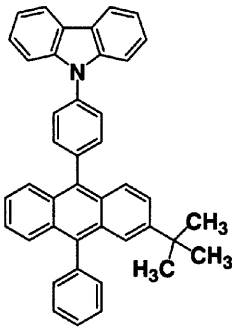
[122]



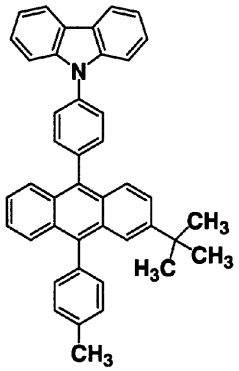
[123]



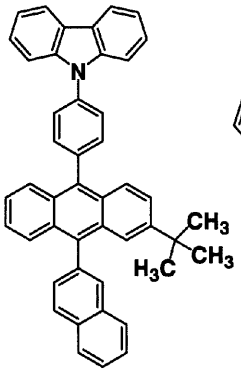
[124]



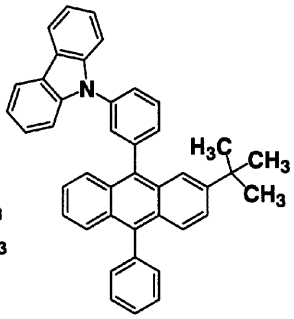
[125]



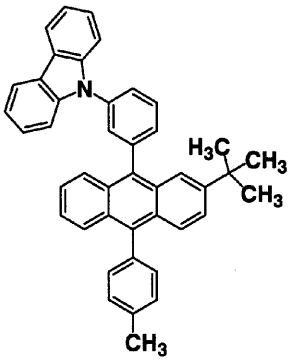
[126]



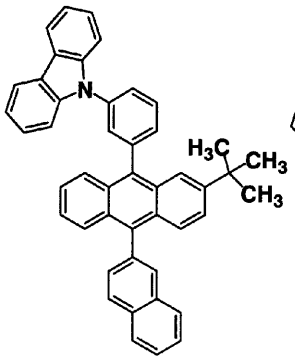
[127]



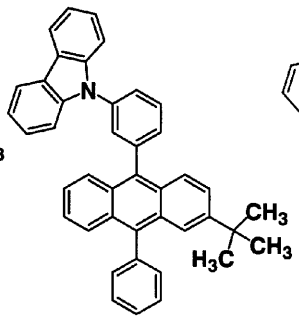
[128]



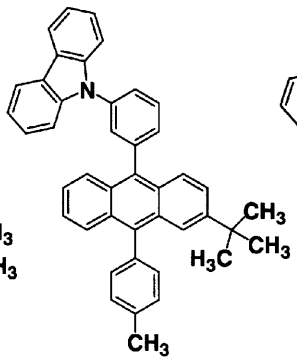
[129]



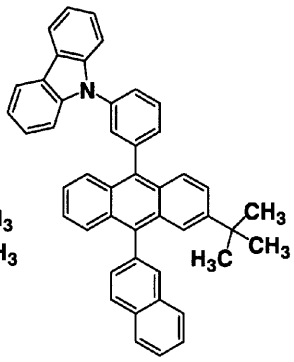
[130]



[131]



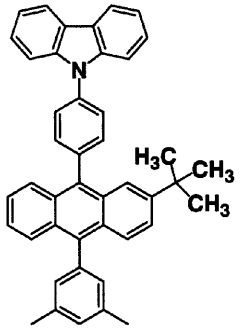
[132]



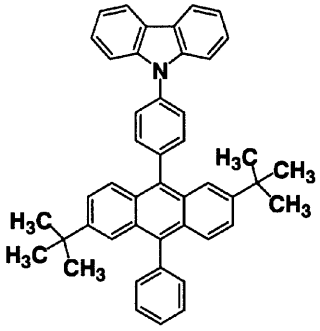
【００７０】

【化２０】

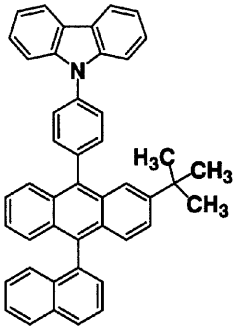
[133]



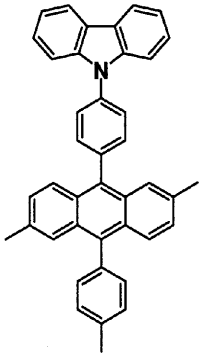
[134]



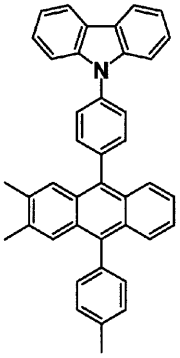
[135]



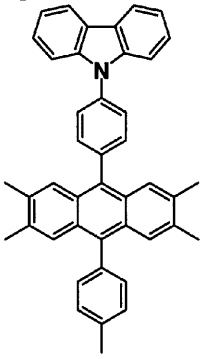
[136]



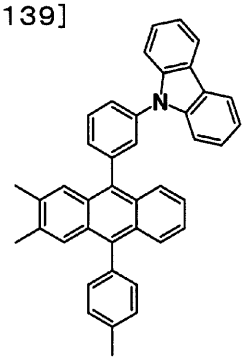
[137]



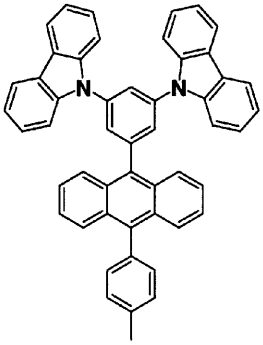
[138]



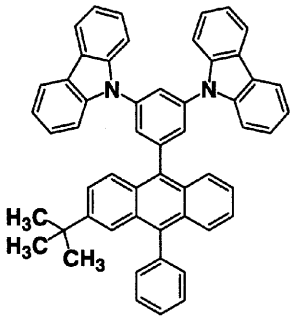
[139]



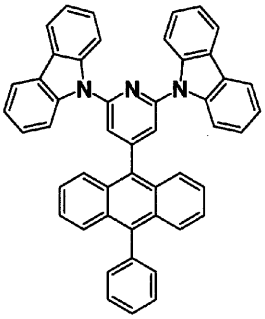
[140]



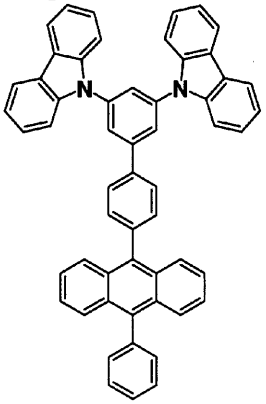
[141]



[142]



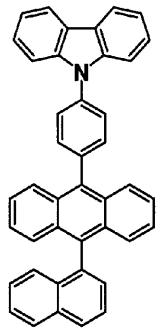
[143]



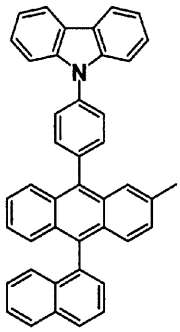
【００７１】

【化２１】

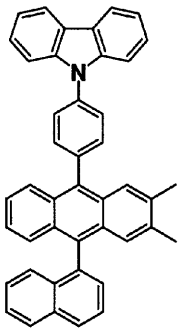
[144]



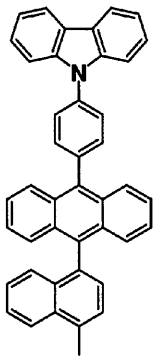
[145]



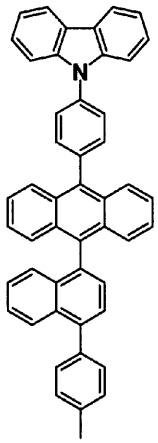
[146]



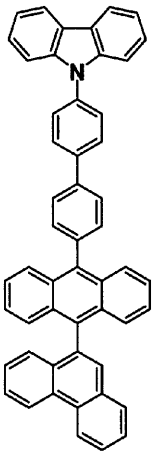
[147]



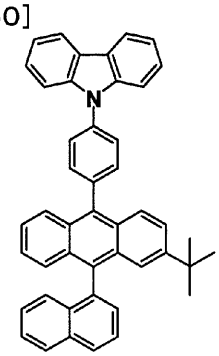
[148]



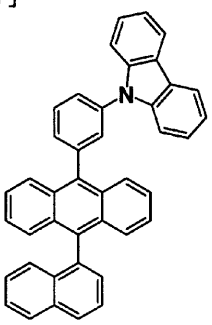
[149]



[150]



[151]



【００７２】

一般式（１）または（３）で表されるアントラセン化合物の合成には、公知の方法を使用することができる。アントラセン骨格へアリール基もしくはヘテロアリール基を導入する方法は、例えば、ハロゲン化アントラセンとアリールもしくはヘテロアリール金属試薬によるパラジウムやニッケル触媒下でのカップリング反応を用いる方法、アセチル基置換アントラセンと芳香族アミノアルデヒドとの脱水縮合反応を用いる方法などが挙げられるが、これらに限定されない。また、アントラセン骨格にアリールカルバゾリル基を導入する方法は、パラジウム触媒やニッケル触媒下でのハロゲン化アントラセンとアリールカルバゾールボロン酸のカップリング反応や、パラジウム触媒やニッケル触媒下でのアントラセンボロン酸とハロゲン化アリールカルバゾールのカップリング反応を用いる方法、そしてアントラセン骨格にハロゲン化アリール基を導入した後、パラジウム触媒や銅触媒下でカルバゾールとのカップリング反応を用いる方法などが挙げられる。

【００７３】

次に、本発明における発光素子の実施形態について例をあげて詳細に説明する。本発明

の発光素子は、少なくとも陽極と陰極、およびそれら陽極と陰極との間に介在する発光素子材料からなる有機層とで構成されている。

【００７４】

本発明で用いられる陽極は、正孔を有機層に効率よく注入できる材料であれば特に限定されないが、比較的仕事関数の大きい材料を用いるのが好ましく、例えば、酸化錫、酸化インジウム、酸化亜鉛インジウム、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ーなどが挙げられる。これらの電極材料は、単独で用いてもよいが、複数の材料を積層または混合して用いてもよい。

【００７５】

陽極の抵抗は、発光素子の発光に十分な電流が供給できればよく、発光素子の消費電力の点からは低抵抗であることが望ましい。例えば、３００Ω／□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１０Ω／□程度の基板の供給も可能になっていることから、１００Ω／□以下の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１００～３００ｎｍの間で用いられることが多い。

【００７６】

また、発光素子の機械的強度を保つために、発光素子を基板上に形成することが好ましい。基板は、ソーダガラスや無アルカリガラスなどのガラス基板が好適に用いられる。ガラス基板の厚みは、機械的強度を保つのに十分な厚みがあればよいので、０．５ｍｍ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、SiO_2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もできる。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特に制限を受けるものではない。

【００７７】

本発明で用いられる陰極に用いられる材料は、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らびにこれらの合金などが挙げられる。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いため、有機層に微量のリチウムやマグネシウム（真空蒸着の膜厚計表示で１ｎｍ以下）をドーピングして安定性の高い電極を得る方法が好ましい例として挙げることができる。また、フッ化リチウムのような無機塩の使用も可能である。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、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、ポリ塩化ビニル、炭化水素系高分子化合物などの有機高分子化合物を積層することが、好ましい例として挙げられる。これらの電極の作製法は、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。

【００７８】

本発明の発光素子は、有機層が一般式（１）または（３）で表されるアントラセン化合物を含む発光素子材料により形成される。発光素子材料とは、自ら発光するもの、および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、発光材料および電子輸送材料などが該当する。

【００７９】

本発明の発光素子を構成する有機層は、少なくとも発光素子材料を有する発光層から構

成される。有機層の構成例は、発光層のみからなる構成の他に、１）正孔輸送層／発光層／電子輸送層および、２）発光層／電子輸送層、３）正孔輸送層／発光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、複数層のいずれでもよい。正孔輸送層および電子輸送層が複数層を有する場合、電極に接する側の層をそれぞれ正孔注入層および電子注入層と呼ぶことがあるが、以下の説明では正孔注入材料は正孔輸送材料に、電子注入材料は電子輸送材料にそれぞれ含まれる。

【００８０】

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または混合する方法、もしくは、正孔輸送材料と高分子結着剤の混合物を用いる方法により形成される。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正孔輸送層を形成してもよい。正孔輸送材料は、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れば特に限定されない。例えば、４，４’－ビス（Ｎ－（３－メチルフェニル）－Ｎ－フェニルアミノ）ビフェニル、４，４’－ビス（Ｎ－（１－ナフチル）－Ｎ－フェニルアミノ）ビフェニル、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－アリルカルバゾール）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、フタロシアニン誘導体、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、ポリチオフェン、ポリアニリン、ポリフルオレン、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。い。

【００８１】

本発明において、発光層は単一層、複数層のどちらでもよく、いずれもホスト材料およびドーパント材料を主成分とする発光材料により形成される。発光材料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、各発光層において、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２０重量％以下で用いることが好ましく、さらに好ましくは１０重量％以下である。ドーピング方法は、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。

【００８２】

一般式（１）または（３）で表されるアントラセン化合物は本発明の発光素子の発光材料として好適に用いられる。また、本発明の発光素子材料は、青色領域に強い発光を示すことから、青色発光材料として好適に用いられるが、緑色～赤色発光素子や白色発光素子用の材料としても用いることができる。本発明のアントラセン化合物はドーパント材料として用いてもよいが、薄膜安定性に優れることから、ホスト材料として好適に用いられる。

【００８３】

本発明の一般式（１）または（３）で表されるアントラセン化合物のイオン化ポテンシャルは、特に限定されないが、好ましくは４．６ｅＶ以上６．０ｅＶ以下であり、より好ましくは４．８ｅＶ以上５．８ｅＶ以下である。なお、イオン化ポテンシャルの絶対値は測定方法により異なる場合があるが、本発明のイオン化ポテンシャルは、大気雰囲気型紫外線光電子分析装置（ＡＣ－１、理研機器（株）製）を用いて、ＩＴＯガラス基板上に３０ｎｍ～１００ｎｍの厚さに蒸着した薄膜を測定した値である。

【００８４】

本発明で用いられるホスト材料は、本発明の一般式（１）または（３）で表されるアン

トラセン化合物一種のみに限る必要はなく、本発明の複数のアントラセン化合物を混合して用いたり、その他のホスト材料の一種類以上を本発明のアントラセン化合物と混合して用いてもよい。混合しうるホスト材料としては、発光体であるアントラセンやピレンなどの縮合環誘導体、Ｎ，Ｎ’－ジナフチル－Ｎ，Ｎ’－ジフェニル－４，４’－ジフェニル－１，１’－ジアミンなどの芳香族アミン誘導体、トリス（８－キノリナート）アルミニウム（III）をはじめとする金属キレート化オキシノイド化合物、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、インデン誘導体、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、カルバゾール誘導体、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、ポリフルオレン誘導体、ポリビニルカルバゾール誘導体、ポリチオフェン誘導体が好適に用いられる。

【００８５】

発光材料に含有されるドーパント材料は、特に限定されないが、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、インデンなどのアリール環を有する化合物やその誘導体（例えば２－（ベンゾチアゾール－２－イル）－９，１０－ジフェニルアントラセンや５，６，１１，１２－テトラフェニルナフタセンなど）、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’－スピロビシラフルオレン、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ヘテロアリール環を有する化合物やその誘導体、ジスチリルベンゼン誘導体、４，４’－ビス（２－（４－ジフェニルアミノフェニル）エテニル）ビフェニル、４，４’－ビス（Ｎ－（スチルベン－４－イル）－Ｎ－フェニルアミノ）スチルベンなどのアミノスチリル誘導体、芳香族アセチレン誘導体、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、ピロメテン誘導体、ジケトピロロ［３，４－ｃ］ピロール誘導体、２，３，５，６－１Ｈ，４Ｈ－テトラヒドロ－９－（２’－ベンゾチアゾリル）キノリジノ［９，９ａ，１－ｇｈ］クマリンなどのクマリン誘導体、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。中でも、電子受容性置換基を有する縮合芳香環誘導体をドーパントとして用いると、本発明のアントラセン化合物が有する薄膜安定性の効果がより顕著になるため、好ましい。具体的には、１－（ベンゾオキサゾール－２－イル）－３，８－ビス（４－メチルフェニル）ピレンに代表されるベンゾアゾール基を有するピレン化合物が特に好ましいドーパントとして挙げられる。

【００８６】

本発明において、電子輸送層とは、陰極から電子が注入され、さらに電子を輸送する層である。電子輸送層には、電子注入効率が高く、注入された電子を効率良く輸送することが望まれる。そのため電子輸送層は、電子親和力が大きく、しかも電子移動度が大きく、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構成されることが望ましい。しかしながら、正孔と電子の輸送バランスを考えた場合に、電子輸送層が陽極からの正孔が再結合せずに陰極側へ流れるのを効率よく阻止できる役割を主に果たすならば、電子輸送能力がそれ程高くない材料で構成されていても、発光効率を向上させる効果は電子輸送能力が高い材料で構成されている場合と同等となる。したがって、本発明における電子輸送層には、正孔の移動を効率よく阻止できる正孔阻止層も同義のものとして含まれる。

【００８７】

電子輸送層に用いられる電子輸送材料は、特に限定されないが、ナフタレン、アントラセンなどの縮合アリール環を有する化合物やその誘導体、４，４’－ビス（ジフェニルエ

テニル）ビフェニルに代表されるスチリル系芳香環誘導体、ペリレン誘導体、ペリノン誘導体、クマリン誘導体、ナフタルイミド誘導体、アントラキノンやジフェノキノンなどのキノン誘導体、リンオキサイド誘導体、カルバゾール誘導体およびインドール誘導体、トリス（８－キノリノラート）アルミニウム（III）などのキノリノール錯体やヒドロキシフェニルオキサゾール錯体などのヒドロキシアゾール錯体、アゾメチン錯体、トロポロン金属錯体およびフラボノール金属錯体、電子受容性窒素を有するヘテロアリール環を有する化合物などが挙げられる。

【００８８】

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、該多重結合は電子受容的な性質を有する。それゆえ、電子受容性窒素を含むヘテロアリール環は、高い電子親和性を有する。電子受容性窒素を含むヘテロアリール環は、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、フェナンスロイミダゾール環などが挙げられる。

【００８９】

また、本発明の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は、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ことが好ましい。これらの元素で構成された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は、高い電子輸送能を有し、駆動電圧を著しく低減できる。

【００９０】

電子受容性窒素を含み、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ール環構造を有する化合物としては、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、ビ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（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、２，５－ビス（６’－（２’，２”－ビピリジル））－１，１－ジメチル－３，４－ジフェニルシロールなどのビピリジン誘導体、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、電子輸送能の点から好ましく用いられる。さらに、１，３－ビス（１，１０－フェナントロリン－９－イル）ベンゼン、２，７－ビス（１，１０－フェナントロリン－９－イル）ナフタレン、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二量体、および２，５－ビス（６’－（２’，２”－ビピリジル））－１，１－ジメチル－３，４－ジフェニルシロールなどのビピリジン二量体は、本発明の一般式（１）または（３）で表されるアントラセン化合物と組み合わせた際の耐久性向上効果が著しく高く、特に好ましい例として挙げられる。

【００９１】

上記電子輸送材料は単独でも用いられるが、上記電子輸送材料の２種以上を混合して用いたり、その他の電子輸送材料の一種以上を上記の電子輸送材料に混合して用いても構わ

ない。また、アルカリ金属やアルカリ土類金属などの金属と混合して用いることも可能である。電子輸送層のイオン化ポテンシャルは、特に限定されないが、好ましくは５．８ｅＶ以上８．０ｅＶ以下であり、より好ましくは６．０ｅＶ以上７．５ｅＶ以下である。

【００９２】

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ないが、通常は、素子特性の点から抵抗加熱蒸着または電子ビーム蒸着が好ましい。

【００９３】

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、１～１０００ｎｍの間から選ばれる。発光層、電子輸送層、正孔輸送層の膜厚はそれぞれ、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。

【００９４】

本発明の発光素子は、電気エネルギーを光に変換できる機能を有する。ここで電気エネルギーとしては主に直流電流が使用されるが、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選ばれるべきである。

【００９５】

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。

【００９６】

マトリクス方式とは、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、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、このマトリクスの駆動方法は、線順次駆動方法やアクティブマトリクスのどちらでもよい。線順次駆動はその構造が簡単であるが、動作特性を考慮した場合、アクティブマトリ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。

【００９７】

本発明におけるセグメント方式とは、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、このパターンの配置によって決められた領域を発光させる方式である。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。

【００９８】

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、中でも薄型化が検討されているパソコン用途のバックライトに本発明の発光素子は好ましく用いられ、従来のものより薄型で軽量なバックライトを提供できる。。

【実施例】

【００９９】

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ない。なお、下記の各実施例にある化合物の番号は上の化学式に記載した化合物の番号を指す。また構造分析に関する評価方法を下記に示す。

【０１００】

^{1}Ｈ－ＮＭＲは超伝導ＦＴＮＭＲ　ＥＸ－２７０（日本電子（株）製）を用い、重クロロホルム溶液にて測定を行った。

【０１０１】
合成例１（化合物[３]の合成方法）
２－ｔ－ブチル－９，１０－ジブロモアントラセン１ｇ、４－ジベンゾフランボロン酸１．５ｇ、リン酸三カリウム２．２ｇ、テトラブチルアンモニウムブロミド０．３３ｇ、酢酸パラジウム５ｍｇとジメチルホルムアミド４０ｍｌとの混合溶液を窒素気流下、１３０℃で６時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥し、白色の結晶０．６ｇを得た。得られた粉末の^{1}Ｈ－ＮＭＲ分析結果は次の通りである。
^{1}Ｈ－ＮＭＲ（ＣＤＣｌ$_{3}$（ｄ＝ppm））：1.16（s，9H），7.26－7.30（m，2H），7.34－7.44（m，7H），7.57－7.68（m，8H），8.09（m，2H），8.18（m，2H）。
【０１０２】
尚、この化合物[３]は、油拡散ポンプを用いて１×１０$^{-3}$Ｐａの圧力下、約２６０℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。ＨＰＬＣ純度（測定波長２５４ｎｍにおける面積％）は昇華精製前が９８．６％、昇華精製後が９９．０％であった。
【０１０３】
合成例２（化合物[５８]の合成）
８．５ｇのカルバゾール、５０ｇの１，４－ジヨードベンゼン、３．９ｇの銅粉末、８．４３ｇの炭酸カリウム、８．６６ｇの硫酸ナトリウムと５００ｍｌのニトロベンゼンを溶媒とする溶液を窒素雰囲気下、２００℃で２日間加熱撹拌した。その後、大部分のニトロベンゼンを減圧留去した後、ジクロロメタン４００ｍｌを加えた。固体をろ別した後、エバポレートにより濃縮し、ヘキサンで洗浄した。シリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、９．１６ｇの１－（４－ヨードフェニル）カルバゾールを得た。
【０１０４】
１２ｇの９－ブロモアントラセン、１０ｇの４－ｔ－ブチルフェニルボロン酸、１９．９ｇのリン酸三カリウム、３．０２ｇのテトラブチルアンモニウムブロミド、１０６ｍｇの酢酸パラジウムと３００ｍｌのジメチルホルムアミドを溶媒とする溶液を窒素雰囲気下、１３０℃で５時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水４００ｍｌを注入し、ろ過した。ろ別した固体をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、１３．３ｇの９－（４’－ｔ－ブチルフェニル）アントラセンを得た。
【０１０５】
上記１３．３ｇの９－（４－ｔ－ブチルフェニル）アントラセン、臭素７．５２ｇと３００ｍｌの四塩化炭素とを混合した溶液を窒素雰囲気下、１時間加熱還流した。室温に冷却した後、水２００ｍｌを注入し、ジクロロメタン２００ｍｌで抽出した。有機層を水２００ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。１００ｍｌのヘキサンで２回洗浄し、真空乾燥した後、１６．０９ｇの９－ブロモ－１０－（４－ｔ－ブチルフェニル）アントラセンを得た。
【０１０６】
上記１５．４ｇの９－ブロモ－１０－（４－ｔ－ブチルフェニル）アントラセンをテトラヒドロフラン　３８０ｍｌに溶解し、窒素雰囲気下、０℃でｎ－ブチルリチウム（１．６Ｍ　ヘキサン溶液）３０ｍｌを滴下した。０℃で３０分撹拌した後、－８０℃に冷却し、１８．２ｍｌのホウ酸トリイソプロピルを滴下した。室温放置により室温まで昇温したのち、室温で３時間撹拌した。４００ｍｌの１０％塩酸を滴下し、室温でさらに２時間撹拌した後、３００ｍｌのジエチルエーテルで抽出した。有機層を１００ｍｌの５％炭酸ナトリウム水溶液で洗浄、１００ｍｌの水で洗浄した後、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルカラムクロマトグラフィー（展開溶媒は、ジクロロメタン／ヘキサン＝１／１、ジクロロメタン、ジクロロメタン／メタノール＝５０／１の順とした。）により精製し、真空乾燥した後、６．７８ｇの９－（４－ｔ－ブチルフェニ

ル）－１０－アントラセンボロン酸を得た。
【０１０７】
上記２．１ｇの１－（４－ヨードフェニル）カルバゾール、２ｇの９－（４－ｔ－ブチルフェニル）－１０－アントラセンボロン酸、２．４ｇのリン酸三カリウム、３６４ｍｇのテトラブチルアンモニウムブロミド、２５ｍｇの酢酸パラジウムと５０ｍｌのジメチルホルムアミドとを混合した溶液を窒素雰囲気下、１３０℃で４時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水４００ｍｌを注入し、ろ過した。ろ別した固体をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（ジクロロメタン／ヘキサン＝１／３）により精製し、真空乾燥した後、化合物[５８]１．８１ｇを得た。得られた粉末の^{1}Ｈ－ＮＭＲ分析結果は次の通りである。
^{1}Ｈ－ＮＭＲ（ＣＤＣｌ$_{3}$（ｄ＝ppm））：1.50（s，9H），7.33－7.54（m，10H），7.62－7.85（m，12H），8.21（d，2H）。
【０１０８】
尚、この化合物[５８]は、油拡散ポンプを用いて１×１０$^{-3}$Ｐａの圧力下、約２６０℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。ＨＰＬＣ純度（測定波長２５４ｎｍにおける面積％）は昇華精製前が９９．５％、昇華精製後が９９．８％であった。
【０１０９】
合成例３（化合物[８４]の合成）
１－（４－ヨードフェニル）カルバゾールの代わりに１－（６－トリフルオロメタンスルフォニルオキシナフタレン－２－イル）カルバゾールを用いた以外は合成例２と同様にして１４０ｍｇの化合物[８４]を得た。^{1}Ｈ－ＮＭＲは市販の重水素溶媒に難溶のため測定しなかった。尚、この化合物[８４]は、油拡散ポンプを用いて１×１０$^{-3}$Ｐａの圧力下、約２８０℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。ＨＰＬＣ純度（測定波長２５４ｎｍにおける面積％）は昇華精製前が９９．５％、昇華精製後が９９．９％であった。
【０１１０】
合成例４（化合物[１０３]の合成）
１－（４－ヨードフェニル）カルバゾールの代わりに１－（３－ヨードフェニル）カルバゾールを用いた以外は合成例２と同様にして２．２３ｇの化合物[１０３]を得た。得られた粉末の^{1}Ｈ－ＮＭＲ分析結果は次の通りである。
^{1}Ｈ－ＮＭＲ（ＣＤＣｌ$_{3}$（d=ppm））：1.48（s，9H），7.29-7.88（m，22H），8.14（d，2H）。
【０１１１】
尚、この化合物[１０３]は、油拡散ポンプを用いて１．０×１０$^{-3}$Ｐａの圧力下、約２６０℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。ＨＰＬＣ純度（測定波長２５４ｎｍにおける面積％）は昇華精製前が９９．５％、昇華精製後が９９．８％であった。
【０１１２】
合成例５（化合物[１２２]の合成方法）
１８．４ｇのｏ－シアノベンジルブロミド、２５ｇの４－ｔ－ブチルフェニルボロン酸、４０ｇのリン酸三カリウム、４９０ｍｇのトリフェニルホスフィン、２１０ｍｇの酢酸パラジウムとトルエン２８０ｍｌとを混合した溶液を窒素気流下、８０℃で４時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、トルエン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、２－（４－ｔ－ブチルベンジル）ベンゾニトリルを得た。
【０１１３】
上記６．７ｇの２－（４－ｔ－ブチルベンジル）ベンゾニトリル、市販品の１ｍｏｌ／ｌの４－クロロフェニルマグネシウムブロミド溶液７０ｍｌとトルエン１５ｍｌの混合溶液を窒素気流下、１時間加熱還流した。室温に冷却した後、飽和塩化アンモニウム水溶液２５ｍｌをゆっくり加えた。水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した

。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。真空乾燥した後、この化合物に２５％硫酸水溶液２０ｍｌとトルエン２０ｍｌの混合溶液を窒素気流下、６時間加熱還流した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、［２－（４－ｔ－ブチルベンジル）フェニル］（４－クロロフェニル）メタノンを得た。

【０１１４】

上記、［２－（４－ｔ－ブチルベンジル）フェニル］（４－クロロフェニル）メタノン６．９ｇ、臭化水素酸１００ｍｌと酢酸２００ｍｌとを混合した溶液を窒素気流下、７時間加熱還流した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、２－ｔ－ブチル－９－（４－クロロフェニル）アントラセンを得た。

【０１１５】

上記６ｇの２－ｔ－ブチル－９－（４－クロロフェニル）アントラセン、３．５ｇのＮ－ブロモスクシンイミドと５５ｇのジメチルホルムアミドの混合溶液を窒素気流下、３時間室温で撹拌した。水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、１０－ブロモ－２－ｔ－ブチル－９－（４－クロロフェニル）アントラセンを得た。

【０１１６】

上記１．９５ｇの１０－ブロモ－２－ｔ－ブチル－９－（４－クロロフェニル）アントラセン、６２２ｍｇのフェニルボロン酸、１．９５ｇのリン酸三カリウム、３００ｍｇのテトラブチルアンモニウムブロミド、２０ｍｇの酢酸パラジウムとジメチルホルムアミド５０ｍｌの混合溶液を窒素気流下、１３０℃で５時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水１００ｍｌを注入し、ろ過した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、２－ｔ－ブチル－９－（４－クロロフェニル）－１０－フェニルアントラセンを得た。

【０１１７】

上記１．６ｇの２－ｔ－ブチル－９－（４－クロロフェニル）－１０－フェニルアントラセン、９５３ｍｇのカルバゾール、５４８ｍｇのナトリウムｔ－ブトキシド、９９ｍｇのトリ－ｔ－ブチルホスフィンテトラフルオロボレート、２２０ｍｇのビス（ジベンジリデンアセトン）パラジウムと脱気したｏ－キシレン３５ｍｌの混合溶液を窒素気流下、１４０℃で１時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水２５ｍｌを注入し、ジクロロメタン５０ｍｌで抽出した。有機層を水２５ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、化合物[１２２]を得た。得られた粉末の^{1}Ｈ－ＮＭＲ分析結果は次の通りである。

^{1}Ｈ－ＮＭＲ（ＣＤＣｌ$_{3}$（ｄ＝ppm））：1.33（s，9H），2.56（s，3H），7.33－7.88（m，21H），8.22（d，2H）。

【０１１８】

尚、この化合物[１２２]は、油拡散ポンプを用いて１×１０$^{-3}$Ｐａの圧力下、約２６０℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。ＨＰＬＣ純度（測定波長２５４ｎｍにおける面積％）は昇華精製前が９９．４％、昇華精製後が９９．６％であった。

【０１１９】

合成例６（化合物[１２６]の合成方法）

１８．４ｇのｏ－シアノベンジルブロミド、２５ｇの４－ｔ－ブチルフェニルボロン酸、４０ｇのリン酸三カリウム、４９０ｍｇのトリフェニルホスフィン、２１０ｍｇの酢酸パラジウムとトルエン２８０ｍｌの混合溶液を窒素気流下、８０℃で４時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、トルエン１００ｍｌで抽出した。有機層を水

５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、２－（４－ｔ－ブチルベンジル）ベンゾニトリルを得た。

【０１２０】

上記７ｇの２－（４－ｔ－ブチルベンジル）ベンゾニトリル、調整した２ｍｏｌ／ｌの２－ナフチルマグネシウムブロミド溶液３６．５ｍｌとトルエン１６ｍｌとを混合した溶液を窒素気流下、３時間加熱還流した。室温に冷却した後、飽和塩化アンモニウム水溶液２５ｍｌをゆっくり加えた。水５０ｍｌを注入し、トルエン５０ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。真空乾燥した後、この化合物に２５％硫酸水溶液２５ｍｌとトルエン２５ｍｌとの混合溶液を窒素気流下、５時間加熱還流した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、トルエン５０ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、［２－（４－ｔ－ブチルベンジル）フェニル］（ナフタレン－２－イル）メタノンを得た。

【０１２１】

上記６．１ｇの［２－（４－ｔ－ブチルベンジル）フェニル］（ナフタレン－２－イル）メタノン、臭化水素酸８０ｍｌと酢酸１６０ｍｌの混合溶液を窒素気流下、１１時間加熱還流した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、２－ｔ－ブチル－９－（ナフタレン－２－イル）アントラセンを得た。

【０１２２】

上記２．２ｇの２－ｔ－ブチル－９－（ナフタレン－２－イル）アントラセン３．７ｇ、Ｎ－ブロモスクシンイミドとジメチルホルムアミド３０ｍｌの混合溶液を窒素気流下、１時間室温で撹拌した。水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、１０－ブロモ－２－ｔ－ブチル－９－（ナフタレン－２－イル）アントラセンを得た。

【０１２３】

上記７００ｍｇの１０－ブロモ－２－ｔ－ブチル－９－（ナフタレン－２－イル）アントラセン、７４０ｍｇの９－［４－（４，４，５，５－テトラメチル－［１，３，２］ジオキサボロラン－２－イル）フェニル］カルバゾール、６８０ｍｇのリン酸三カリウム、１００ｍｇのテトラブチルアンモニウムブロミド、７ｍｇの酢酸パラジウムとジメチルホルムアミド１６ｍｇの混合溶液を窒素気流下、１３０℃で４時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、ろ過した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、化合物[１２６]を得た。得られた粉末の^{1}Ｈ－ＮＭＲ分析結果は次の通りである。

^{1}Ｈ－ＮＭＲ（$CDCl_3$（d=ppm））：1.25（s，9H），7.31-8.22（m，24H），8.21（d，2H）。

【０１２４】

尚、この化合物[１２６]は、油拡散ポンプを用いて１×１０$^{-3}$Ｐａの圧力下、約２６０℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。ＨＰＬＣ純度（測定波長２５４ｎｍにおける面積％）は昇華精製前が９９．１％、昇華精製後が９９．３％であった。

【０１２５】

合成例７（化合物[１３０]の合成方法）

１８．４ｇのｏ－シアノベンジルブロミド、２５ｇの４－ｔ－ブチルフェニルボロン酸、４０ｇのリン酸三カリウム、４９０ｍｇのトリフェニルホスフィン、２１０ｍｇの酢酸パラジウムとトルエン２８０ｍｌとを混合した溶液を窒素気流下、８０℃で４時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、トルエン１００ｍｌで抽出した。有機

層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、２－（４－ｔ－ブチルベンジル）ベンゾニトリルを得た。

【０１２６】

上記７ｇの２－（４－ｔ－ブチルベンジル）ベンゾニトリル、調整した２ｍｏｌ／ｌのフェニルマグネシウムブロミド溶液３６．５ｍｌとトルエン１６ｍｌの混合溶液を窒素気流下、２時間加熱還流した。室温に冷却した後、飽和塩化アンモニウム水溶液２５ｍｌをゆっくり加えた。水５０ｍｌを注入し、トルエン５０ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。さらに真空乾燥した後、この化合物に２５％硫酸水溶液２５ｍｌとトルエン２５ｍｌの混合液を窒素気流下、５時間加熱還流した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、トルエン５０ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、２－（４－ｔ－ブチルベンジル）ベンゾフェノンを得た。

【０１２７】

上記２－（４－ｔ－ブチルベンジル）ベンゾフェノン８．７ｇ、臭化水素酸１３０ｍｌと酢酸２６０ｍｌとを混合した溶液を窒素気流下、８時間加熱還流した。室温に冷却した後、水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、２－ｔ－ブチル－９－フェニルアントラセンを得た。

【０１２８】

上記６．８ｇの２－ｔ－ブチル－９－フェニルアントラセン、４．３ｇのＮ－ブロモスクシンイミドとジメチルホルムアミド６０ｍｌとを混合した溶液を窒素気流下、２時間室温で撹拌した。水５０ｍｌを注入し、ジクロロメタン１００ｍｌで抽出した。有機層を水５０ｍｌで２回洗浄し、硫酸マグネシウムで乾燥後、エバポレートにより濃縮した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、１０－ブロモ－２－ｔ－ブチル－９－フェニルアントラセンを得た。

【０１２９】

上記２．２ｇの１０－ブロモ－２－ｔ－ブチル－９－フェニルアントラセン、２．２ｇの９－［３－（４，４，５，５－テトラメチル［１，３，２］ジオキサボロラン－２－イル）フェニル］カルバゾール、２．４ｇのリン酸三カリウム、３６０ｍｇのテトラブチルアンモニウムブロミド、２５ｍｇの酢酸パラジウムとジメチルホルムアミド６０ｍｌの混合溶液を窒素気流下、１３０℃で５時間加熱撹拌した。室温に冷却した後、水１００ｍｌを注入し、ろ過した。シリカゲルクロマトグラフィーにより精製し、真空乾燥した後、化合物[１３０]を得た。得られた粉末の^{1}Ｈ－ＮＭＲ分析結果は次の通りである。

^{1}Ｈ－ＮＭＲ（ＣＤＣｌ$_{3}$（ｄ＝ppm））：1.26（s，9H），7.23－7.86（m，22H），8.11（d，2H）。

【０１３０】

尚、この化合物[１３０]は、油拡散ポンプを用いて１×１０$^{-3}$Ｐａの圧力下、約２６０℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。ＨＰＬＣ純度（測定波長２５４ｎｍにおける面積％）は昇華精製前が９９．４％、昇華精製後が９９．６％であった。

【０１３１】

合成例８（化合物[１３２]の合成方法）

９－［４－（４，４，５，５－テトラメチル－［１，３，２］ジオキサボロラン－２－イル）フェニル］カルバゾールの代わりに９－［３－（４，４，５，５－テトラメチル－［１，３，２］ジオキサボロラン－２－イル）フェニル］カルバゾールを用いた以外は合成例６と同様にして化合物[１３２]を得た。得られた粉末の^{1}Ｈ－ＮＭＲ分析結果は次の通りである。

^{1}Ｈ－ＮＭＲ（ＣＤＣｌ$_{3}$（d=ppm））：1.23（s，9H），7.27-8.10（m，24H），8.15（d

, 2H)。

【０１３２】

尚、この化合物[１３２]は、油拡散ポンプを用いて１×１０$^{-3}$Ｐａの圧力下、約２６０℃で昇華精製を行ってから発光素子材料として使用した。ＨＰＬＣ純度（測定波長２５４ｎｍにおける面積％）は昇華精製前が９９．５％、昇華精製後が９９．６％であった。

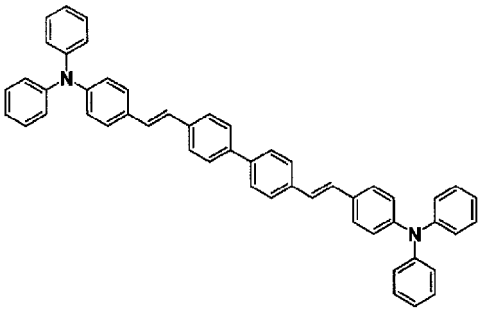
【０１３３】

実施例１

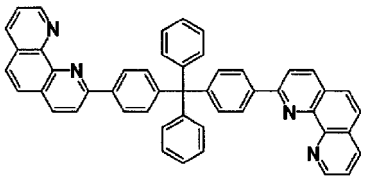
ＩＴＯ透明導電膜を１５０ｎｍ堆積させたガラス基板（旭硝子（株）製、１５Ω／□、電子ビーム蒸着品）を３０×４０ｍｍに切断し、ＩＴＯ導電膜をフォトリソグラフィー法によりパターン加工して、発光部分および電極引き出し部分を作製した。得られた基板をアセトン、“セミコクリン（登録商標）５６”（フルウチ化学（株）製）で１５分間超音波洗浄してから、超純水で洗浄した。続いて、イソプロピルアルコールで１５分間超音波洗浄してから熱メタノールに１５分間浸漬させて乾燥させた。素子を作製する直前にこの基板を１時間ＵＶ－オゾン処理し、さらに真空蒸着装置内に設置して、装置内の真空度が５×１０$^{-5}$Ｐａ以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔注入材料として、銅フタロシアニンを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、発光材料として、ホスト材料として、化合物[３]を、またドーパント材料として下記式に示す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。以上で形成した有機層上に、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１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率３．８ｌｍ／Ｗの高効率青色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は３０００時間であった。

【０１３４】

【化２２】



(D−1)



(E−1)

【０１３５】

実施例２～１８

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。

【０１３６】

【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[3]	D−1	E−1	青色	3．8	3000
実施例2	化合物[10]	D−1	E−1	青色	3．6	3700
実施例3	化合物[14]	D−1	E−1	青色	3．5	2500
実施例4	化合物[16]	D−1	E−1	青色	3．6	3400
実施例5	化合物[25]	D−1	E−1	青色	2．5	2500
実施例6	化合物[36]	D−1	E−1	青色	3．1	2800
実施例7	化合物[37]	D−1	E−1	青色	4．0	2500
実施例8	化合物[58]	D−1	E−1	青色	3．6	5500
実施例9	化合物[84]	D−1	E−1	青色	3．5	4700
実施例10	化合物[103]	D−1	E−1	青色	3．6	2700
実施例11	化合物[122]	D−1	E−1	青色	4．1	5200
実施例12	化合物[126]	D−1	E−1	青色	4．3	5000
実施例13	化合物[130]	D−1	E−1	青色	4．0	5400
実施例14	化合物[132]	D−1	E−1	青色	4．5	4800
実施例15	化合物[80]	D−1	E−1	青色	3．5	2000
実施例16	化合物[62]	D−1	E−1	青色	3．8	2100
実施例17	化合物[113]	D−1	E−1	青色	3．2	2000
実施例18	化合物[141]	D−1	E−1	青色	4．3	3500
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

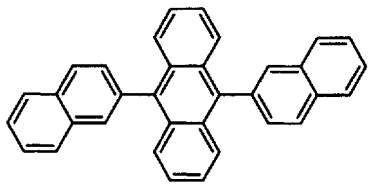
【０１３７】

比較例１

ホスト材料として下記式に示す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製した。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率２．８１ｍ／Ｗの青色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／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。

【０１３８】

【化２３】



(H−1)

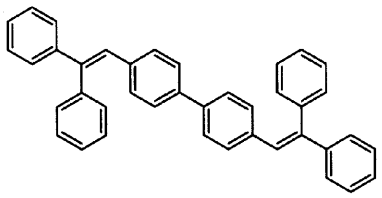
【０１３９】

比較例２～９

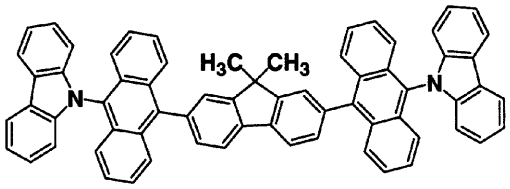
ホスト材料として表１に記載した材料を用いた以外は、実施例１と同様にして発光素子を作製した。各比較例の結果は表１に示した。なお表１のＨ－２、Ｈ－３、Ｈ－４、Ｈ－５、Ｈ－６、Ｈ－７、Ｈ－８、Ｈ－９は下記式で表される化合物である。

【０１４０】

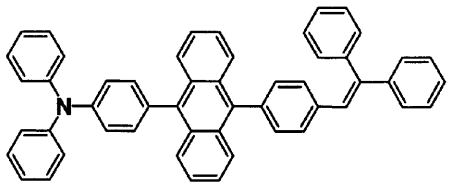
【化２４】



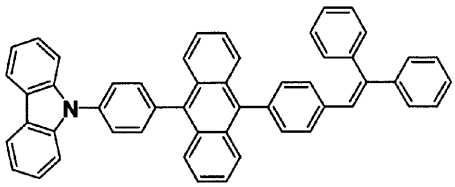
(H－2)



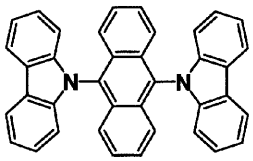
(H－3)



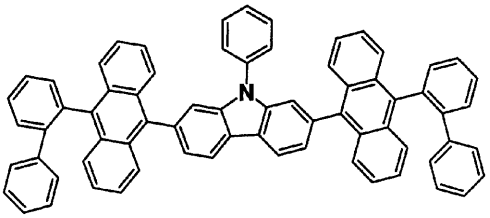
(H－4)



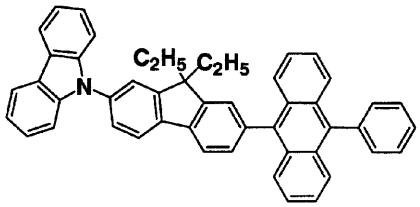
(H－5)



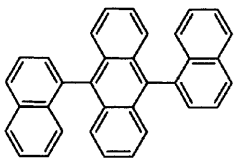
(H－6)



(H－7)



(H－8)



(H－9)

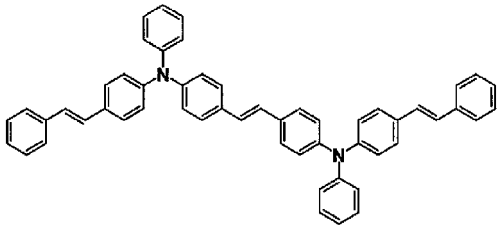
【０１４１】

実施例１９

ドーパント材料として下記式に示すＤ－２をドープ濃度が２％となるように用いた以外は、実施例１と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率２．６１ｍ／Ｗの高効率青色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は２８００時間であった。

【０１４２】

【化２５】



(D−2)

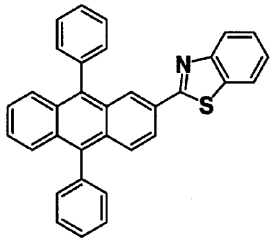
【０１４３】

実施例２０～３０

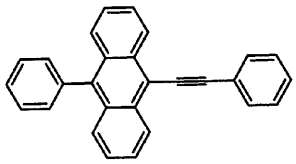
ホスト材料およびドーパント材料として表２に記載した材料を用いた以外は、実施例１９と同様にして発光素子を作製した。各実施例の結果は表２に示した。なお表２のＤ－３、Ｄ－４、Ｄ－５、Ｄ－６は下記式で表される化合物である。

【０１４４】

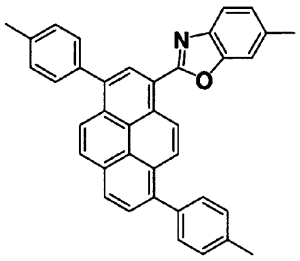
【化２６】



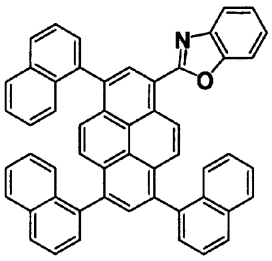
(D−3)



(D−4)



(D−5)



(D−6)

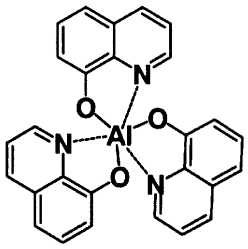
【０１４５】

参考例１

電子輸送材料として下記式で表されるＥ－２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。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率２．５１ｍ／Ｗの高効率青色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、輝度半減時間は２１００時間であった。

【０１４６】

【化２７】



(E−2)

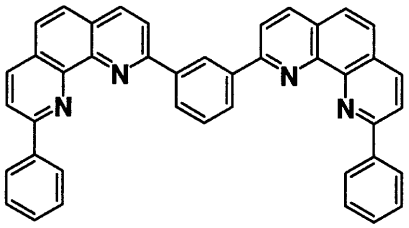
【０１４７】

実施例３１～３８、参考例２

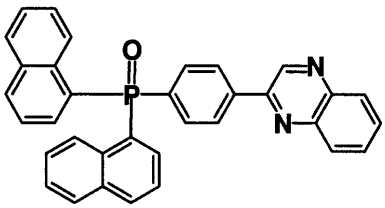
ホスト材料および電子輸送材料として表２に記載した材料を用いた以外は、実施例１と同様にして発光素子を作製した。各実施例の結果は表２に示した。なお表３のＥ－３、Ｅ－４、Ｅ－５、Ｅ－６は下記式で表される化合物である。

【０１４８】

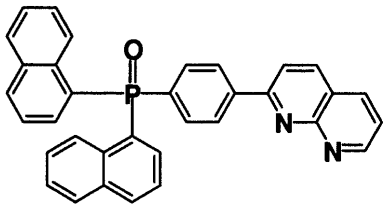
【化２８】



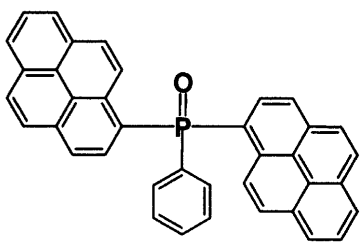
(E−3)



(E−4)



(E−5)



(E−6)

【０１４９】
【表２】

【表2】

	発光層		電子輸送層	発光色	発光効率	輝度半減時間
	ホスト材料	ドーパント材料			(lm／W)	(h)
実施例19	化合物[3]	D－2	E－1	青色	2．6	2800
実施例20	化合物[3]	D－3	E－1	青色	2．1	4500
実施例21	化合物[3]	D－4	E－1	青色	2．3	4000
実施例22	化合物[58]	D－2	E－1	青色	2．7	3800
実施例23	化合物[58]	D－3	E－1	青色	2．1	4500
実施例24	化合物[58]	D－4	E－1	青色	2．3	4000
実施例25	化合物[103]	D－5	E－1	青色	2．5	7000
実施例26	化合物[132]	D－5	E－1	青色	2．6	6800
実施例27	化合物[56]	D－5	E－1	青色	2．6	7500
実施例28	化合物[57]	D－5	E－1	青色	2．5	7200
実施例29	化合物[135]	D－5	E－1	青色	2．8	8000
実施例30	化合物[103]	D－6	E－1	青色	3．0	7400
参考例1	化合物[3]	D－1	E－2	青色	2．5	2100
実施例31	化合物[3]	D－1	E－3	青色	4．1	3500
実施例32	化合物[3]	D－1	E－4	青色	3．8	2800
実施例33	化合物[3]	D－1	E－5	青色	3．6	2700
実施例34	化合物[3]	D－1	E－6	青色	3．5	2900
参考例2	化合物[58]	D－1	E－2	青色	2．5	5100
実施例35	化合物[58]	D－1	E－3	青色	4．1	5700
実施例36	化合物[58]	D－1	E－4	青色	3．7	3800
実施例37	化合物[58]	D－1	E－5	青色	3．6	3700
実施例38	化合物[58]	D－1	E－6	青色	3．4	3200

【０１５０】
実施例３９
ドーパント材料を用いなかったこと以外は、実施例１と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率１．１ｌｍ／Ｗの青色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は２５００時間であった。
【０１５１】
実施例４０
ホスト材料として化合物[５８]を用いた以外は、実施例３９と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率１．１ｌｍ／Ｗの青色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は５５００時間であった。
【０１５２】
実施例４１
ドーパント材料として下記に示すＤ－７をドープ濃度が２％となるように用いた以外は、実施例１と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率６．２ｌｍ／Ｗの高効率緑色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は２７００時間であった。
【０１５３】
実施例４２
ホスト材料として化合物[５８]を用いた以外は、実施例４１と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率６．２ｌｍ／Ｗの高効率緑色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は３７００時間であった。
【０１５４】
実施例４３

発光材料として、ホスト材料として化合物[３]を、ドーパント材料としてＤ－１をドープ濃度が５％になるように５ｎｍの厚さに蒸着したのち、さらに発光材料として、ホスト材料として化合物[３]を、ドーパント材料として下記に示すＤ－８をドープ濃度が１％になるように３０ｎｍの厚さに積層した以外は、実施例１と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率６．０ｌｍ／Ｗの高効率白色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は４０００時間であった。

【０１５５】

実施例４４

ホスト材料として化合物[５８]を用いた以外は、実施例４３と同様にして発光素子を作製した。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}で直流駆動したところ、発光効率６．０ｌｍ／Ｗの高効率白色発光が得られた。この発光素子を１０ｍＡ／ｃｍ^{2}の直流で連続駆動したところ、輝度半減時間は４５００時間であった。

【０１５６】

実施例４５

ＩＴＯ透明導電膜を１５０ｎｍ堆積させたガラス基板（旭硝子（株）製、１５Ω／□、電子ビーム蒸着品）を３０×４０ｍｍに切断し、ＩＴＯ導電膜をフォトリソグラフィ法によって３００μｍピッチ（残り幅２７０μｍ）×３２本のストライプ状にパターン加工した。ＩＴＯストライプの長辺方向片側は外部との電気的接続を容易にするために１．２７ｍｍピッチ（開口部幅８００μｍ）まで広げてある。得られた基板をアセトン、“セミコクリン（登録商標）５６”（フルウチ化学（株）製）で各々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。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、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$^{-4}$Ｐａ以下になるまで排気した。抵抗加熱法によって、まず正孔輸送材料として４，４’－ビス（Ｎ－（ｍ－トリル）－Ｎ－フェニルアミノ）ビフェニルを１５０ｎｍ蒸着した。次に、ホスト材料として化合物[６７]を、またドーパント材料として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、Ｅ－１を２０ｎｍの厚さに積層した。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。次に、厚さ５０μｍのコバール板にウエットエッチングによって１６本の２５０μｍ開口部（残り幅５０μｍ、３００μｍピッチに相当）を設けたマスクを、真空中でＩＴＯストライプに直交するようにマスク交換し、マスクとＩＴＯ基板が密着するように裏面から磁石で固定した。そしてリチウムを０．５ｎｍ有機層にドーピングした後、アルミニウムを２００ｎｍ蒸着して３２×１６ドットマトリクス素子を作製した。本素子をマトリクス駆動させたところ、クロストークなく文字表示できた。

【産業上の利用可能性】

【０１５７】

本発明の発光素子は表示素子、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好適に利用可能である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード（参考）
	Ｈ０５Ｂ 33/22	Ｂ

(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

Ｆターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 BB04 BB06 CC04 CC07 CC21 DD53 DD68
DD69 DD74 DD78 FF13
4C037 SA02
4C204 BB05 BB09 CB25 EB01 FB07 GB01