



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103772416 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 07

(21) 申请号 201310484737. 0

C07D 513/14(2006. 01)

(22) 申请日 2013. 10. 16

C09K 11/06(2006. 01)

H01L 51/54(2006. 01)

(30) 优先权数据

2012-230596 2012. 10. 18 JP

2012-230598 2012. 10. 18 JP

2012-230599 2012. 10. 18 JP

(71) 申请人 精工爱普生株式会社

地址 日本东京都

(72) 发明人 藤田彻司 山本英利

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司

11227

代理人 苗莹 金世煜

(51) Int. Cl.

C07D 513/04(2006. 01)

C07D 513/22(2006. 01)

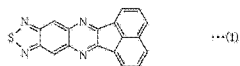
权利要求书5页 说明书62页 附图3页

(54) 发明名称

噻二唑系化合物、发光元件用化合物、发光元件、发光装置、认证装置以及电子设备

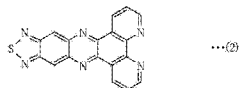
(57) 摘要

本发明提供在近红外区域发光的高效率且长寿命的噻二唑系化合物、发光元件用化合物、发光元件、具备该发光元件的发光装置、认证装置以及电子设备。本发明的噻二唑系化合物是分子内具有下述式(1)、(2)、(3)中任一种表示的基本骨架

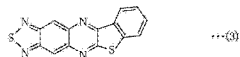


...①

的化合物。

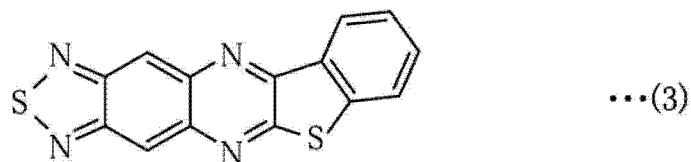
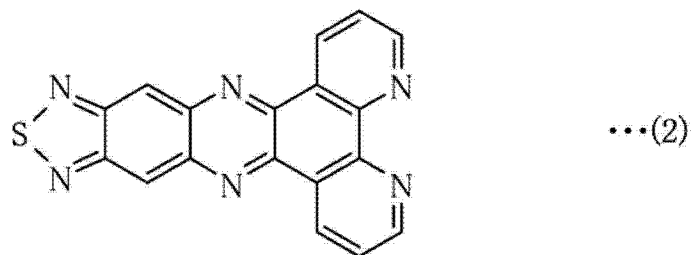
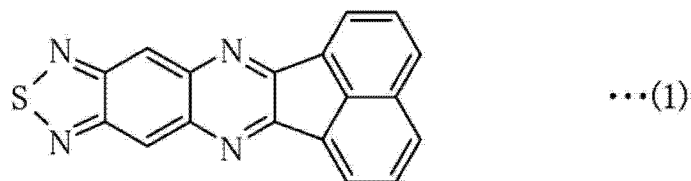


...②



...③

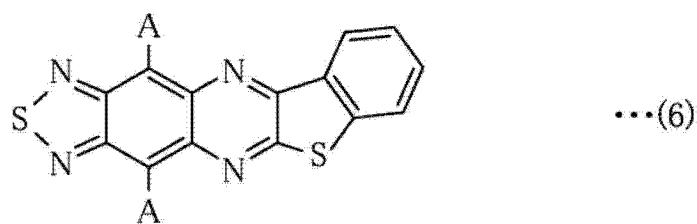
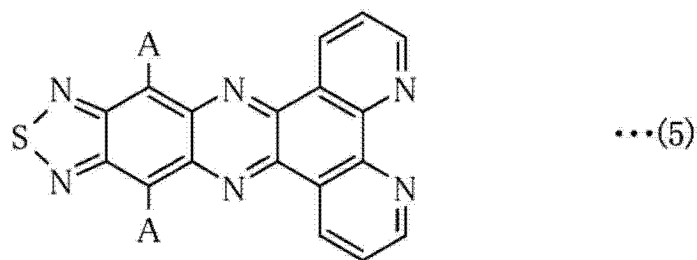
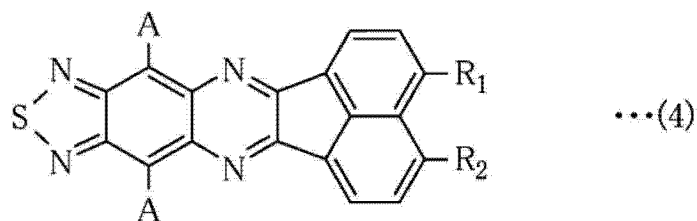
1. 一种噻二唑系化合物,其特征在于,分子内具有下述式(1)、(2)、(3)中任一种表示的基本骨架,



2. 根据权利要求1所述的噻二唑系化合物,其中,分子内具有所述式(1)表示的基本骨架的化合物是下述式(4)表示的化合物,

分子内具有所述式(2)表示的基本骨架的化合物是下述式(5)表示的化合物,

分子内具有所述式(3)表示的基本骨架的化合物是下述式(6)表示的化合物,



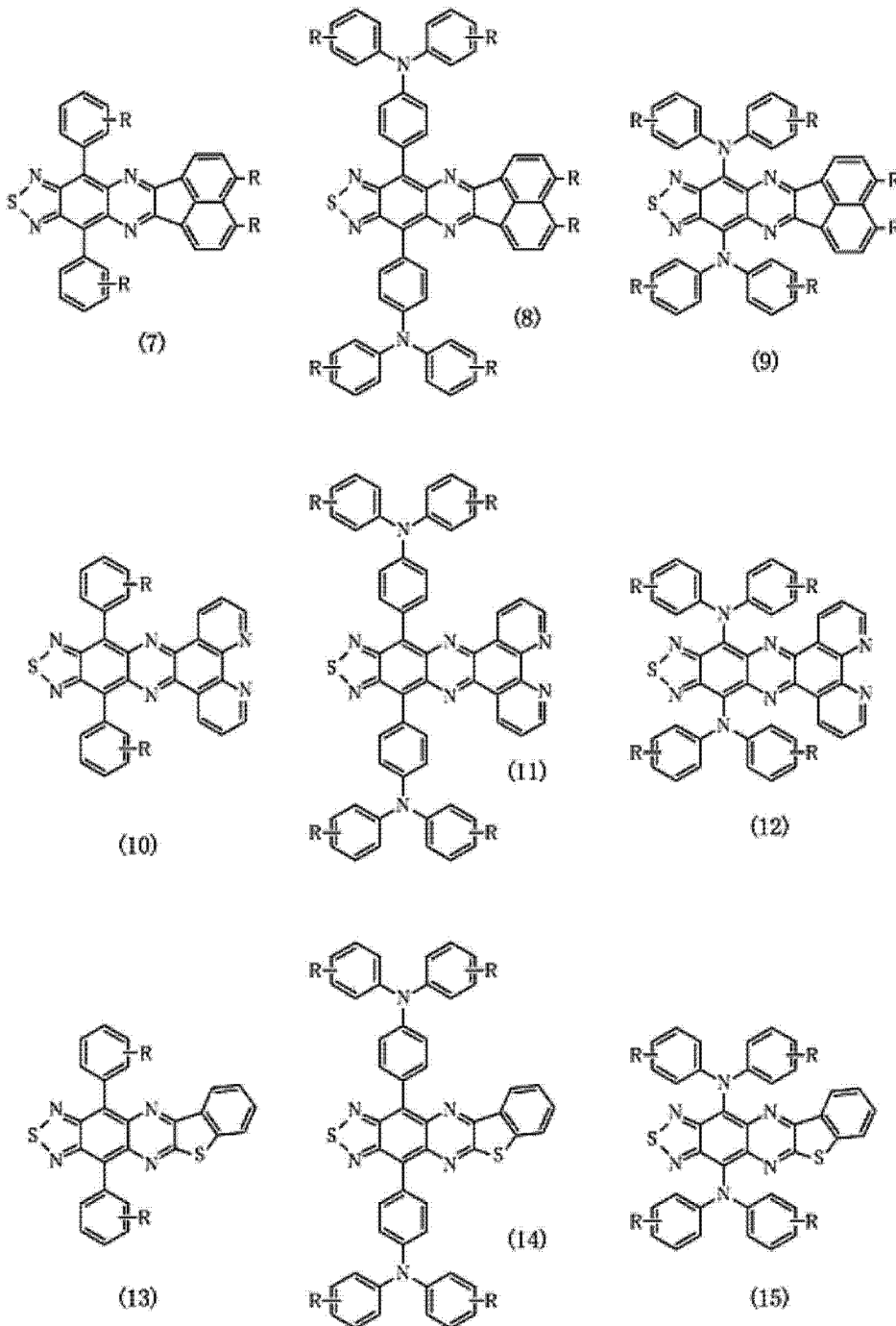
所述式(4)、(5)、(6)中,A各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基

或三芳基胺,另外, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基,另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。

3. 根据权利要求2所述的噻二唑系化合物,其中,所述式(4)表示的化合物是下述式(7)、(8)、(9)中任一种表示的化合物,

所述式(5)表示的化合物是下述式(10)、(11)、(12)中任一种表示的化合物,

所述式(6)表示的化合物是下述式(13)、(14)、(15)中任一种表示的化合物,



所述式(7)~(15)中, R 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基,另外,相邻的2个 R 的碳彼此可以连结而形成环状。

4. 一种发光元件用化合物,其特征在于,含有权利要求1~3中任一项所述的噻二唑系

化合物。

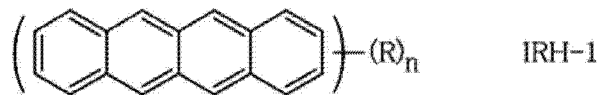
5. 一种发光元件,其特征在于,具备:

阳极,
阴极,和

设置在所述阳极与所述阴极之间的、含有权利要求 1~3 中任一项所述的噻二唑系化合物而构成的层。

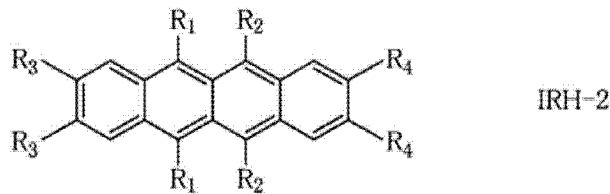
6. 根据权利要求 5 所述的发光元件,其中,所述层含有所述噻二唑系化合物作为客体材料,并且含有保持所述客体材料的主体材料而构成。

7. 根据权利要求 6 所述的发光元件,其中,所述主体材料是下述式 IRH-1 表示的化合物,



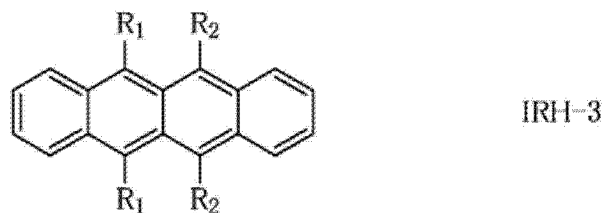
所述式 IRH-1 中, n 表示 1~12 的自然数, R 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。

8. 根据权利要求 6 所述的发光元件,其中,所述主体材料是下述式 IRH-2 表示的化合物,



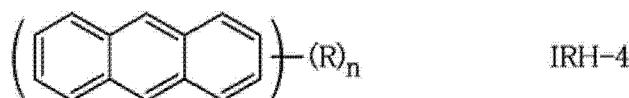
所述式 IRH-2 中, $R_1 \sim R_4$ 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基, 另外, $R_1 \sim R_4$ 可以相互相同也可以不同。

9. 根据权利要求 6 所述的发光元件,其中,所述主体材料是下述式 IRH-3 表示的化合物,



所述式 IRH-3 中, R_1, R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基, 另外, R_1, R_2 可以相互相同也可以不同。

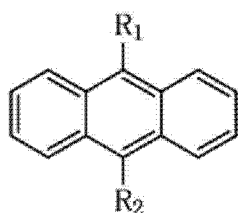
10. 根据权利要求 6 所述的发光元件,其中,所述主体材料是下述式 IRH-4 表示的化合物,



所述式 IRH-4 中, n 表示 1~10 的自然数, R 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。

11. 根据权利要求 6 所述的发光元件,其中,所述主体材料是下述式 IRH-5 表示的化合

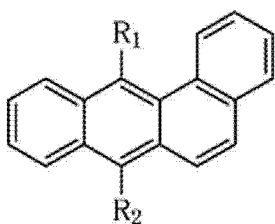
物,



IRH-5

所述式 IRH-5 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基, 另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。

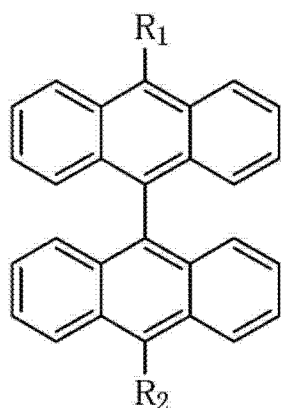
12. 根据权利要求 6 所述的发光元件, 其中, 所述主体材料是下述式 IRH-6 表示的化合物,



IRH-6

所述式 IRH-6 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基, 另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。

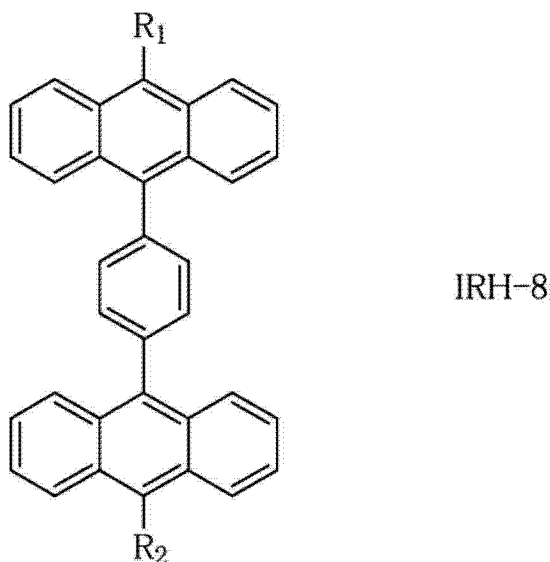
13. 根据权利要求 6 所述的发光元件, 其中, 所述主体材料是下述式 IRH-7 表示的化合物,



IRH-7

所述式 IRH-7 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基, 另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。

14. 根据权利要求 6 所述的发光元件, 其中, 所述主体材料是下述式 IRH-8 表示的化合物,



所述式 IRH-8 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基, 另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。

15. 根据权利要求 5 ~ 14 中任一项所述的发光元件, 其中, 所述主体材料由碳原子和氢原子构成。

16. 根据权利要求 5 ~ 15 中任一项所述的发光元件, 其中, 所述噻二唑系化合物作为发光材料使用,

所述层是在所述阳极与所述阴极之间通电而发光的发光层。

17. 一种发光装置, 其特征在于, 具备权利要求 5 ~ 16 中任一项所述的发光元件。

18. 一种认证装置, 其特征在于, 具备权利要求 5 ~ 16 中任一项所述的发光元件。

19. 一种电子设备, 其特征在于, 具备权利要求 5 ~ 16 中任一项所述的发光元件。

噻二唑系化合物、发光元件用化合物、发光元件、发光装置、 认证装置以及电子设备

技术领域

[0001] 本发明涉及噻二唑系化合物、发光元件用化合物、发光元件、发光装置、认证装置以及电子设备。

背景技术

[0002] 有机电致发光元件(所谓的有机 EL 元件)是具有在阳极与阴极之间插入至少 1 层发光性有机层的结构的发光元件。对于这样的发光元件,通过在阳极与阴极之间施加电场,从而将空穴从阳极侧注入到发光层,同时将电子从阴极侧注入到发光层,在发光层中空穴与电子再结合而生成激子,该激子回到基态时,其部分能量以光的形式被释放。

[0003] 作为这样的发光元件,已知有在超过 700nm 的长波长区域发光的发光元件(例如,参照专利文献 1、2)。

[0004] 例如,对于专利文献 1、2 中记载的发光元件,通过将分子内作为官能团而使作为电子供体的胺和作为电子受体的腈基共存的材料用作发光层的掺杂剂,从而使发光波长长波长化。

[0005] 专利文献 1:日本特开 2000-091073 号公报

[0006] 专利文献 2:日本特开 2001-110570 号公报

发明内容

[0007] 但是,以往,无法实现在近红外区域发光的、高效率且长寿命的元件。

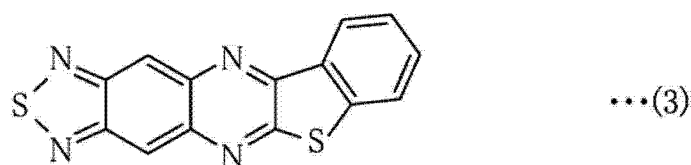
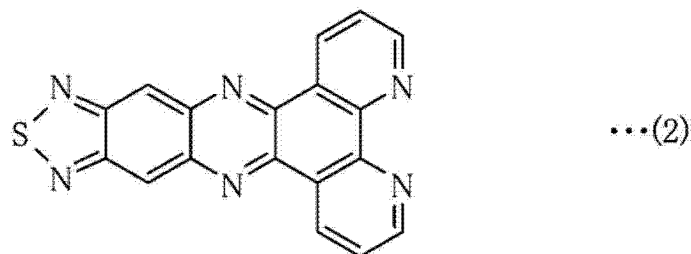
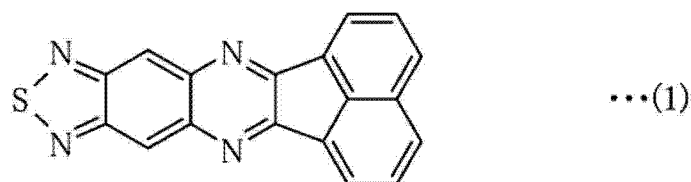
[0008] 另外,对于在近红外区域进行面发光的、高效率且长寿命的发光元件,例如期待其作为使用静脉、指纹等生物体信息来认证个人的生物体认证用的光源而实现。

[0009] 本发明的目的在于提供在近红外区域发光的高效率且长寿命的噻二唑系化合物、发光元件用化合物、发光元件、具备该发光元件的发光装置、认证装置以及电子设备。

[0010] 这样的目的通过下述的本发明来实现。

[0011] 本发明的噻二唑系化合物的特征在于,是分子内具有下述式(1)、(2)、(3)中任何一种表示的基本骨架的化合物。

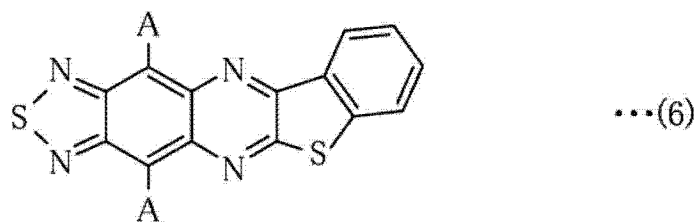
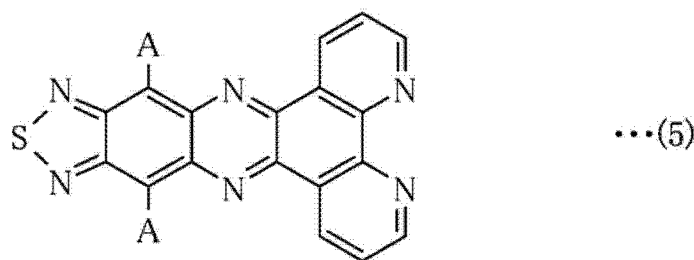
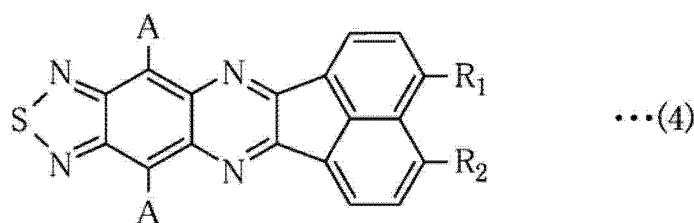
[0012]



[0013] 上述噻二唑系化合物例如在用作有机 EL 元件的发光材料时,能够在近红外区域发光。

[0014] 对于本发明的噻二唑系化合物,优选分子内具有上述式(1)表示的基本骨架的化合物为下述式(4)表示的化合物,分子内具有上述式(2)表示的基本骨架的化合物为下述式(5)表示的化合物,分子内具有上述式(3)表示的基本骨架的化合物为下述式(6)表示的化合物。

[0015]



[0016] [上述式(4)、(5)、(6)中,A各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳

氨基或三芳基胺。另外, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基。另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。]

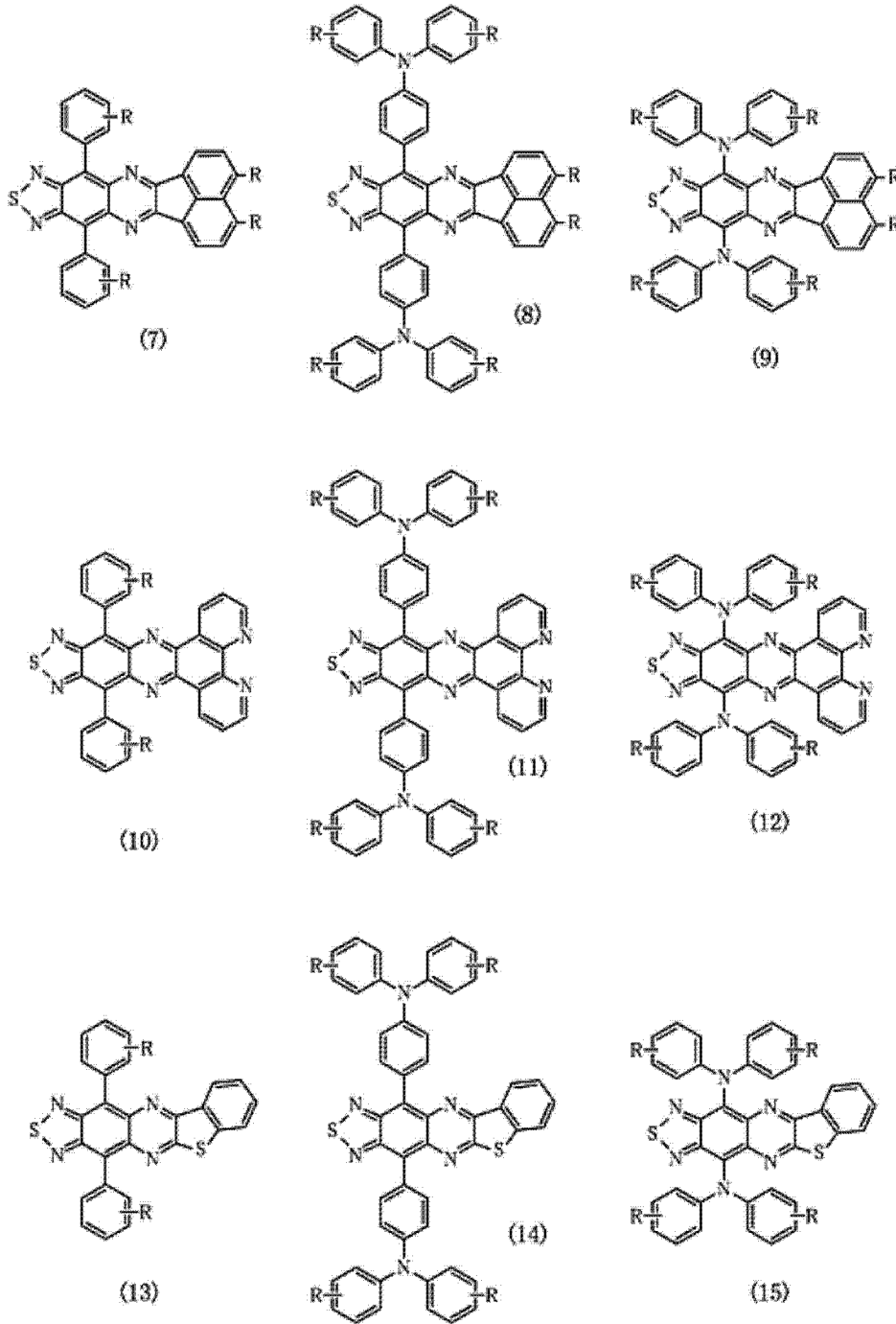
[0017] 上述噻二唑系化合物例如用作有机 EL 元件的发光材料时,能够实现高效率化和长寿命化,并且能够在近红外区域发光。

[0018] 对于本发明的噻二唑系化合物,优选上述式(4)表示的化合物为下述式(7)、(8)、(9)中任一种表示的化合物,

[0019] 上述式(5)表示的化合物为下述式(10)、(11)、(12)中任一种表示的化合物,

[0020] 上述式(6)表示的化合物为下述式(13)、(14)、(15)中任一种表示的化合物。

[0021]



[0022] [上述式(7)~(15)中,R各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基。另外,相邻的2个R的碳彼此可以连结而形成环状。]

[0023] 上述噻二唑系化合物例如用作有机EL元件的发光材料时,能够实现高效率化和长寿命化,并且能够在近红外区域发光。

[0024] 本发明的发光元件用化合物的特征在于,含有本发明的噻二唑系化合物。

[0025] 上述发光元件用化合物例如用作发光材料时,能够在近红外区域发光。

[0026] 本发明的发光元件的特征在于,具备:阳极,阴极,设置在上述阳极与上述阴极之间的、含有本发明的噻二唑系化合物而构成的层。

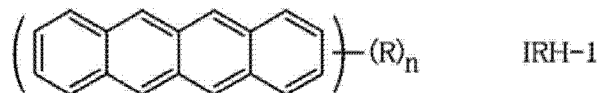
[0027] 根据这样构成的发光元件,通过使用分子内具有上述式(1)、(2)、(3)中任一种表示的基本骨架的化合物作为发光材料,从而能够得到在700nm以上的波长区域(近红外区域)的发光。

[0028] 对于本发明的发光元件,优选上述层含有上述噻二唑系化合物作为客体材料,并且含有保持上述客体材料的主体材料而构成。

[0029] 由此,能够有效地激发分子内具有上述式(1)、(2)、(3)中任一种表示的基本骨架的化合物(本发明的噻二唑系化合物)。

[0030] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料为下述式IRH-1表示的化合物。

[0031]



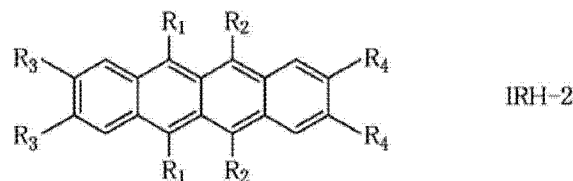
[0032] [上述式IRH-1中,n表示1~12的自然数,R各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。]

[0033] 由此,由于使用并四苯系材料作为主体材料,所以能够将能量有效地从主体材料转移到发光材料。因此,能够使发光元件的发光效率优异。

[0034] 另外,并四苯系材料对电子和空穴的稳定性(耐性)优异,所以能够实现发光层的长寿命化,进而实现发光元件的长寿命化。

[0035] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料为下述式IRH-2表示的化合物。

[0036]

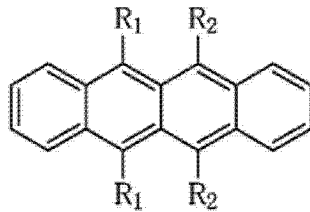


[0037] [上述式IRH-2中, $R_1 \sim R_4$ 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, $R_1 \sim R_4$ 可以相互相同也可以不同。]

[0038] 由此,能够抑制连续驱动时的电压上升,且能够进一步提高发光元件的发光效率,同时能够实现发光元件的长寿命化。

[0039] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料为下述式IRH-3表示的化合物。

[0040]



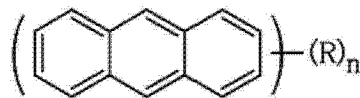
IRH-3

[0041] [上述式 IRH-3 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。]

[0042] 由此,能够抑制连续驱动时的电压上升,且能够进一步提高发光元件的发光效率,同时能够实现发光元件的长寿命化。

[0043] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料为下述式 IRH-4 表示的化合物。

[0044]



IRH-4

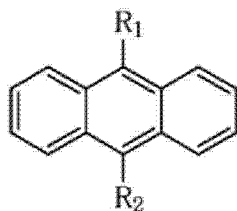
[0045] [上述式 IRH-4 中, n 表示 1 ~ 10 的自然数, R 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。]

[0046] 由此,由于使用蒽系材料作为主体材料,所以能够将能量有效地从主体材料转移到发光材料。因此,能够使发光元件的发光效率优异。

[0047] 另外,蒽系材料对电子和空穴的稳定性(耐性)优异,所以能够实现发光层的长寿命化,进而实现发光元件的长寿命化。

[0048] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料为下述式 IRH-5 表示的化合物。

[0049]



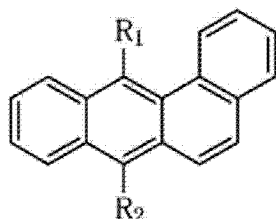
IRH-5

[0050] [上述式 IRH-5 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。]

[0051] 由此,能够抑制连续驱动时的电压上升,且能够进一步提高发光元件的发光效率,同时能够实现发光元件的长寿命化。

[0052] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料为下述式 IRH-6 表示的化合物。

[0053]



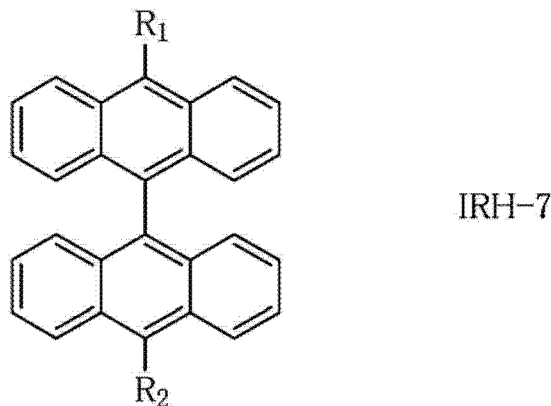
IRH-6

[0054] [上述式 IRH-6 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。]

[0055] 由此,能够抑制连续驱动时的电压上升,且能够进一步提高发光元件的发光效率,同时能够实现发光元件的长寿命化。

[0056] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料为下述式 IRH-7 表示的化合物。

[0057]

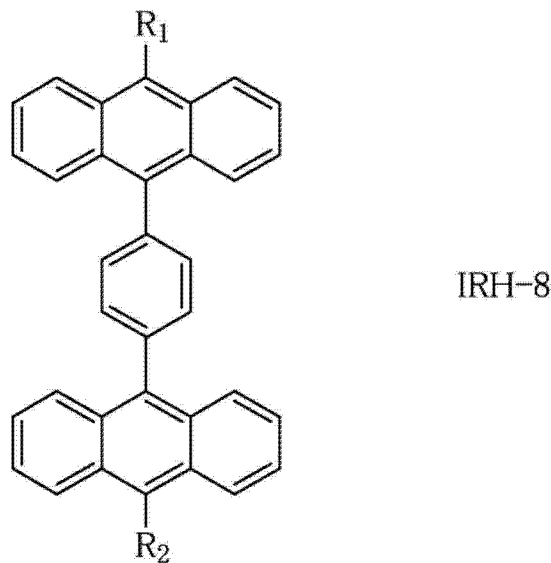


[0058] [上述式 IRH-7 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。]

[0059] 由此,能够抑制连续驱动时的电压上升,且能够进一步提高发光元件的发光效率,同时能够实现发光元件的长寿命化。

[0060] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料为下述式 IRH-8 表示的化合物。

[0061]



[0062] [上述式 IRH-8 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。]

[0063] 由此,能够抑制连续驱动时的电压上升,且能够进一步提高发光元件的发光效率,同时能够实现发光元件的长寿命化。

[0064] 对于本发明的发光元件,优选上述主体材料由碳原子和氢原子构成。

[0065] 由此,能够防止产生主体材料与发光材料的不恰当的相互作用。因此,能够提高发光元件的发光效率。另外,能够提高主体材料对电子和空穴的耐性。因此,能够实现发光元件的长寿命化。

[0066] 对于本发明的发光元件,优选将上述噻二唑系化合物用作发光材料,上述层为在上述阳极与上述阴极之间通电而发光的发光层。

[0067] 由此,能够得到在 700nm 以上的波长区域(近红外区域)的发光。

[0068] 本发明的发光装置的特征在于,具备本发明的发光元件。

[0069] 这样的发光装置能够在近红外区域发光。另外,由于具备高效率和长寿命的发光元件,所以可靠性优异。

[0070] 本发明的认证装置的特征在于,具备本发明的发光元件。

[0071] 这样的认证装置能够使用近红外光来进行生物体认证。另外,由于具备高效率和长寿命的发光元件,所以可靠性优异。

[0072] 本发明的电子设备的特征在于,具备本发明的发光元件。

[0073] 这样的电子设备由于具备高效率和长寿命的发光元件,所以可靠性优异。

附图说明

[0074] 图 1 是示意地表示本发明的实施方式所涉及的发光元件的截面图。

[0075] 图 2 是表示应用了本发明的发光装置的显示器装置的实施方式的纵截面图。

[0076] 图 3 是表示本发明的认证装置的实施方式的图。

[0077] 图 4 是表示应用了本发明的电子设备的移动型(或笔记本型)的个人计算机的构成的立体图。

具体实施方式

[0078] 以下,对将本发明的噻二唑系化合物、发光元件用化合物、发光元件、发光装置、认证装置以及电子设备示于附图的优选的实施方式进行说明。

[0079] 图 1 是示意地表示本发明的实施方式所涉及的发光元件的截面图。应予说明,以下,为了便于说明,将图 1 中的上侧以“上”、下侧以“下”的方式来进行说明。

[0080] 图 1 所示的发光元件(电致发光元件) 1 是依次层叠阳极 3、空穴注入层 4、空穴输送层 5、发光层 6、电子输送层 7、电子注入层 8 和阴极 9 而成的。即,在发光元件 1 中,在阳极 3 与阴极 9 之间插入有层叠体 14,上述层叠体 14 是从阳极 3 侧向阴极 9 侧依次层叠空穴注入层 4、空穴输送层 5、发光层 6、电子输送层 7 和电子注入层 8 而成的。

[0081] 然后,发光元件 1 其整体设置在基板 2 上,并且由密封部件 10 密封。

[0082] 对于这样的发光元件 1 而言,通过对阳极 3 和阴极 9 施加驱动电压,从而从阴极 9 侧向发光层 6 供给(注入)电子,并且从阳极 3 侧向发光层 6 供给(注入)空穴。然后,在发光层 6 中,空穴与电子再结合,利用该再结合时释放的能量而生成激子(Exciton),激子回到基态时释放(发光)能量(荧光、磷光)。由此,发光元件 1 发光。

[0083] 特别是,该发光元件 1 如下所述通过使用噻二唑系化合物(发光元件用化合物)作为发光层 6 的发光材料,从而在近红外区域发光。应予说明,在本说明书中,“近红外区域”是指 700nm ~ 1500nm 的波长区域。

[0084] 基板 2 支撑阳极 3。本实施方式的发光元件 1 是从基板 2 侧射出光的构成(底部发射型),所以实质上将基板 2 和阳极 3 分别制成透明的(无色透明、着色透明或半透明)。

[0085] 作为基板 2 的构成材料,例如可举出聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对萘二甲酸乙二

醇酯、聚丙烯、环烯烃聚合物、聚酰胺、聚醚砜、聚甲基丙烯酸甲酯、聚碳酸酯、多芳基化合物这样的树脂材料,或石英玻璃、钠钙玻璃这样的玻璃材料等,可以使用其中的 1 种或组合 2 种以上使用。

[0086] 这样的基板 2 的平均厚度没有特别限定,优选为 0.1mm ~ 30mm 左右,更优选为 0.1mm ~ 10mm 左右。

[0087] 应予说明,发光元件 1 为从与基板 2 相反一侧射出光的构成(顶部发射型)时,基板 2 可以使用透明基板和不透明基板中的任一种。

[0088] 作为不透明基板,例如可举出由氧化铝之类的陶瓷材料构成的基板、在不锈钢之类的金属基板的表面形成有氧化膜(绝缘膜)的基板、由树脂材料构成的基板等。

[0089] 另外,对于这样的发光元件 1,阳极 3 与阴极 9 之间的距离(即层叠体 14 的平均厚度)优选为 100nm ~ 500nm,更优选为 100nm ~ 300nm,进一步优选为 100nm ~ 250nm。由此,能够简单且可靠地将发光元件 1 的驱动电压设置在实用的范围内。

[0090] 以下,依次说明构成发光元件 1 的各部分。

[0091] 阳极

[0092] 阳极 3 是介由后述的空穴注入层 4 向空穴输送层 5 注入空穴的电极。作为该阳极 3 的构成材料,优选使用功函数大、导电性优异的材料。

[0093] 作为阳极 3 的构成材料,例如可举出 ITO (Indium Tin Oxide)、IZO (Indium Zinc Oxide)、 In_2O_3 、 SnO_2 、含 Sb 的 SnO_2 、含 Al 的 ZnO 等氧化物,Au、Pt、Ag、Cu 或含有它们的合金等,可以使用其中的 1 种或组合 2 种以上使用。

[0094] 特别优选阳极 3 由 ITO 构成。ITO 为具有透明性且功函数大、导电性优异的材料。由此,能够将空穴有效地从阳极 3 注入到空穴注入层 4。

[0095] 另外,优选对阳极 3 的空穴注入层 4 侧的面(图 1 中上表面)实施等离子体处理。由此,能够提高阳极 3 和空穴注入层 4 的接合面的化学稳定性和机械稳定性。其结果,能够提高从阳极 3 向空穴注入层 4 的空穴注入性。应予说明,对于上述等离子体处理,在后述的发光元件 1 的制造方法的说明中详述。

[0096] 这样的阳极 3 的平均厚度没有特别限定,优选为 10nm ~ 200nm 左右,更优选为 50nm ~ 150nm 左右。

[0097] 阴极

[0098] 另一方面,阴极 9 是介由后述的电子注入层 8 向电子输送层 7 注入电子的电极。作为该阴极 9 的构成材料,优选使用功函数小的材料。

[0099] 作为阴极 9 的构成材料,例如可举出 Li、Mg、Ca、Sr、La、Ce、Er、Eu、Sc、Y、Yb、Ag、Cu、Al、Cs、Rb 或含有它们的合金等,可以使用其中的 1 种或组合 2 种以上(例如,作为多层的层叠体、多种的混合层等)使用。

[0100] 特别是使用合金作为阴极 9 的构成材料时,优选使用含有 Ag、Al、Cu 等稳定的金属元素的合金,具体而言,优选使用 MgAg、AlLi、CuLi 等合金。通过使用上述合金作为阴极 9 的构成材料,从而能够实现阴极 9 的电子注入效率和稳定性的提高。

[0101] 另外,作为阴极 9 的构成材料,由于对近红外区域的光的反射性优异,所以优选使用 Al、Ag、MgAg 中的任一种,更优选使用 MgAg。

[0102] 对于构成阴极 9 的 MgAg,从提高对近红外区域的光的反射性的观点考虑,Mg 和 Ag

的比(Mg:Ag)优选为 1:100 ~ 100:1。

[0103] 这样的阴极 9 的平均厚度没有特别限定,优选为 2nm ~ 10000nm 左右,更优选为 50nm ~ 200nm 左右。

[0104] 应予说明,本实施方式的发光元件 1 为底部发射型,所以对阴极 9 的透光性没有特别要求。另外,为顶部发射型时,需要使光从阴极 9 侧透射,所以阴极 9 的平均厚度优选为 1nm ~ 50nm 左右。

[0105] 另外,相对于阴极 9 可以在上侧(与发光层 6 相反的一侧)设置对近红外区域的光具有反射性的反射层。优选上述反射层例如由 Al、Ag、Mg 中的任一种构成。另外,上述反射层优选与阴极 9 相接。

[0106] 空穴注入层

[0107] 空穴注入层 4 具有提高从阳极 3 的空穴注入效率的功能(即具有空穴注入性)。

[0108] 这样,通过在阳极 3 与后述的空穴输送层 5 之间设置空穴注入层 4,从而提高从阳极 3 的空穴注入性,其结果,能够提高发光元件 1 的发光效率。

[0109] 该空穴注入层 4 含有具有空穴注入性的材料(即空穴注入性材料)。

[0110] 作为该空穴注入层 4 中含有的空穴注入性材料,没有特别限定,例如可举出铜酞菁、或 4,4',4''-三(N,N-苯基-3-甲基苯基氨基)三苯胺(m-MTDATA)、N,N'-双(4-二苯基氨基-苯基)-N,N'-二苯基-联苯基-4-4'-二胺等。

[0111] 其中,作为空穴注入层 4 中含有的空穴注入性材料,从空穴注入性和空穴输送性优异的观点考虑,优选使用胺系材料,更优选使用二氨基苯衍生物、联苯胺衍生物(具有联苯胺骨架的材料)、分子内具有“二氨基苯”单元和“联苯胺”单元这两者的三胺系化合物、四胺系化合物。

[0112] 这样的空穴注入层 4 的平均厚度没有特别限定,优选为 5nm ~ 90nm 左右,更优选为 10nm ~ 70nm 左右。

[0113] 应予说明,空穴注入层 4 可以根据阳极 3 和空穴输送层 5 的构成材料省略。

[0114] 空穴输送层

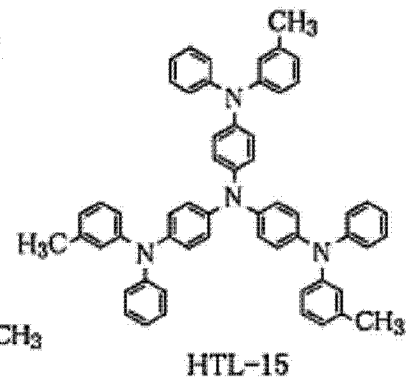
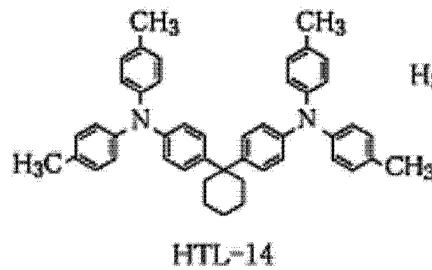
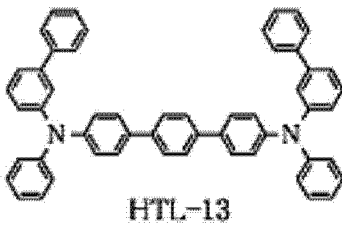
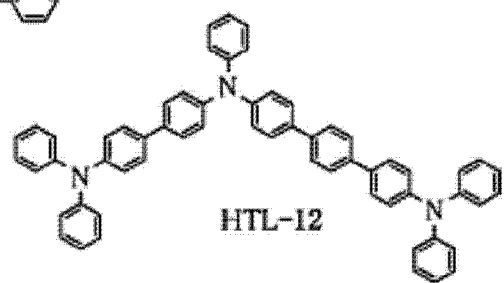
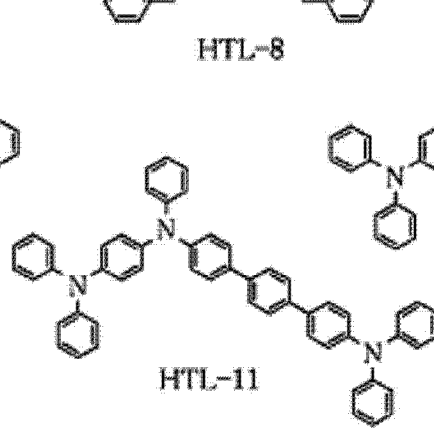
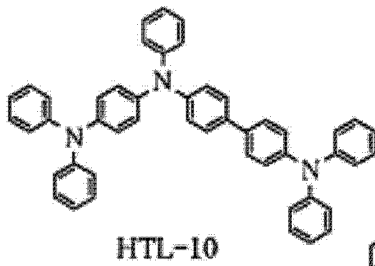
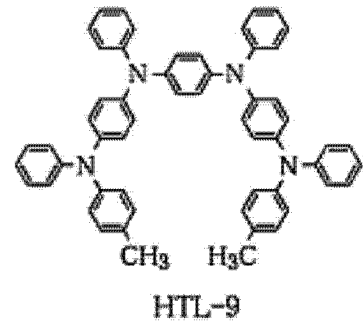
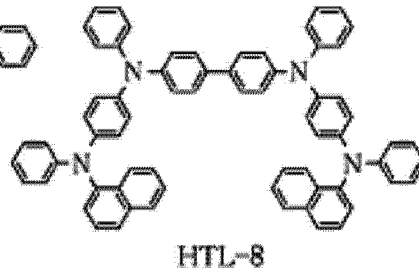
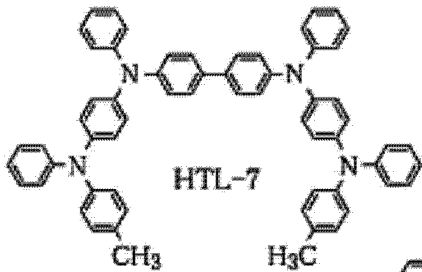
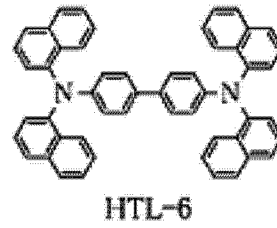
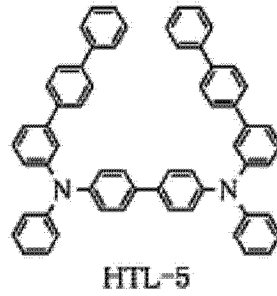
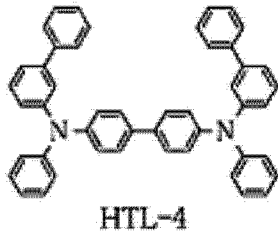
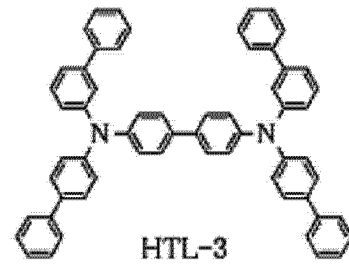
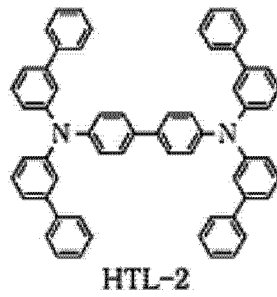
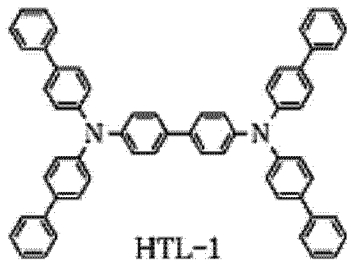
[0115] 空穴输送层 5 具有将从阳极 3 介由空穴注入层 4 注入的空穴输送至发光层 6 的功能(即具有空穴输送性)。

[0116] 该空穴输送层 5 含有具有空穴输送性的材料(即空穴输送性材料)而构成。

[0117] 对于该空穴输送层 5 中含有的空穴输送性材料而言,可以单独或组合使用各种 p 型的高分子材料或各种 p 型的低分子材料,例如可举出 N,N'-二(1-萘基)-N,N'-二苯基-1,1'-二苯基-4,4'-二胺(NPD)、N,N'-二苯基-N,N'-双(3-甲基苯基)-1,1'-二苯基-4,4'-二胺(TPD)等四芳基联苯胺衍生物、四芳基二氨基苄化合物或其衍生物(胺系化合物)等,可以使用其中的 1 种或组合 2 种以上使用。

[0118] 其中,作为空穴输送层 5 中含有的空穴输送性材料,从空穴注入性和空穴输送性优异的观点考虑,优选为胺系材料(例如,下述 HTL-1 ~ 下述 HTL-15 表示的胺系材料),更优选为联苯胺衍生物(具有联苯胺骨架的材料)。

[0119]



[0120] 这样的空穴输送层 5 的平均厚度没有特别限定, 优选为 5nm ~ 90nm 左右, 更优选为 10nm ~ 70nm 左右。

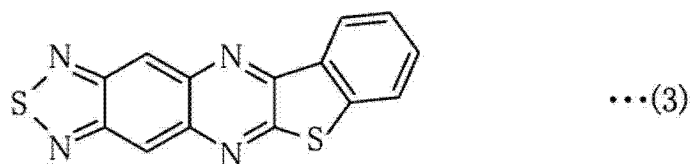
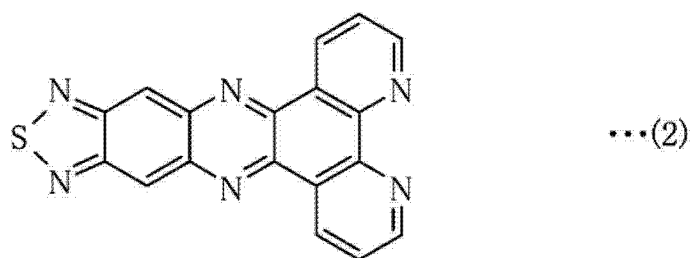
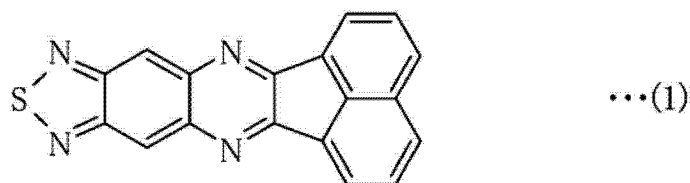
[0121] 发光层

[0122] 该发光层 6 通过在上述的阳极 3 与阴极 9 之间通电而发光。

[0123] 这样的发光层 6 含有发光材料而构成。

[0124] 特别是,该发光层 6 含有作为分子内具有下述式(1)、(2)、(3)中任一种表示的基本骨架的化合物的噻二唑系化合物(以下,也简称为“噻二唑系化合物”)作为发光材料而构成。

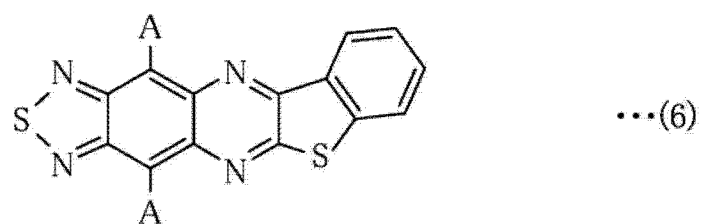
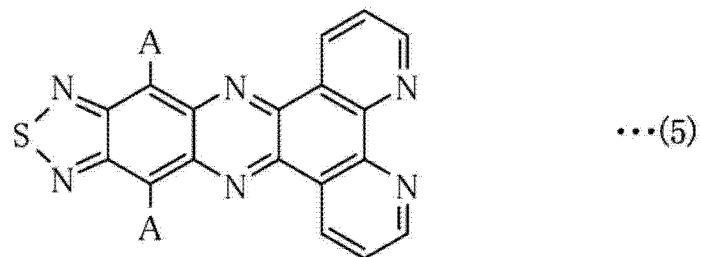
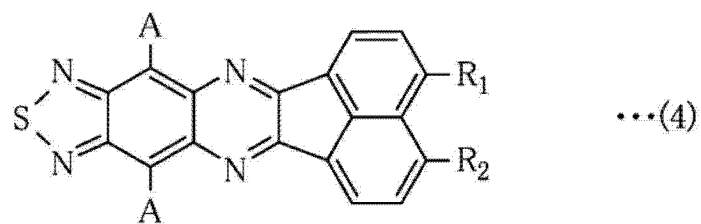
[0125]



[0126] 含有这样的噻二唑系化合物的发光层 6 能够得到 700nm 以上的波长区域(近红外区域)的发光。

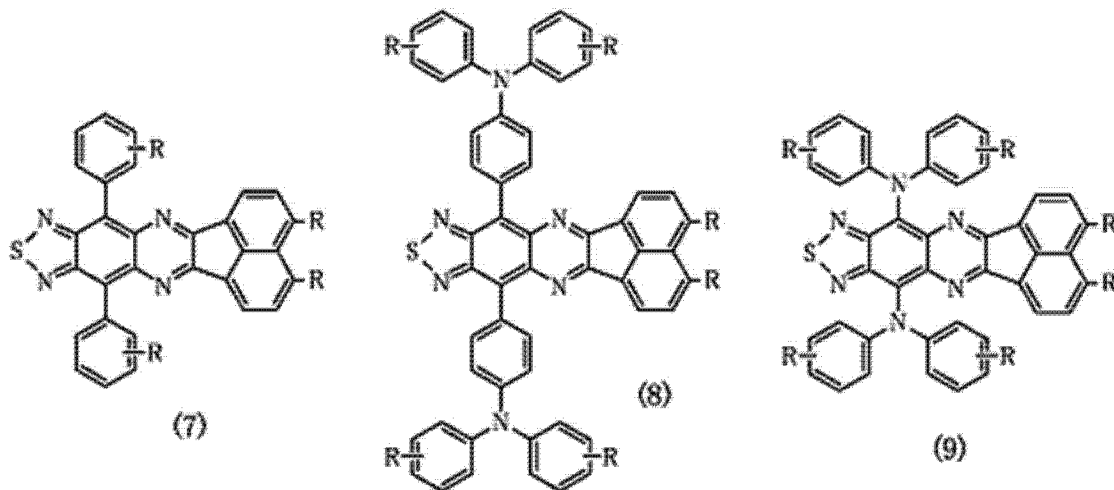
[0127] 另外,作为发光层 6 中使用的发光材料,从实现高效率化和长寿命化的观点考虑,上述式(1)优选使用由下述式(4)表示的化合物,上述式(2)优选使用由下述式(5)表示的化合物,上述式(3)优选使用由下述式(6)表示的化合物。具体而言,上述式(4)更优选为由下述式(7)、(8)、(9)表示的化合物,上述式(5)更优选为由下述式(10)、(11)、(12)表示的化合物,上述式(6)更优选为由下述式(13)、(14)、(15)表示的化合物。更具体而言,特别优选使用下述式 D1-1 ~ D1-9、D2-1 ~ D2-3、D3-1 ~ D3-3 表示的化合物。

[0128]

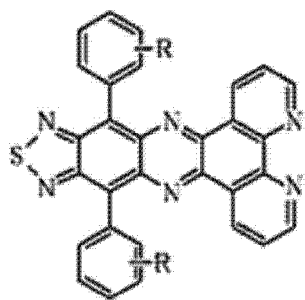


[0129] [上述式(4)、(5)、(6)中,A各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基或三芳基胺。另外, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基。另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。]

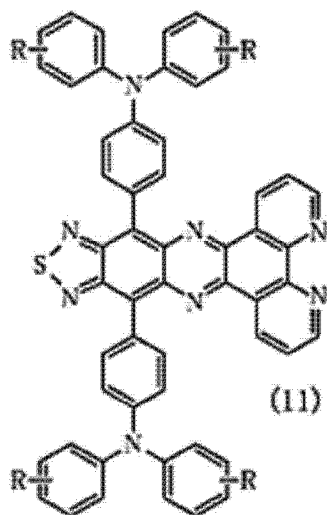
[0130]



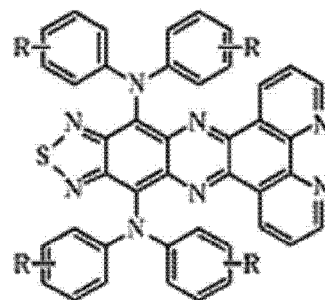
[0131]



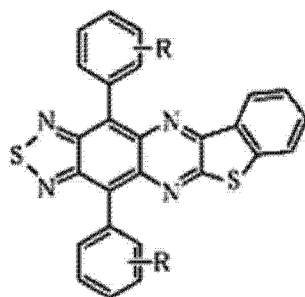
(10)



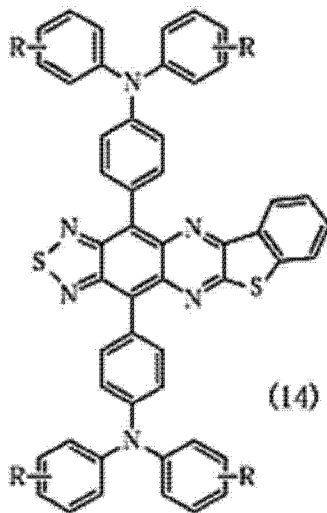
(11)



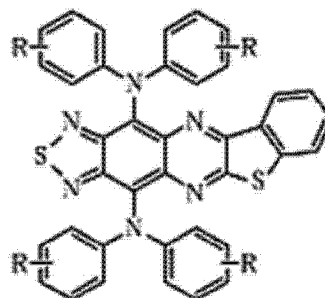
(12)



(13)



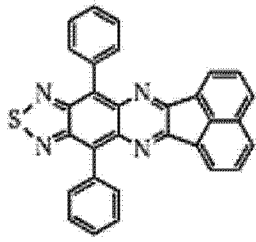
(14)



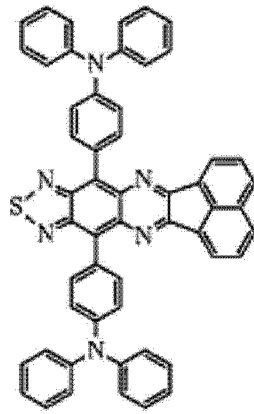
(15)

[0132] [上述式(7)~(15)中,R各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基。另外,相邻的2个R的碳彼此可以连结而形成环状。]

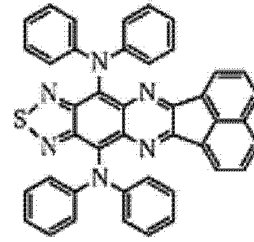
[0133]



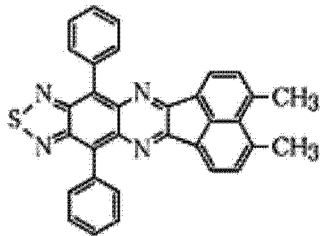
D1-1



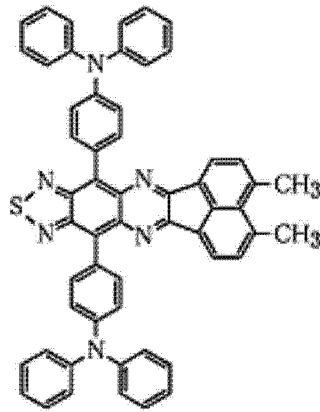
D1-2



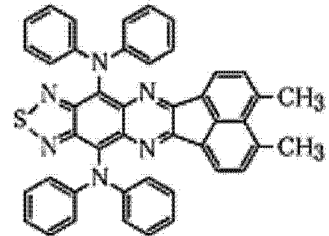
D1-3



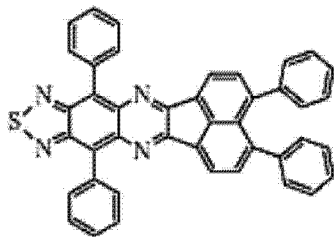
D1-4



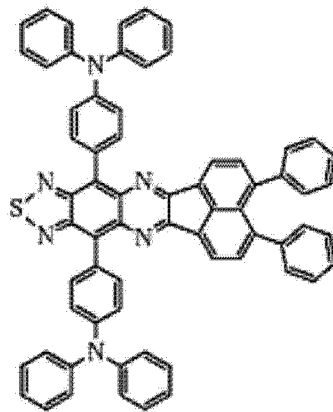
D1-5



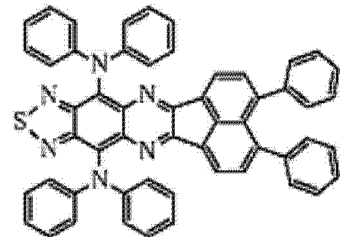
D1-6



D1-7

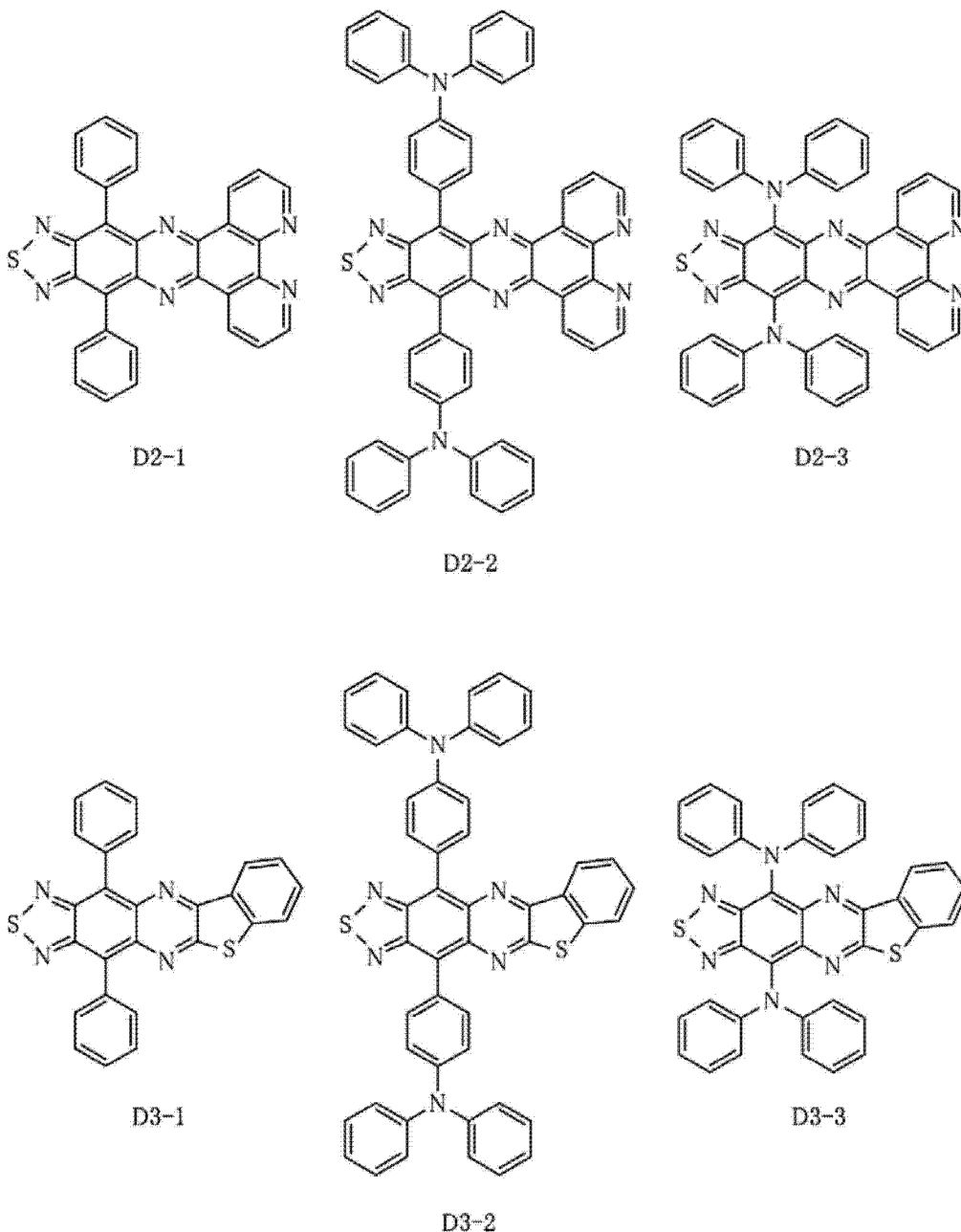


D1-8



D1-9

[0134]



[0135] 应予说明,发光层 6 可以含有除上述发光材料以外的发光材料(各种荧光材料、各种磷光材料)。

[0136] 另外,作为发光层 6 的构成材料,除如上所述的发光材料(噻二唑系化合物)之外,还使用添加(担载)有该发光材料作为客体材料(掺杂剂)的主体材料。该主体材料具有如下功能,即,通过将空穴与电子再结合而生成激子,并且使该激子的能量向发光材料转移(福斯特(Forster)转移或德克斯特(Dexter)转移),从而激发发光材料。因此,能够有效地激发分子内具有上述式(1)、式(2)、式(3)中任一种表示的基本骨架的化合物。其结果,能够提高发光元件 1 的发光效率。这样的主体材料例如可以将作为客体材料的发光材料作为掺杂剂掺杂于主体材料中使用。

[0137] 作为这样的主体材料,只要对使用的发光材料发挥如上所述的功能就没有特别限定,例如可举出二苯乙烯基芳撑衍生物、萘并萘衍生物、蒽衍生物等并苯系材料、茈衍生物、二苯乙烯基苯衍生物、二苯乙烯基胺衍生物、双(2-甲基-8-羟基喹啉)(对苯基苯酚)

铝(BAlq)、三(8-羟基喹啉)铝配合物(Alq₃)等羟基喹啉系金属配合物、三苯胺的四聚体等三芳基胺衍生物、噁二唑衍生物、红荧烯及其衍生物、噻咯衍生物、二唑衍生物、低聚噻吩衍生物、苯并吡喃衍生物、三唑衍生物、苯并噁唑衍生物、苯并噻唑衍生物、喹啉衍生物、4,4'-双(2,2'-二苯基乙烯基)联苯(DPVBi)、3-苯基-4-(1'-萘基)-5-苯基咪唑、4,4'-N,N'-二咪唑联苯(CBP)等咪唑衍生物等,可以单独使用其中的1种或组合2种以上使用。

[0138] 其中,作为主体材料,优选使用并苯系材料、或羟基喹啉系金属配合物,更优选使用并苯系材料。

[0139] 并苯系材料与如上所述的发光材料的不恰当的相互作用少。另外,如果使用并苯系材料(特别是蒽系材料、并四苯系材料)作为主体材料,则能够有效地进行从主体材料向发光材料的能量转移。

[0140] 可认为这是基于如下理由,即,(a)能够通过来自并苯系材料的三重激发态的能量转移而生成发光材料的单重激发态,(b)并苯系材料的 π 电子云与发光材料的电子云的重叠变大,(c)并苯系材料的荧光光谱与发光材料的吸收光谱的重叠变大。

[0141] 因此,如果使用并苯系材料作为主体材料,则能够提高发光元件1的发光效率。

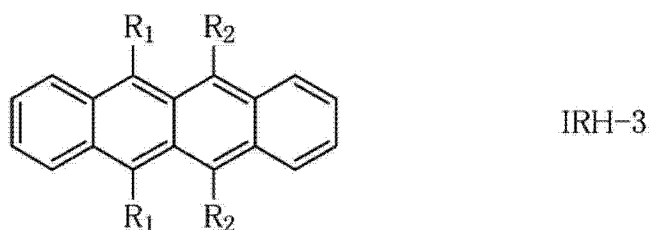
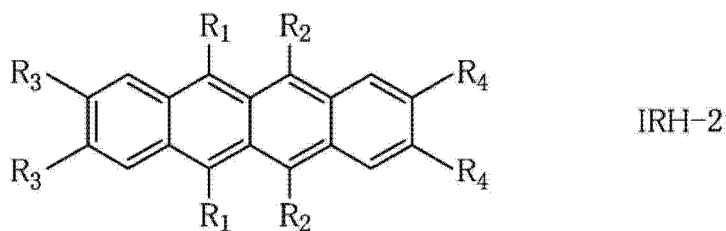
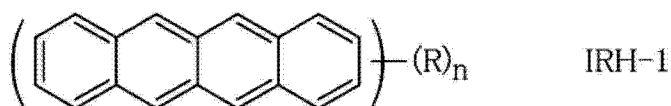
[0142] 另外,并苯系材料对电子和空穴的耐性优异。另外,并苯系材料的热稳定性也优异。因此,发光元件1能够实现长寿命化。另外,并苯系材料的热稳定性优异,所以使用气相成膜法形成发光层6时,能够防止由成膜时的热导致的主体材料的分解。因此,能够形成具有优异的膜质的发光层6,其结果,从该方面考虑,能够提高发光元件1的发光效率,并且实现长寿命化。

[0143] 并且,由于并苯系材料其本身难以发光,所以也能够防止主体材料对发光元件1的发光光谱产生不良影响。

[0144] 这样的并苯系材料只要具有并苯骨架、且发挥如上所述的效果就没有特别限定,例如可举出萘衍生物、蒽衍生物、萘并萘衍生物(并四苯衍生物)、并五苯衍生物,可以使用其中的1种或组合2种以上使用,优选使用蒽系材料(蒽衍生物)或并四苯系材料(并四苯衍生物),更优选使用并四苯系材料。

[0145] 作为并四苯系材料,只要1分子内具有至少1个并四苯骨架、且可发挥如上所述的作为主体材料的功能就没有特别限定,例如,优选使用下述式IRH-1表示的化合物,更优选使用下述式IRH-2表示的化合物,进一步优选使用下述IRH-3表示的化合物。

[0146]

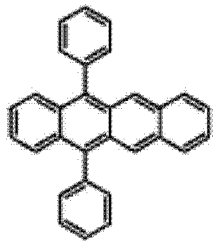


[0147] [上述式 IRH-1 中, n 表示 1 ~ 12 的自然数, R 表示取代基或官能团, 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, 上述式 IRH-2、IRH-3 中, $R_1 \sim R_4$ 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, $R_1 \sim R_4$ 可以相互相同也可以不同。]

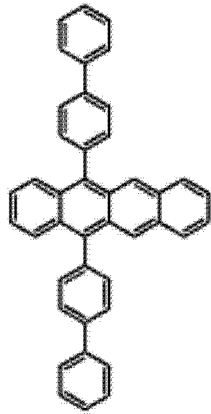
[0148] 另外, 作为主体材料使用的并四苯系材料优选由碳原子和氢原子构成。由此, 能够防止产生主体材料与发光材料的不恰当的相互作用。因此, 能够提高发光元件 1 的发光效率。另外, 能够提高主体材料对电子和空穴的耐性。因此, 能够实现发光元件 1 的长寿命化。

[0149] 具体而言, 作为并四苯系材料, 例如, 优选使用下述式 H1-1 ~ H1-27 表示的化合物。

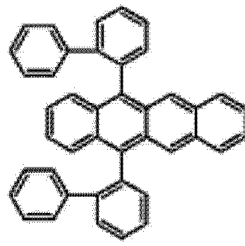
[0150]



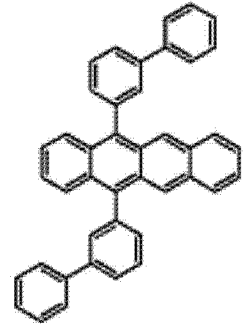
HI-1



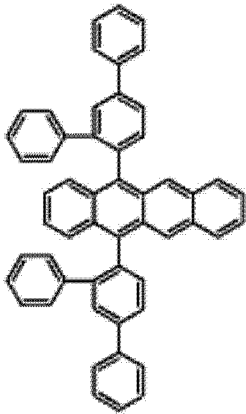
HI-2



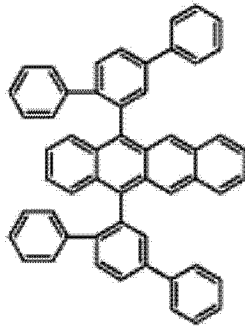
HI-3



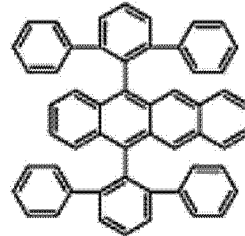
HI-4



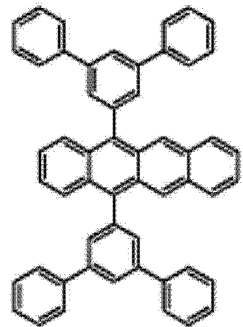
HI-5



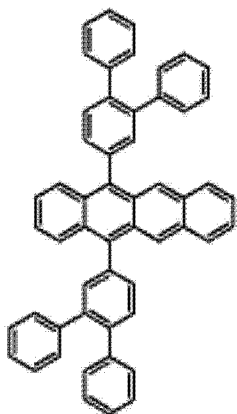
HI-6



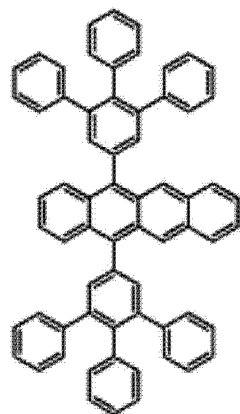
HI-7



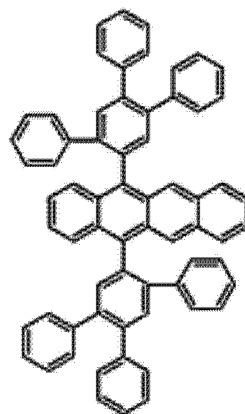
HI-8



HI-9

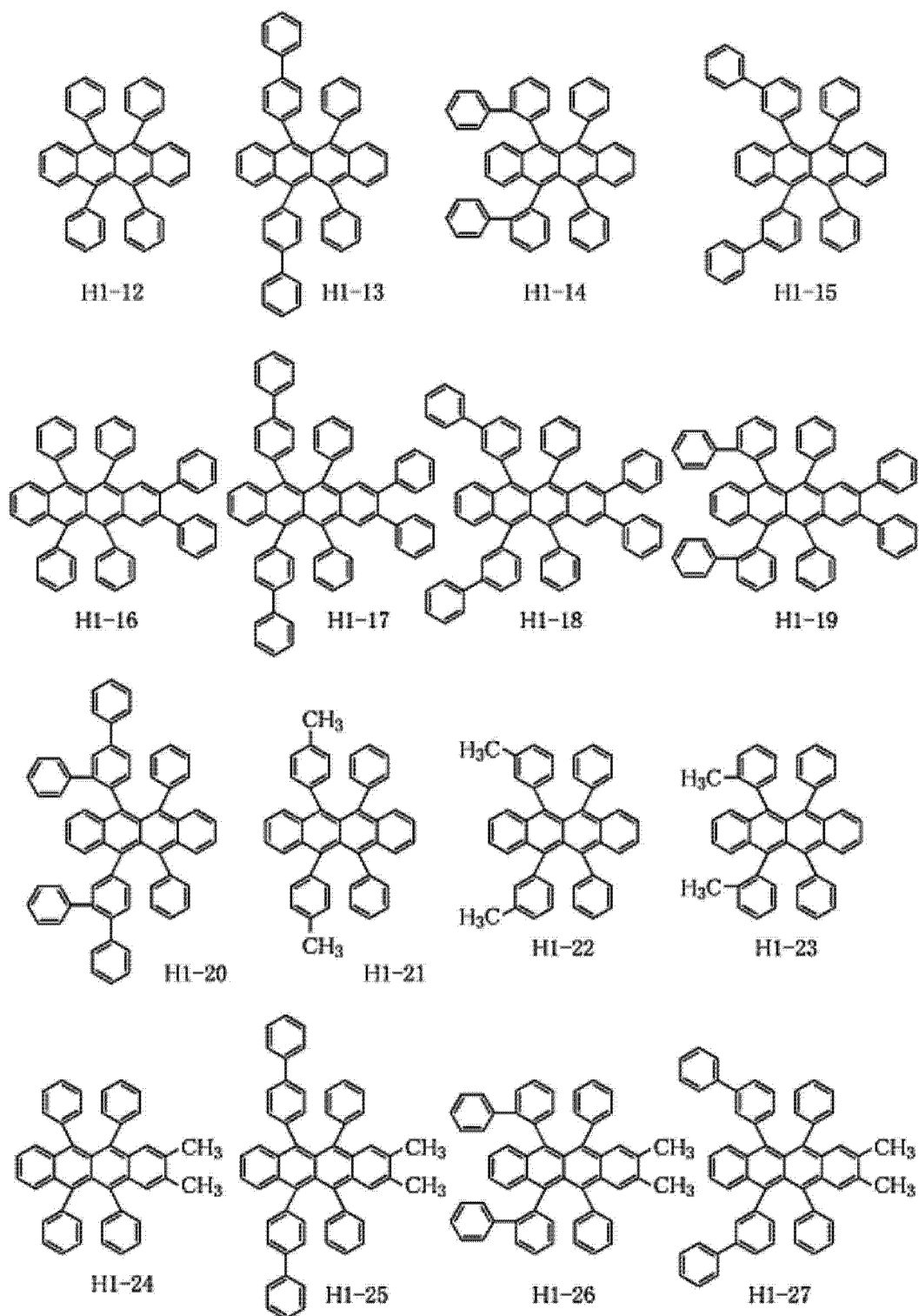


HI-10



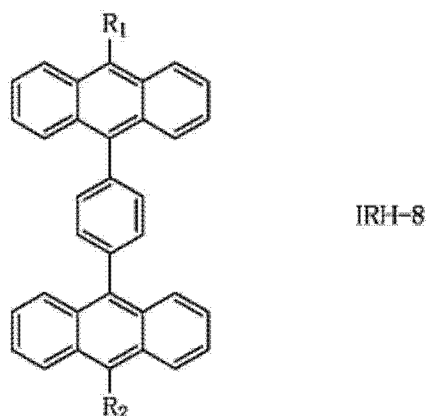
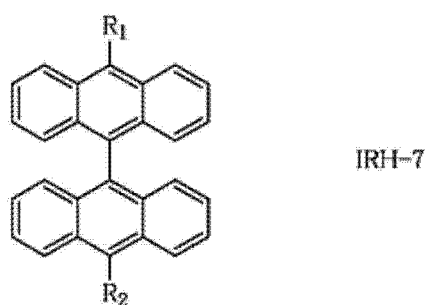
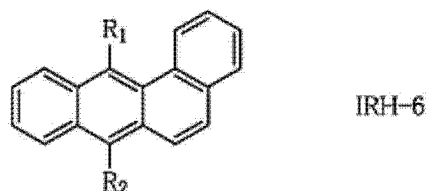
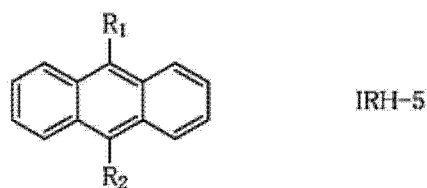
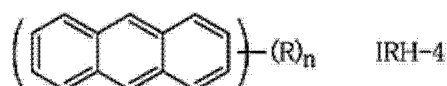
HI-11

[0151]



[0152] 另外,作为葱系材料,只要1分子内具有至少1个葱骨架、且可发挥如上所述的作为主体材料的功能就没有特别限定,例如,优选使用下述式IRH-4表示的化合物,更优选使用下述式IRH-5~IRH-8表示的化合物。

[0153]

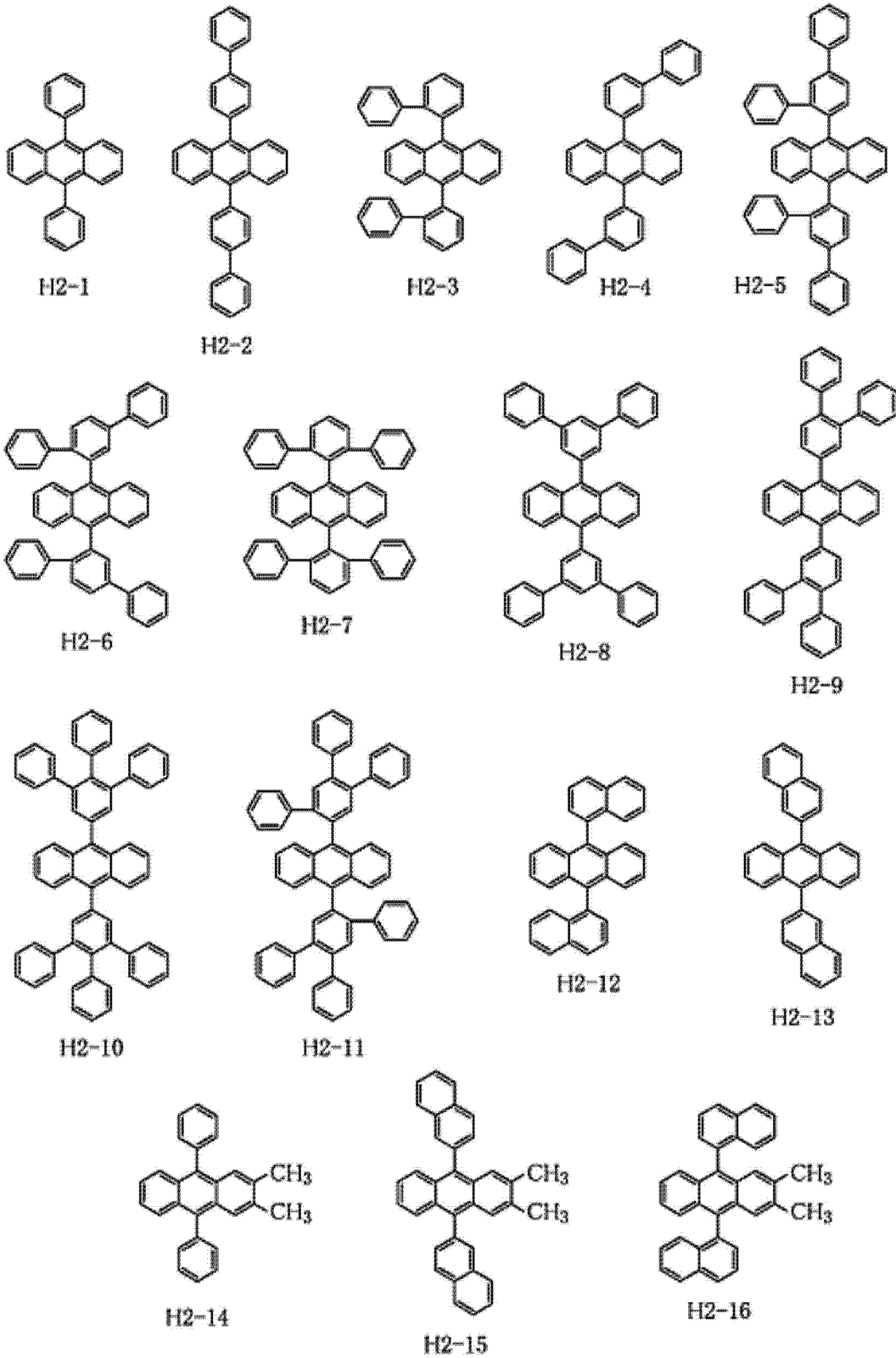


[0154] [上述式 IRH-4 中, n 表示 1 ~ 10 的自然数, R 表示取代基或官能团, 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, 上述式 IRH-5 ~ IRH-8 中, R_1 、 R_2 各自独立地表示氢原子、烷基、可具有取代基的芳基、芳氨基。另外, R_1 、 R_2 可以相互相同也可以不同。]

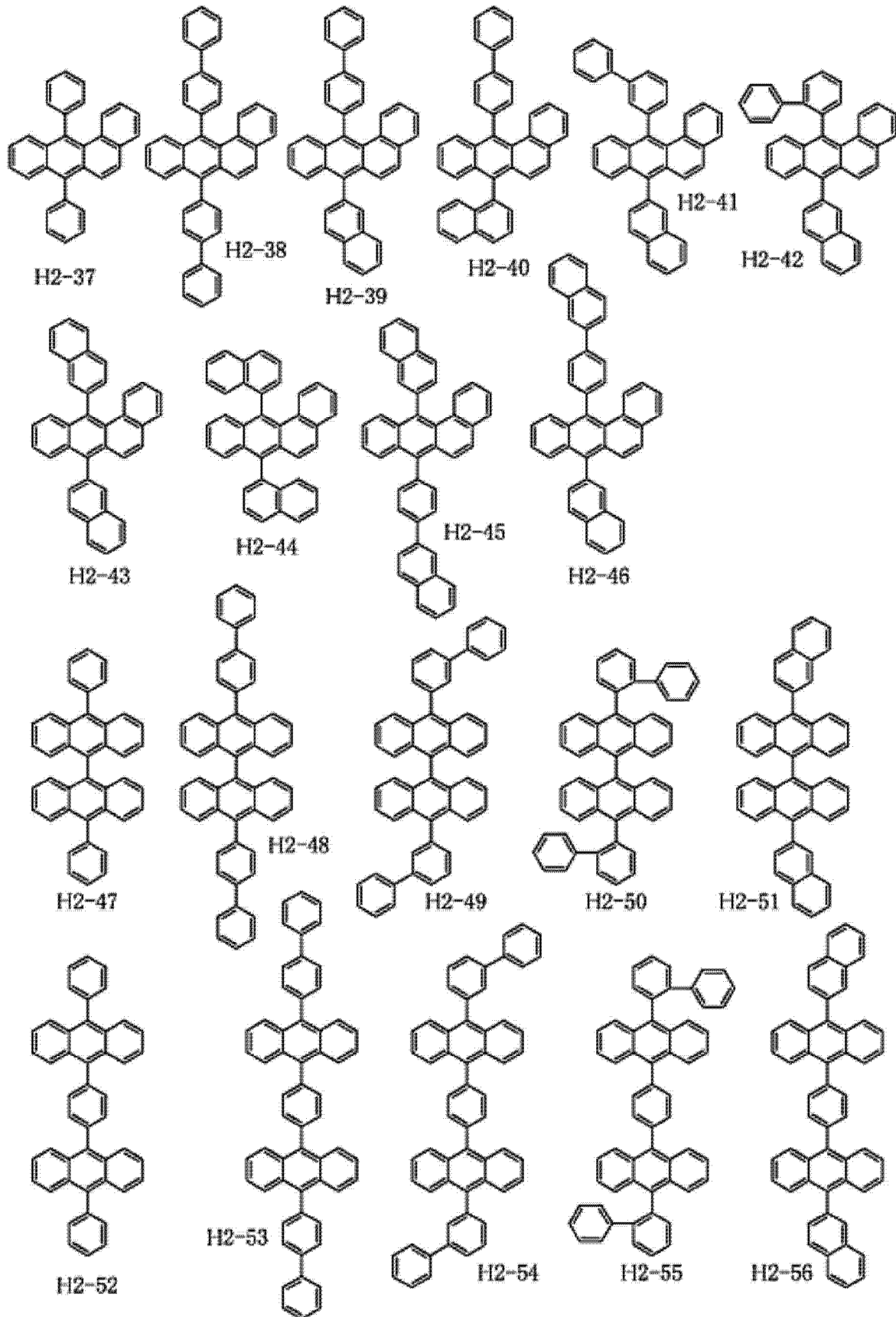
[0155] 另外, 作为主体材料使用的蒽系材料优选由碳原子和氢原子构成。由此, 能够防止产生主体材料与发光材料的不恰当的相互作用。因此, 能够提高发光元件 1 的发光效率。另外, 能够提高主体材料对电子和空穴的耐性。因此, 能够实现发光元件 1 的长寿命化。

[0156] 具体而言, 作为蒽系材料, 例如, 优选使用下述式 H2-1 ~ H2-56 表示的化合物。

[0157]



[0158]



[0160] 含有这样的发光材料和主体材料的发光层6中的发光材料的含量(掺杂量)优选为0.01wt%~10wt%,更优选为0.1wt%~5wt%。通过使发光材料的含量在这样的范围内,从而

能够使发光效率最佳化。

[0161] 另外,发光层 6 的平均厚度没有特别限定,优选为 1nm ~ 60nm 左右,更优选为 3nm ~ 50nm 左右。

[0162] 电子输送层

[0163] 电子输送层 7 具有将从阴极 9 介由电子注入层 8 注入的电子输送到发光层 6 的功能。

[0164] 作为电子输送层 7 的构成材料(电子输送性材料),例如可举出 2,9-二甲基-4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(BCP)等菲咯啉衍生物、三(8-羟基喹啉)铝(Alq_3)等将 8-羟基喹啉或其衍生物作为配位体的有机金属配合物等的喹啉衍生物、氮杂吲哚啉(azaindolizine)衍生物、噁二唑衍生物、茛衍生物、吡啶衍生物、嘧啶衍生物、喹啉衍生物、二苯醌衍生物、硝基取代茛衍生物等,可以使用其中的 1 种或组合 2 种以上使用。

[0165] 其中,作为电子输送层 7 所使用的电子输送性材料,优选使用氮杂吲哚啉衍生物,特别是更优选使用作为分子内具有氮杂吲哚啉骨架和茛骨架的化合物的氮杂吲哚啉系化合物(以下,也简称为“氮杂吲哚啉系化合物”)。

[0166] 这样,通过使用分子内具有氮杂吲哚啉骨架和茛骨架的化合物作为与发光层 6 邻接的电子输送层 7 的电子输送性材料,从而能够将电子有效地从电子输送层 7 输送到发光层 6。因此,能够使发光元件 1 的发光效率优异。

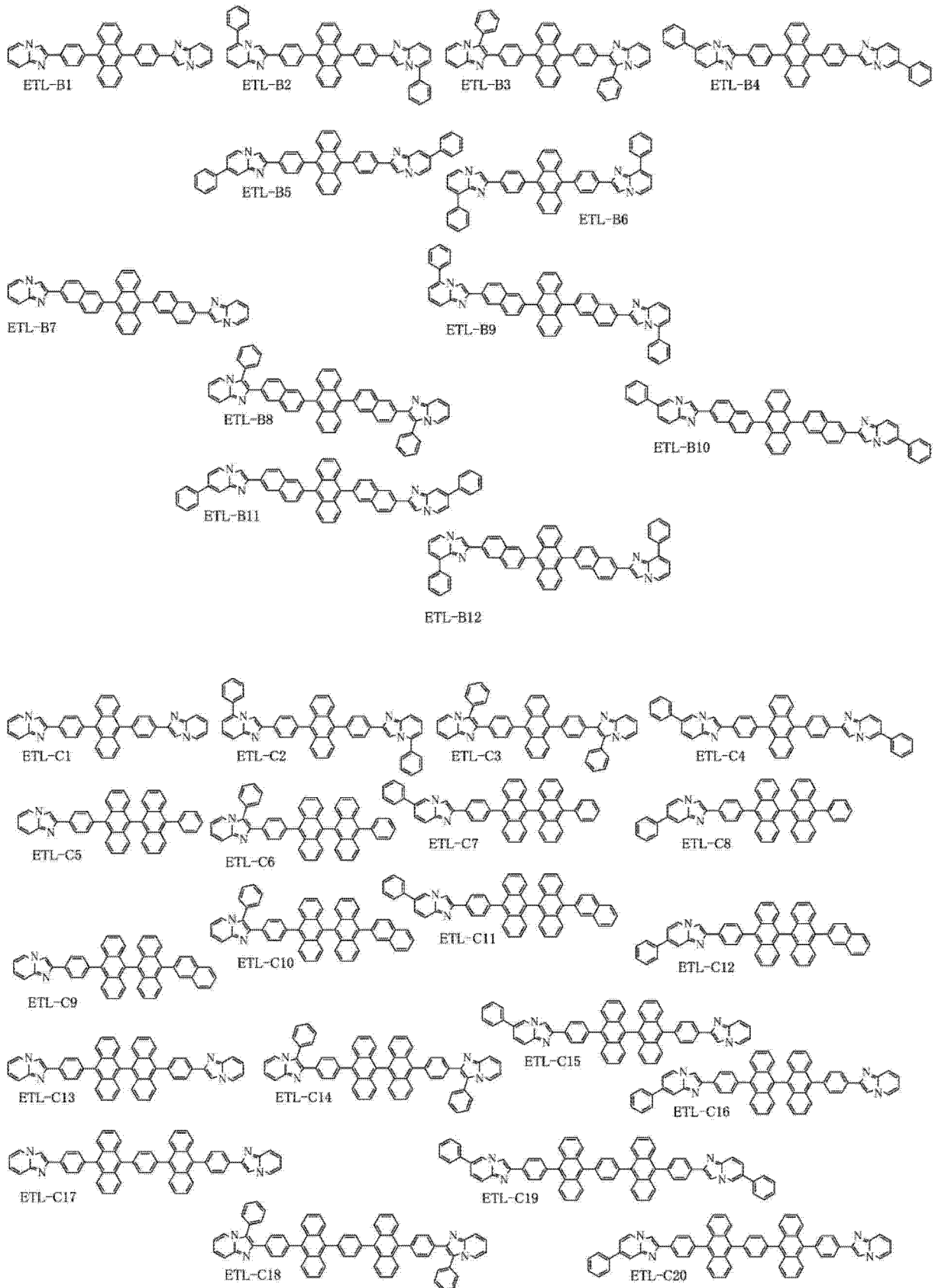
[0167] 另外,由于能够有效地进行从电子输送层 7 向发光层 6 的电子输送,所以能够使发光元件 1 的驱动电压低电压化,与此相伴,能够实现发光元件 1 的长寿命化。

[0168] 并且,分子内具有氮杂吲哚啉骨架和茛骨架的化合物对电子和空穴的稳定性(耐性)优异,所以从该方面考虑,能够实现发光元件 1 的长寿命化。

[0169] 电子输送层 7 所使用的电子输送性材料(氮杂吲哚啉系化合物)优选 1 分子内含有的氮杂吲哚啉骨架和茛骨架的数量分别为 1 个或 2 个。由此,能够使电子输送层 7 的电子输送性和电子注入性优异。

[0170] 具体而言,作为电子输送层 7 所使用的氮杂吲哚啉系化合物,例如,优选使用如下述式 ETL-A1 ~ ETL-A24 表示的化合物、如下述式 ETL-B1 ~ 式 ETL-B12 表示的化合物、下述 ETL-C1 ~ ETL-C20 表示的化合物。

[0171]



[0173] 这样的氮杂咪唑系化合物的电子输送性和电子注入性优异。因此,能够提高发光元件 1 的发光效率。

[0174] 认为这样的氮杂咪唑系化合物的电子输送性和电子注入性优异是基于如下理

由。

[0175] 对于如上所述的分子内具有氮杂吡啶骨架和蒽骨架的氮杂吡啶系化合物而言,其分子整体由 π 共轭体系连接,所以电子云遍布地扩散在分子整体。

[0176] 而且,上述氮杂吡啶系化合物的氮杂吡啶骨架部分具有接受电子的功能,和将其接受的电子向蒽骨架部分送出的功能。另一方面,上述氮杂吡啶系化合物的蒽骨架部分具有从氮杂吡啶骨架部分接受电子的功能、和将该接受的电子向与电子输送层 7 的阳极 3 侧邻接的层,即发光层 6 传递的功能。

[0177] 如果更具体地说明,上述氮杂吡啶系化合物的氮杂吡啶骨架部分具有 2 个氮原子,其中 1 个(离蒽骨架部分近的一侧)氮原子具有 sp^2 杂化轨道,另一个(离蒽骨架部分远的一侧)氮原子具有 sp^3 杂化轨道。具有 sp^2 杂化轨道的氮原子构成氮杂吡啶系化合物的分子的共轭体系的一部分,并且与碳原子相比电负性高、吸引电子的强度大,所以作为接受电子的部分而发挥功能。另一方面,具有 sp^3 杂化轨道的氮原子不是通常的共轭体系,但由于具有非共用电子对,所以该电子作为向氮杂吡啶系化合物的分子的共轭体系送出电子的部分而发挥功能。

[0178] 另一方面,上述氮杂吡啶系化合物的蒽骨架部分为电中性,所以能够容易地从氮杂吡啶骨架部分接受电子。另外,上述氮杂吡啶系化合物的蒽骨架部分与发光层 6 的构成材料、特别是主体材料(并苯系材料)轨道的重叠大,所以能够容易地向发光层 6 的主体材料传递电子。

[0179] 另外,如上所述,上述氮杂吡啶系化合物的电子输送性和电子注入性优异,所以作为结果,能够使发光元件 1 的驱动电压低电压化。

[0180] 另外,对于氮杂吡啶骨架部分,具有 sp^2 杂化轨道的氮原子即使被还原也稳定,具有 sp^3 杂化轨道的氮原子即使被氧化也稳定。因此,上述氮杂吡啶系化合物对电子和空穴的稳定性高。其结果,能够实现发光元件 1 的长寿命化。

[0181] 另外,对于电子输送层 7,组合如上所述的电子输送性材料中的 2 种以上使用时,可以由混合 2 种以上的电子输送性材料而成的混合材料构成,也可以层叠由不同的电子输送性材料构成的多层而构成。

[0182] 电子输送层 7 通过层叠多层而构成时,电子输送层 7 优选具备第 1 电子输送层和第 2 电子输送层,上述第 1 电子输送层含有上述氮杂吡啶系化合物作为第 1 电子输送性材料而构成,上述第 2 电子输送层设置在该第 1 电子输送层与发光层 6 之间并与这两层相接,且含有与第 1 电子输送性材料不同的第 2 电子输送性材料而构成。由此,能够实现发光元件 1 的长寿命化。

[0183] 另外,此时,作为上述第 2 电子输送性材料,例如可以使用 Alq₃、并四苯系材料、蒽系材料等。另外,第 2 电子输送层的平均厚度没有特别限定,例如,优选为 5nm ~ 20nm 左右。由此,第 2 电子输送层与发光层 6 或第 1 电子输送层的一部分形成混合层,所以能够使从电子输送层 7 向发光层 6 的电子输送性良好,同时能够实现发光元件 1 的长寿命化。

[0184] 电子输送层 7 的平均厚度没有特别限定,优选为 1.0nm ~ 200nm 左右,更优选为 10nm ~ 100nm 左右。

[0185] 电子注入层

[0186] 电子注入层 8 具有提高从阴极 9 的电子注入效率的功能。

[0187] 作为该电子注入层 8 的构成材料(电子注入性材料),例如可举出各种无机绝缘材料、各种无机半导体材料。

[0188] 作为这样的无机绝缘材料,例如可举出碱金属硫属元素化合物(氧化物、硫化物、硒化物、碲化物)、碱土类金属硫属元素化合物、碱金属的卤化物和碱土类金属的卤化物等,可以使用其中的 1 种或组合 2 种以上使用。通过将它们作为主材料来构成电子注入层 8,从而能够进一步提高电子注入性。特别是碱金属化合物(碱金属硫属元素化合物、碱金属的卤化物等)的功函数非常小,通过使用它来构成电子注入层 8,从而发光元件 1 可得到高的亮度。

[0189] 作为碱金属硫属元素化合物,例如可举出 Li_2O 、 LiO 、 Na_2S 、 Na_2Se 、 NaO 等。

[0190] 作为碱土类金属硫属元素化合物,例如可举出 CaO 、 BaO 、 SrO 、 BeO 、 BaS 、 MgO 、 CaSe 等。

[0191] 作为碱金属的卤化物,例如可举出 CsF 、 LiF 、 NaF 、 KF 、 LiCl 、 KCl 、 NaCl 等。

[0192] 作为碱土类金属的卤化物,例如可举出 CaF_2 、 BaF_2 、 SrF_2 、 MgF_2 、 BeF_2 等。

[0193] 另外,作为无机半导体材料,例如可举出含有 Li 、 Na 、 Ba 、 Ca 、 Sr 、 Yb 、 Al 、 Ga 、 In 、 Cd 、 Mg 、 Si 、 Ta 、 Sb 和 Zn 中的至少 1 种元素的氧化物、氮化物或氮氧化物等,可以使用其中的 1 种或组合 2 种以上使用。

[0194] 特别是使用 Al 、 Ag 、 MgAg 中的任一种作为阴极 9 的构成材料时,优选使用 Li 的氧化物、卤化物等。

[0195] 电子注入层 8 的平均厚度没有特别限定,优选为 $0.1\text{nm} \sim 1000\text{nm}$ 左右,更优选为 $0.2\text{nm} \sim 100\text{nm}$ 左右,进一步优选为 $0.2\text{nm} \sim 50\text{nm}$ 左右。

[0196] 应予说明,该电子注入层 8 可以根据阴极 9 和电子输送层 7 的构成材料、厚度等省略。

[0197] 密封部件

[0198] 密封部件 10 以覆盖阳极 3、层叠体 14、以及阴极 9 的方式设置,将它们气密地密封,具有隔离氧、水分的功能。通过设置密封部件 10,从而得到提高发光元件 1 的可靠性、防止变质·劣化(耐久性提高)等效果。

[0199] 作为密封部件 10 的构成材料,例如可举出 Al 、 Au 、 Cr 、 Nb 、 Ta 、 Ti 或含有它们的合金,氧化硅,各种树脂材料等。应予说明,使用具有导电性的材料作为密封部件 10 的构成材料时,为了防止短路,优选根据需要在密封部件 10 与阳极 3、层叠体 14 和阴极 9 之间设置绝缘膜。

[0200] 另外,密封部件 10 可以呈平板状与基板 2 对置,将它们之间例如用热固性树脂等密封材料进行密封。

[0201] 根据如上所述构成的发光元件 1,通过使用噻二唑系化合物作为发光层 6 的发光材料,从而能够进行近红外区域的发光,并且能够实现高效率化和长寿命化。

[0202] 如上所述的发光元件 1,例如可以如下制造。

[0203] [1] 首先,准备基板 2,在该基板 2 上形成阳极 3。

[0204] 阳极 3 例如可以使用等离子体 CVD、热 CVD 这样的化学蒸镀法(CVD)、真空蒸镀等气相工艺、电镀等液相工艺、喷镀法、溶胶·凝胶法、MOD 法、金属箔的接合等形成。

[0205] [2] 接着,在阳极 3 上形成空穴注入层 4。

[0206] 空穴注入层 4 例如优选利用 CVD 法、真空蒸镀、溅射等气相工艺形成。

[0207] 应予说明,空穴注入层 4 例如还可以通过将使空穴注入性材料溶解于溶剂或分散

于分散介质而成的空穴注入层形成用材料供给至阳极 3 上进行干燥(脱溶剂或脱分散介质)而形成。

[0208] 作为空穴注入层形成用材料的供给方法,例如也可以使用旋涂法、辊涂法、喷墨印刷法等各种涂布法。通过使用所述的涂布法,从而能够比较容易地形成空穴注入层 4。

[0209] 作为空穴注入层形成用材料的制备所使用的溶剂或分散介质,例如可举出各种无机溶剂、各种有机溶剂、或者含有它们的混合溶剂等。

[0210] 应予说明,干燥例如可以通过在大气压或减压气氛中的放置、加热处理、非活性气体的喷吹等进行。

[0211] 另外,可以在本工序之前对阳极 3 的上表面实施氧等离子体处理。由此,能够进行对阳极 3 的上表面赋予亲液性、除去(清洗)附着于阳极 3 的上表面的有机物、调整阳极 3 的上表面附近的功函数等。

[0212] 此处,作为氧等离子体处理的条件,例如,优选将等离子体功率设为 100W ~ 800W 左右、氧气流量设为 50mL/min ~ 100mL/min 左右,被处理部件(阳极 3)的搬运速度设为 0.5mm/sec ~ 10mm/sec 左右、基板 2 的温度设为 70℃ ~ 90℃ 左右。

[0213] [3]接着,在空穴注入层 4 上形成空穴输送层 5。

[0214] 空穴输送层 5 例如优选利用 CVD 法、真空蒸镀、溅射等气相工艺形成。

[0215] 应予说明,还可以通过将使空穴输送性材料溶解于溶剂或者分散于分散介质而成的空穴输送层形成用材料供给至空穴注入层 4 上进行干燥(脱溶剂或脱分散介质)而形成。

[0216] [4]接着,在空穴输送层 5 上形成发光层 6。

[0217] 发光层 6 例如可以通过真空蒸镀等气相工艺而形成。

[0218] [5]接着,在发光层 6 上形成电子输送层 7。

[0219] 电子输送层 7 例如优选通过真空蒸镀等气相工艺而形成。

[0220] 应予说明,电子输送层 7 例如还可以通过将使电子输送性材料溶解于溶剂或分散于分散介质而成的电子输送层形成用材料供给至发光层 6 上进行干燥(脱溶剂或脱分散介质)而形成。

[0221] [6]接着,在电子输送层 7 上形成电子注入层 8。

[0222] 使用无机材料作为电子注入层 8 的构成材料时,电子注入层 8 例如可以使用 CVD 法、真空蒸镀、溅射等气相工艺、无机微粒油墨的涂布和煅烧等来形成。

[0223] [7]接着,在电子注入层 8 上形成阴极 9。

[0224] 阴极 9 例如可以使用真空蒸镀法、溅射法等气相工艺、金属箔的接合、金属微粒油墨的涂布和煅烧等来形成。

[0225] 经由如上所述的工序得到发光元件 1。

[0226] 最后,以覆盖得到的发光元件 1 的方式被覆密封部件 10,并与基板 2 接合。

[0227] 发光装置

[0228] 接着,对本发明的发光装置的实施方式进行说明。

[0229] 图 2 是表示应用了本发明的发光装置的显示器装置的实施方式的纵截面图。

[0230] 图 2 所示的显示器装置 100 具有基板 21、多个发光元件 1A、分别用于驱动各发光元件 1A 的多个驱动用晶体管 24。此处,显示器装置 100 为顶部发射结构的显示器面板。

[0231] 在基板 21 上设置多个驱动用晶体管 24, 并且以覆盖这些驱动用晶体管 24 的方式形成由绝缘材料构成的平坦化层 22。

[0232] 各驱动用晶体管 24 具有: 由硅构成的半导体层 241、形成于半导体层 241 上的栅极绝缘层 242、形成于栅极绝缘层 242 上的栅电极 243、源电极 244 和漏电极 245。

[0233] 在平坦化层 22 上与各驱动用晶体管 24 对应地设置发光元件 1A。

[0234] 发光元件 1A 是在平坦化层 22 上依次层叠有反射膜 32、防腐蚀膜 33、阳极 3、层叠体(有机 EL 发光部) 14、阴极 13、阴极盖 34。

[0235] 在本实施方式中, 各发光元件 1A 的阳极 3 构成像素电极, 并通过导电部(配线) 27 与各驱动用晶体管 24 的漏电极 245 电连接。另外, 各发光元件 1A 的阴极 13 为共用电极。

[0236] 图 2 中的发光元件 1A 在近红外区域发光。

[0237] 在邻接的发光元件 1A 彼此之间设有隔壁 31。另外, 在这些发光元件 1A 上以覆盖它们的方式形成有由环氧树脂构成的环氧树脂层 35。

[0238] 然后, 在环氧树脂层 35 上以覆盖它们的方式设有密封基板 20。

[0239] 如上述说明的显示器装置 100 例如可以用作军事用途等的近红外线显示器。

[0240] 根据这样的显示器装置 100, 能够进行近红外区域的发光。另外, 由于具备高效率 and 长寿命的发光元件 1A, 所以可靠性优异。

[0241] 认证装置

[0242] 接着, 说明本发明的认证装置的实施方式。

[0243] 图 3 是表示本发明的认证装置的实施方式。

[0244] 图 3 所示的认证装置 1000 是使用生物体 F (在本实施方式中为指尖) 的生物体信息来认证个人的生物体认证装置。

[0245] 该认证装置 1000 具有光源 100B、保护玻璃 1001、微透镜阵列 1002、受光元件组 1003、发光元件驱动部 1006、受光元件驱动部 1004 和控制部 1005。

[0246] 光源 100B 具备多个上述发光元件 1, 向作为拍摄对象物的生物体 F 照射近红外区域的光。例如, 该光源 100B 的多个发光元件 1 沿保护玻璃 1001 的外周部配置。

[0247] 保护玻璃 1001 是生物体 F 接触或接近的部位。

[0248] 微透镜阵列 1002 设置于保护玻璃 1001 的与生物体 F 接触或接近的一侧的相反侧。该微透镜阵列 1002 由多个微透镜排列成矩阵状而构成。

[0249] 受光元件组 1003 相对于微透镜阵列 1002 设置于与保护玻璃 1001 相反的一侧。该受光元件组 1003 由与微透镜阵列 1002 的多个微透镜对应地设置成矩阵状的多个受光元件构成。作为该受光元件组 1003 的各受光元件, 例如可以使用 CCD(Charge Coupled Device)、CMOS 等。

[0250] 发光元件驱动部 1006 是驱动光源 100B 的驱动电路。

[0251] 受光元件驱动部 1004 是驱动受光元件组 1003 的驱动电路。

[0252] 控制部 1005 例如为 MPU, 具有控制发光元件驱动部 1006 和受光元件驱动部 1004 的驱动的功能。

[0253] 另外, 控制部 1005 具有通过比较受光元件组 1003 的受光结果和预先存储的生物体认证信息而进行生物体 F 的认证的功能。

[0254] 例如, 控制部 1005 根据受光元件组 1003 的受光结果生成关于生物体 F 的图像图

案(例如静脉图案)。然后,控制部 1005 将该图像图案与作为生物体认证信息而预先存储的图像图案进行比较,根据该比较结果进行生物体 F 的认证(例如静脉认证)。

[0255] 根据这样的认证装置 1000,可使用近红外光进行生物体认证。另外,由于具备高效率 and 长寿命的发光元件 1,所以可靠性优异。

[0256] 这样的认证装置 1000 可以安装于各种电子设备。

[0257] 电子设备

[0258] 图 4 是表示应用了本发明的电子设备的移动型(或笔记本型)的个人计算机的构成的立体图。

[0259] 在该图中,个人计算机 1100 由具备键盘 1102 的主体部 1101 和具备显示部 1104 的显示单元 1106 构成,显示单元 1106 介由铰接结构部可转动地支撑主体部 1101。

[0260] 对于该个人计算机 1100 而言,在主体部 1101 上设有上述认证装置 1000。

[0261] 根据这样的个人计算机 1100,由于具备高效率 and 长寿命的发光元件 1,所以可靠性优异。

[0262] 应予说明,本发明的电子设备除适用于图 4 的个人计算机(移动型个人计算机)之外,例如还可以适用于移动电话、数码相机、电视机、或摄像机、取景器型或监视直视型的录像机、便携式个人计算机、汽车导航装置、传呼机、电子记事本(也包括具有通信功能的)、电子辞典、计算器、电子游戏机、文字处理器、工作站、可视电话、防盗用电视监视器、电子望远镜、POS 终端、具备触摸板的设备(例如金融机关的自动提款机、自动售票机)、医疗设备(例如电子体温计、血压计、血糖计、脉搏测量装置、脉搏波测量装置、心电图显示装置、超声波诊断装置、内窥镜用显示装置)、鱼群探测器、各种测量设备、仪表类(例如车辆、飞机、船舶的仪表类)、飞行模拟器、其他各种监视器类、投影仪等投射型显示装置等。

[0263] 以上,基于图示的实施方式说明了本发明的噻二唑系化合物、发光元件用化合物、发光元件、发光装置、认证装置、以及电子设备,但本发明并不限于这些。

[0264] 例如,本发明的发光元件和发光装置也可以作为照明用的光源使用。

[0265] 另外,例如,在阳极与阴极之间,除了可设置含有本发明所涉及的噻二唑系化合物的发光层之外,还可以设置在可见光区域发光的发光层。

[0266] 另外,在上述实施方式中,举例说明了将本发明所涉及的噻二唑系化合物用作发光材料的情况,但并不局限于此,可以将本发明所涉及的噻二唑系化合物用于发光材料以外的用途。例如,本发明所涉及的噻二唑系化合物还可以用作在设置于阳极与阴极之间的层内捕获载流子并转换成热(红外线)的材料。由此,在发光层未被消耗的电子(载流子)被注入到空穴输送层侧,因此,能够确实地抑制或防止空穴输送层和空穴注入层的构成材料变质·劣化。其结果,可实现发光元件的长寿命化。

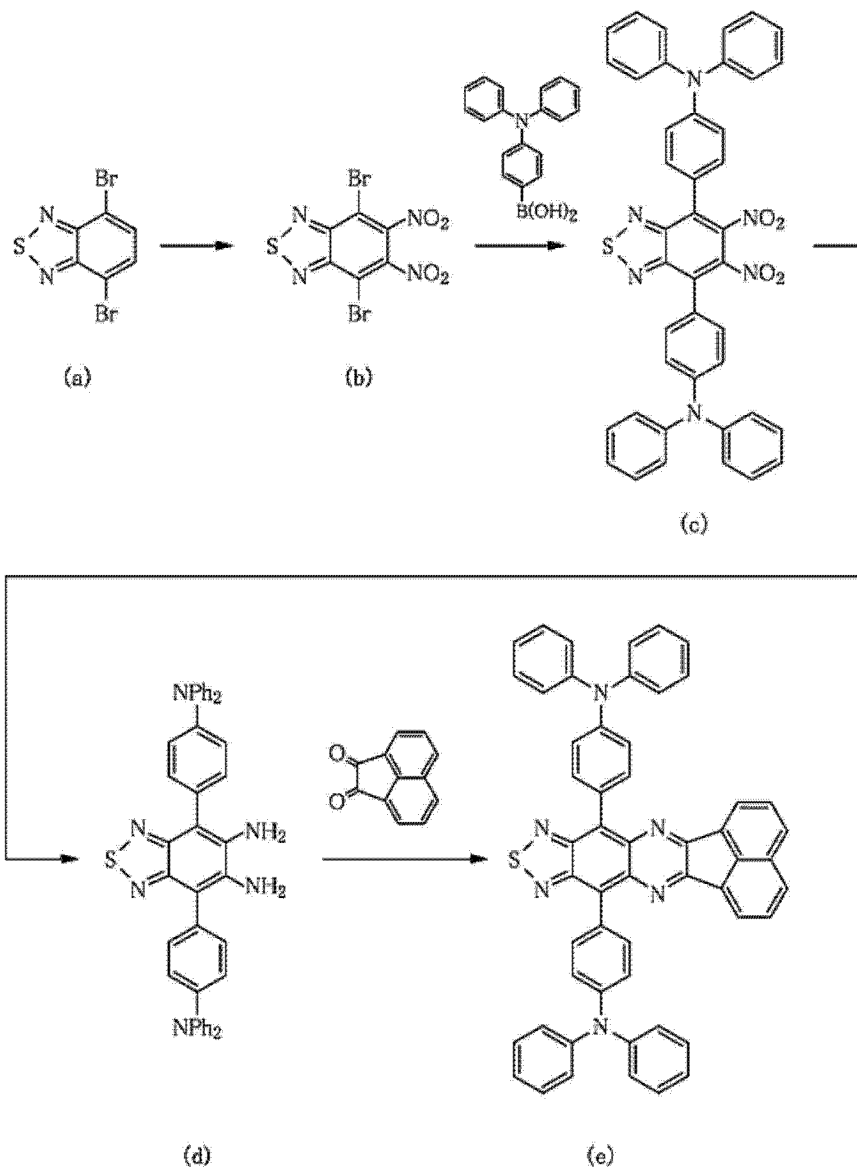
[0267] 实施例

[0268] 接着,对本发明的具体的实施例进行说明。

[0269] 1. 噻二唑系化合物的制造

[0270] 1-1. 合成例 A1 :上述式 D1-2 表示的化合物的合成

[0271]



[0272] 合成(A1-1)

[0273] 在 5 升的烧瓶中加入发烟硝酸 1500ml 并冷却。以保持在 10℃~50℃ 的方式向其中分批添加硫酸 1500ml。再用 1 小时向其中每次少量添加作为原料的二溴苯并噁二唑的化合物(a) 150g。此时,以溶液温度为 5℃ 以下的方式进行。全部添加后,在室温(25℃)下反应 20 小时。反应后,向 3kg 冰中注入反应液,搅拌一夜。其后,过滤,用甲醇、庚烷清洗。

[0274] 将过滤剩余的物质用 200ml 的甲苯热溶解后,缓慢冷却至室温后过滤,用少量的甲苯清洗剩余的物质后,进行减压干燥。

[0275] 由此,得到 HPLC 纯度 95% 的化合物(b) (4,7-二溴-5,6-二硝基-苯并[1,2,5]噁二唑) 60g。

[0276] 合成(A1-2)

[0277] Ar 下,在 5 升的烧瓶中加入得到的作为二溴体的化合物(b) 30g 和三苯胺的硼酸体 23g、甲苯 2500ml、2M 碳酸铯水溶液(152g/(蒸馏水) 234ml),在 90℃ 下反应一夜。反应后过滤、分液、浓缩,将得到的粗产物 52g 用硅胶柱(SiO₂5kg) 进行分离,得到红紫色固体。

[0278] 由此,得到 HPLC 纯度 96% 的化合物(c)(5,6-二硝基-4,7-二苯基-苯并[1,2,5]

噻二唑) 6g。

[0279] 此外,进行上述三苯胺的硼酸体的合成时,Ar 下,在 5 升的烧瓶中加入 4- 溴三苯胺(市售品) 246g、脱水四氢呋喃 1500ml,在 -60°C 下用 3 小时滴加 1.6M n-BuLi/ 己烷溶液 570ml。30 分钟后用 1 小时滴加硼酸三异丙酯 429g。滴加后以反应过程的温度反应一夜。反应后,滴加水 2 升,其后用甲苯 2 升萃取,分液。将有机层浓缩、重结晶,进行过滤、干燥,得到作为白色目标物的硼酸体 160g。得到的硼酸体的 HPLC 纯度为 99%。

[0280] 合成(A1-3)

[0281] Ar 下,在 1 升的烧瓶中加入得到的作为二硝基体的化合物(c)6g、还原铁 7g、乙酸 600ml,在 80°C 下反应 4 小时冷却至室温。反应后,将反应液注入到离子交换水 1.5 升中,向其中进一步添加乙酸乙酯 1.5 升。添加后,由于析出固体,所以添加四氢呋喃 1 升和食盐 300g 并进行分液。用 1 升的四氢呋喃对水层进行再萃取。再次用少量的水、甲醇清洗经浓缩干燥的物质,得到橙色固体。

[0282] 由此,得到 HPLC 纯度 80% 的化合物(d) (4,7- 二苯基 - 苯并 [1,2,5] 噻二唑并 -5,6- 二胺) 7g。

[0283] 合成(A1-4)

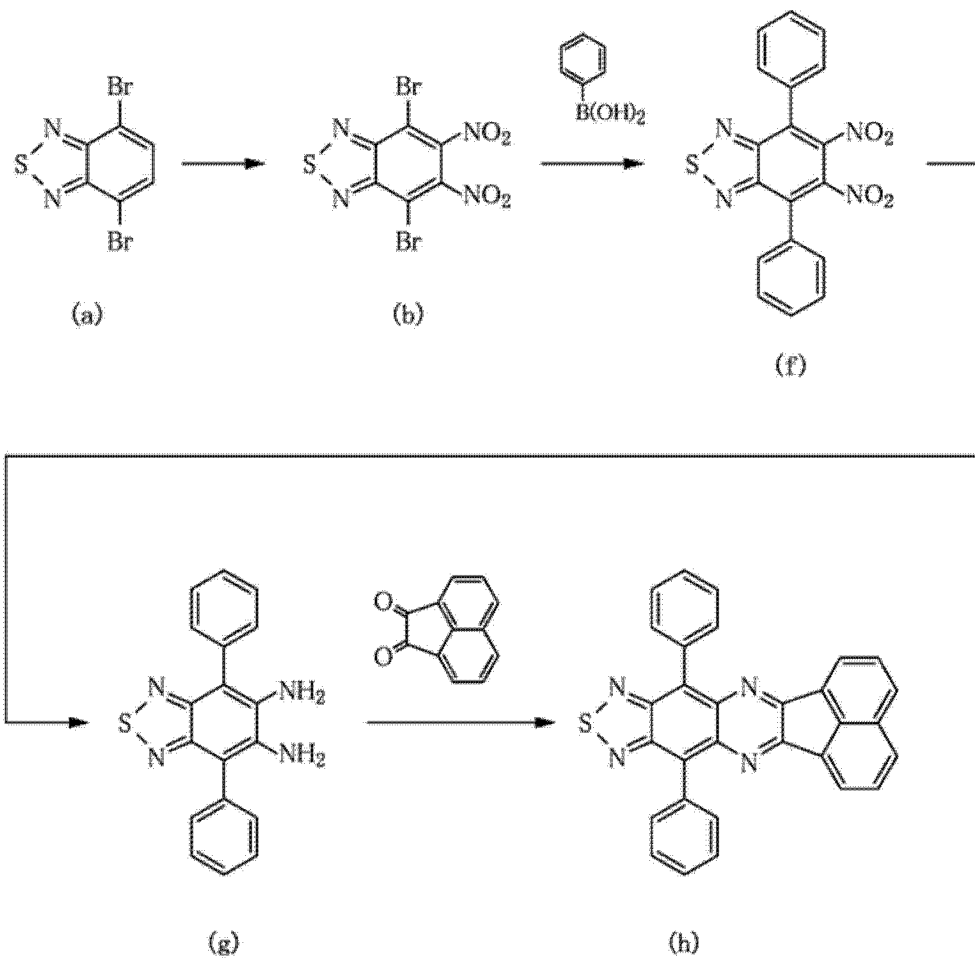
[0284] Ar 下,在 1 升的烧瓶中加入得到的作为二胺体的化合物(d) 4.5g、蒽醌 (Acenaphthoquinone) 1.9g、作为溶剂的乙酸 300ml,在 80°C 下反应 2 小时。反应后,冷却至室温,将反应液注入到离子交换水 1 升中,将结晶过滤、水洗,得到 7g 的黑绿色固体。然后,用硅胶柱(SiO_2 1kg)精制该黑绿色固体。

[0285] 由此,得到 HPLC 纯度 99% 的化合物(e) (上述式 D1-2 表示的化合物:蒽并 -2- 硫杂 -1,3,5,8- 四氮杂 - 环戊 [b] 萘) 4.5g。对该化合物(e) 进行质量分析,其结果是 M^+ : 799。

[0286] 此外,在设定温度 350°C 下对得到的化合物(e)进行升华精制。该升华精制后的化合物(e) 的 HPLC 纯度为 99%。

[0287] 1-2. 合成例 A2:上述式 D1-4 表示的化合物的合成

[0288]



[0289] 在上述合成例 A1 中,使用苯基硼酸代替合成(A1-2)中使用的三苯胺的硼酸体,除此之外,与上述合成例 A1 同样地进行合成。由此,得到上述式 D1-4 表示的化合物(h)。

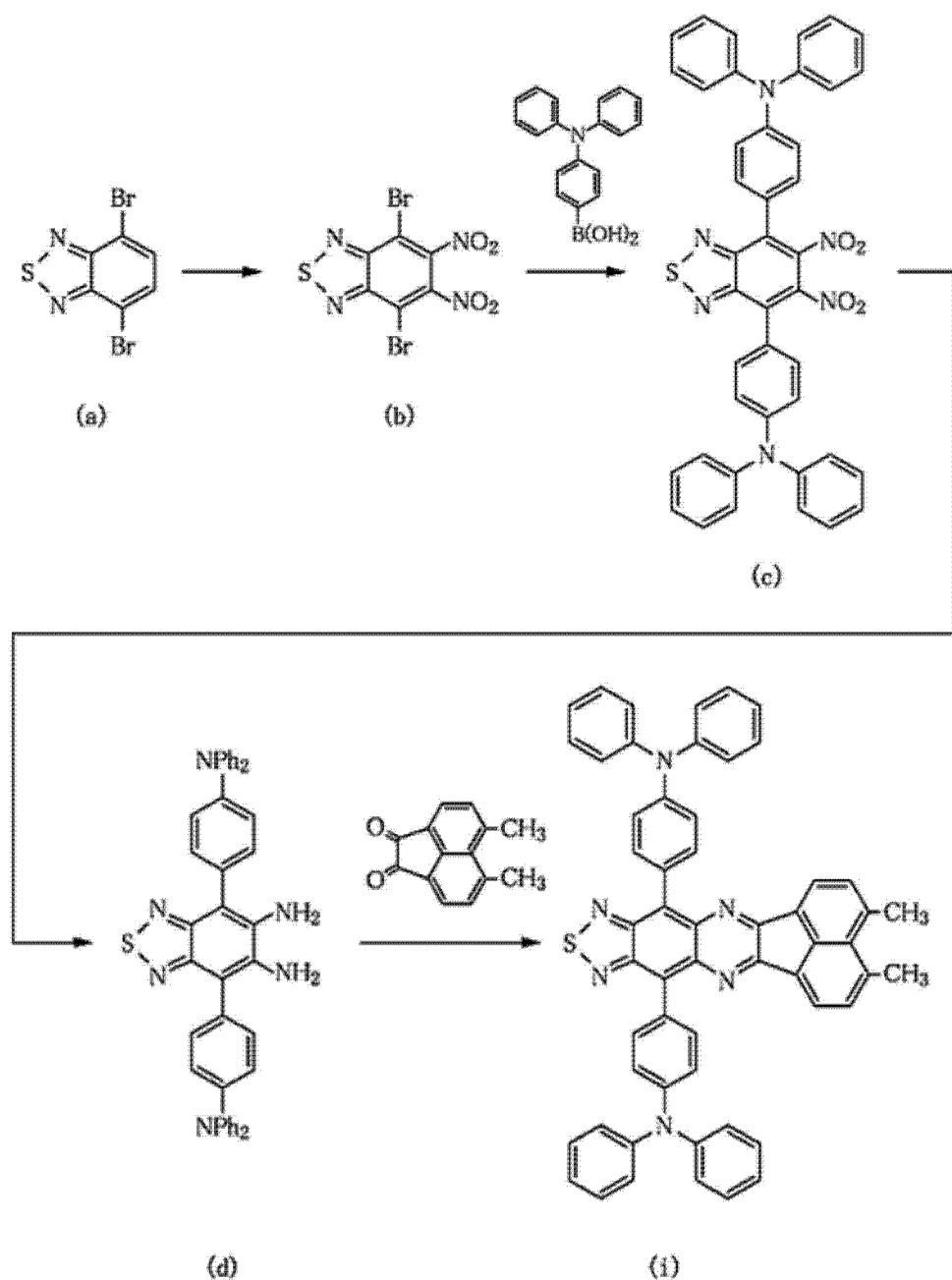
[0290] 如果更具体地说明,使用苯基硼酸(市售品)代替三苯胺的硼酸体,进行与上述合成例 A1 的合成(A1-2)同样的合成,得到化合物(f)。

[0291] 使用得到的化合物(f),进行与上述合成例 A1 的合成(A1-3)同样的合成,得到化合物(g)。

[0292] 使用得到的化合物(g),进行与上述合成例 A1 的合成(A1-4)同样的合成,得到上述式 D1-4 表示的化合物(h)。

[0293] 1-3. 合成例 A3:上述式 D1-5 表示的化合物的合成

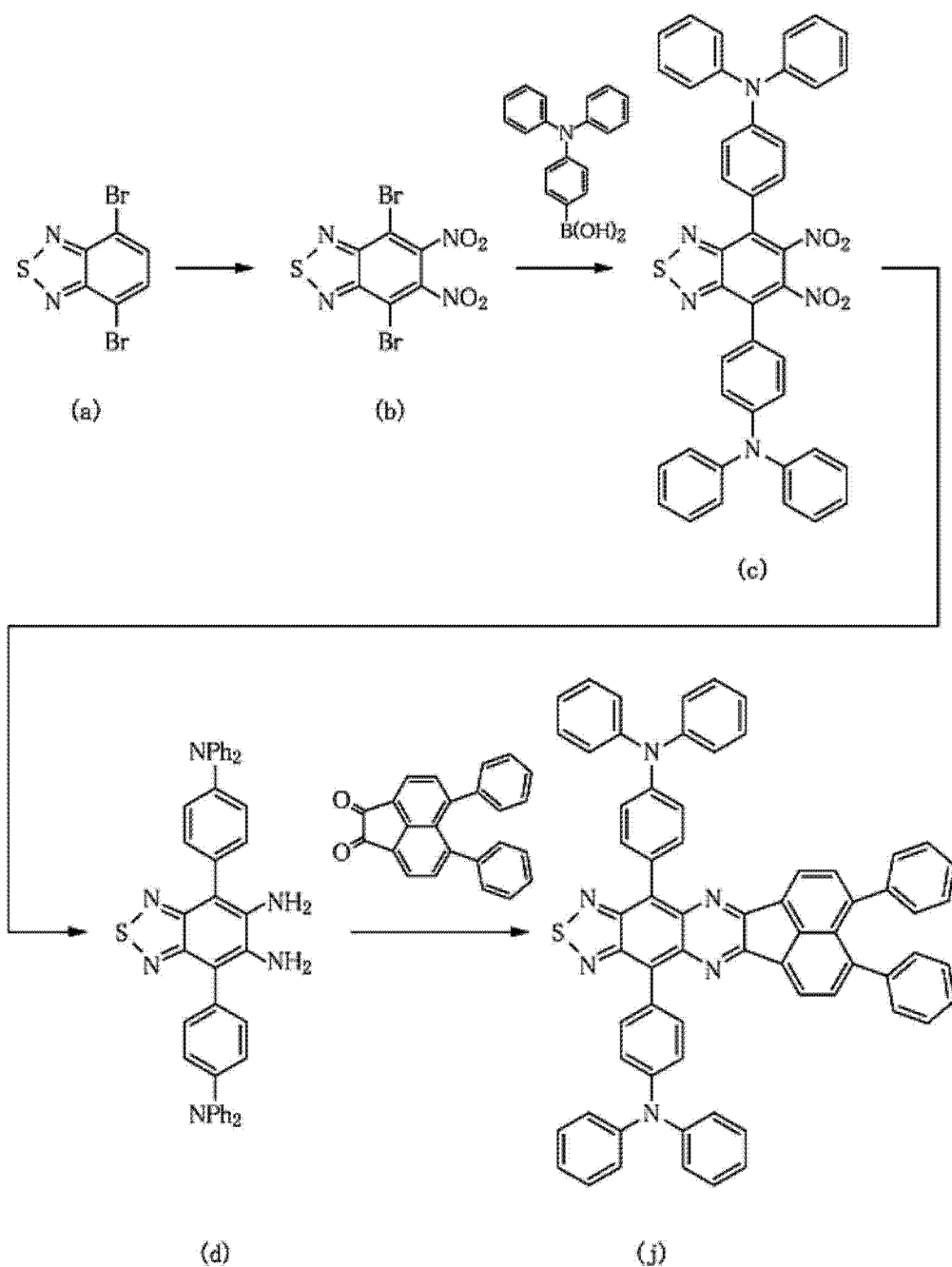
[0294]



[0295] 在上述合成例 A1 中,使用 5,6-二甲基萘醌代替合成(A1-4)中使用的萘醌,除此之外,与上述合成例 A1 同样地进行合成。由此,得到上述式 D1-5 表示的化合物(i)。

[0296] 1-4. 合成例 A4 :上述式 D1-8 表示的化合物的合成

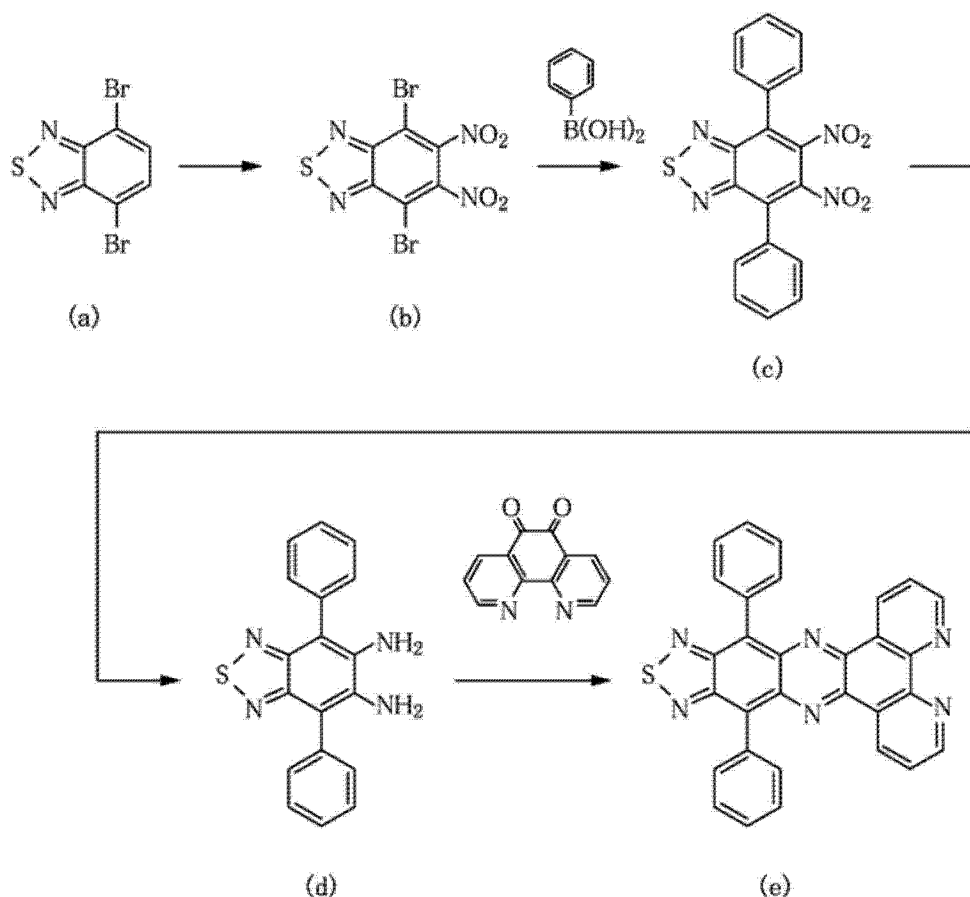
[0297]



[0298] 在上述合成例 A1 中, 使用 5,6-二苯基茚醌代替合成(A1-4)中使用的茚醌, 除此之外, 与上述合成例 A1 同样地进行合成。由此, 得到上述式 D1-8 表示的化合物(j)。

[0299] 1-5. 合成例 A5: 上述式 D2-1 表示的化合物的合成

[0300]



[0301] 合成(A5-1)

[0302] 在 5 升的烧瓶中加入发烟硝酸 1500ml 并冷却。以保持在 10℃~50℃ 的方式向其中分批添加硫酸 1500ml。再用 1 小时向其中每次少量添加作为原料的二溴苯并噻二唑的化合物(a) 150g。此时以溶液温度为 5℃ 以下的方式进行。全部添加后,在室温(25℃)下反应 20 小时。反应后,向 3kg 冰中注入反应液,搅拌一夜。其后,过滤,用甲醇、庚烷清洗。

[0303] 将过滤剩余的物质用 200ml 的甲苯热溶解后,缓慢冷却至室温后过滤,用少量的甲苯清洗剩余的物质后,进行减压干燥。

[0304] 由此,得到 HPLC 纯度 95% 的化合物(b) (4,7-二溴-5,6-二硝基-苯并[1,2,5]噻二唑) 60g。

[0305] 合成(A5-2)

[0306] Ar 下,在 5 升的烧瓶中加入得到的作为二溴体的化合物(b) 30g 和苯基硼酸(市售品)23g、甲苯 2500ml、2M 碳酸铯水溶液(152g/(蒸馏水)234ml),在 90℃ 下反应一夜。反应后过滤、分液、浓缩,将得到的粗产物 52g 用硅胶柱(SiO₂5kg)进行分离,得到红紫色固体。

[0307] 由此,得到 HPLC 纯度 96% 的化合物(c)(5,6-二硝基-4,7-二苯基-苯并[1,2,5]噻二唑) 6g。

[0308] 合成(A5-3)

[0309] Ar 下,在 1 升的烧瓶中加入得到的作为二硝基体的化合物(c)6g、还原铁 7g、乙酸 600ml,在 80℃ 下反应 4 小时,冷却至室温。反应后,将反应液注入到离子交换水 1.5 升中,向其中进一步添加乙酸乙酯 1.5 升。添加后,由于析出固体,所以添加四氢呋喃 1 升和食盐 300g 并进行分液。用 1 升的四氢呋喃对水层进行再萃取。再次用少量的水、甲醇清洗经浓

缩干燥的物质,得到橙色固体。

[0310] 由此,得到 HPLC 纯度 80% 的化合物(d) (4,7-二苯基-苯并[1,2,5]噻二唑并-5,6-二胺) 7g。

[0311] 合成(A5-4)

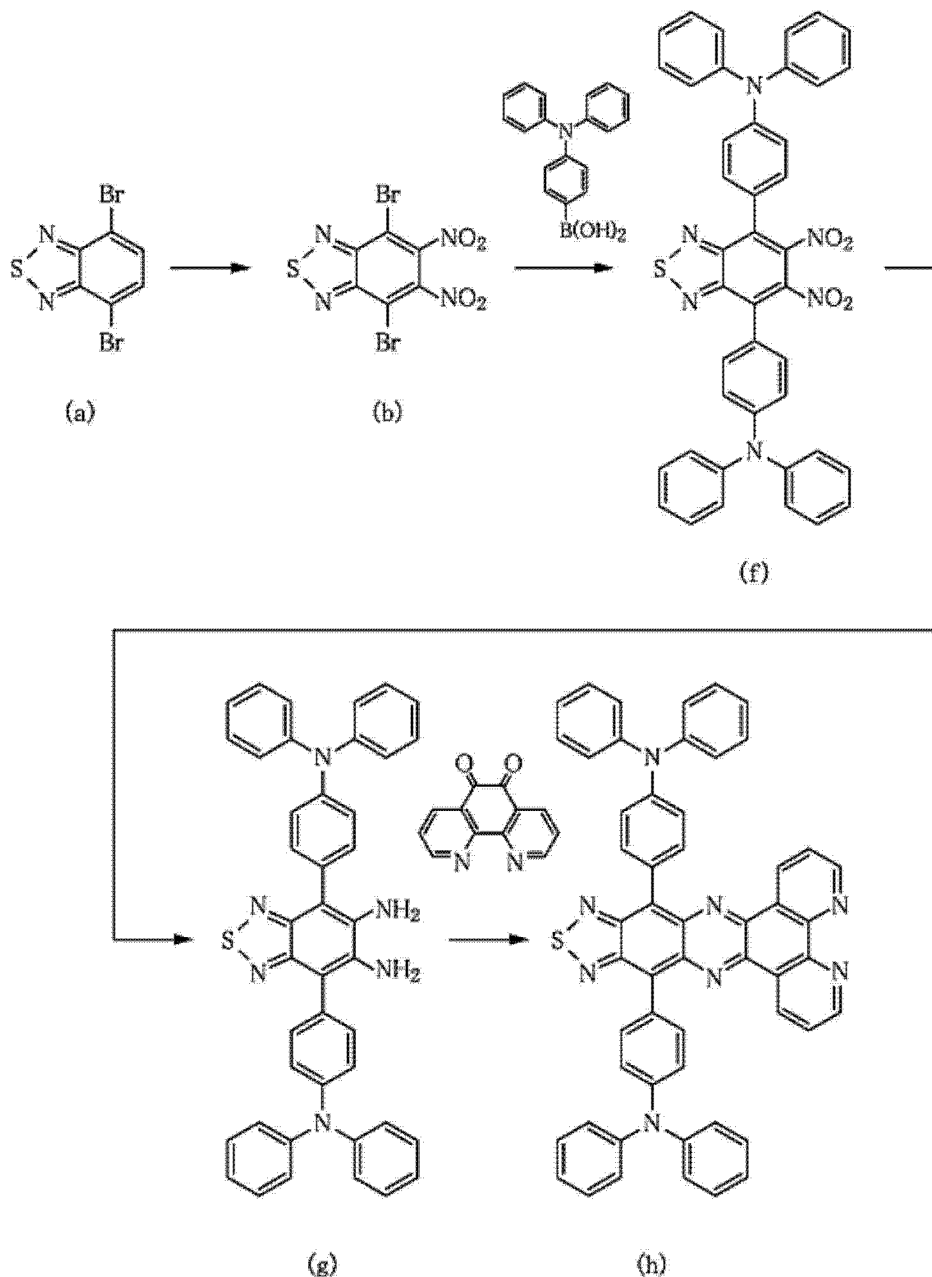
[0312] Ar 下,在 1 升的烧瓶中加入得到的作为二胺体的化合物(d) 4.5g、1,10-菲咯啉-5,6-二酮 2.97g、作为溶剂的乙酸 300ml,在 80℃下反应 2 小时。反应后,冷却至室温,将反应液注入到离子交换水 1 升中,将结晶过滤、水洗,得到 7.1g 的黑绿色固体。然后,用硅胶柱(SiO₂1kg)精制该黑绿色固体。

[0313] 由此,得到 HPLC 纯度 99% 的化合物(e) (上述式 D2-1 表示的化合物) 4.4g。对该化合物(e)进行质量分析,其结果是 M + :492。

[0314] 此外,在设定温度 340℃下对得到的化合物(e)进行升华精制。该升华精制后的化合物(e)的 HPLC 纯度为 99%。

[0315] 1-6. 合成例 A6 :上述式 D2-2 表示的化合物的合成

[0316]



[0317] 在上述合成例 A5 中,使用三苯胺的硼酸体代替合成(A5-2)中使用的苯基硼酸,除此之外,与上述合成例 A5 同样地进行合成。由此,得到上述式 D2-2 表示的化合物(h)。

[0318] 此处,进行三苯胺的硼酸体的合成时,Ar 下,在 5 升的烧瓶中加入 4- 溴三苯胺(市售品)246g、脱水四氢呋喃 1500ml,在 -60°C 下用 3 小时滴加 1.6Mn-BuLi/ 己烷溶液 570ml。30 分钟后用 1 小时滴加硼酸三异丙酯 429g。滴加后在反应过程的温度下反应一夜。反应后,滴加水 2 升,其后用甲苯 2 升萃取,分液。将有机层浓缩、重结晶,进行过滤、干燥,得到作为白色目标物的硼酸体 160g。

[0319] 得到的硼酸体的 HPLC 纯度为 99%。

[0320] 然后,使用得到的硼酸体,进行与上述合成例 A5 的合成(A5-2)同样的合成,得到化合物(f)。

[0321] 使用得到的化合物(f),进行与上述合成例 A5 的合成(A5-3)同样的合成,得到化合物(g)。

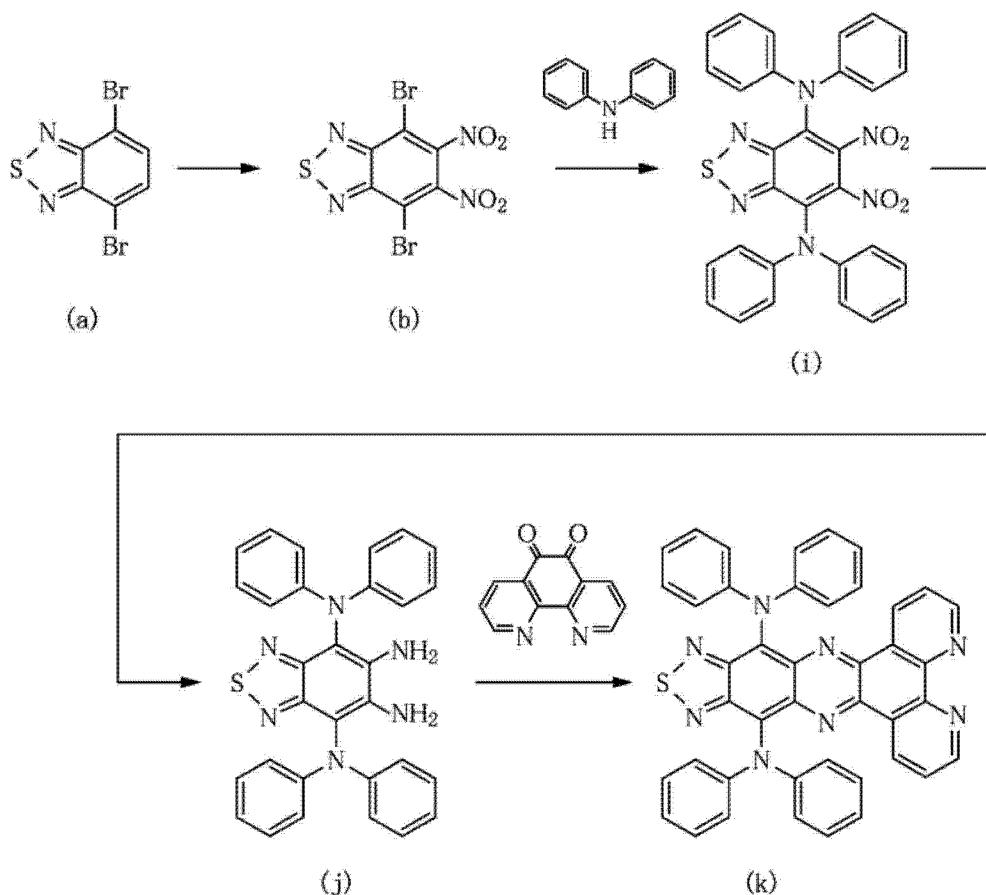
[0322] 使用得到的化合物(g),进行与上述合成例 A5 的合成(A5-4)同样的合成,得到上述式 D2-2 表示的化合物(h)。

[0323] 由此,得到外观呈深蓝色固体的 HPLC 纯度 99% 的化合物(h)(上述式 D2-2 表示的化合物) 3.2g。对该化合物(h)进行质量分析,其结果是 $M + :826$ 。

[0324] 此外,在设定温度 360°C 下对得到的化合物(h)进行升华精制。该升华精制后的化合物(h)的 HPLC 纯度为 99%。

[0325] 1-7. 合成例 A7 :上述式 D2-3 表示的化合物的合成

[0326]



[0327] 在上述合成例 A5 中,使用二苯胺代替合成(A5-2)中使用的苯基硼酸,除此之外,与上述合成例 A5 同样地进行合成。由此,得到上述式 D2-3 表示的化合物(k)。

[0328] 此处,进行使用了二苯胺的合成时,Ar 下,在 300ml 的烧瓶中,使四三苯基钯(0) 11g 溶解于 100ml 的甲苯中,加热至 100°C。向其中加入三叔丁基膦 8g,反应 30 分钟,制成催化剂(Pd 催化剂)。

[0329] 另一方面,Ar 下,在 5 升的烧瓶中,使作为二溴体的化合物(b) 30g 和二苯胺(市售品) 33g 溶解于甲苯 2500ml 中,加热至 100°C。向其中添加预先制备的 Pd 催化剂和 t-BuOK20g,加热回流 3 小时。

[0330] 反应后冷却至室温后,添加 100ml 的水,搅拌 1 小时左右后利用分液漏斗用水进行分液清洗,使有机层干燥,得到固体。将得到的固体用硅胶柱(SiO₂5kg)进行分离,得到紫色固体。

[0331] 由此,得到 HPLC 纯度 96% 的化合物(i) (5,6-二硝基-N,N',N'-四苯基-苯

并[1, 2, 5]噻二唑) 10g。

[0332] 然后,使用得到的化合物(i),进行与上述合成例 A5 的合成(A5-3)同样的合成,得到化合物(j)。

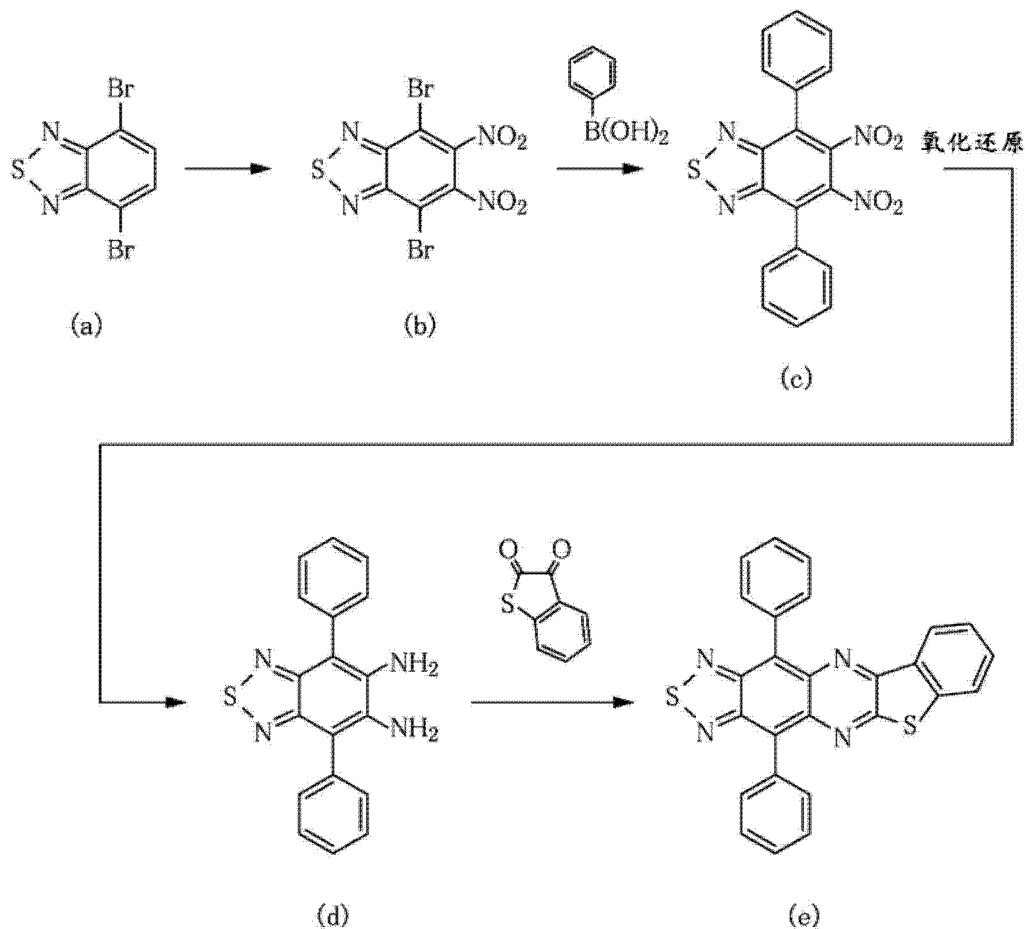
[0333] 使用得到的化合物(j),进行与上述合成例 A5 的合成(A5-4)同样的合成,得到上述式 D2-3 表示的化合物(k)。

[0334] 由此,得到外观呈深蓝色固体的 HPLC 纯度 99% 的化合物(k) (上述式 D2-3 表示的化合物) 3.2g。对该化合物(k) 进行质量分析,其结果是 M + :674。

[0335] 此外,在设定温度 360℃ 下对得到的化合物(k)进行升华精制。该升华精制后的化合物(k) 的 HPLC 纯度为 99%。

[0336] 1-8. 合成例 A8 :上述式 D3-1 表示的化合物的合成

[0337]



[0338] 合成(A8-1)

[0339] 在 5 升的烧瓶中加入发烟硝酸 1500ml 并冷却。以保持在 10℃~ 50℃ 的方式向其中分批添加硫酸 1500ml。再用 1 小时向其中每次少量添加作为原料的二溴苯并噻二唑的化合物(a) 150g。此时,以溶液温度为 5℃ 以下的方式进行。全部添加后,在室温(25℃) 下反应 20 小时。反应后,向 3kg 冰中注入反应液,搅拌一夜。其后,过滤,用甲醇、庚烷清洗。

[0340] 将过滤后剩余的物质用 200ml 的甲苯热溶解后,缓慢冷却至室温后过滤,用少量的甲苯清洗剩余的物质后,进行减压干燥。

[0341] 由此,得到 HPLC 纯度 95% 的化合物(b) (4, 7-二溴 -5, 6-二硝基 - 苯并[1, 2, 5]

噻二唑) 60g。

[0342] 合成(A8-2)

[0343] Ar 下, 在 5 升的烧瓶中加入得到的作为二溴体的化合物(b) 30g 和苯基硼酸(市售品) 23g、甲苯 2500ml、2M 碳酸铯水溶液(152g/ (蒸馏水) 234ml), 在 90℃ 下反应一夜。反应后过滤、分液、浓缩, 将得到的粗产物 52g 用硅胶柱(SiO₂ 5kg) 进行分离, 得到红紫色固体。

[0344] 由此, 得到 HPLC 纯度 96% 的化合物(c) (5, 6-二硝基-4, 7-二苯基-苯并[1, 2, 5]噻二唑) 6g。

[0345] 合成(A8-3)

[0346] Ar 下, 在 1 升的烧瓶中加入得到的作为二硝基体的化合物(c) 6g、还原铁 7g、乙酸 600ml, 在 80℃ 下反应 4 小时, 冷却至室温。反应后, 将反应液注入到离子交换水 1.5 升中, 向其中进一步添加乙酸乙酯 1.5 升。添加后, 由于析出固体, 所以添加四氢呋喃 1 升和食盐 300g 并进行分液。用 1 升的四氢呋喃对水层进行再萃取。再次用少量的水、甲醇清洗经浓缩干燥的物质, 得到橙色固体。

[0347] 由此, 得到 HPLC 纯度 80% 的化合物(d) (4, 7-二苯基-苯并[1, 2, 5]噻二唑并-5, 6-二胺) 7g。

[0348] 合成(A8-4)

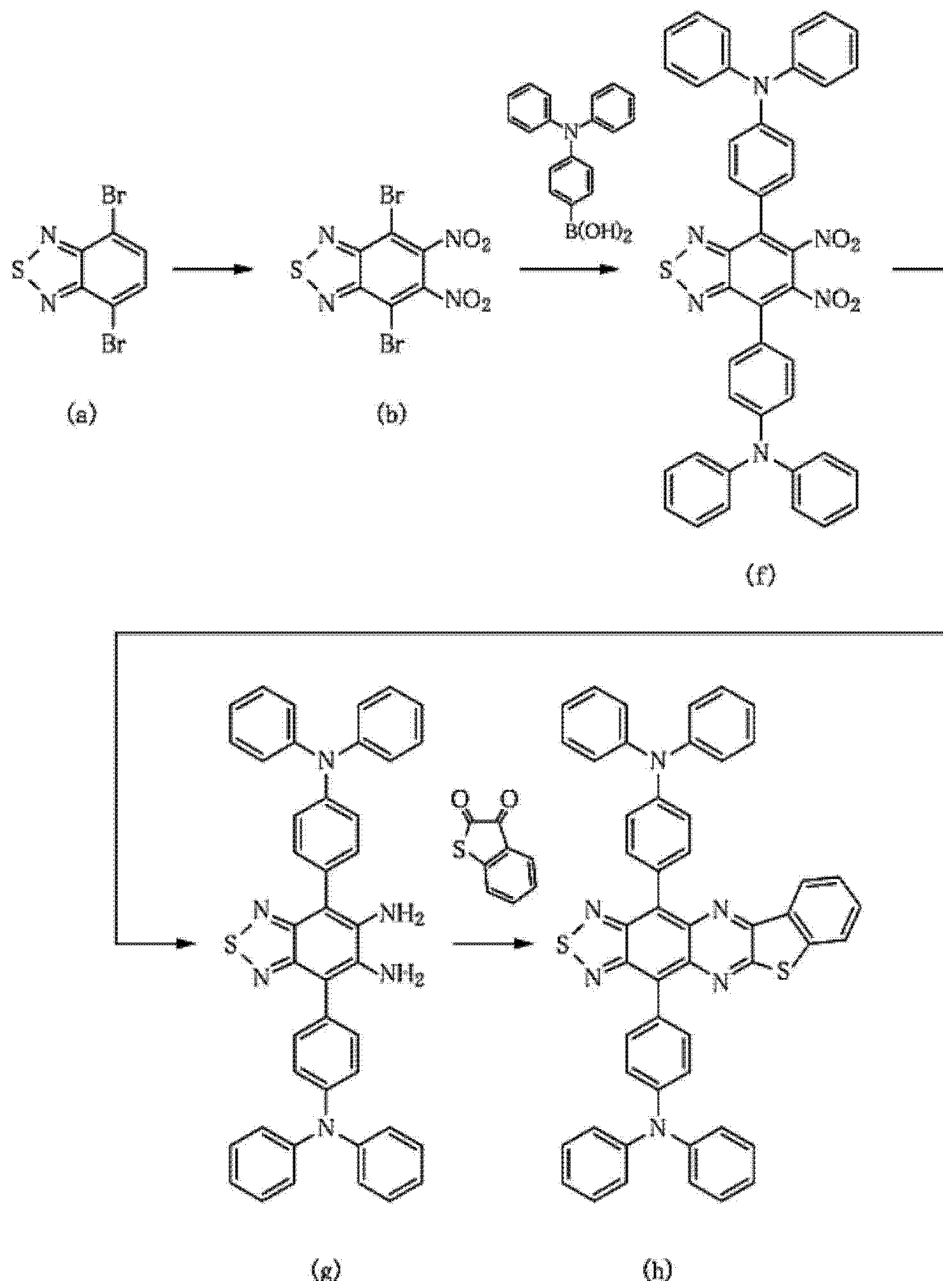
[0349] Ar 下, 在 1 升的烧瓶中加入得到的作为二胺体的化合物(d) 4.5g、苯并[b]噻吩-2, 3-二酮 2.32g、作为溶剂的乙酸 300ml, 在 80℃ 下反应 2 小时。反应后, 冷却至室温, 将反应液注入到离子交换水 1 升中, 将结晶过滤、水洗, 得到 6.5g 的黑绿色固体。然后, 用硅胶柱(SiO₂ 1kg) 精制该黑绿色固体。

[0350] 由此, 得到 HPLC 纯度 99% 的化合物(e) (上述式 D3-1 表示的化合物) 4.0g。对该化合物(e) 进行质量分析, 其结果是 M + : 446。

[0351] 此外, 在设定温度 340℃ 下对得到的化合物(e) 进行升华精制。该升华精制后的化合物(e) 的 HPLC 纯度为 99%。

[0352] 1-9. 合成例 A9 : 上述式 D3-2 表示的化合物的合成

[0353]



[0354] 在上述合成例 A8 中,使用三苯胺的硼酸体代替合成(A8-2)中使用的苯基硼酸,除此之外,与上述合成例 A8 同样地进行合成。由此,得到上述式 D3-2 表示的化合物(h)。

[0355] 此处,进行三苯胺的硼酸体的合成时,Ar 下,在 5 升的烧瓶中加入 4- 溴三苯胺(市售品)246g、脱水四氢呋喃 1500ml,在 -60°C 下用 3 小时滴加 1.6Mn-BuLi/ 己烷溶液 570ml。30 分钟后,用 1 小时滴加硼酸三异丙酯 429g。滴加后在反应过程的温度下反应一夜。反应后,滴加水 2 升,其后用甲苯 2 升萃取,分液。将有机层浓缩、重结晶,进行过滤、干燥,得到作为白色目标物的硼酸体 160g。

[0356] 得到的硼酸体的 HPLC 纯度为 99%。

[0357] 然后,使用得到的硼酸体,进行与上述合成例 A8 的合成(A8-2)同样的合成,得到化合物(f)。

[0358] 使用得到的化合物(f),进行与上述合成例 A8 的合成(A8-3)同样的合成,得到化合物(g)。

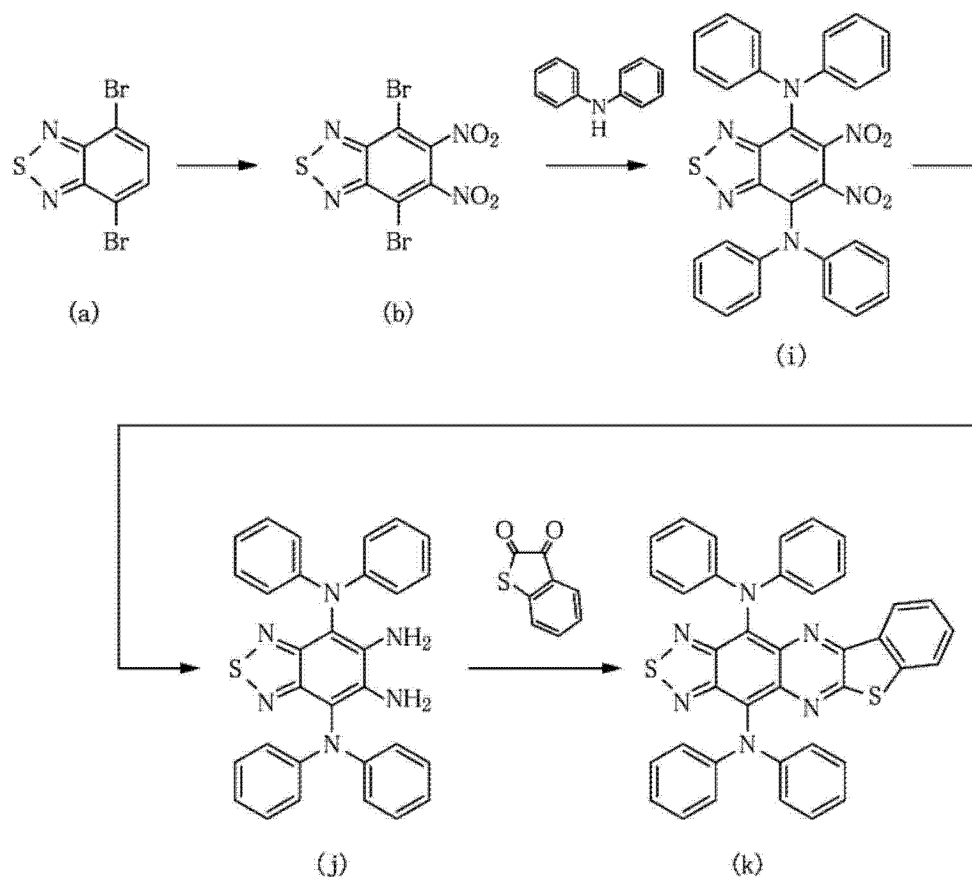
[0359] 使用得到的化合物(g),进行与上述合成例 A8 的合成(A8-4)同样的合成,得到上述式 D3-2 表示的化合物(h)。

[0360] 由此,得到外观呈深蓝色固体的 HPLC 纯度 99% 的化合物(h)(上述式 D3-2 表示的化合物) 2.9g。对该化合物(h)进行质量分析,其结果是 $M + :780$ 。

[0361] 此外,在设定温度 360°C 下对得到的化合物(h)进行升华精制。该升华精制后的化合物(h)的 HPLC 纯度为 99%。

[0362] 1-10. 合成例 A10 :上述式 D3-3 表示的化合物的合成

[0363]



[0364] 在上述合成例 A8 中,使用二苯胺代替合成(A8-2)中使用的苯基硼酸,除此之外,与上述合成例 A8 同样地进行合成。由此,得到上述式 D3-3 表示的化合物(k)。

[0365] 此处,进行使用了二苯胺的合成时,Ar 下,在 300ml 的烧瓶中,使四三苯基钯(0) 11g 溶解于 100ml 的甲苯中,加热至 100°C 。向其中加入三叔丁基膦 8g,反应 30 分钟,制成催化剂(Pd 催化剂)。

[0366] 另一方面,Ar 下,在 5 升的烧瓶中,使作为二溴体的化合物(b)30g 和二苯胺(市售品)33g 溶解于甲苯 2500ml,加热至 100°C 。向其中添加预先制备的 Pd 催化剂和 t-BuOK20g,加热回流 3 小时。

[0367] 反应后冷却至室温后,添加 100ml 的水,搅拌 1 小时左右后利用分液漏斗用水进行分液清洗,使有机层干燥,得到固体。将得到的固体用硅胶柱(SiO_2 5kg)进行分离,得到紫色固体。

[0368] 由此,得到 HPLC 纯度 96% 的化合物(i) (5,6-二硝基-N,N',N'-四苯基-苯并[1,2,5]噻二唑) 10g。

[0369] 然后,使用得到的化合物(i),进行与上述合成例 A8 的合成(A8-3)同样的合成,得到化合物(j)。

[0370] 使用得到的化合物(j),进行与上述合成例 A8 的合成(A8-4)同样的合成,得到上述式 D3-3 表示的化合物(k)。

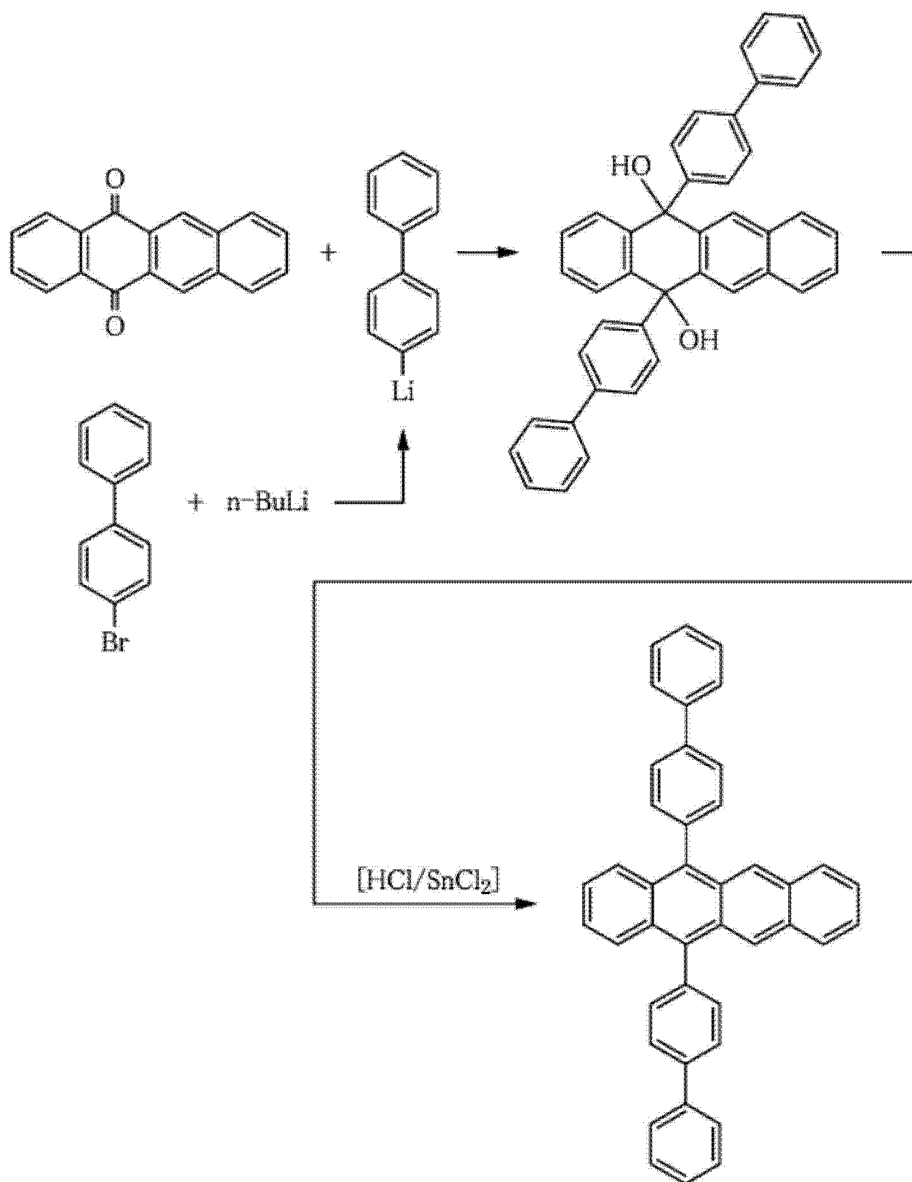
[0371] 由此,得到外观呈深蓝色固体的 HPLC 纯度 99% 的化合物(k)(上述式 D3-3 表示的化合物) 2.9g。对该化合物(k)进行质量分析,其结果是 $M + :628$ 。

[0372] 此外,在设定温度 360°C 下对得到的化合物(k)进行升华精制。其升华精制后的化合物(k)的 HPLC 纯度为 99%。

[0373] 2. 主体材料(并四苯系材料)的制造

[0374] 合成例 B1 :式 H1-2 表示的化合物的合成

[0375]



[0376] 合成(B1-1)

[0377] Ar 下,在 300ml 的烧瓶中加入 4- 溴联苯 6g 和干燥二乙醚 50ml。在室温下滴加 1.6Mn-BuLi/ 己烷溶液 14.5ml,反应 30 分钟。

[0378] 另一方面,另外在 Ar 下,向 500ml 的烧瓶中投入 5, 12- 萘并萘醌 2.7g 和干燥甲苯 100ml。向其中滴加预先制备的联苯基锂,反应 3 小时。反应后,添加 20ml 的蒸馏水,搅拌 30 分钟后,倒入甲醇中,将固体过滤分离。用硅胶(SiO₂500g)精制得到的固体。

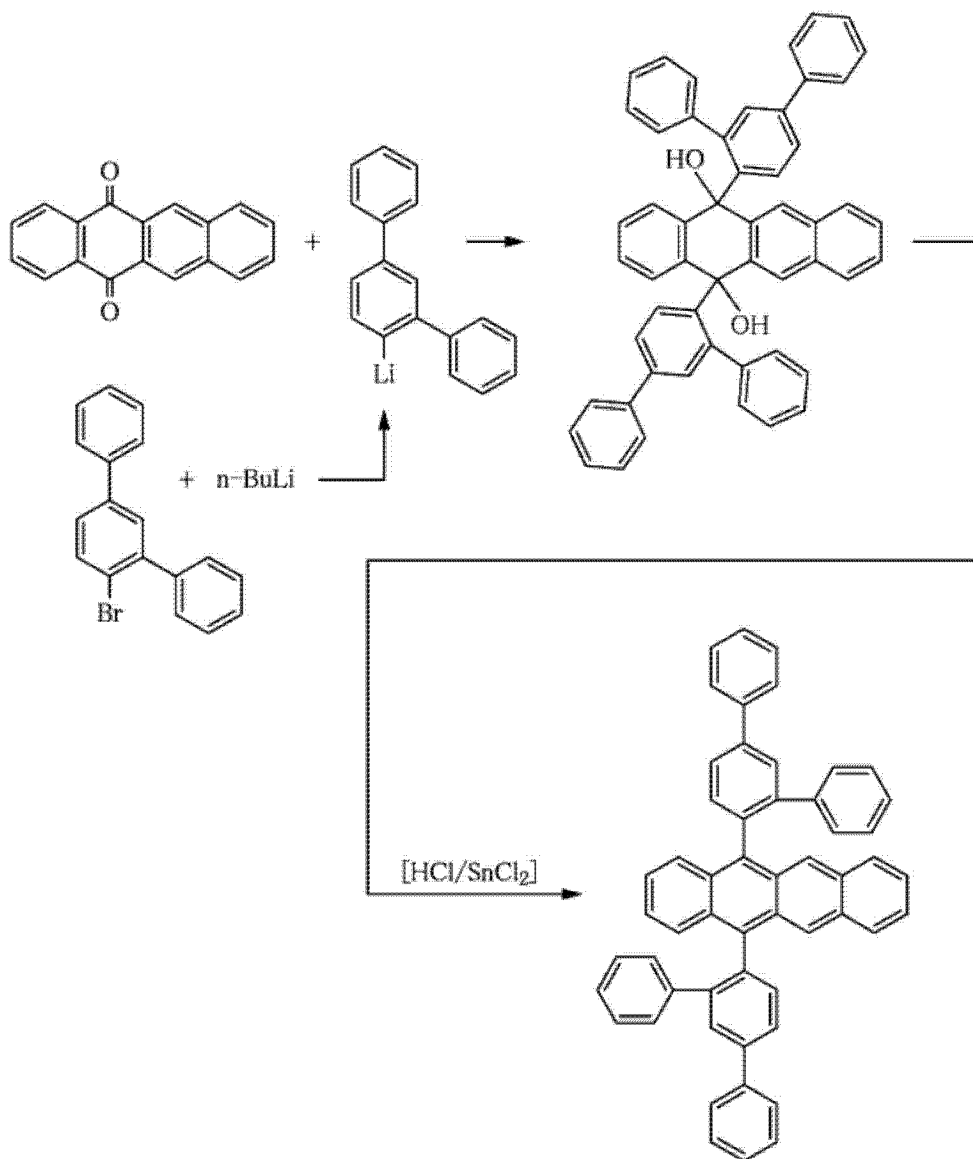
[0379] 由此,得到白色固体(5, 12- 双联苯基 -4- 基 -5, 12- 二氢 - 萘并萘 -5, 12- 二醇) 4.5g。

[0380] 合成(B1-2)

[0381] 称量合成(B1-1)中得到的二醇体 4.5g 和乙酸 300ml,加入 1000ml 的烧瓶中。向其中加入在盐酸(35%)5g 中溶解氯化亚锡(II)(无水)5g 而得的溶液,搅拌 30 分钟。其后,移至分液漏斗,加入甲苯,用蒸馏水进行分液清洗,使其干燥。用硅胶(SiO₂500g)精制得到的固体,得到黄色固体(上述式 H1-2 表示的化合物) 4g。

[0382] 合成例 B2 :式 H1-5 表示的化合物的合成

[0383]



[0384] 合成(B2-1)

[0385] Ar 下,在 300ml 的烧瓶中加入 4'- 溴 - [1, 1', 3', 1''] 三联苯 6g 和干燥二乙醚 50ml。在室温下滴加 1.6Mn-BuLi/ 己烷溶液 14.5ml,反应 30 分钟。

[0386] 另一方面,另外在 Ar 下向 500ml 的烧瓶中加入 5,12-萘并萘醌 2g 和干燥甲苯 100ml。向其中滴加预先制备的三联苯基锂,反应 3 小时。反应后,添加 20ml 的蒸馏水,搅拌 30 分钟后,倒入甲醇中,将固体过滤分离。用硅胶(SiO_2 ,500g)精制得到的固体。

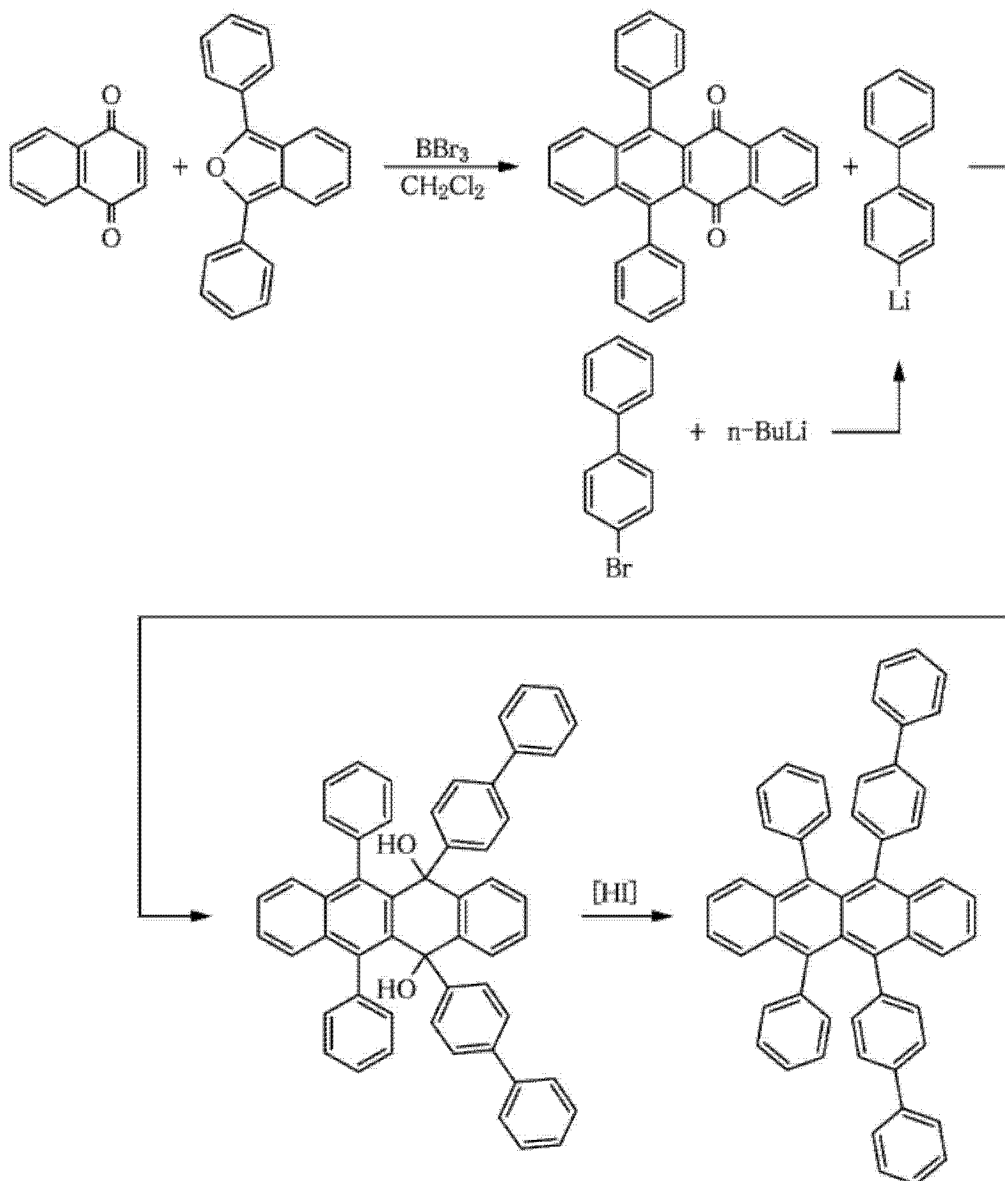
[0387] 由此,得到白色固体(5,12-双[1,1',3',1'']三联苯-4'-基-5,12-二氢萘并萘-5,12-二醇) 5g。

[0388] 合成(B2-2)

[0389] 称量合成(B2-1)中得到的二醇体 5g 和乙酸 300ml,投入 1000ml 的烧瓶中。向其中加入在盐酸(35%) 5g 中溶解氯化亚锡(II)(无水) 5g 而得的溶液,搅拌 30 分钟。其后,移至分液漏斗,加入甲苯,用蒸馏水进行分液清洗,使其干燥。用硅胶(SiO_2 ,500g)精制得到的固体,得到黄色固体(上述式 H1-5 表示的化合物) 4.5g。

[0390] 合成例 B3 :式 H1-13 表示的化合物的合成

[0391]



[0392] 合成(B3-1)

[0393] 在 500ml 的烧瓶中加入二氯甲烷 100ml、萘醌 5.2g、1,3-二苯基异苯并呋喃 10g,

搅拌 1 小时。搅拌后,用 10 分钟添加市售品三溴化硼(二氯甲烷溶液 1mol/L)33ml,由此得到黄色针状结晶(6, 11- 二苯基 -5, 12- 萘并萘醌) 7. 1g。

[0394] 合成(B3-2)

[0395] Ar 下,在 200ml 的烧瓶中投入 4- 溴 - 联苯 6g 和干燥二乙醚 80ml。在室温下滴加 1. 6Mn-BuLi/ 己烷溶液 16ml,反应 30 分钟。

[0396] 另一方面,另外在 Ar 下,向 500ml 的烧瓶中投入合成(B3-1)中得到的醌 4. 2g 和干燥甲苯 100ml。向其中滴加预先制备的联苯基锂,反应 3 小时。反应后,添加 20ml 的蒸馏水,搅拌 30 分钟后,倒入甲醇中,将固体过滤分离。用硅胶(SiO₂500g)精制得到的固体。

[0397] 由此,得到白色固体(5, 12- 双联苯基 -4- 基 -6, 11- 二苯基 -5, 12- 二氢 - 萘并萘 -5, 12- 二醇) 5. 5g。

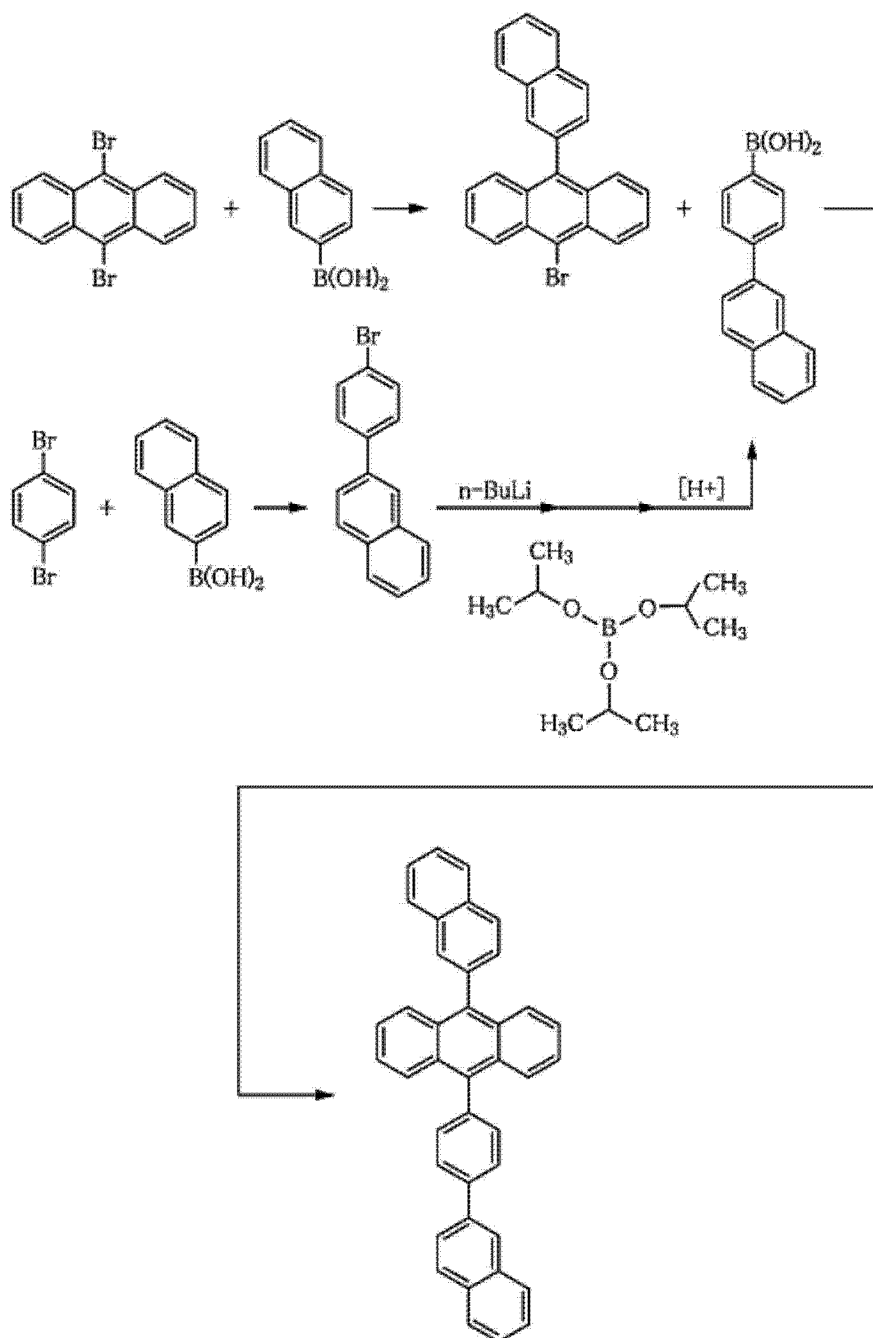
[0398] 合成(B3-3)

[0399] 称量合成(B3-2)中得到的二醇体 5g 和四氢呋喃 200ml,加入 500ml 的烧瓶中。向其中加入氢碘酸(55% 水溶液) 10g,边避光 2 小时边搅拌。其后,移至分液漏斗,加入甲苯,用蒸馏水进行分液清洗,使其干燥。用硅胶(SiO₂500g)精制得到的固体,得到红色固体(上述式 H1-13 表示的化合物) 3g。

[0400] 3. 主体材料(萘系材料)的制造

[0401] 合成例 C1 :式 H2-30 表示的化合物的合成

[0402]



[0403] 合成(C1-1)

[0404] 使市售的 2-萘硼酸 2.1g 和 9,10-二溴蒽 5g 溶解于 50ml 的二甲氧基乙烷, 加热至 80°C 。向其中加入蒸馏水 50ml 和碳酸钠 10g。再向其中加入四三苯基膦钯(0) 0.4g。

[0405] 3 小时后用分液漏斗进行甲苯萃取, 用硅胶(SiO_2 500g) 进行精制。

[0406] 由此, 得到淡黄白色结晶(9-溴-10-萘-2-基-蒽) 3g。

[0407] 合成(C1-2)

[0408] Ar 下, 在 500ml 的烧瓶中, 使市售的 2-萘硼酸 10.5g 和 1,4-二溴苯 17.5g 溶解于 250ml 的二甲氧基乙烷, 加热至 80°C 。向其中加入蒸馏水 250ml 和碳酸钠 30g。再向其中加入四三苯基膦钯(0) 2g。

[0409] 3 小时后用分液漏斗进行甲苯萃取, 用硅胶(SiO_2 500g) 进行精制。

[0410] 由此,得到白色结晶(2-(4-溴苯基)-萘) 10g。

[0411] 合成(C1-3)

[0412] Ar 下,在 1 升的烧瓶中加入合成(C1-2)中得到的 2-(4-溴苯基)-萘 10g、脱水四氢呋喃 500ml,在 -60°C 下用 30 分钟滴加 1.6Mn-BuLi/己烷溶液 22ml。30 分钟后添加硼酸三异丙酯 7g。滴加后在反应过程的温度下反应一夜。反应后,滴加水 100ml,其后用甲苯 2 升进行萃取,分液。将有机层浓缩、重结晶,进行过滤、干燥,得到白色的苯基硼酸衍生物 5g。

[0413] 合成(C1-4)

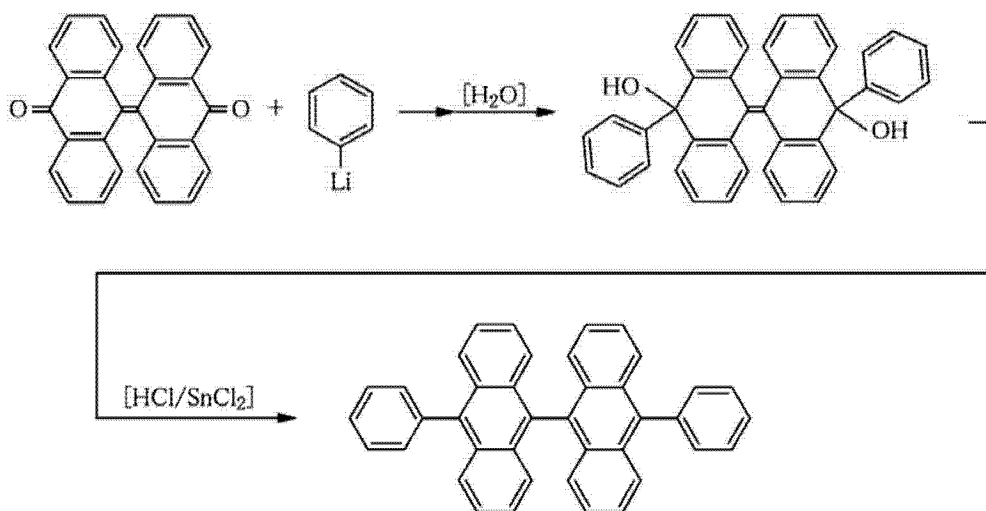
[0414] Ar 下,在 500ml 的烧瓶中,使合成(C1-1)中得到的 9-溴-10-萘-2-基-蒽 3g 和合成(C1-3)中得到的硼酸 3g 溶解于 200ml 的二甲氧基乙烷,加热至 80°C 。向其中加入蒸馏水 250ml 和碳酸钠 10g。再向其中加入四三苯基磷钯(0) 0.5g。

[0415] 3 小时后用分液漏斗进行甲苯萃取,利用硅胶色谱法进行精制。

[0416] 由此,得到淡黄白色固体(上述式 H2-30 表示的化合物) 3g。

[0417] 合成例 C2 :式 H2-47 表示的化合物的合成

[0418]



[0419] 合成(C2-1)

[0420] Ar 下,在 300ml 的烧瓶加入联二蒽酮 5g 和干燥二乙醚 150ml。向其中加入市售的苯基锂试剂(19% 丁醚溶液) 5.5ml,在室温下搅拌 3 小时。其后,投入 10ml 的水后,移至分液漏斗,用甲苯萃取目标物,使其干燥,用硅胶(SiO_2 500g)进行分离精制。

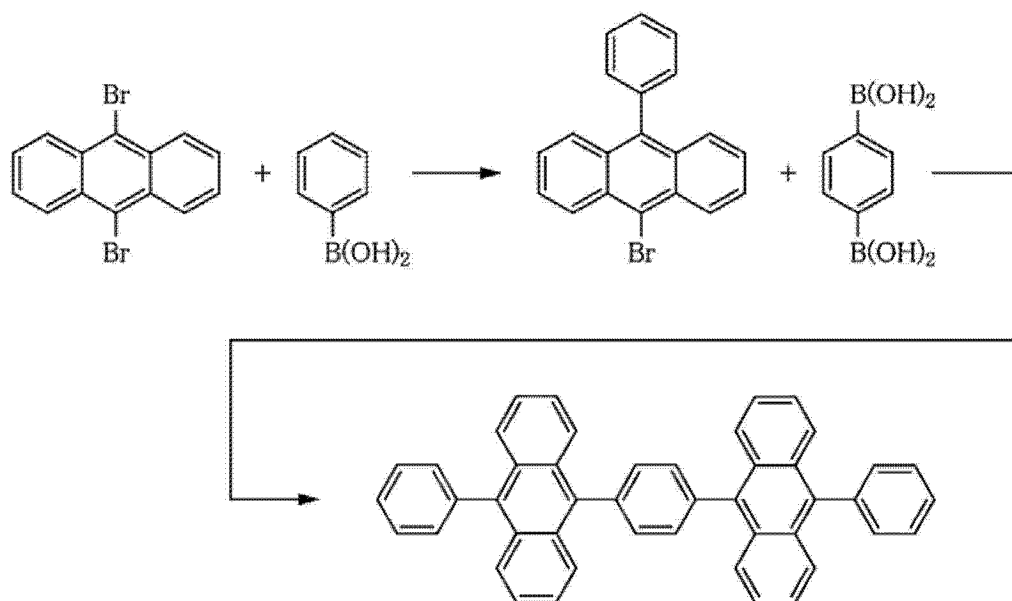
[0421] 由此,得到白色的目标物(10,10'-二苯基-10H,10'H-[9,9']亚联二蒽基(bianthracenylidene)-10,10'-二醇) 5g。

[0422] 合成(C2-2)

[0423] 将合成(C2-1)中得到的二醇体 5g 和乙酸 300ml 加入 500ml 的烧瓶中。向其中加入在盐酸(35%) 5g 中溶解氯化亚锡(II)(无水) 5g 而得的溶液,搅拌 30 分钟。其后,移至分液漏斗,加入甲苯,用蒸馏水进行分液清洗,使其干燥。用硅胶(SiO_2 500g)精制得到的固体,得到黄白色固体(上述式 H2-47 表示的化合物) 5.5g。

[0424] 合成例 C3 :式 H2-52 表示的化合物

[0425]



[0426] 合成(C3-1)

[0427] 使市售的苯基硼酸 2.2g 和 9,10-二溴蒽 6g 溶解于 100ml 的二甲氧基乙烷, 加热至 80°C 。向其中加入蒸馏水 50ml 和碳酸钠 10g。再向其中加入四三苯基膦钯(0) 0.5g。

[0428] 3 小时后用分液漏斗进行甲苯萃取, 用硅胶(SiO_2 500g) 进行精制。

[0429] 由此, 得到黄白色结晶(9-溴-10-苯基-蒽) 4g。

[0430] 合成(C3-2)

[0431] Ar 下, 在 500ml 的烧瓶中, 使合成(C3-1)中得到的 9-溴-10-苯基-蒽 4g 和市售的苯二硼酸 0.8g 溶解于 200ml 的二甲氧基乙烷, 加热至 80°C 。向其中加入蒸馏水 250ml 和碳酸钠 10g。再向其中加入四三苯基膦钯(0) 0.5g。

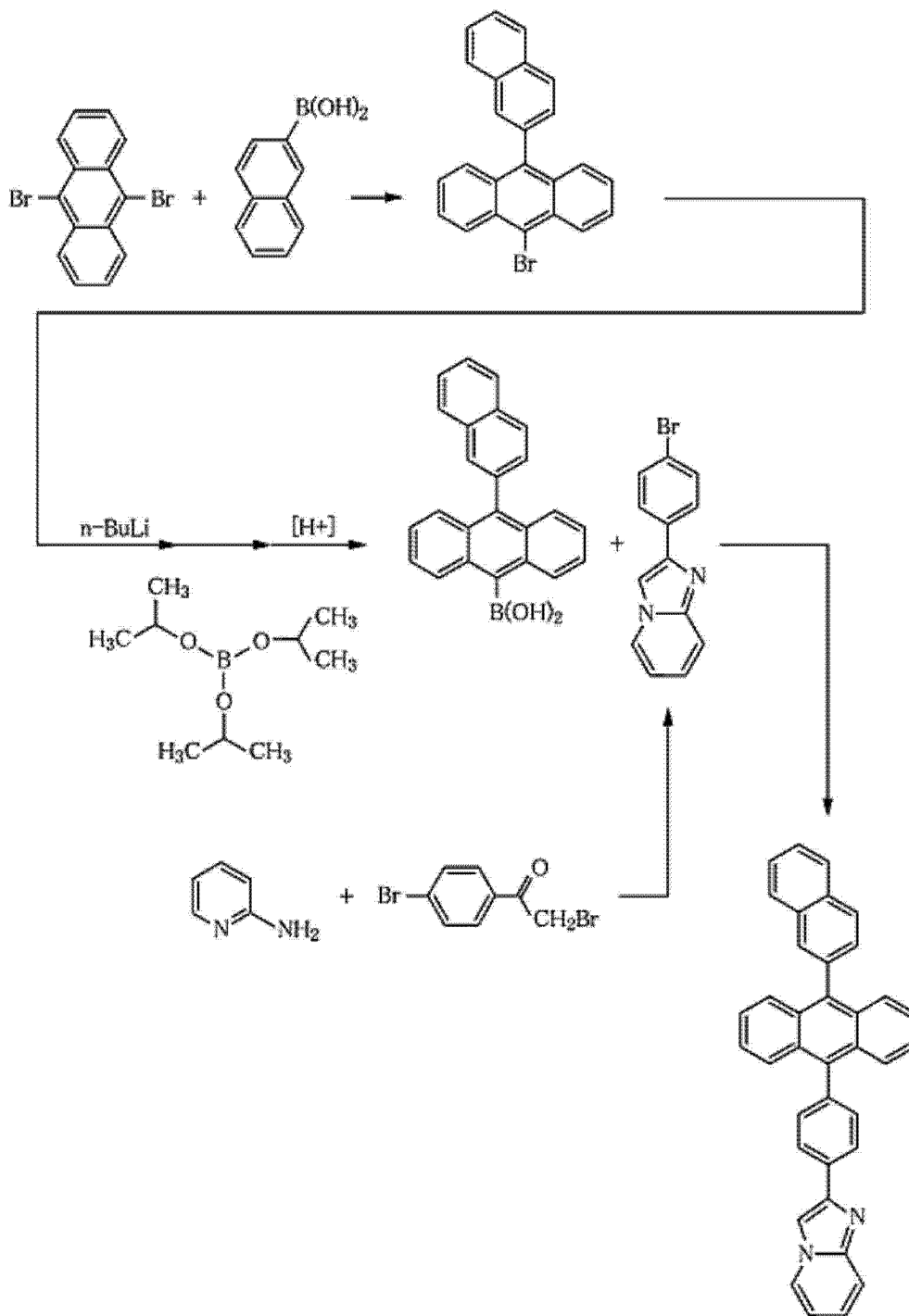
[0432] 3 小时后用分液漏斗进行甲苯萃取, 使用硅胶色谱法进行精制。

[0433] 由此, 得到淡黄白色固体(上述式 H2-52 表示的化合物) 2g。

[0434] 4. 电子输送性材料(氮杂吡啶系化合物) 的制造

[0435] 合成例 E1 : 式 ETL-A3 表示的化合物的合成

[0436]



[0437] 合成(E1-1)

[0438] 使市售的 2-萘硼酸 2.1g 和 9,10-二溴蒽 5g 溶解于 50ml 的二甲氧基乙烷, 加热至 $80^{\circ}C$ 。向其中加入蒸馏水 50ml 和碳酸钠 10g。再向其中加入四三苯基膦钯(0) 0.4g。

[0439] 3 小时后用分液漏斗进行甲苯萃取, 用硅胶(SiO_2 500g) 进行精制。

[0440] 由此, 得到淡黄白色结晶(9-溴-10-萘-2-基-蒽) 3g。

[0441] 合成(E1-2)

[0442] Ar 下, 在 1 升的烧瓶中加入合成(E1-1) 中得到的 9-溴-10-萘-2-基-蒽 3g, 加入脱水四氢呋喃 500ml, 在 $-60^{\circ}C$ 下用 10 分钟滴加 1.6Mn-BuLi/ 己烷溶液 6ml。30 分钟后添加硼酸三异丙酯 1.5g。滴加后在反应过程的温度下反应 3 小时。反应后, 滴加蒸馏水

50mL, 其后用甲苯 1 升萃取, 分液。将有机层浓缩、重结晶, 进行过滤、干燥, 得到白色的目标物(硼酸体) 2g。

[0443] 合成(E1-3)

[0444] Ar 下, 在 300ml 的烧瓶中称量 2-氨基吡啶 3.4g, 向其中加入乙醇 40ml 和丙酮 40ml 使其溶解。向其中加入 4-溴苯甲酰甲基溴化物 10g, 进行加热回流。3 小时后, 中止加热, 冷却至室温。减压除去溶剂后, 在 1 升的甲醇中加热溶解, 通过过滤除去不溶杂质后, 回收经浓缩沉淀而得的物质。

[0445] 由此, 得到目标物的白色固体(2-(4-溴苯基)-咪唑并[1,2-a]吡啶) 8g。

[0446] 合成(E1-4)

[0447] Ar 下, 在 500ml 的烧瓶中, 使合成(E1-2)中得到的硼酸体 2g 和合成(E1-3)中得到的咪唑并吡啶衍生物 1.7g 溶解于 200ml 的二甲氧基乙烷, 加热至 80℃。向其中加入蒸馏水 250ml 和碳酸钠 10g。再向其中加入四三苯基磷钨(0) 0.5g。

[0448] 3 小时后用分液漏斗进行甲苯萃取, 用硅胶(SiO₂500g) 进行精制。

[0449] 由此, 得到白色固体(上述式 ETL-A3 表示的化合物) 2g。

[0450] 5. 发光元件的制造

[0451] 实施例 1-1

[0452] < 1 > 首先, 准备平均厚度 0.5mm 的透明玻璃基板。接着, 利用溅射法在该基板上形成平均厚度 100nm 的 ITO 电极(阳极)。

[0453] 然后, 将基板依次浸渍于丙酮、2-丙醇中, 进行超声波清洗后, 实施氧等离子体处理和氩等离子体处理。这些等离子体处理分别在将基板加热至 70℃~90℃ 的状态下, 在等离子体功率 100W、气体流量 20sccm、处理时间 5sec 下进行。

[0454] < 2 > 接着, 利用真空蒸镀法将上述式 HTL-3 表示的化合物作为胺系的空穴输送性材料蒸镀在 ITO 电极上, 形成平均厚度 60nm 的空穴输送层。

[0455] < 3 > 接着, 利用真空蒸镀法将发光层的构成材料蒸镀在空穴输送层上, 形成平均厚度 25nm 的发光层。作为发光层的构成材料, 使用上述式 D1-2 表示的化合物作为发光材料(客体材料), 使用上述式 H1-2 表示的化合物(并四苯系材料) 作为主体材料。另外, 使发光层中的发光材料(掺杂剂) 的含量(掺杂浓度) 为 4.0wt%。

[0456] < 4 > 接着, 在发光层上, 利用真空蒸镀法将上述式 ETL-A3 表示的化合物成膜, 形成平均厚度 90nm 的电子输送层。

[0457] < 5 > 接着, 在电子输送层上, 利用真空蒸镀法将氟化锂(LiF) 成膜, 形成平均厚度 1nm 的电子注入层。

[0458] < 6 > 接着, 在电子注入层上, 利用真空蒸镀法将 Al 成膜。由此, 形成由 Al 构成的平均厚度 100nm 的阴极。

[0459] < 7 > 接着, 以覆盖形成的各层的方式, 被覆玻璃制的保护盖(密封部件), 利用环氧树脂固定、密封。

[0460] 通过以上工序制造发光元件。

[0461] 实施例 1-2

[0462] 使用上述式 H1-5 表示的化合物(并四苯系材料) 作为发光层的主体材料, 除此之外, 与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0463] 实施例 1-3

[0464] 使用上述式 H1-13 表示的化合物(并四苯系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0465] 实施例 1-4

[0466] 使用上述式 H2-30 表示的化合物(蒽系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0467] 实施例 1-5

[0468] 使用上述式 H2-47 表示的化合物(蒽系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0469] 实施例 1-6

[0470] 使用上述式 H2-52 表示的化合物(蒽系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0471] 实施例 1-7

[0472] 使用 Alq_3 作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0473] 实施例 1-8

[0474] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 1.0wt%,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0475] 实施例 1-9

[0476] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 2.0wt%,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0477] 实施例 1-10

[0478] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 10.0wt%,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0479] 实施例 1-11

[0480] 使发光层的平均厚度为 15nm,并且使电子输送层的平均厚度为 100nm,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0481] 实施例 1-12

[0482] 使发光层的平均厚度为 50nm,并且使电子输送层的平均厚度为 65nm,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0483] 实施例 1-13

[0484] 使发光层的平均厚度为 70nm,并且使电子输送层的平均厚度为 45nm,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0485] 实施例 1-14

[0486] 使用上述式 D1-4 表示的化合物作为发光层的发光材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0487] 实施例 1-15

[0488] 使用上述式 D1-5 表示的化合物作为发光层的发光材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0489] 实施例 1-16

[0490] 使用上述式 D1-8 表示的化合物作为发光层的发光材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0491] 参考例 1-1

[0492] 省略发光层中的发光材料(掺杂剂)(即,仅由上述式 H1-2 表示的化合物构成发光层),除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0493] 参考例 1-2

[0494] 使用 2,9-二甲基-4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(BCP)作为电子输送层的构成材料,除此之外,与上述实施例 1-1 同样地制造发光元件。

[0495] 实施例 2-1

[0496] < 1 >首先,准备平均厚度 0.5mm 的透明玻璃基板。接着,利用溅射法在该基板上形成平均厚度 100nm 的 ITO 电极(阳极)。

[0497] 然后,将基板依次浸渍于丙酮、2-丙醇中,进行超声波清洗后,实施氧等离子体处理和氩等离子体处理。这些等离子体处理分别在将基板加热至 70℃~90℃的状态下,在等离子体功率 100W、气体流量 20sccm、处理时间 5sec 下进行。

[0498] < 2 >接着,利用真空蒸镀法将上述式 HTL-3 表示的化合物作为胺系的空穴输送性材料蒸镀在 ITO 电极上,形成平均厚度 60nm 的空穴输送层。

[0499] < 3 >接着,利用真空蒸镀法将发光层的构成材料蒸镀在空穴输送层上,形成平均厚度 25nm 的发光层。作为发光层的构成材料,使用上述式 D2-2 表示的化合物作为发光材料(客体材料),使用上述式 H1-2 表示的化合物(并四苯系材料)作为主体材料。另外,使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 4.0wt%。

[0500] < 4 >接着,在发光层上,利用真空蒸镀法将上述式 ETL-A3 表示的化合物成膜,形成平均厚度 90nm 的电子输送层。

[0501] < 5 >接着,在电子输送层上,利用真空蒸镀法将氟化锂(LiF)成膜,形成平均厚度 1nm 的电子注入层。

[0502] < 6 >接着,在电子注入层上,利用真空蒸镀法将 Al 成膜。由此,形成由 Al 构成的平均厚度 100nm 的阴极。

[0503] < 7 >接着,以覆盖形成的各层的方式,被覆玻璃制的保护盖(密封部件),利用环氧树脂固定、密封。

[0504] 通过以上工序制造发光元件。

[0505] 实施例 2-2

[0506] 使用上述式 H1-5 表示的化合物(并四苯系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。

[0507] 实施例 2-3

[0508] 使用上述式 H1-13 表示的化合物(并四苯系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。

[0509] 实施例 2-4

[0510] 使用上述式 H2-30 表示的化合物(蒽系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。

- [0511] 实施例 2-5
- [0512] 使用上述式 H2-47 表示的化合物(蒽系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0513] 实施例 2-6
- [0514] 使用上述式 H2-52 表示的化合物(蒽系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0515] 实施例 2-7
- [0516] 使用 Alq_3 作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0517] 实施例 2-8
- [0518] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 1.0wt%,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0519] 实施例 2-9
- [0520] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 2.0wt%,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0521] 实施例 2-10
- [0522] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 10.0wt%,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0523] 实施例 2-11
- [0524] 使发光层的平均厚度为 15nm,并且使电子输送层的平均厚度为 100nm,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0525] 实施例 2-12
- [0526] 使发光层的平均厚度为 50nm,并且使电子输送层的平均厚度为 65nm,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0527] 实施例 2-13
- [0528] 使发光层的平均厚度为 70nm,并且使电子输送层的平均厚度为 45nm,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0529] 实施例 2-14
- [0530] 使用上述式 D2-1 表示的化合物作为发光层的发光材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0531] 实施例 2-15
- [0532] 使用上述式 D2-3 表示的化合物作为发光层的发光材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0533] 参考例 2-1
- [0534] 省略发光层中的发光材料(掺杂剂)(即,仅由上述式 H1-2 表示的化合物构成发光层),除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。
- [0535] 参考例 2-2
- [0536] 使用 2,9-二甲基-4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(BCP)作为电子输送层的构成材料,除此之外,与上述实施例 2-1 同样地制造发光元件。

[0537] 实施例 3-1

[0538] < 1 >首先,准备平均厚度 0.5mm 的透明玻璃基板。接着,利用溅射法在该基板上形成平均厚度 100nm 的 ITO 电极(阳极)。

[0539] 然后,将基板依次浸渍于丙酮、2-丙醇中,进行超声波清洗后,实施氧等离子体处理和氩等离子体处理。这些等离子体处理分别在将基板加热至 70℃~90℃的状态下,在等离子体功率 100W、气体流量 20sccm、处理时间 5sec 下进行。

[0540] < 2 >接着,利用真空蒸镀法将上述式 HTL-3 表示的化合物作为胺系的空穴输送性材料蒸镀在 ITO 电极上,形成平均厚度 60nm 的空穴输送层。

[0541] < 3 >接着,利用真空蒸镀法将发光层的构成材料蒸镀在空穴输送层上,形成平均厚度 25nm 的发光层。作为发光层的构成材料,使用上述式 D3-2 表示的化合物作为发光材料(客体材料),使用上述式 H1-2 表示的化合物(并四苯系材料)作为主体材料。另外,使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 4.0wt%。

[0542] < 4 >接着,在发光层上,利用真空蒸镀法将上述式 ETL-A3 表示的化合物成膜,形成平均厚度 90nm 的电子输送层。

[0543] < 5 >接着,在电子输送层上,利用真空蒸镀法将氟化锂(LiF)成膜,形成平均厚度 1nm 的电子注入层。

[0544] < 6 >接着,在电子注入层上,利用真空蒸镀法将 Al 成膜。由此,形成由 Al 构成的平均厚度 100nm 的阴极。

[0545] < 7 >接着,以覆盖形成的各层的方式,被覆玻璃制的保护盖(密封部件),利用环氧树脂固定、密封。

[0546] 通过以上工序制造发光元件。

[0547] 实施例 3-2

[0548] 使用上述式 H1-5 表示的化合物(并四苯系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。

[0549] 实施例 3-3

[0550] 使用上述式 H1-13 表示的化合物(并四苯系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。

[0551] 实施例 3-4

[0552] 使用上述式 H2-30 表示的化合物(萘系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。

[0553] 实施例 3-5

[0554] 使用上述式 H2-47 表示的化合物(萘系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。

[0555] 实施例 3-6

[0556] 使用上述式 H2-52 表示的化合物(萘系材料)作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。

[0557] 实施例 3-7

[0558] 使用 Alq₃ 作为发光层的主体材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。

- [0559] 实施例 3-8
- [0560] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 1.0wt%,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0561] 实施例 3-9
- [0562] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 2.0wt%,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0563] 实施例 3-10
- [0564] 使发光层中的发光材料(掺杂剂)的含量(掺杂浓度)为 10.0wt%,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0565] 实施例 3-11
- [0566] 使发光层的平均厚度为 15nm,并且使电子输送层的平均厚度为 100nm,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0567] 实施例 3-12
- [0568] 使发光层的平均厚度为 50nm,并且使电子输送层的平均厚度为 65nm,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0569] 实施例 3-13
- [0570] 使发光层的平均厚度为 70nm,并且使电子输送层的平均厚度为 45nm,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0571] 实施例 3-14
- [0572] 使用上述式 D3-1 表示的化合物作为发光层的发光材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0573] 实施例 3-15
- [0574] 使用上述式 D3-3 表示的化合物作为发光层的发光材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0575] 参考例 3-1
- [0576] 省略发光层中的发光材料(掺杂剂)(即,仅由上述式 H1-2 表示的化合物构成发光层),除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0577] 参考例 3-2
- [0578] 使用 2,9-二甲基-4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(BCP)作为电子输送层的构成材料,除此之外,与上述实施例 3-1 同样地制造发光元件。
- [0579] 6. 评价
- [0580] 对于各实施例和各参考例,使用恒流电源(TOYO Technica 株式会社制 KEITHLEY2400),在发光元件中流过 $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 的恒定电流,使用小型光纤光谱仪(Hamamatsu Photonics 公司制 PMA-11)测定此时的发光峰值波长。发光功率使用光功率测定机(ADC 株式会社制光功率计 8230)测定。
- [0581] 另外,还测定此时的电压值(驱动电压)。
- [0582] 此外,在发光元件中流过 $150\text{mA}/\text{cm}^2$ 的恒定电流,测定亮度成为初始亮度的 85% 的时间(LT85)。
- [0583] 将这些测定结果示于表 1、表 2、表 3。

[0584] 表 1

	发光层			电子输送层		评价				
	发光材料	主体材料	发光材料的浓度 [wt%]	平均厚度 [nm]	材料	平均厚度 [nm]	发光峰值波长 [nm]	发光功率 [mW/cm ²]	电压 [V]	LT85 [hr]
实施例 1-1	D1-2	H1-2	4	25	ETL-A3	90	845	1.6	5.0	>500
实施例 1-2	D1-2	H1-5	4	25	ETL-A3	90	845	1.6	4.9	>500
实施例 1-3	D1-2	H1-13	4	25	ETL-A3	90	845	1.6	5.0	>500
实施例 1-4	D1-2	H2-30	4	25	ETL-A3	90	845	0.7	6.9	>1000
实施例 1-5	D1-2	H2-47	4	25	ETL-A3	90	845	0.8	6.9	>1000
实施例 1-6	D1-2	H2-52	4	25	ETL-A3	90	845	0.7	7.0	>1000
实施例 1-7	D1-2	Alq ₃	4	25	ETL-A3	90	855	0.5	6.5	>500
实施例 1-8	D1-2	H1-2	1	25	ETL-A3	90	825	1.8	4.9	>200
实施例 1-9	D1-2	H1-2	2	25	ETL-A3	90	835	1.7	4.9	>300
实施例 1-10	D1-2	H1-2	10	25	ETL-A3	90	855	1.2	5.2	>700
实施例 1-11	D1-2	H1-2	4	15	ETL-A3	100	845	1.6	4.8	>500
实施例 1-12	D1-2	H1-2	4	50	ETL-A3	65	845	1.5	5.5	>500
实施例 1-13	D1-2	H1-2	4	70	ETL-A3	45	845	1.5	6.0	>600
实施例 1-14	D1-4	H1-2	4	25	ETL-A3	90	805	1.3	4.9	>500
实施例 1-15	D1-5	H1-2	4	25	ETL-A3	90	850	1.5	5.0	>500
实施例 1-16	D1-8	H1-2	4	25	ETL-A3	90	855	1.4	4.9	>500
参考例 1-1	-	H1-2	-	25	ETL-A3	90	520	1.2	4.9	100
参考例 1-2	D1-2	H1-2	4	25	BCP	90	845	1.6	7.3	30

[0585]

[0586] 表 2

[0587]

	发光层			电子输送层		评价				
	发光材料	主体材料	发光材料的浓度 [wt%]	平均厚度 [nm]	材料	平均厚度 [nm]	发光峰值波长 [nm]	发光功率 [mW/cm ²]	电压 [V]	LT85 [hr]
实施例 2-1	D2-2	H1-2	4	25	ETL-A3	90	840	1.3	5.1	>500
实施例 2-2	D2-2	H1-5	4	25	ETL-A3	90	840	1.4	5.0	>500
实施例 2-3	D2-2	H1-13	4	25	ETL-A3	90	840	1.5	5.2	>500
实施例 2-4	D2-2	H2-30	4	25	ETL-A3	90	840	0.6	6.9	>1000
实施例 2-5	D2-2	H2-47	4	25	ETL-A3	90	840	0.7	6.8	>1000
实施例 2-6	D2-2	H2-52	4	25	ETL-A3	90	840	0.7	6.9	>1000
实施例 2-7	D2-2	Alq ₃	4	25	ETL-A3	90	850	0.3	6.6	>500
实施例 2-8	D2-2	H1-2	1	25	ETL-A3	90	820	1.6	5.0	>200
实施例 2-9	D2-2	H1-2	2	25	ETL-A3	90	830	1.4	5.0	>300
实施例 2-10	D2-2	H1-2	10	25	ETL-A3	90	850	1.0	5.3	>600
实施例 2-11	D2-2	H1-2	4	15	ETL-A3	100	840	1.3	4.9	>500
实施例 2-12	D2-2	H1-2	4	50	ETL-A3	65	840	1.3	5.4	>500
实施例 2-13	D2-2	H1-2	4	70	ETL-A3	45	840	1.2	5.8	>500
实施例 2-14	D2-1	H1-2	4	25	ETL-A3	90	800	1.2	5.1	>500
实施例 2-15	D2-3	H1-2	4	25	ETL-A3	90	870	0.6	5.1	>500
参考例 2-1	-	H1-2	-	25	ETL-A3	90	520	1.2	4.9	100
参考例 2-2	D2-2	H1-2	4	25	BCP	90	840	1.3	7.2	30

[0588] 表 3

[0589]

	发光层				电子输送层		评价			
	发光材料	主体材料	发光材料的浓度 [wt%]	平均厚度 [nm]	材料	平均厚度 [nm]	发光峰值波长 [nm]	发光功率 [mW/cm ²]	电压 [V]	LT85 [hr]
实施例 3-1	D3-2	H1-2	4	25	ETL-A3	90	843	1.0	5.2	>500
实施例 3-2	D3-2	H1-5	4	25	ETL-A3	90	843	1.1	5.1	>500
实施例 3-3	D3-2	H1-13	4	25	ETL-A3	90	843	1.2	5.2	>500
实施例 3-4	D3-2	H2-30	4	25	ETL-A3	90	843	0.5	7.0	>1000
实施例 3-5	D3-2	H2-47	4	25	ETL-A3	90	843	0.6	6.9	>1000
实施例 3-6	D3-2	H2-52	4	25	ETL-A3	90	843	0.6	7.0	>1000
实施例 3-7	D3-2	Alq3	4	25	ETL-A3	90	854	0.2	6.8	>500
实施例 3-8	D3-2	H1-2	1	25	ETL-A3	90	822	1.3	5.0	>200
实施例 3-9	D3-2	H1-2	2	25	ETL-A3	90	833	1.1	5.1	>300
实施例 3-10	D3-2	H1-2	10	25	ETL-A3	90	852	0.9	5.5	>600
实施例 3-11	D3-2	H1-2	4	15	ETL-A3	100	843	1.0	5.0	>500
实施例 3-12	D3-2	H1-2	4	50	ETL-A3	65	843	1.0	5.4	>500
实施例 3-13	D3-2	H1-2	4	70	ETL-A3	45	843	0.9	5.9	>500
实施例 3-14	D3-1	H1-2	4	25	ETL-A3	90	804	1.0	5.1	>500
实施例 3-15	D3-3	H1-2	4	25	ETL-A3	90	873	0.5	5.1	>500
参考例 3-1	-	H1-2	-	25	ETL-A3	90	520	1.2	4.9	100
参考例 3-2	D3-2	H1-2	4	25	BCP	90	843	1.0	7.3	30

[0590] 由表 1 ~ 表 3 可知, 各实施例的发光元件在近红外区域发光, 并且得到较高的发光功率。另外, 各实施例的发光元件能够抑制驱动电压。因此, 各实施例的发光元件具有优异的发光效率。

[0591] 另外,各实施例的发光元件与各参考例的发光元件相比具有长的寿命。

[0592] 符号说明

[0593] 1、1A…发光元件,2…基板,3…阳极,4…空穴注入层,5…空穴输送层,6…发光层,7…电子输送层,8…电子注入层,9…阴极,10…密封部件,13…阴极,14…层叠体,20…密封基板,21…基板,22…平坦化层,24…驱动用晶体管,27…导电部(配线),31…隔壁,32…反射膜,33…防腐蚀膜,34…阴极盖,35…环氧树脂层,100…显示器装置,100B…光源,241…半导体层,242…栅极绝缘层,243…栅电极,244…源电极,245…漏电极,1000…认证装置,1001…保护玻璃,1002…微透镜阵列,1003…受光元件组,1004…受光元件驱动部,1005…控制部,1006…发光元件驱动部,1100…个人计算机,1101…主体部,1102…键盘,1104…显示部,1106…显示单元,F…生物体

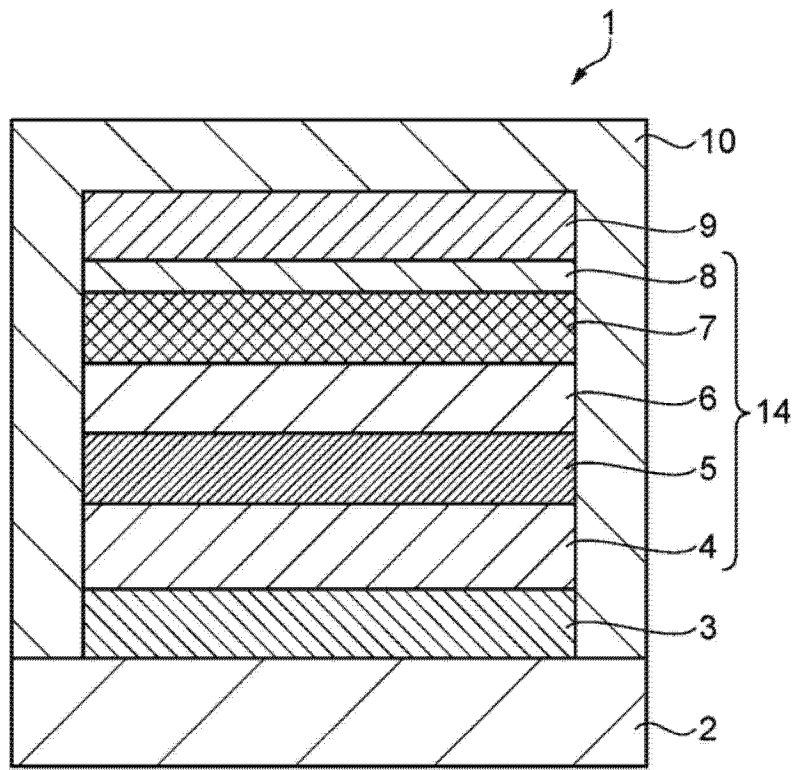


图 1

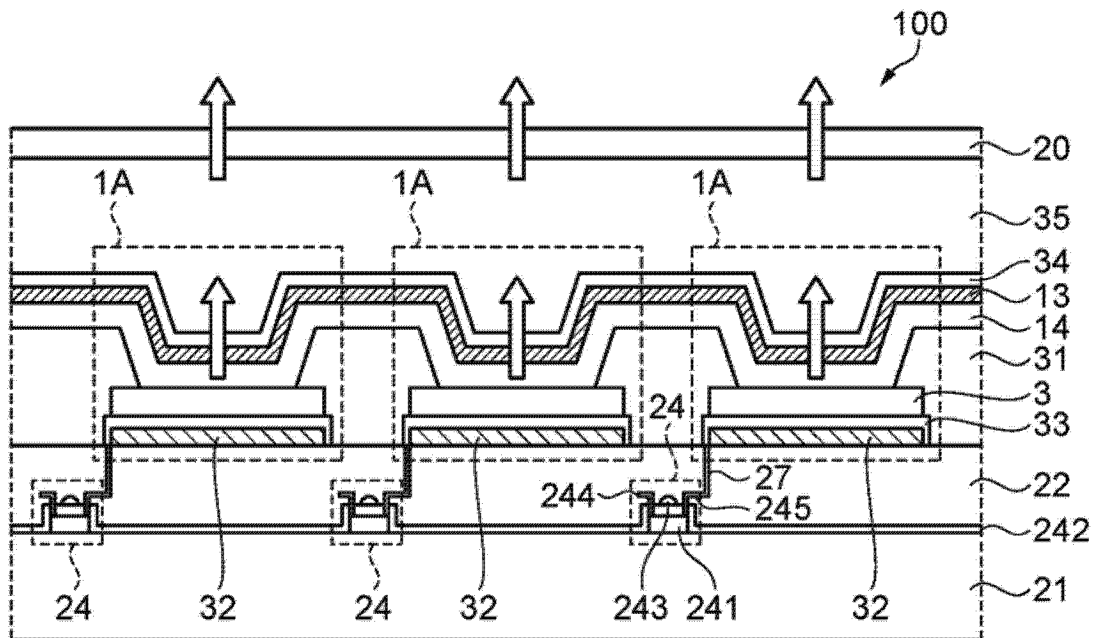


图 2

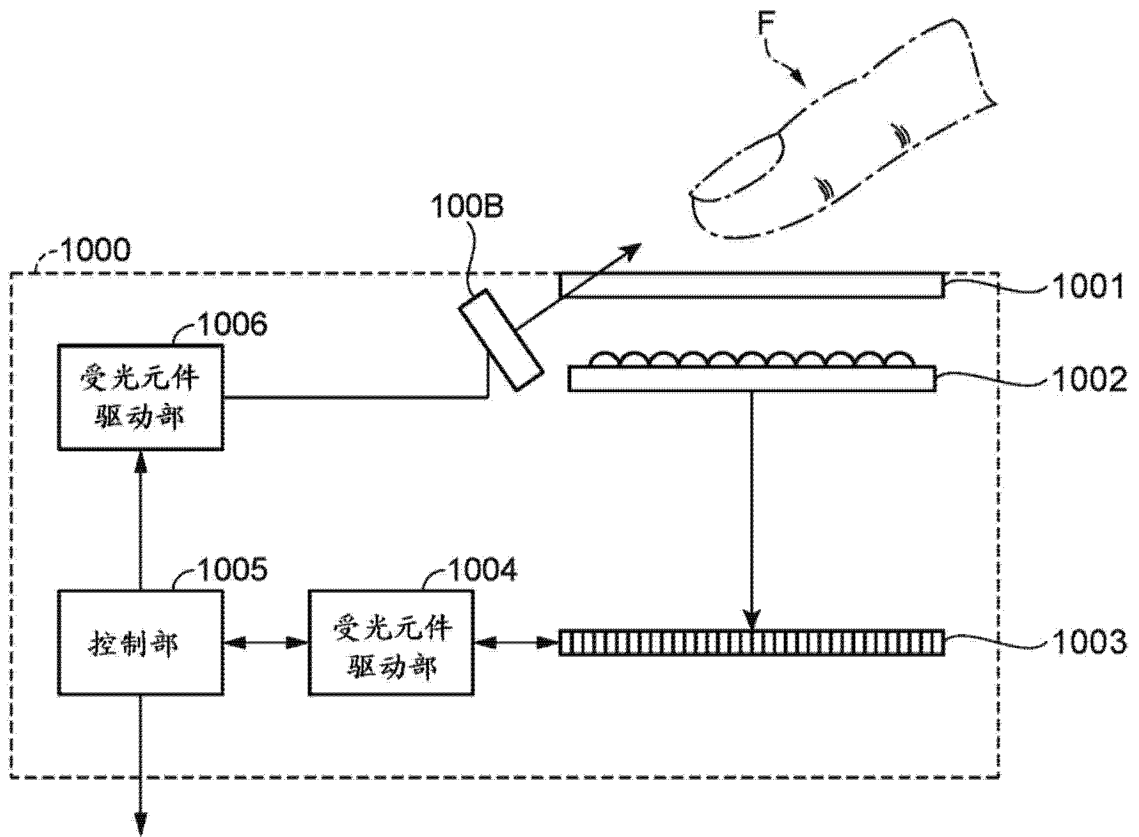


图 3

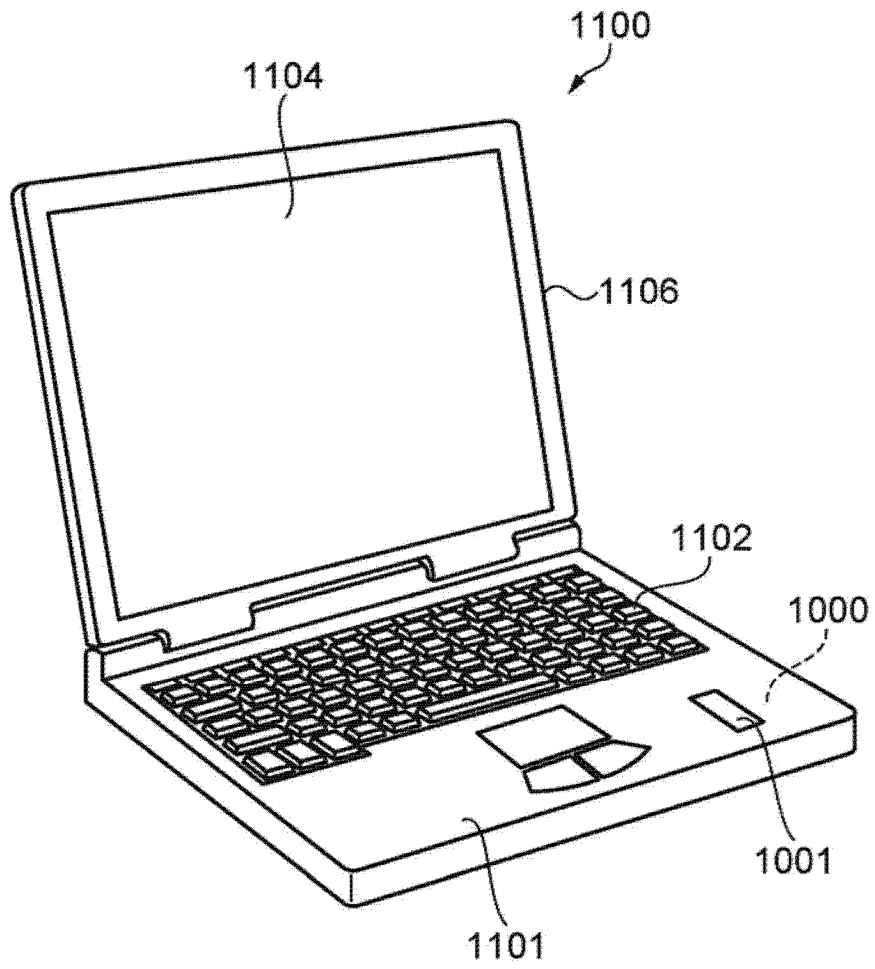


图 4