

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5799820号
(P5799820)

(45) 発行日 平成27年10月28日 (2015. 10. 28)

(24) 登録日 平成27年9月4日 (2015. 9. 4)

(51) Int. Cl.	F 1		
HO 1 L 51/50 (2006. 01)	HO 5 B 33/14	B	
CO 9 K 11/06 (2006. 01)	CO 9 K 11/06	6 6 O	
CO 7 F 15/00 (2006. 01)	CO 7 F 15/00	E	

請求項の数 27 (全 141 頁)

(21) 出願番号	特願2012-5690 (P2012-5690)	(73) 特許権者	000001270
(22) 出願日	平成24年1月13日 (2012. 1. 13)		コニカミノルタ株式会社
(65) 公開番号	特開2013-145811 (P2013-145811A)		東京都千代田区丸の内二丁目7番2号
(43) 公開日	平成25年7月25日 (2013. 7. 25)	(74) 代理人	100064414
審査請求日	平成26年6月11日 (2014. 6. 11)		弁理士 磯野 道造
		(74) 代理人	100178032
			弁理士 奈良 泰男
		(74) 代理人	100176968
			弁理士 伊藤 直樹
		(72) 発明者	押山 智寛
			東京都日野市さくら町1番地コニカミノル タテクノロジーセンター株式会社内
		(72) 発明者	安川 則子
			東京都日野市さくら町1番地コニカミノル タテクノロジーセンター株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子、表示装置及び照明装置

(57) 【特許請求の範囲】

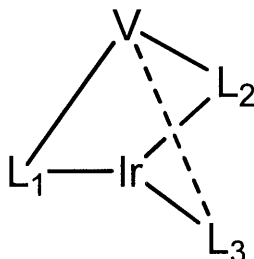
【請求項1】

陽極と陰極との間に、少なくとも1つの発光層を有する有機エレクトロルミネッセンス素子において、

前記有機エレクトロルミネッセンス素子は、下記一般式(1)で表わされる6座配位型オルトメタルイリジウム錯体を含むし、かつ、錯体分子中の少なくとも一つの水素原子が重水素で置換されていることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【化1】

一般式(1)

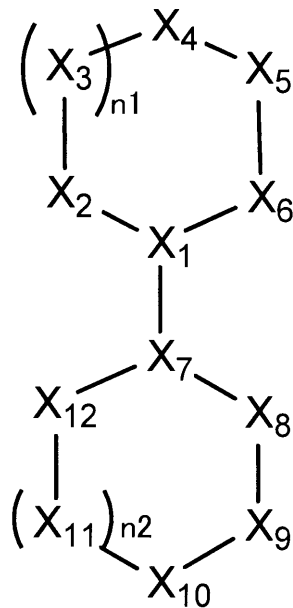


〔式中、Vは2価又は3価の連結基を表し、L₁、L₂と共有結合で連結している。Vと

L_3 を結ぶ点線は共有結合、又は非結合を表わす。一般式 (1) 中の少なくとも一つの水素原子は、重水素で置換されているものとする。 $L_1 \sim L_3$ は、下記一般式 (1-A) で表され、 X_6 と Ir が配位結合し、 X_8 と Ir が共有結合を形成している。]

【化 2】

一般式 (1-A)



10

20

【式中、 $X_1 \sim X_6$ は含窒素 5 員又は含窒素 6 員の複素環を形成する元素群であり、炭素原子又は窒素原子から選ばれ、 X_5 と X_6 のうち少なくとも一つは窒素原子を表す。 X_3 、 X_{11} はそれぞれ炭素原子を表わし、 n_1 、 n_2 は 0 または 1 の整数を表わす。 $X_7 \sim X_{12}$ は 5 員環又は 6 員環を形成する元素群であり、炭素原子又は窒素原子から選ばれる。 $X_2 \sim X_5$ 、 $X_9 \sim X_{12}$ の少なくとも一つは重水素で置換されているものとする。]

【請求項 2】

前記一般式 (1) において、錯体分子中の水素原子が重水素置換されている部位が L_1 、 L_2 、または L_3 であることを特徴とする請求項 1 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

30

【請求項 3】

前記一般式 (1) において、錯体分子中の水素原子が重水素置換されている部位が V であることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 4】

前記一般式 (1) において、錯体分子中の水素原子が全て重水素置換されていることを特徴とする請求項 1 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 5】

40

前記一般式 (1) の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式 (1-A) の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が芳香族複素 6 員環であり、前記芳香族複素 6 員環がピリジン環であることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 6】

前記一般式 (1) の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式 (1-A) の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が複素 5 員環であり、前記複素 5 員環がイミダゾール環であることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 7】

50

前記一般式(1)の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式(1-A)の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が複素5員環であり、前記複素5員環がピラゾール環であることを特徴とする請求項1から請求項4いずれか一項に記載の有機エレクトロルミネセンス素子。

【請求項8】

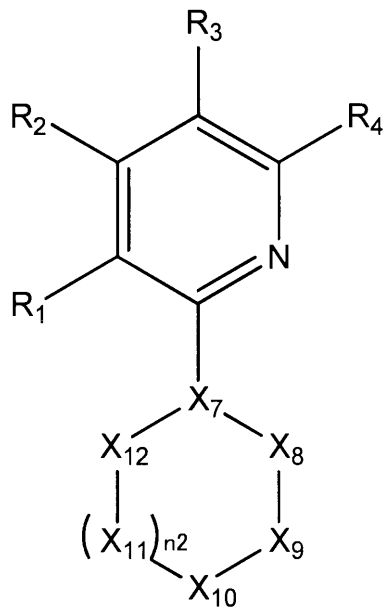
前記一般式(1)の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式(1-A)の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が複素5員環であり、前記複素5員環がトリアゾール環であることを特徴とする請求項1から請求項4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネセンス素子。

【請求項9】

前記一般式(1-A)が下記一般式(1-B)で表されることを特徴とする請求項1から請求項4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネセンス素子。

【化3】

一般式(1-B)



〔式中、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群、 n_2 は、前記一般式(1-A)と同義である。 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

【請求項10】

前記一般式(1-A)が下記一般式(1-C)で表されることを特徴とする請求項1から請求項4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネセンス素子。

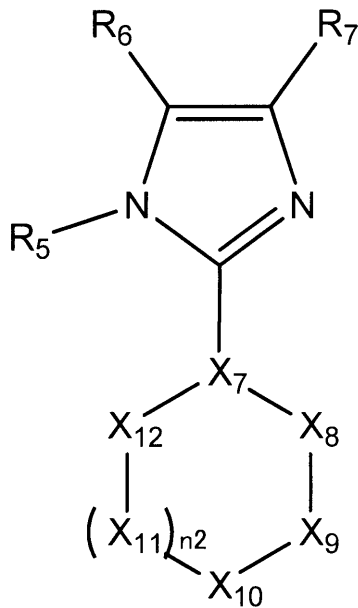
10

20

30

【化 4】

一般式 (1-C)



10

20

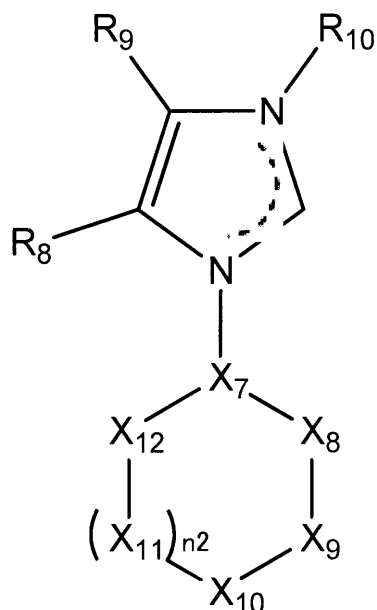
〔式中、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群、 n_2 は、前記一般式 (1-A) と同義である。 R_5 、 R_6 、 R_7 は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

【請求項 1 1】

前記一般式 (1-A) が下記一般式 (1-D) で表されることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【化 5】

一般式 (1-D)



30

40

〔式中、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群、 n_2 は、前記一般式 (1-A) と同義である。 R_8 、 R_9 、 R_{10} は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

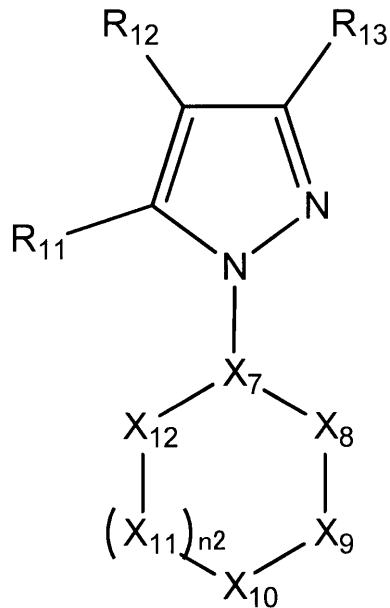
【請求項 1 2】

前記一般式 (1-A) が下記一般式 (1-E) で表されることを特徴とする請求項 1 から請求項 4 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

50

【化6】

一般式 (1-E)



10

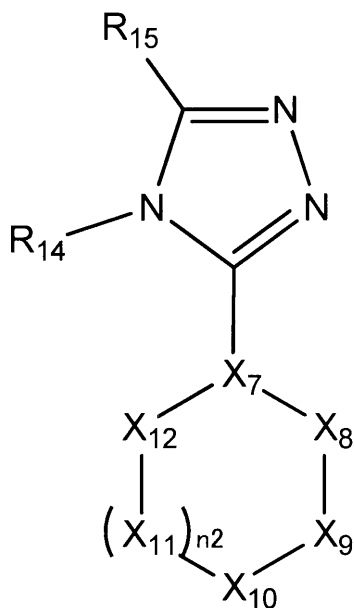
〔式中、X₇ ~ X₁₂ で表される元素群、n₂は、前記一般式(1-A)と同義である。R₁₁、R₁₂、R₁₃は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

【請求項13】

前記一般式(1-A)が下記一般式(1-F)で表されることを特徴とする請求項1から請求項4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【化7】

一般式 (1-F)



30

40

〔式中、X₇ ~ X₁₂ で表される元素群、n₂は、前記一般式(1-A)と同義である。R₁₄、R₁₅は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

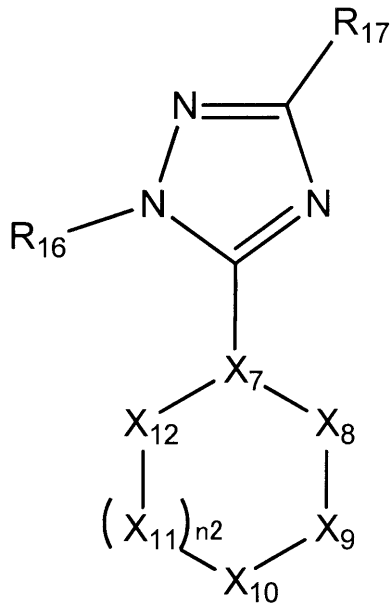
【請求項14】

前記一般式(1-A)が下記一般式(1-G)で表されることを特徴とする請求項1から請求項4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

50

【化 8】

一般式 (1-G)



10

20

〔式中、X₇ ~ X₁₂ で表される元素群、n₂は、前記一般式 (1-A) と同義である。R₁₆、R₁₇ は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

【請求項 15】

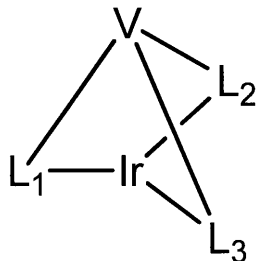
前記 X₇ ~ X₁₂ で表される元素群が、ベンゼン環であることを特徴とする請求項 1 から 14 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 16】

前記一般式 (1) が、下記一般式 (2) で表わされる 6 座配位型オルトメタルイリジウム錯体であることを特徴とする請求項 1 から請求項 15 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【化 9】

一般式 (2)



30

40

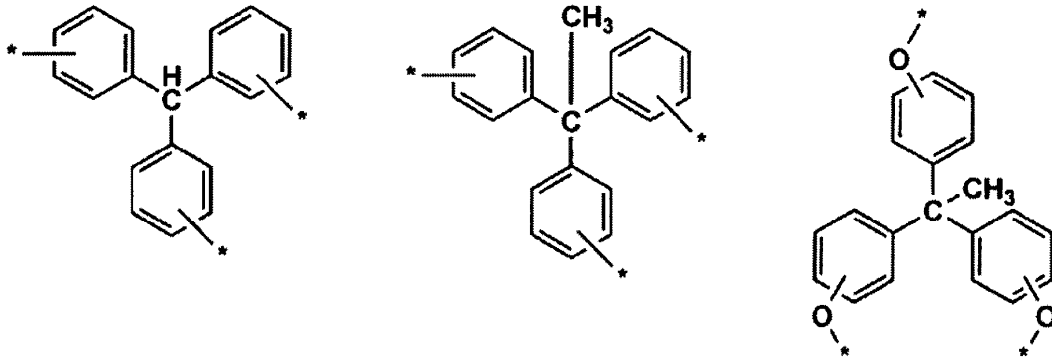
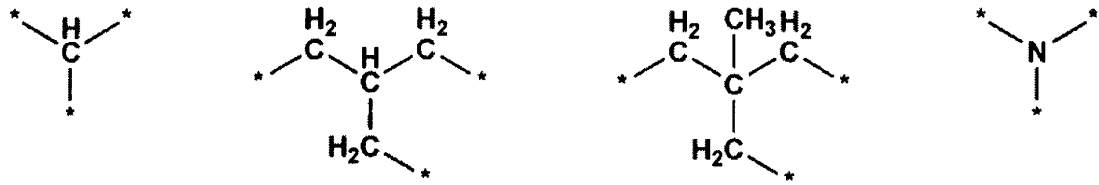
〔式中、V は 3 個の連結基を表し、L₁ ~ L₃ と共有結合で連結している。L₁ ~ L₃ は、各々前記請求項 1 における一般式 (1-A) で表され、X₆ と Ir が配位結合し、X₆ と Ir が共有結合を形成している。〕

【請求項 17】

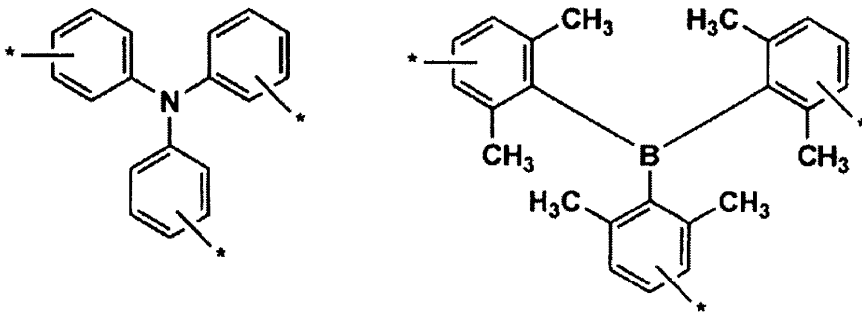
前記 V が、下記に示す構造の化合物のいずれか 1 つであることを特徴とする請求項 1 から請求項 16 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

〔下記に示す構造の化合物において、* は L₁ ~ L₃ との結合部分を表し、n は 1 ~ 2 を表す。〕

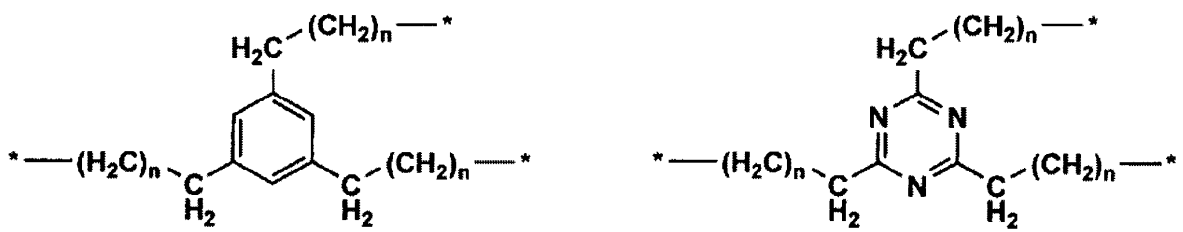
[化 10]



10

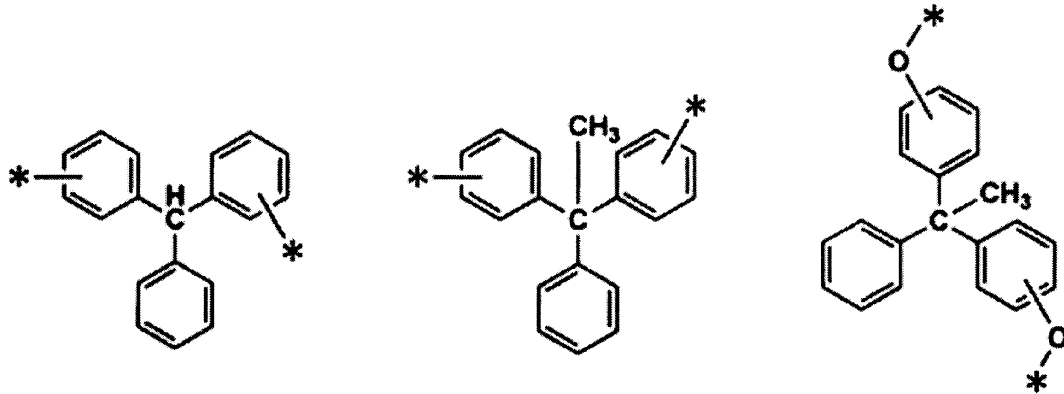
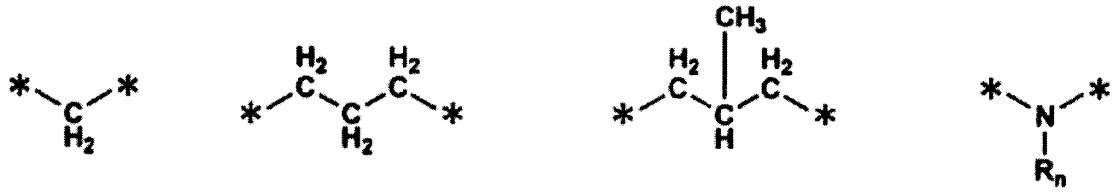


20

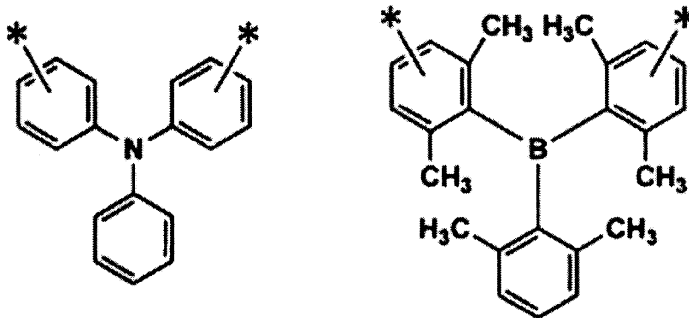


30

【化 1 1】



10



20



30

【請求項 1 8】

前記一般式(1)において、6座配位型オルトメタルイリジウム錯体の重水素置換純度が80%以上であることを特徴とする請求項1から請求項17のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 1 9】

前記一般式(1)において、6座配位型オルトメタルイリジウム錯体の重水素置換純度が90%以上であることを特徴とする請求項1から請求項17のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 2 0】

前記一般式(1)において、6座配位型オルトメタルイリジウム錯体の重水素置換純度が99%以上であることを特徴とする請求項1から請求項17のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

40

【請求項 2 1】

前記発光層の少なくとも1層に、前記6座配位型オルトメタルイリジウム錯体を含むことを特徴とする請求項1から請求項20のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 2 2】

前記発光層の少なくとも1層に、ホスト化合物を含むことを特徴とする請求項1から請求項21のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 2 3】

50

前記ホスト化合物の少なくとも一つの水素原子が重水素原子で置換されていることを特徴とする請求項 2 2 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 2 4】

前記ホスト化合物の全ての水素原子が重水素原子で置換されていることを特徴とする請求項 2 2 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 2 5】

白色発光することを特徴とする請求項 1 から請求項 2 4 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 2 6】

請求項 1 から請求項 2 5 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子を備えたことを特徴とする表示装置。

10

【請求項 2 7】

請求項 1 から請求項 2 5 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子を備えたことを特徴とする照明装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機エレクトロルミネッセンス素子、表示装置及び照明装置に関する。

【背景技術】

【0002】

20

有機エレクトロルミネッセンス素子（以下、有機 EL 素子ともいう）は、発光する化合物を含有する発光層を陰極と陽極で挟んだ構成を有している。そして、発光層に電子及び正孔を注入して、再結合させることにより励起子（エキシトン）を生成させ、このエキシトンが失活する際の光の放出（蛍光・リン光）を利用して発光する素子である。有機 EL 素子は数 V ~ 数十 V 程度の電圧で発光が可能であることから、次世代の平面ディスプレイや照明として注目されている。

【0003】

内部量子効率の上限が 100% となる励起三重項からのリン光発光を用いた有機 EL 素子がプリンストン大学より報告されて以来（例えば、非特許文献 1 参照）、室温でリン光を示す材料の研究が活発になってきている（例えば、非特許文献 2、特許文献 1 参照）。

30

また、室温でリン光を示す材料として、イリジウム錯体系等重金属錯体が検討されている（例えば、非特許文献 3 参照）。例えば、トリス（2 - フェニルピリジン）イリジウム錯体が広く知られている（例えば、非特許文献 2 参照）。また、ドーパントの耐久性や発光効率向上を目的として、トリス（2 - フェニルピリジン）骨格にシリル基を導入した配位子を有するイリジウム錯体が開示されている（例えば、特許文献 2 参照）。

【0004】

また、トリス（2 - フェニルピリジン）イリジウム錯体以外として、フェニルイミダゾール配位子やカルベン配位子を有するイリジウム錯体が開示されている（例えば、特許文献 3 及び 4 参照）。

一方、イリジウム錯体の配位子を結合させた錯体（特許文献 5 ~ 7 参照）や重水素置換の配位子を用いた錯体が開示されている（特許文献 8、非特許文献 4 参照）。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】米国特許第 6097147 号明細書

【特許文献 2】特開 2005 - 327526 号公報

【特許文献 3】国際公開第 2006 / 046980 号

【特許文献 4】国際公開第 2005 / 019373 号

【特許文献 5】国際公開第 2005 / 76380 号

【特許文献 6】国際公開第 2004 / 81017 号

50

【特許文献7】EP1603923B

【特許文献8】特開2008-270737号公報

【非特許文献】

【0006】

【非特許文献1】M. A. Baldo et al., Nature, 395巻、151~154頁(1998年)

【非特許文献2】M. A. Baldo et al., Nature, 403巻、17号、750~753頁(2000年)

【非特許文献3】C. Adachi et al., Appl. Phys. Lett., 79号、2082-2084頁(2001年)

10

【非特許文献4】川西祐司、宮沢哲、安部太一、Wako Organic Square, No.36, 2, (2011).

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、特許文献2や非特許文献2、3に記載のイリジウム錯体においては、これらのドーパントを用いた有機EL素子においても、発光寿命をはじめとして十分な素子性能が得られていない。

また、特許文献3、4に記載のイリジウム錯体においては、これらの材料はフェニルピリジン配位子で構成される錯体と比してHOMOが浅く、正孔注入障壁が大きくなる上に、短波長にする目的でバルキーな置換基などを導入すると分子として再配向エネルギーが増大する。そのため、電荷輸送能が低下し、結果として駆動電圧が上昇するといった問題があった。

20

さらに、特許文献5~8、非特許文献4に記載の錯体では材料自体の熱安定性が改良され、素子の寿命も改善されているが、実用化には改良の余地がある。

このように、従来の有機EL素子においては、発光効率、発光寿命、低駆動電圧等に関して、これらの性能を十分に満足させるには至っていない。

【0008】

本発明の課題は、高い発光効率を示し、発光寿命が長く、低駆動電圧である有機エレクトロルミネッセンス素子、該素子を備えた照明装置、及び表示装置を提供することである。

30

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明の上記目的は下記の構成により達成された。

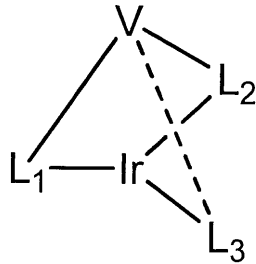
1. 陽極と陰極との間に、少なくとも1つの発光層を有する有機エレクトロルミネッセンス素子において、前記有機エレクトロルミネッセンス素子は、下記一般式(1)で表わされる6座配位型オルトメタルイリジウム錯体を含み、かつ、錯体分子中の少なくとも1つの水素原子が重水素で置換されていることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0010】

40

【化1】

一般式(1)



10

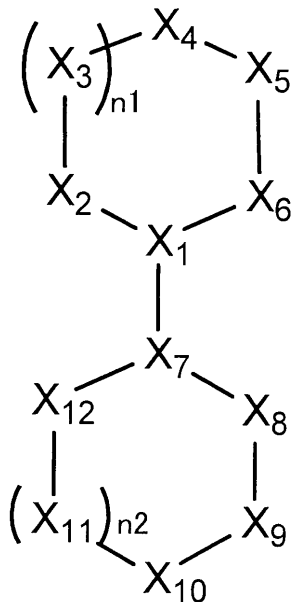
〔式中、Vは2価又は3価の連結基を表し、 L_1 、 L_2 と共有結合で連結している。Vと L_3 を結ぶ点線は共有結合、又は非結合を表わす。一般式(1)中の少なくとも一つの水素原子は、重水素で置換されているものとする。 $L_1 \sim L_3$ は、下記一般式(1-A)で表され、 X_6 とIrが配位結合し、 X_8 とIrが共有結合を形成している。〕

【0011】

【化2】

一般式(1-A)

20



30

〔式中、 $X_1 \sim X_6$ は含窒素5員又は含窒素6員の複素環を形成する元素群であり、炭素原子又は窒素原子から選ばれ、 X_5 と X_6 のうち少なくとも一つは窒素原子を表す。 X_3 、 X_{11} はそれぞれ炭素原子を表わし、 n_1 、 n_2 は0または1の整数を表わす。 $X_7 \sim X_{12}$ は5員環又は6員環を形成する元素群であり、炭素原子又は窒素原子から選ばれる。 $X_2 \sim X_5$ 、 $X_9 \sim X_{12}$ の少なくとも一つは重水素で置換されているものとする。〕

40

【0012】

2. 前記一般式(1)において、錯体分子中の水素原子が重水素置換されている部位が L_1 、 L_2 、または L_3 であることを特徴とする前記1に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0013】

3. 前記一般式(1)において、錯体分子中の水素原子が重水素置換されている部位がVであることを特徴とする前記1または前記2に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

50

【 0 0 1 4 】

4．前記一般式(1)において、錯体分子中の水素原子が全て重水素置換されていることを特徴とする前記1に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【 0 0 1 5 】

5．前記一般式(1)の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式(1-A)の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が芳香族複素6員環であり、前記芳香族複素6員環がピリジン環であることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【 0 0 1 6 】

6．前記一般式(1)の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式(1-A)の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が複素5員環であり、前記複素5員環がイミダゾール環であることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

10

【 0 0 1 7 】

7．前記一般式(1)の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式(1-A)の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が複素5員環であり、前記複素5員環がピラゾール環であることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【 0 0 1 8 】

8．前記一般式(1)の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式(1-A)の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が複素5員環であり、前記複素5員環がトリアゾール環であることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

20

【 0 0 1 9 】

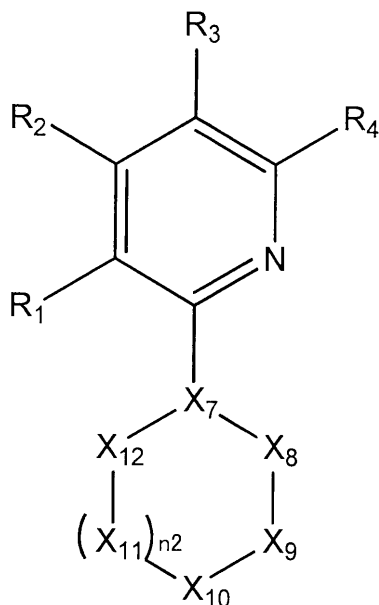
9．前記一般式(1-A)が下記一般式(1-B)で表されることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【 0 0 2 0 】

【化3】

一般式(1-B)

30



40

〔式中、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群、 n_2 は、前記一般式(1-A)と同義である。 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

【 0 0 2 1 】

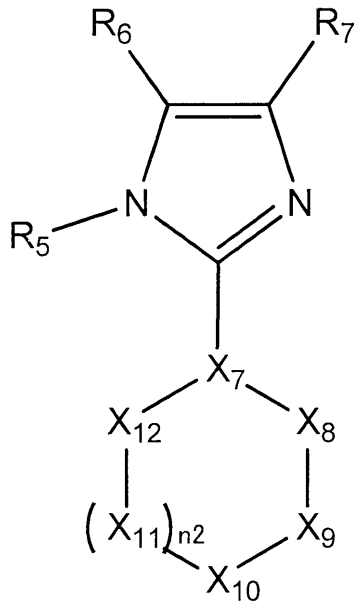
50

10. 前記一般式(1-A)が下記一般式(1-C)で表されることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0022】

【化4】

一般式(1-C)



10

20

〔式中、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群、 n_2 は、前記一般式(1-A)と同義である。 R_5 、 R_6 、 R_7 は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

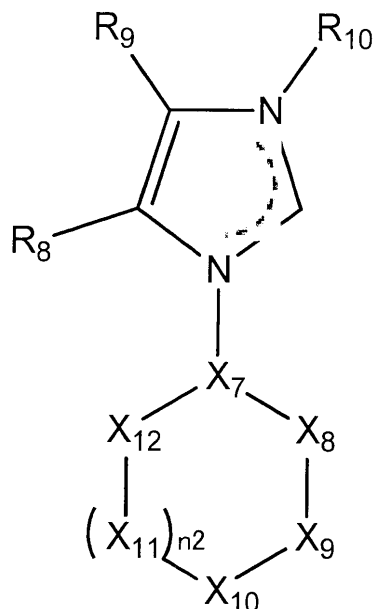
【0023】

11. 前記一般式(1-A)が下記一般式(1-D)で表されることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0024】

【化5】

一般式(1-D)



40

〔式中、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群、 n_2 は、前記一般式(1-A)と同義である。 R

50

8、 R_9 、 R_{10} は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。]

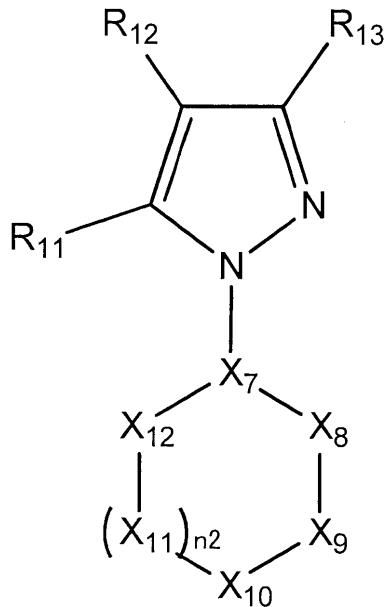
【0025】

12. 前記一般式(1-A)が下記一般式(1-E)で表されることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0026】

【化6】

一般式(1-E)



10

20

〔式中、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群、 n_2 は、前記一般式(1-A)と同義である。 R_{11} 、 R_{12} 、 R_{13} は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

【0027】

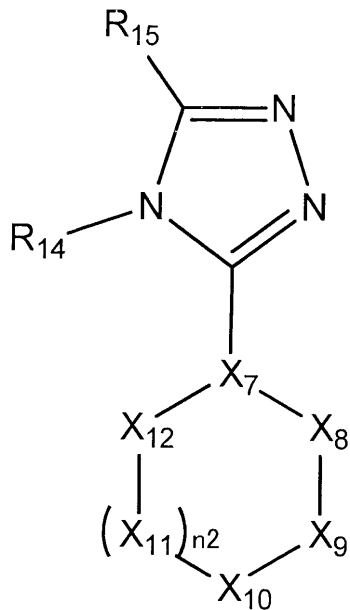
13. 前記一般式(1-A)が下記一般式(1-F)で表されることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

30

【0028】

【化7】

一般式 (1-F)



10

20

〔式中、X₇ ~ X₁₂ で表される元素群、n₂は、前記一般式 (1-A) と同義である。R₁₄、R₁₅ は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

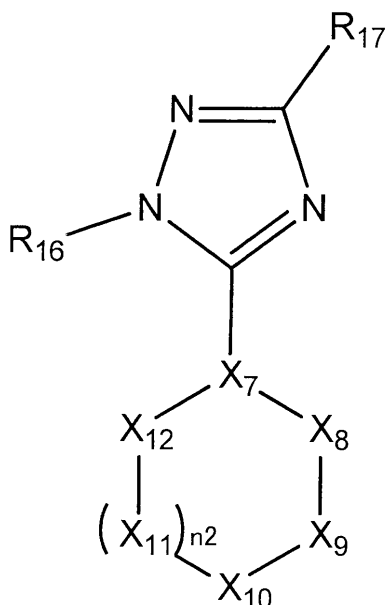
【0029】

14. 前記一般式 (1-A) が下記一般式 (1-G) で表されることを特徴とする前記1から前記4のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0030】

【化8】

一般式 (1-G)



30

40

〔式中、X₇ ~ X₁₂ で表される元素群、n₂は、前記一般式 (1-A) と同義である。R₁₆、R₁₇ は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表す。〕

【0031】

15. 前記 X₇ ~ X₁₂ で表される元素群が、ベンゼン環であることを特徴とする前記1

50

から 1 4 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

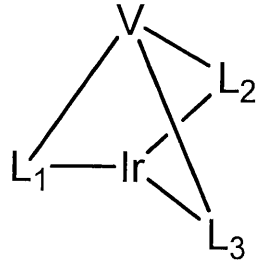
【 0 0 3 2 】

1 6 . 前記一般式 (1) が、下記一般式 (2) で表わされる 6 座配位型オルトメタルイリジウム錯体であることを特徴とする前記 1 から前記 1 5 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【 0 0 3 3 】

【 化 9 】

一般式(2)



〔式中、Vは3価の連結基を表し、 $L_1 \sim L_3$ と共有結合で連結している。 $L_1 \sim L_3$ は、各々前記1における一般式(1-A)で表され、 X_6 とIrが配位結合し、 X_8 とIrが共有結合を形成している。〕

10

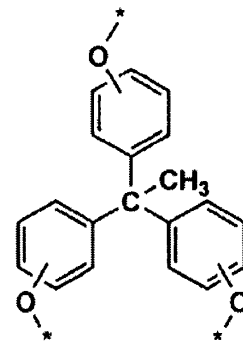
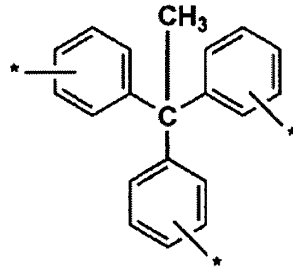
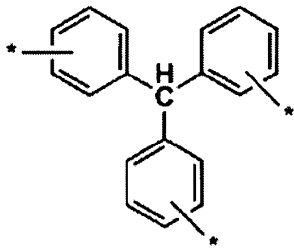
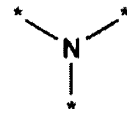
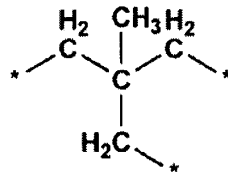
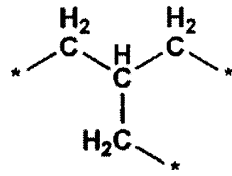
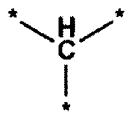
20

【 0 0 3 4 】

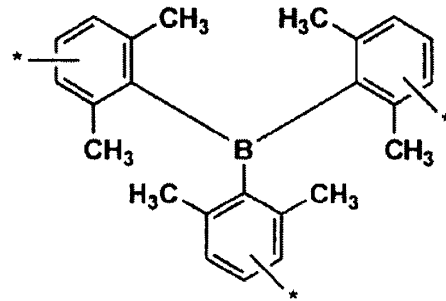
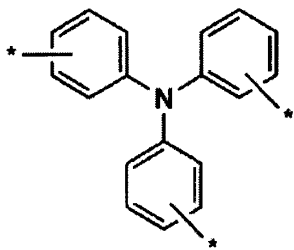
1 7 . 前記Vが、下記に示す構造の化合物のいずれか1つであることを特徴とする前記 1 から前記 1 6 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

〔下記に示す構造の化合物において、*は $L_1 \sim L_3$ との結合部分を表し、nは1~2を表す。〕

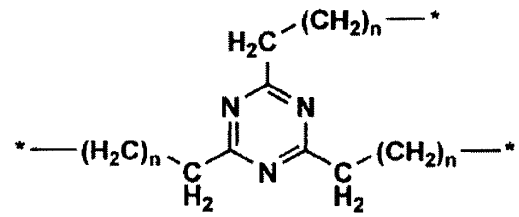
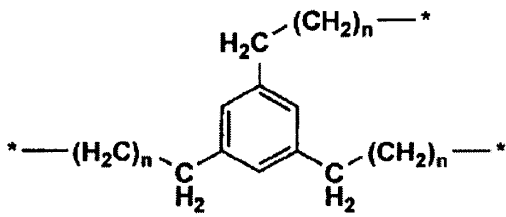
【化 1】



10

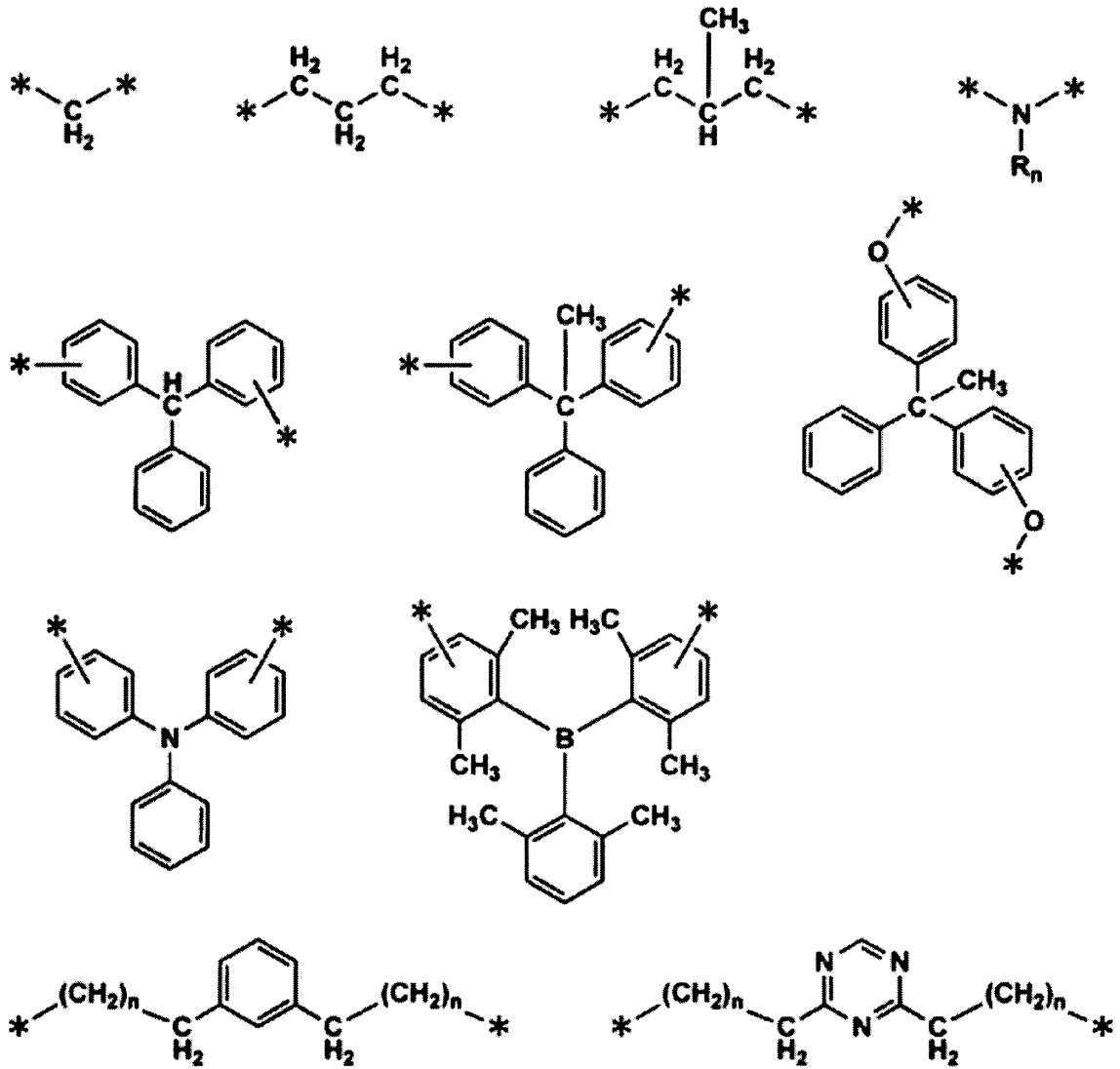


20



30

【化 2】



10

20

30

18. 前記一般式(1)において、6座配位型オルトメタルイリジウム錯体の重水素置換純度が80%以上であることを特徴とする前記1から前記17のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0035】

19. 前記一般式(1)において、6座配位型オルトメタルイリジウム錯体の重水素置換純度が90%以上であることを特徴とする前記1から前記17のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0036】

20. 前記一般式(1)において、6座配位型オルトメタルイリジウム錯体の重水素置換純度が99%以上であることを特徴とする前記1から前記17のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

40

【0037】

21. 前記発光層の少なくとも1層に、前記6座配位型オルトメタルイリジウム錯体を含有することを特徴とする前記1から前記20のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0038】

22. 前記発光層の少なくとも1層に、ホスト化合物を含有することを特徴とする前記1から前記21のいずれか1項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【0039】

23. 前記ホスト化合物の少なくとも一つの水素原子が重水素原子で置換されていること

50

を特徴とする前記 2 2 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【 0 0 4 0 】

2 4 . 前記ホスト化合物の全ての水素原子が重水素原子で置換されていることを特徴とする前記 2 2 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【 0 0 4 1 】

2 5 . 白色発光することを特徴とする前記 1 から前記 2 4 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【 0 0 4 2 】

2 6 . 前記 1 から前記 2 5 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子を備えたことを特徴とする表示装置。

【 0 0 4 3 】

2 7 . 前記 1 から前記 2 5 のいずれか 1 項に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子を備えたことを特徴とする照明装置。

【 発明の効果 】

【 0 0 4 4 】

本発明によれば、高い発光効率を示し、発光寿命が長く、低駆動電圧である有機エレクトロルミネッセンス素子、該素子を備えた照明装置、及び表示装置を提供することができる。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 4 5 】

【 図 1 】 有機 E L 素子から構成される表示装置の一例を示す模式図である。

【 図 2 】 図 1 における表示装置の表示部を示す模式図である。

【 図 3 】 画素の模式図である。

【 図 4 】 バッシュマトリクス方式フルカラー表示装置の模式図である。

【 図 5 】 照明装置の概略図である。

【 図 6 】 照明装置の模式図である。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 4 6 】

以下、本発明を実施するための形態について詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

有機 E L 素子 (有機エレクトロルミネッセンス素子)

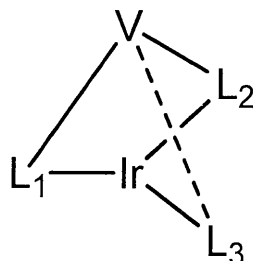
以下、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子の各構成要素の詳細について、順次説明する。

本発明の有機 E L 素子は、陽極と陰極との間に、少なくとも 1 つの発光層を有する有機エレクトロルミネッセンス素子である。そして、この有機エレクトロルミネッセンス素子は、下記一般式 (1) で表わされる 6 座配位型オルトメタルイリジウム錯体を含有し、かつ、錯体分子中の少なくとも一つの水素原子が重水素で置換されているものである。

【 0 0 4 7 】

【 化 1 0 】

一般式 (1)



10

20

30

40

50

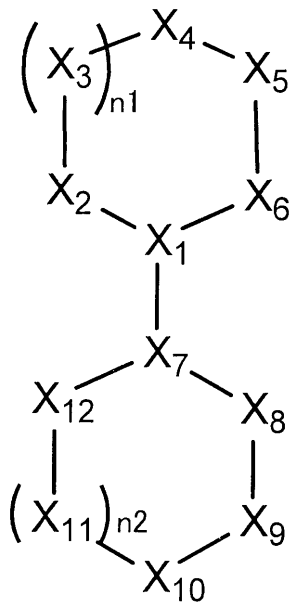
【 0 0 4 8 】

〔式中、Vは2価又は3価の連結基を表し、 L_1 、 L_2 と共有結合で連結している。Vと L_3 を結ぶ点線は共有結合、又は非結合を表わす。一般式(1)中の少なくとも一つの水素原子は、重水素で置換されているものとする。 $L_1 \sim L_3$ は、下記一般式(1-A)で表され、 X_6 とIrが配位結合し、 X_8 とIrが共有結合を形成している。〕

【 0 0 4 9 】

【化11】

一般式 (1 - A)



10

20

【 0 0 5 0 】

〔式中、 $X_1 \sim X_6$ は含窒素5員又は含窒素6員の複素環を形成する元素群であり、炭素原子又は窒素原子から選ばれ、 X_5 と X_6 のうち少なくとも一つは窒素原子を表す。 X_3 、 X_{11} はそれぞれ炭素原子を表わし、 n_1 、 n_2 は0または1の整数を表わす。 $X_7 \sim X_{12}$ は5員環又は6員環を形成する元素群であり、炭素原子又は窒素原子から選ばれる。 $X_2 \sim X_5$ 、 $X_9 \sim X_{12}$ の少なくとも一つは重水素で置換されているものとする。〕

30

【 0 0 5 1 】

まず、当該有機EL素子を発明するに至った経緯及びその特徴について説明した後、本発明の有機EL素子について詳述する。

【 0 0 5 2 】

配位子の構成要素として5員環を有するオルトメタルイリジウム錯体は、6員環のみで構成されるフェニルピリジン系のオルトメタルイリジウム錯体よりも短波長の発光が得られるので興味深い。しかし、未だ実用にたえるような、素子寿命や高発光効率が得られていない。本発明者らは、これらの5員環を有する配位子のオルトメタルイリジウム錯体は、フェニルピリジン系のオルトメタルイリジウム錯体に比較してHOMOが浅く、ホールの注入が悪く駆動電圧が上昇していることに着目した。また従来公知のオルトメタルイリジウム錯体は、有機EL素子の構成層中で金属錯体同士の凝集が起こりやすく、実用にたえるような、素子寿命や高発光効率が得られていないのではないかと推定した。そして、問題点について鋭意検討した。

40

【 0 0 5 3 】

その結果、配位子の構成要素として5員環を有するオルトメタルイリジウム錯体において、前記一般式(1)、または後記する一般式(2)で表される化合物を用いることにより、素子寿命が改善され、且つ、駆動電圧の低下がはかれることを見出した。一般式(1)は、配位子 L_1 、 L_2 がVで連結されており、一般式(2)は、配位子 L_1 、 L_2 、L

50

₃ が V で連結された 6 座配位型のオルトメタルイリジウム錯体であることが特徴であり、かつ、錯体分子中の少なくとも一つの水素原子が重水素で置換されていることである。

【 0 0 5 4 】

配位子の構成要素に V を導入することで、有機 E L 素子の構成層中における金属錯体同士の凝集を抑え、金属錯体の励起子三重項間で生じる T - T 消滅を抑制することができたことに加えて、水素原子が重水素に置換され C - D 結合が増えることで、発光過程における炭素原子との結合解離が抑制された結果、素子の寿命の向上が得られたと推定した。

また、それら置換基の導入により再配向エネルギーが上昇するように思われるが、各々の三つの配位子を結合させることで素子の駆動電圧が低下し、輝度及び寿命が向上することが分かった。

【 0 0 5 5 】

《オルトメタルイリジウム錯体》

本発明に用いられるオルトメタルイリジウム錯体について説明する。

オルトメタルイリジウム錯体は、本発明の有機 E L 素子の構成層のいずれかの層に用いることができるが、本発明の効果（素子の発光効率（詳しくは、外部取り出し量子効率、単に効率ともいう）の向上、半減寿命の増大、駆動電圧の低下）を十分に得る観点からは、素子の発光層、更に、該発光層中において発光ドーパント（単にドーパントともいう）として用いることが好ましい。

なお、本発明の有機 E L 素子の構成層については、後に詳細に説明する。

【 0 0 5 6 】

オルトメタルイリジウム錯体は、具体的には、前記一般式（ 1 ）で表わされる。

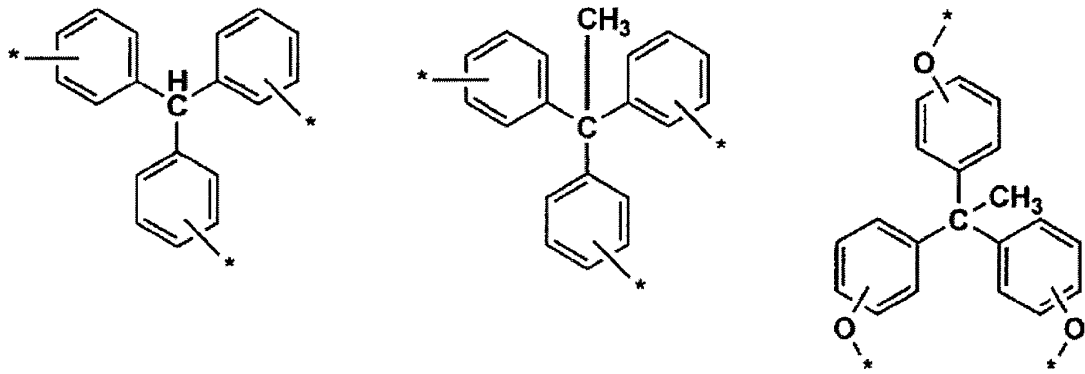
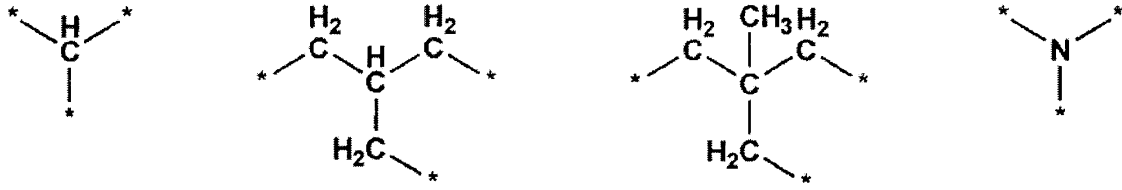
ここで、一般式（ 1 ）において、V は 2 価又は 3 価の連結基を表し、L₁ ~ L₃ の各々と共有結合して I r の多座配位子を表すが、好ましくは、以下の構造のものを表す（* は L₁ ~ L₃ との結合部分を表し、n は 1 ~ 2 を表す。 ）。

【 0 0 5 7 】

10

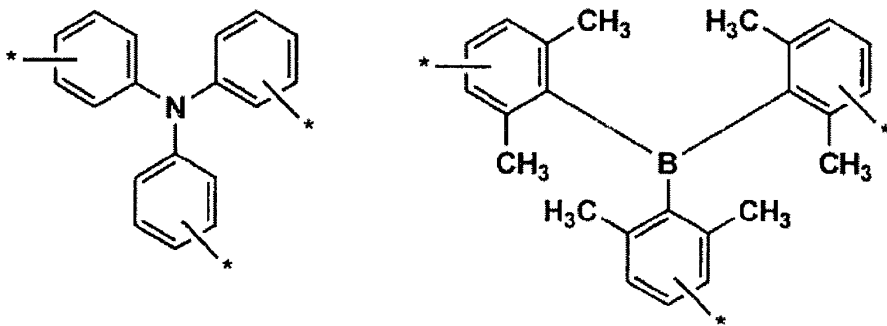
20

【化 1 2】

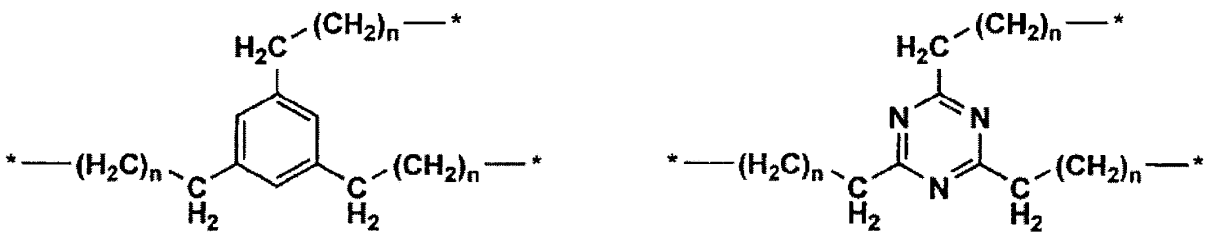


10

20



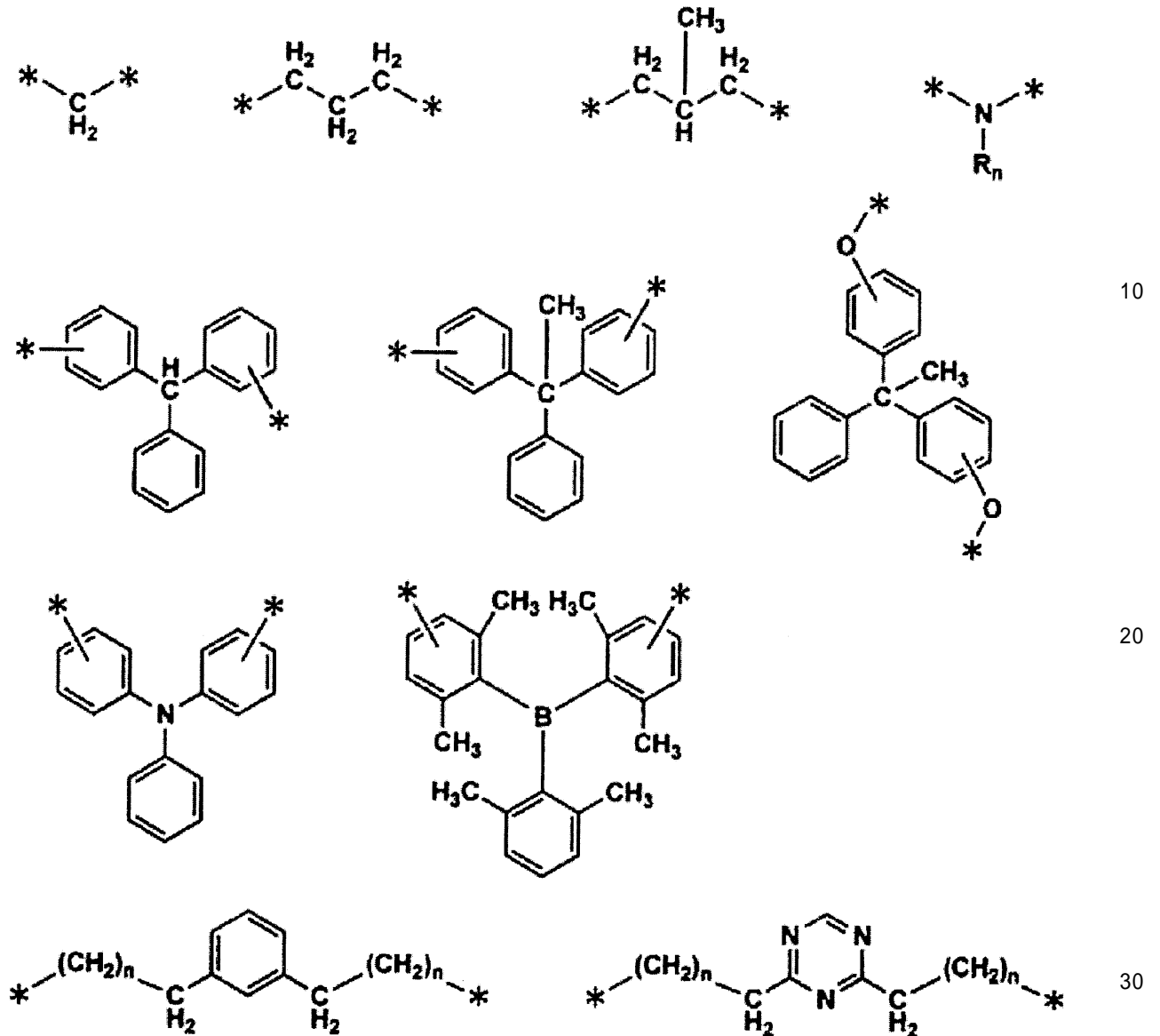
30



【 0 0 5 8 】

40

【化13】



【0059】

$L_1 \sim L_3$ は、各々前記一般式(1-A)で表され、 X_6 とIrが配位結合を形成し、 X_8 とIrが共有結合を形成している。

前記一般式(1-A)において、 $X_1 \sim X_6$ は含窒素5員又は含窒素6員の複素環を形成する元素群であり、炭素原子又は窒素原子から選ばれ、 X_5 と X_6 のうち少なくとも一つは窒素原子を表す。但し、 $X_1 \sim X_6$ が含窒素5員の複素環を形成する場合は X_3 は単なる結合手を表す。

ここで、前記一般式(1)の $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式(1-A)の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が芳香族複素6員環の場合、ピリジン環であることが好ましい。また、 $L_1 \sim L_3$ のうち少なくとも一つにおいて、前記一般式(1-A)の $X_1 \sim X_6$ により形成された環が複素5員環の場合、イミダゾール環、ピラゾール環、あるいはトリアゾール環(重水素化されたものを含む)であることが好ましい。

【0060】

より具体的には、 X_5 と X_6 のうち少なくとも一つは窒素原子を表し、好ましくはイソキノリン、ピリジン、イミダゾール、ピラゾール、トリアゾール環(重水素化されたものを含む)を表す。より好ましくは、ピリジン環、イミダゾール環を表す。但し、 $X_1 \sim X_6$ が含窒素5員の複素環を形成する場合は X_3 は単なる結合手を表す。

【0061】

10

20

30

40

50

$X_7 \sim X_{12}$ は5員環又は6員環を形成する元素群であり、炭素原子、又は窒素原子から選ばれ、5員環又は6員環を形成する原子群である。5員環としては、好ましくはチオフェン環、イミダゾール環、ピラゾール環、トリアゾール環（重水素化されたものを含む）が挙げられ、6員環としてはベンゼン環、ピリジン環が挙げられ、好ましくはベンゼン環を表す。但し、 $X_7 \sim X_{12}$ が芳香族5員環を形成する場合は X_{11} は単なる結合手を表す。

また、 $X_2 \sim X_5$ 、 $X_9 \sim X_{12}$ の少なくとも一つは重水素で置換される。

【0062】

本発明においては、前記一般式(1)において、錯体分子中の水素原子が重水素置換されている部位として、 L_1 、 L_2 、または L_3 が挙げられる。あるいは、重水素置換されている部位として、 V が挙げられる。また、錯体分子中の水素原子が全て重水素置換されていてもよい。

10

本発明の効果は、水素原子の2倍の質量を有する重水素原子が置換されることで、分子内のC-H伸縮がC-D伸縮に変換され、その解離を抑えることができた結果、素子寿命の向上効果が得られたと推定している。

【0063】

これら $X_1 \sim X_6$ で表される含窒素5員又は含窒素6員の複素環、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される5員環又は6員環は更に置換基を有していてもよく、それらの置換基が結合して縮合環を形成しても良い。

置換基としては、アルキル基（例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、tert-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基等）、シクロアルキル基（例えば、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等）、アルケニル基（例えば、ビニル基、アリル基等）、アルキニル基（例えば、エチニル基、プロパルギル基等）、芳香族炭化水素基（芳香族炭化水素環基、芳香族炭素環基、アリール基等ともいい、例えば、フェニル基、p-クロロフェニル基、メシチル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基、アントリル基、アズレニル基、アセナフテニル基、フルオレニル基、フェナントリル基、インデニル基、ピレニル基、ピフェニル基等）、芳香族複素環基（例えば、ピリジル基、ピリミジニル基、フリル基、ピロリル基、イミダゾリル基、ベンゾイミダゾリル基、ピラゾリル基、ピラジニル基、トリアゾリル基（例えば、1,2,4-トリアゾール-1-イル基、1,2,3-トリアゾール-1-イル基等）、オキサゾリル基、ベンゾオキサゾリル基、チアゾリル基、イソオキサゾリル基、イソチアゾリル基、フラザニル基、チエニル基、キノリル基、ベンゾフリル基、ジベンゾフリル基、ベンゾチエニル基、ジベンゾチエニル基、インドリル基、カルバゾリル基、カルボリニル基、ジアザカルバゾリル基（前記カルボリニル基のカルボリン環を構成する炭素原子の一つが窒素原子で置き換わったものを示す）、キノキサリニル基、ピリダジニル基、トリアジニル基、キナゾリニル基、フタラジニル基等）、複素環基（例えば、ピロリジル基、イミダゾリジル基、モルホリル基、オキサゾリジル基等）、アルコキシ基（例えば、メトキシ基、エトキシ基、プロピルオキシ基、ペンチルオキシ基、ヘキシルオキシ基、オクチルオキシ基、ドデシルオキシ基等）、シクロアルコキシ基（例えば、シクロペンチルオキシ基、シクロヘキシルオキシ基等）、アリールオキシ基（例えば、フェノキシ基、ナフチルオキシ基等）、アルキルチオ基（例えば、メチルチオ基、エチルチオ基、プロピルチオ基、ペンチルチオ基、ヘキシルチオ基、オクチルチオ基、ドデシルチオ基等）、シクロアルキルチオ基（例えば、シクロペンチルチオ基、シクロヘキシルチオ基等）、アリールチオ基（例えば、フェニルチオ基、ナフチルチオ基等）、アルコキシカルボニル基（例えば、メチルオキシカルボニル基、エチルオキシカルボニル基、ブチルオキシカルボニル基、オクチルオキシカルボニル基、ドデシルオキシカルボニル基等）、アリールオキシカルボニル基（例えば、フェニルオキシカルボニル基、ナフチルオキシカルボニル基等）、スルファモイル基（例えば、アミノスルホニル基、メチルアミノスルホニル基、ジメチルアミノスルホニル基、ブチルアミノスルホニル基、ヘキシルアミノスルホニル基、シクロヘキシルアミノスルホニル基、オクチルアミノスルホニル基、ドデ

20

30

40

50

シルアミノスルホニル基、フェニルアミノスルホニル基、ナフチルアミノスルホニル基、2 - ピリジルアミノスルホニル基等)、アシル基(例えば、アセチル基、エチルカルボニル基、プロピルカルボニル基、ペンチルカルボニル基、シクロヘキシルカルボニル基、オクチルカルボニル基、2 - エチルヘキシルカルボニル基、ドデシルカルボニル基、フェニルカルボニル基、ナフチルカルボニル基、ピリジルカルボニル基等)、アシルオキシ基(例えば、アセチルオキシ基、エチルカルボニルオキシ基、ブチルカルボニルオキシ基、オクチルカルボニルオキシ基、ドデシルカルボニルオキシ基、フェニルカルボニルオキシ基等)、アミド基(例えば、メチルカルボニルアミノ基、エチルカルボニルアミノ基、ジメチルカルボニルアミノ基、プロピルカルボニルアミノ基、ペンチルカルボニルアミノ基、シクロヘキシルカルボニルアミノ基、2 - エチルヘキシルカルボニルアミノ基、オクチルカルボニルアミノ基、ドデシルカルボニルアミノ基、フェニルカルボニルアミノ基、ナフチルカルボニルアミノ基等)、カルバモイル基(例えば、アミノカルボニル基、メチルアミノカルボニル基、ジメチルアミノカルボニル基、プロピルアミノカルボニル基、ペンチルアミノカルボニル基、シクロヘキシルアミノカルボニル基、オクチルアミノカルボニル基、2 - エチルヘキシルアミノカルボニル基、ドデシルアミノカルボニル基、フェニルアミノカルボニル基、ナフチルアミノカルボニル基、2 - ピリジルアミノカルボニル基等)、ウレイド基(例えば、メチルウレイド基、エチルウレイド基、ペンチルウレイド基、シクロヘキシルウレイド基、オクチルウレイド基、ドデシルウレイド基、フェニルウレイド基、ナフチルウレイド基、2 - ピリジルアミノウレイド基等)、スルフィニル基(例えば、メチルスルフィニル基、エチルスルフィニル基、ブチルスルフィニル基、シクロヘキシルスルフィニル基、2 - エチルヘキシルスルフィニル基、ドデシルスルフィニル基、フェニルスルフィニル基、ナフチルスルフィニル基、2 - ピリジルスルフィニル基等)、アルキルスルホニル基(例えば、メチルスルホニル基、エチルスルホニル基、ブチルスルホニル基、シクロヘキシルスルホニル基、2 - エチルヘキシルスルホニル基、ドデシルスルホニル基等)、アリールスルホニル基またはヘテロアリールスルホニル基(例えば、フェニルスルホニル基、ナフチルスルホニル基、2 - ピリジルスルホニル基等)、アミノ基(例えば、アミノ基、エチルアミノ基、ジメチルアミノ基、ジフェニルアミノ基、ブチルアミノ基、シクロペンチルアミノ基、2 - エチルヘキシルアミノ基、ドデシルアミノ基、アニリノ基、ナフチルアミノ基、2 - ピリジルアミノ基等)、ハロゲン原子(例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子等)、フッ化炭化水素基(例えば、フルオロメチル基、トリフルオロメチル基、ペンタフルオロエチル基、ペンタフルオロフェニル基等)、シアノ基、ニトロ基、ヒドロキシ基、メルカプト基、シリル基(例えば、トリメチルシリル基、トリイソプロピルシリル基、トリフェニルシリル基、トリピリジルシリル基、フェニルジエチルシリル基等)、ホスホノ基等が挙げられる。好ましくは、アルキル基、芳香族炭化水素基、芳香族複素環基、アルコキシ基が挙げられる。また、これらの置換基は上記の置換基によって更に置換されていてよい。また、これらの置換基は複数が互いに結合して環を形成していてもよい。これらの置換基は重水素化されたものを含む。

【0064】

前記一般式(1 - A)は、好ましくは以下の一般式(1 - B)、(1 - C)、(1 - D)、(1 - E)、(1 - F)、(1 - G)で表される。

【0065】

10

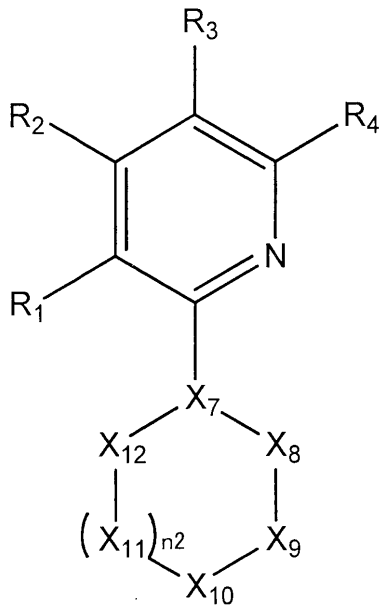
20

30

40

【化14】

一般式(1-B)



10

20

【0066】

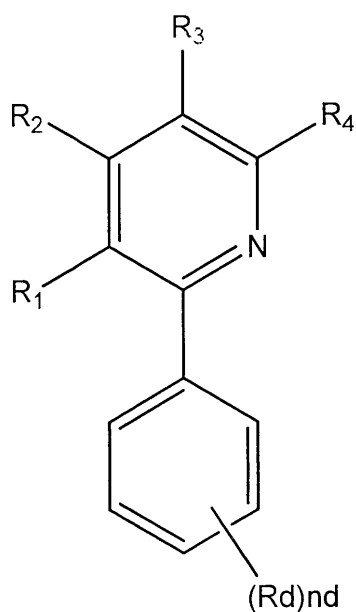
一般式(1-B)において、X₇~X₁₂で表される元素群及びn₂は、上述した一般式(1-A)のそれと同義である。R₁~R₄は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表し、置換基としては、前記一般式(1-A)のX₇~X₁₂で表される元素群が有しているもよい置換基と同様のものが挙げられる。

前記一般式(1-B)は好ましくは下記一般式(1-BA)で表される。

【0067】

【化15】

一般式(1-BA)



30

40

【0068】

一般式(1-BA)において、R₁~R₄は一般式(1-B)のそれと同義である。R_dは水素原子、重水素原子又は置換基を表し、置換基としては、前記一般式(1-A)の

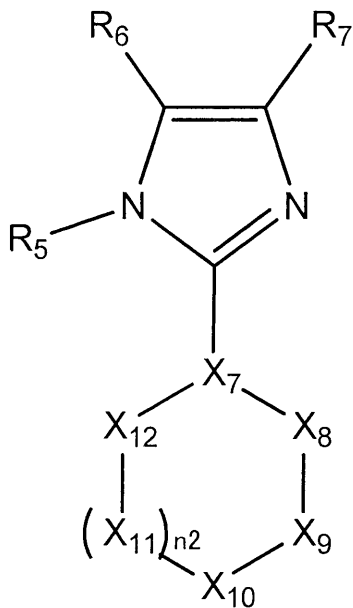
50

$X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群が有していてもよい置換基と同様のものが挙げられる。n
d は 0 ~ 4 の整数を表す。

【 0 0 6 9 】

【 化 1 6 】

一般式 (1 - C)



10

20

【 0 0 7 0 】

一般式 (1 - C) において、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群は、上述した一般式 (1 - A) のそれと同義である。R₅ ~ R₇ は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表し、置換基としては、前記一般式 (1 - A) の $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群が有していてもよい置換基と同様のものが挙げられる。

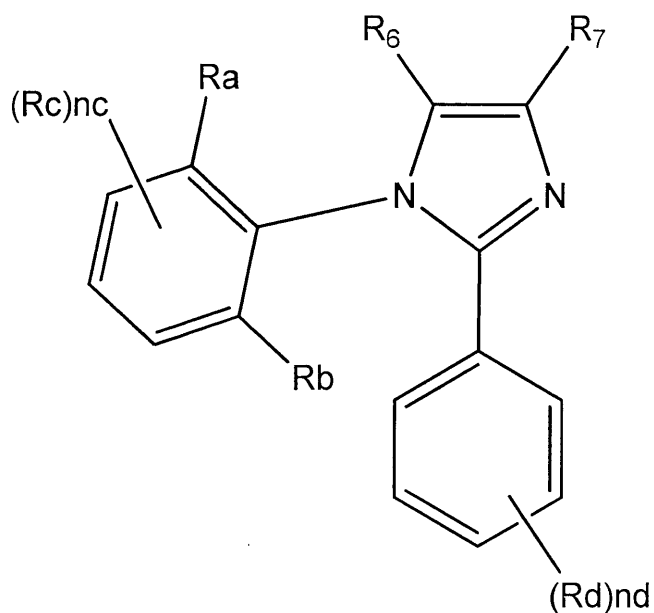
前記一般式 (1 - C) は好ましくは下記一般式 (1 - C A) で表される。

【 0 0 7 1 】

30

【化17】

一般式 (1-C A)



10

20

【0072】

一般式 (1 - C A) において、R a、R b及び R cは各々置換基を表し、前記一般式 (1 - A) の X₇ ~ X₁₂ で表される元素群が有していてもよい置換基と同様のものが挙げられる。R a、R bは好ましくはアルキル基 (メチル基、エチル基、イソプロピル基等)、又はシクロアルキル基 (シクロヘキシル基等)、アリール基 (フェニル基等) が挙げられる。これらの置換基は重水素化されたものを含む。R d、n dは前記一般式 (1 - B A) のそれと同義である。n cは 0 ~ 3 の整数を表す。

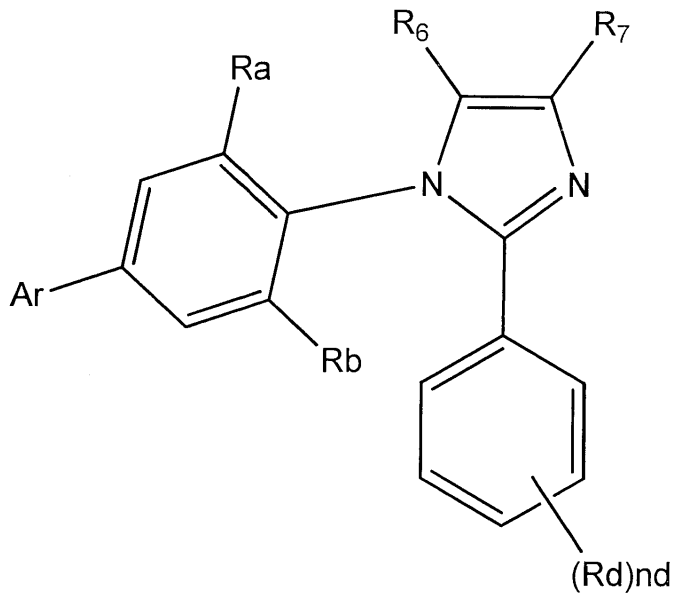
前記一般式 (1 - C A) は好ましくは下記一般式 (1 - C B) で表される。

【0073】

30

【化 1 8】

一般式 (1 - C B)



10

20

【 0 0 7 4】

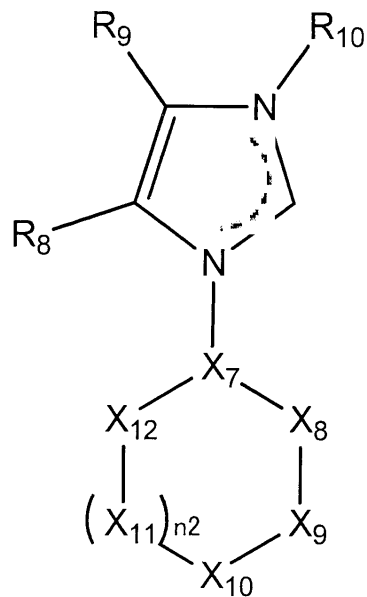
一般式 (1 - C B) において、Ra、及びRbは前記一般式 (1 - C A) のそれと同義である。Rd、ndは前記一般式 (1 - B A) のそれと同義である。Arは置換又は無置換のアリール基を表し、アリール基としては、フェニル基、メシチル基、キシリル基、ナフチル基、ビフェニル基、ターフェニル基が挙げられ、フェニル基が好ましい。フェニル基に置換する置換基としては、アルキル基 (メチル基、エチル基、トリフルオロメチル基、イソプロピル基等)、アルコキシ基 (メトキシ基、エトキシ基等)、ハロゲン原子 (フッ素原子等)、シアノ基、ニトロ基、ジアルキルアミノ基 (ジメチルアミノ基等)、トリアルキルシリル基 (トリメチルシリル等)、トリアリールシリル基 (トリフェニルシリル基等)、トリヘテロアリールシリル基 (トリピリジルシリル基等)、ベンジル基、アリール基 (フェニル基等)、ヘテロアリール基 (ピリジル基、カルバゾリル基等) が挙げられ、アルキル基、アリール基が好ましい。これらの置換基は重水素化されたものを含む。

30

【 0 0 7 5】

【化19】

一般式(1-D)



10

20

【0076】

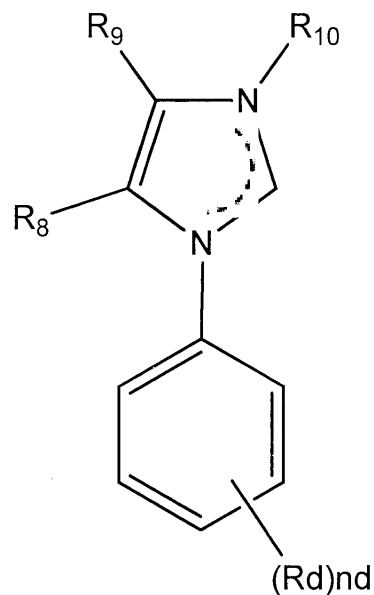
一般式(1-D)において、X₇~X₁₂で表される元素群は、上述した一般式(1-A)のそれと同義である。R₈~R₁₀は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表し、置換基としては、前記一般式(1-A)のX₇~X₁₂で表される元素群が有していてもよい置換基と同様のものが挙げられる。

前記一般式(1-D)は好ましくは下記一般式(1-DA)で表される。

【0077】

【化20】

一般式(1-DA)



30

40

【0078】

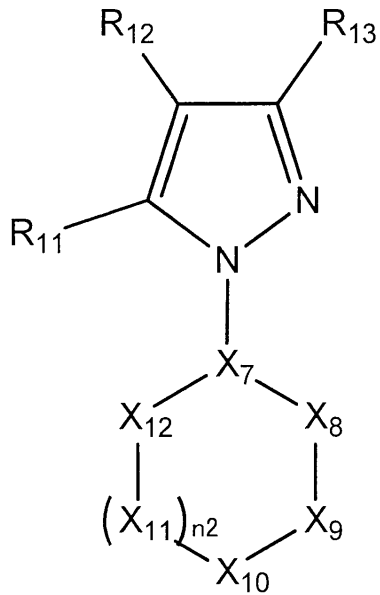
一般式(1-DA)において、R₈~R₁₀は一般式(1-D)のそれと同義である。R_d、n_dは一般式(1-BA)のそれと同義である。

50

【 0 0 7 9 】

【 化 2 1 】

一般式 (1 - E)



10

20

【 0 0 8 0 】

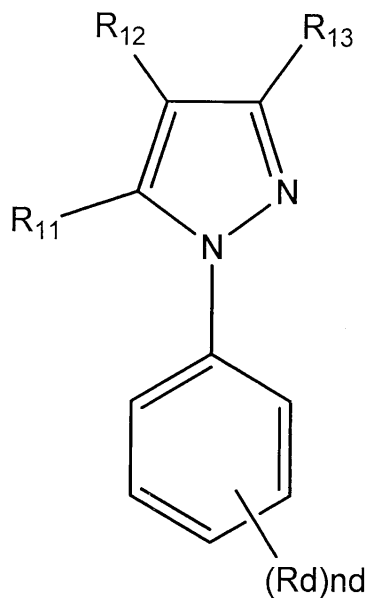
一般式 (1 - E) において、X₇ ~ X₁₂ で表される元素群は、上述した一般式 (1 - A) のそれと同義である。R₁₁ ~ R₁₃ は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表し、置換基としては、前記一般式 (1 - A) の X₇ ~ X₁₂ で表される元素群が有しているもよい置換基と同様のものが挙げられる。

前記一般式 (1 - E) は好ましくは下記一般式 (1 - E A) で表される。

【 0 0 8 1 】

【 化 2 2 】

一般式 (1 - E A)



30

40

【 0 0 8 2 】

一般式 (1 - E A) において、R₁₁ ~ R₁₃ は一般式 (1 - E) のそれと同義である

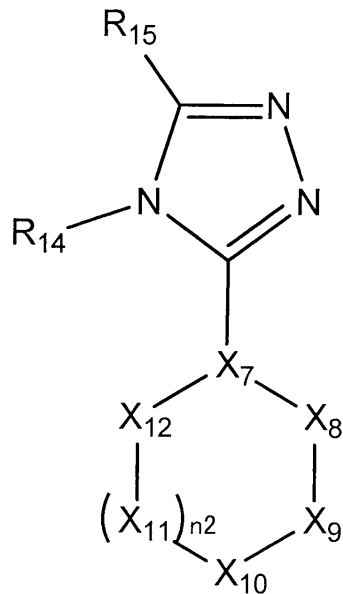
50

。 R d、 n dは一般式 (1 - B A) のそれと同義である。

【 0 0 8 3 】

【 化 2 3 】

一般式 (1 - F)



10

20

【 0 0 8 4 】

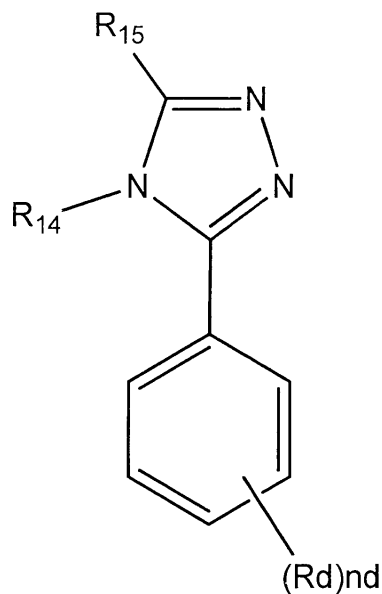
一般式 (1 - F) において、 X 7 ~ X 1 2 で表される元素群は、上述した一般式 (1 - A) のそれと同義である。 R 1 4、 R 1 5 は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表し、置換基としては、前記一般式 (1 - A) の X 7 ~ X 1 2 で表される原子群が有していてもよい置換基と同様のものが挙げられる。

前記一般式 (1 - F) は好ましくは下記一般式 (1 - F A) で表される。

【 0 0 8 5 】

【 化 2 4 】

一般式 (1 - F A)



40

【 0 0 8 6 】

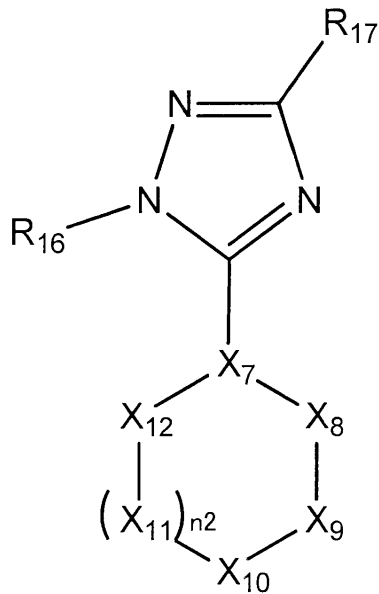
50

一般式(1-F A)において、 R_{14} 、 R_{15} は一般式(1-F)のそれと同義である。
 R_d 、 nd は一般式(1-B A)と同義である。

【0087】

【化25】

一般式(1-G)



10

20

【0088】

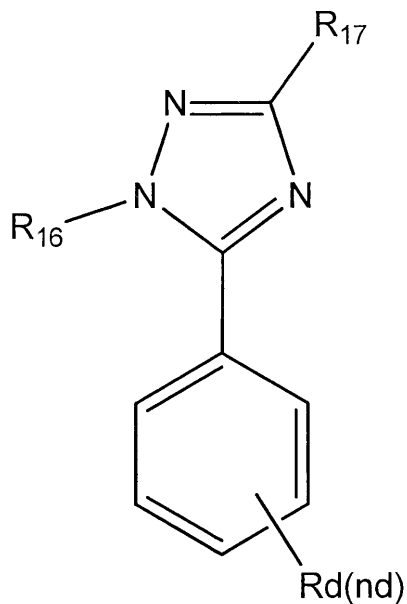
一般式(1-G)において、 $X_7 \sim X_{12}$ で表される元素群は、上述した一般式(1-A)のそれと同義である。 R_{16} 、 R_{17} は各々水素原子、重水素原子又は置換基を表し、置換基としては、前記一般式(1-A)の $X_7 \sim X_{12}$ で表される原子群が有しているもよい置換基と同様のものが挙げられる。

前記一般式(1-G)は好ましくは下記一般式(1-G A)で表される。

【0089】

【化26】

一般式(1-G A)



40

50

【0090】

一般式(1-GA)において、 R_{16} 、 R_{17} は一般式(1-G)のそれと同義である。
 R_d 、 nd は一般式(1-BA)と同義である。

【0091】

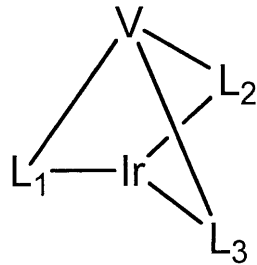
一般式(1)として好ましくは、一般式(2)である。

【0092】

【化27】

一般式(2)

10



【0093】

一般式(2)において、Vは3価の連結基を表し、 $L_1 \sim L_3$ の各々と共有結合してIrの多座配位子を表すが、一般式(1)における $L_1 \sim L_3$ と同義である。また、一般式(1-A)における X_6 とIrが配位結合し、 X_8 とIrが共有結合を形成している。

20

【0094】

以下、本発明の前記一般式のいずれかで表されるオルトメタルイリジウム錯体の具体例を以下に示すが本発明はこれらに限定されない。なお、表中の「番号」は化合物の番号を示し、 L_1 、 L_2 、 L_3 、Vは、それぞれ一般式(1)、(2)の L_1 、 L_2 、 L_3 、Vの化合物に対応する。

【0095】

【化 2 8】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1B-1
					1B-2
					1B-3

10

20

30

40

【 9 6 0 0 】

【化 2 9】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1B-4	1B-5	1B-6	10	20	30	40				

【 7 6 0 0 】

【化 3 0】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1B-7				
1B-8				
1B-9				

10

20

30

40

【 8 6 0 0】

【化 3 1】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1B-11	1B-12	1B-13							

10

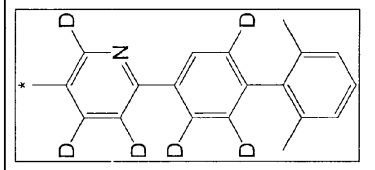
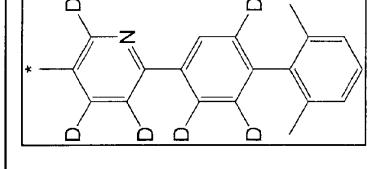
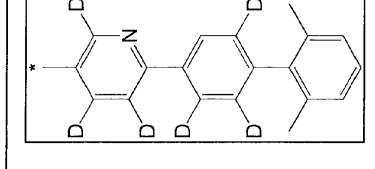
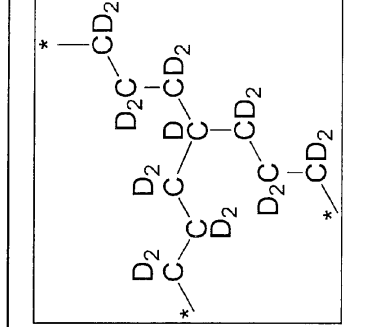
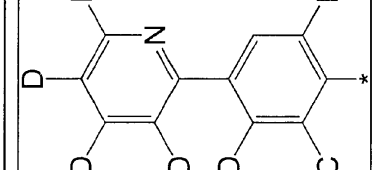
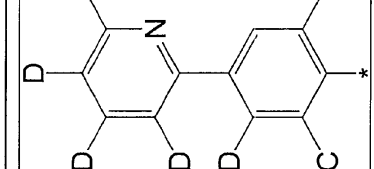
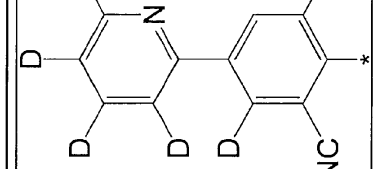
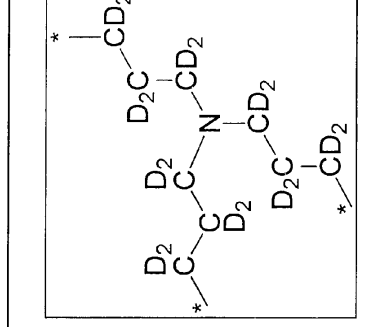
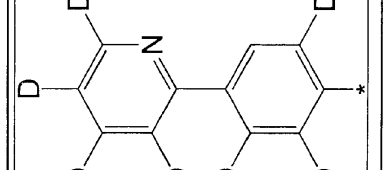
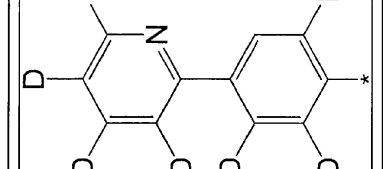
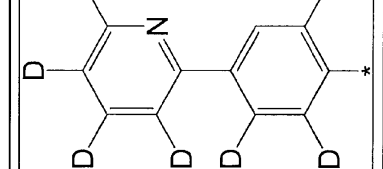
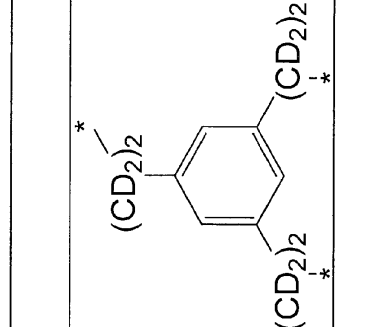
20

30

40

【 6 6 0 0 】

【化 3 2】

台 号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1B-14				
1B-15				
1B-16				

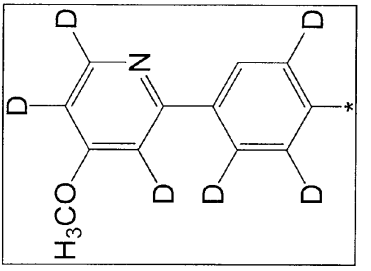
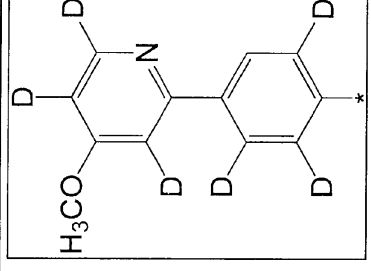
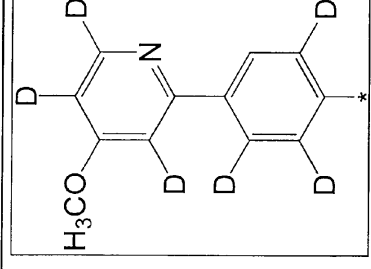
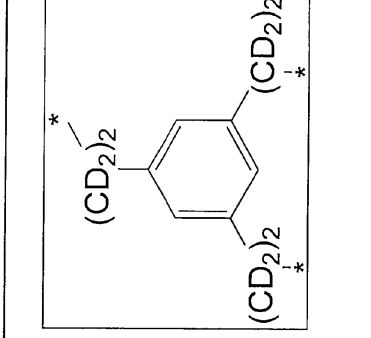
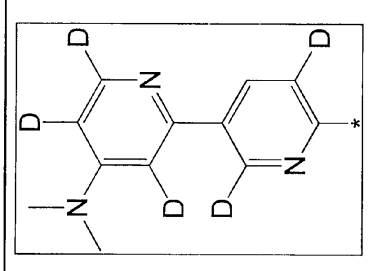
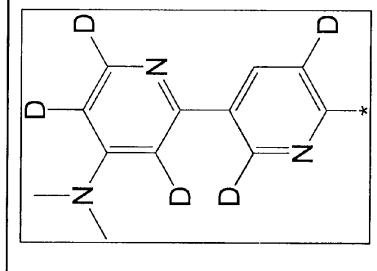
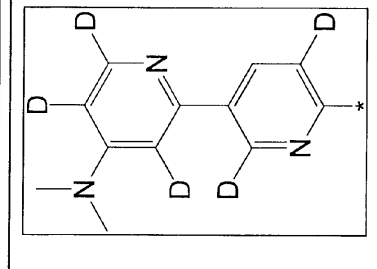
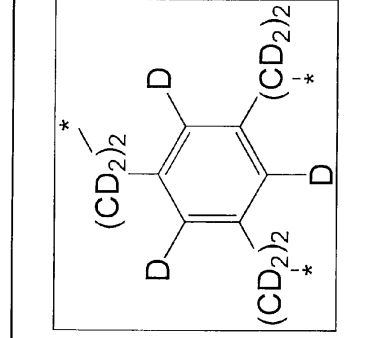
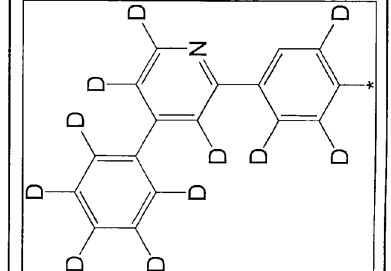
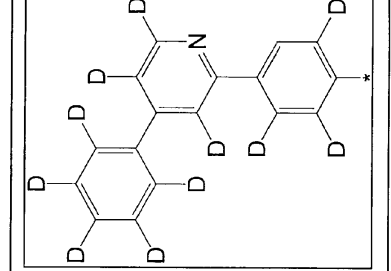
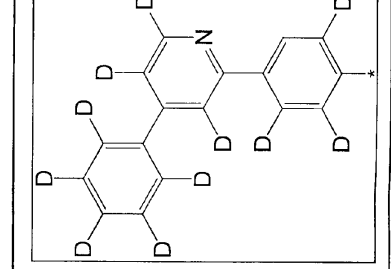
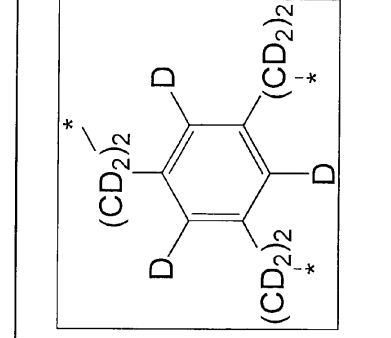
10

20

30

40

【化 3 3】

番号	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1B-18	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1B-19	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 

10

20

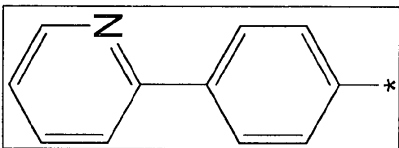
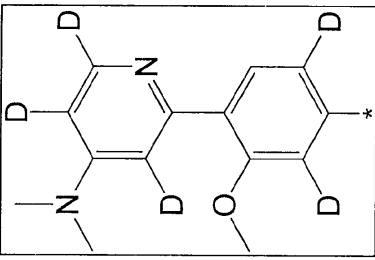
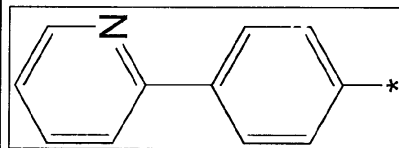
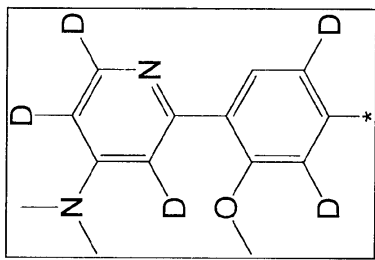
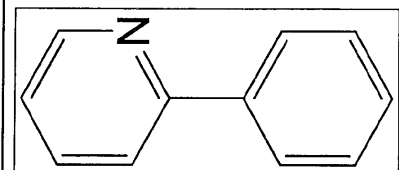
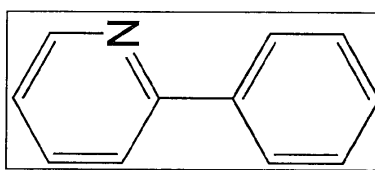
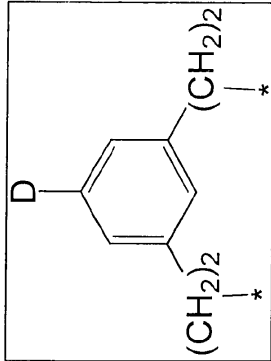
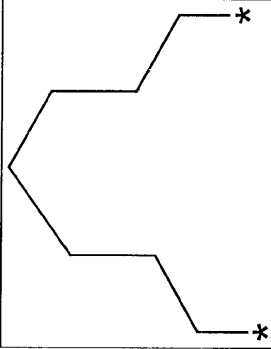
30

40

【化 3 4】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1B-20	1B-21	1B-22	40							
													10	20	30

【化 3 5】

符号	<p data-bbox="223 1635 255 1680">L₁</p> 	
L ₂		
L ₃		
V		

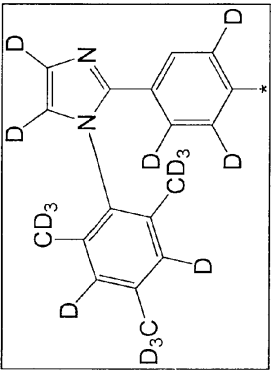
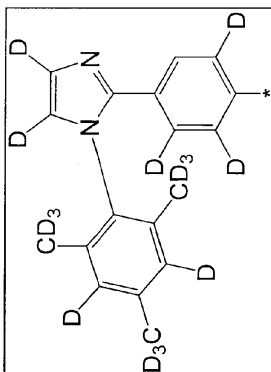
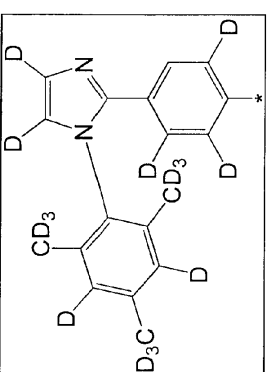
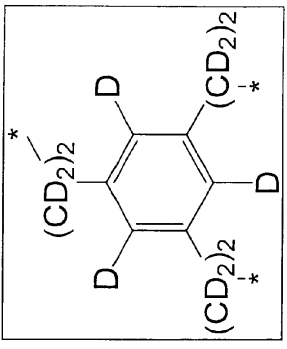
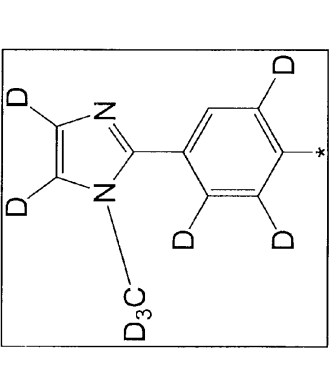
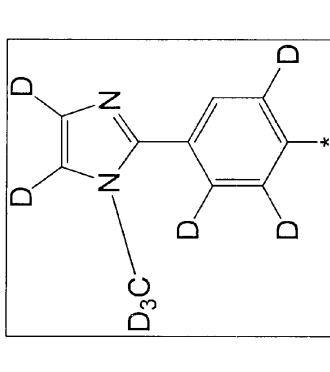
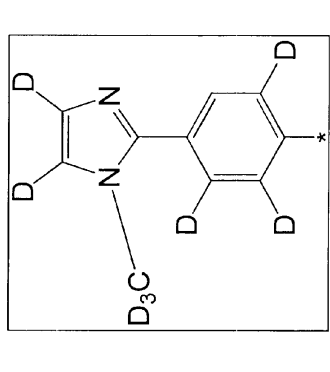
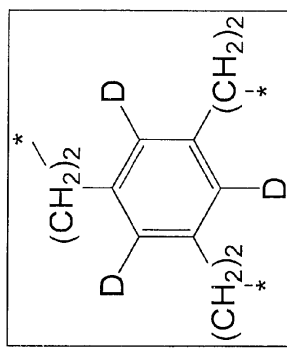
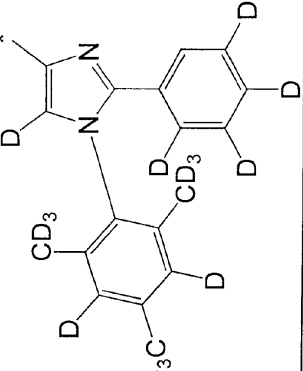
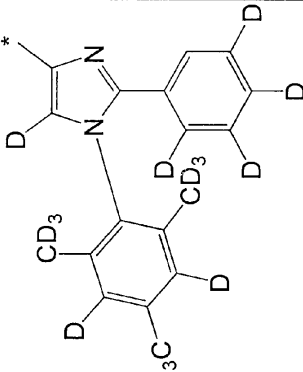
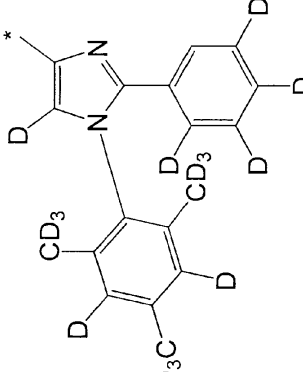
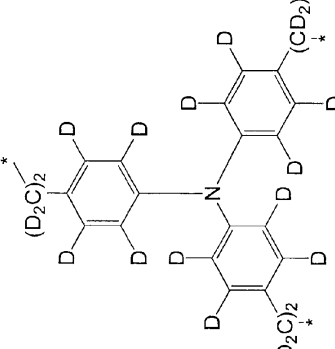
10

20

30

40

【化 3 6】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	
1C-1					
1C-2					
1C-3					

10

20

30

40

【 0 1 0 4】

【化 3 7】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1C-4				
1C-5				
1C-6				

10

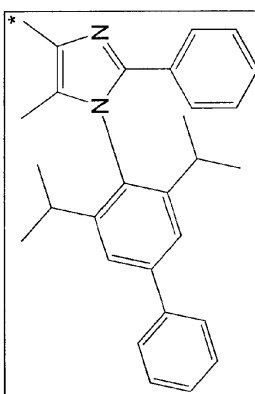
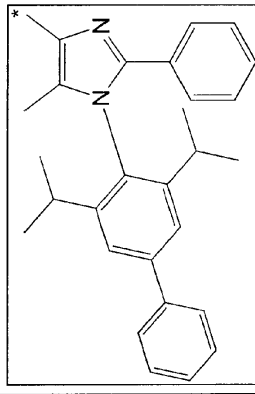
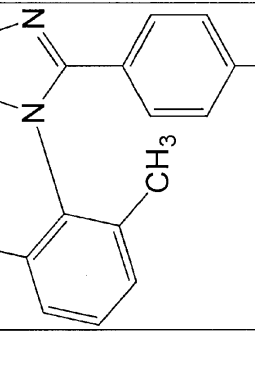
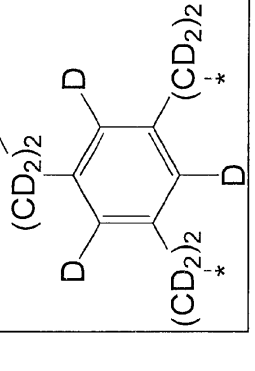
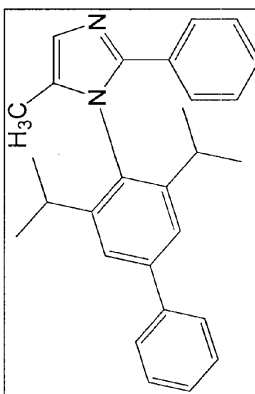
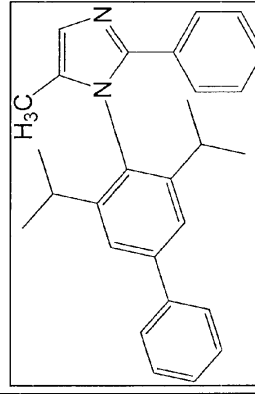
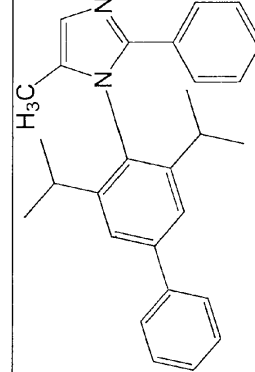
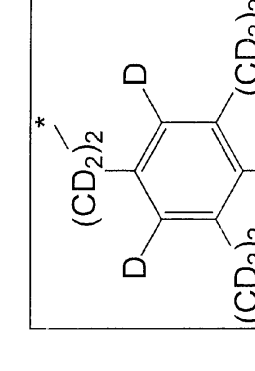
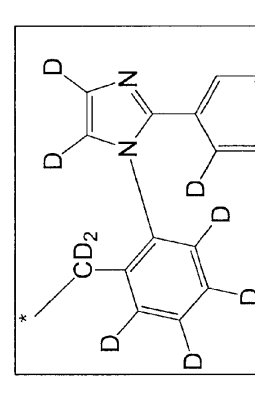
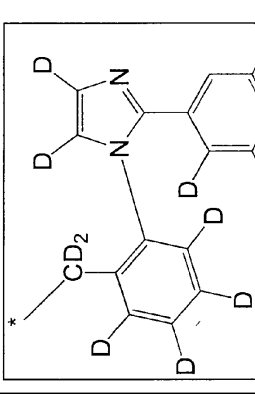
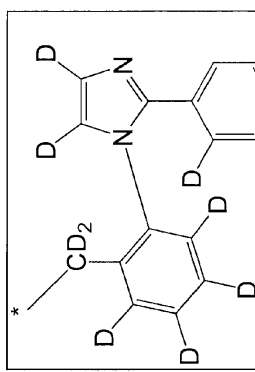
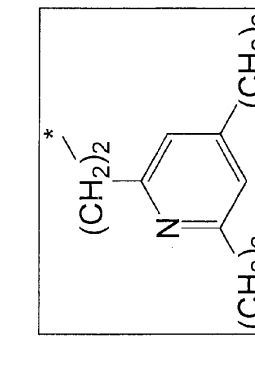
20

30

40

【 0 1 0 5】

【化 3 8】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1C-7				
1C-8					1C-9				

【 9 0 1 0】

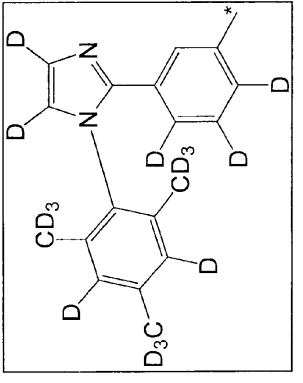
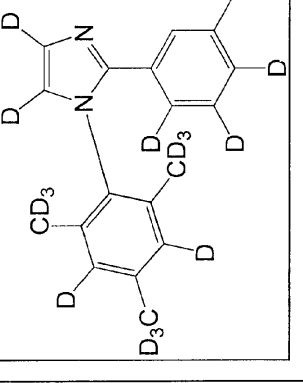
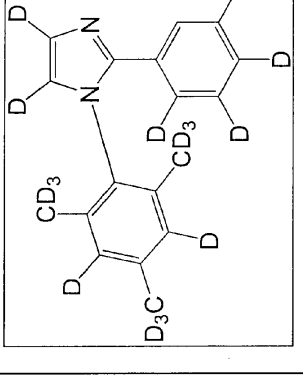
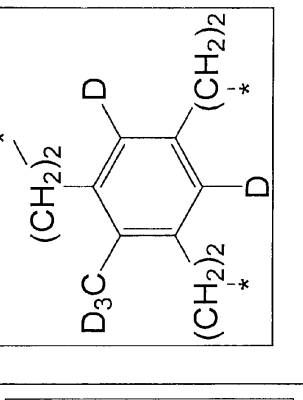
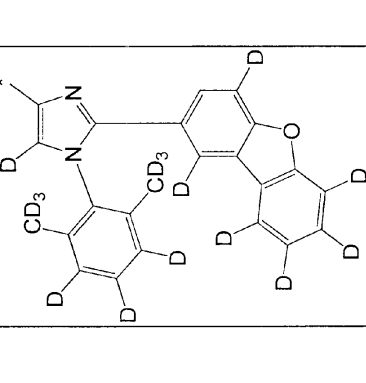
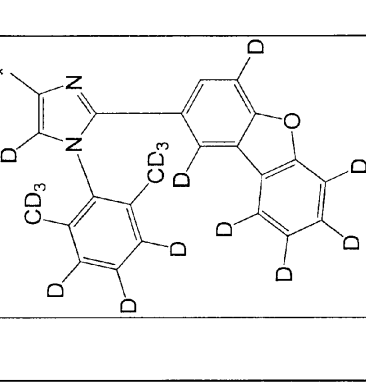
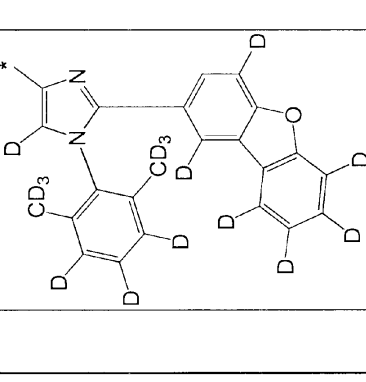
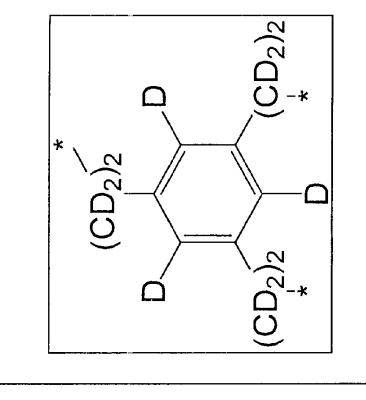
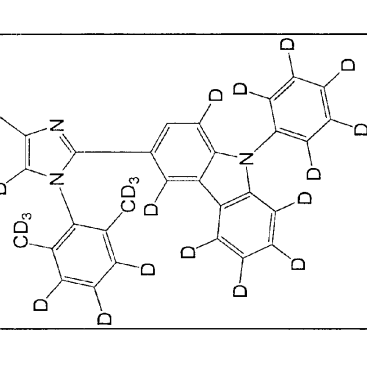
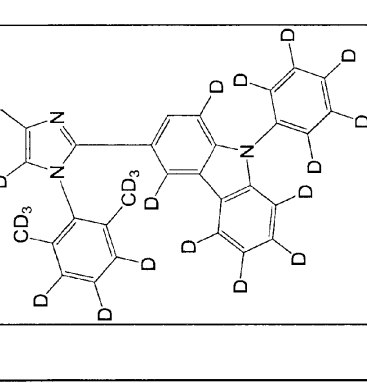
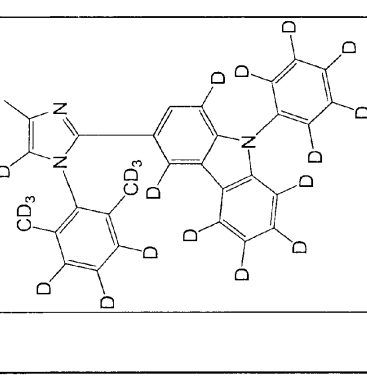
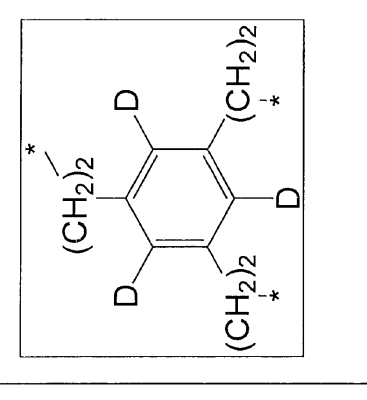
10

20

30

40

【化 3 9】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1C-10
					
1C-11					
1C-12					

10

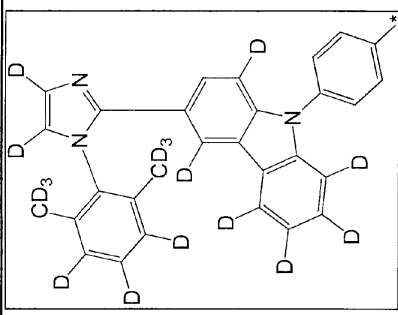
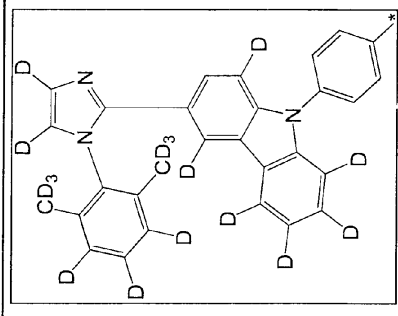
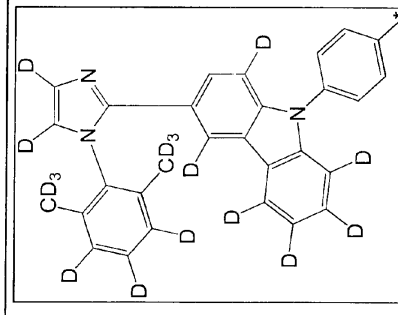
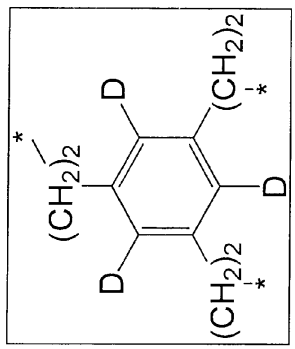
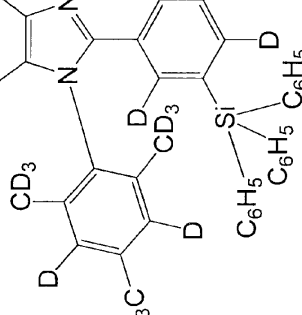
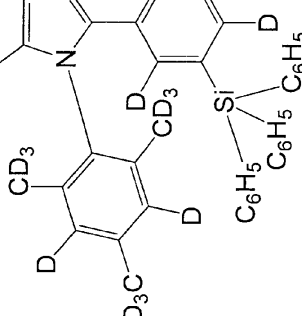
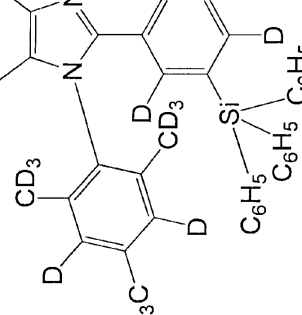
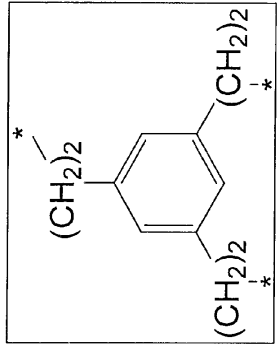
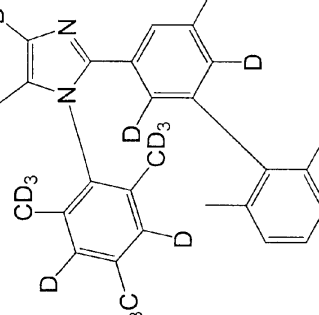
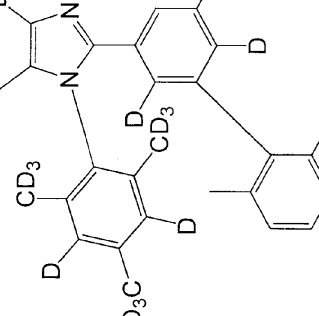
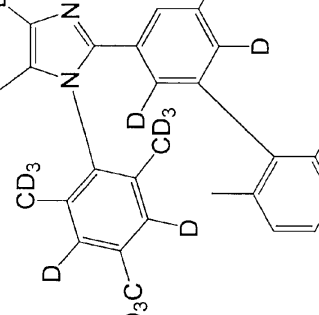
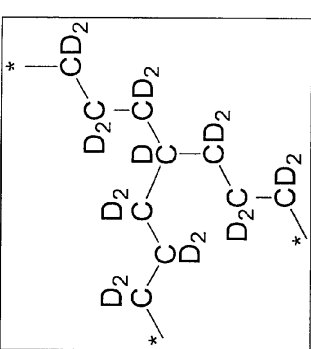
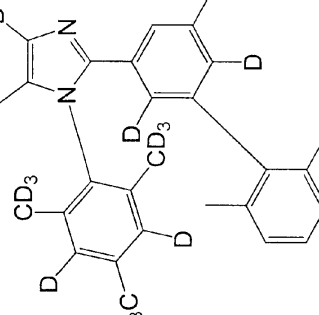
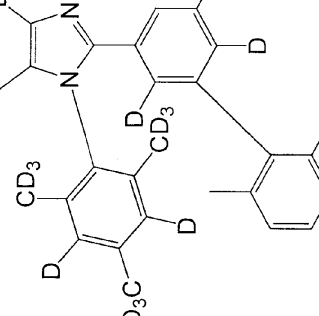
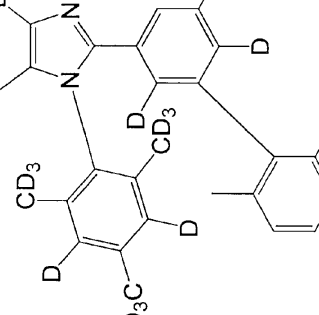
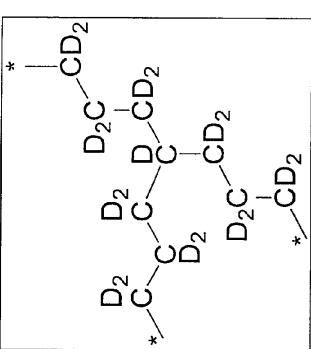
20

30

40

【 7 0 1 0 】

【化 4 0】

番号	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1C-13	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1C-14	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1C-15	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 

10

20

30

40

【 8 0 1 0 】

【化 4 1】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1C-16				
1C-17				
1C-18				

10

20

30

40

【化 4 2】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1C-19				
1C-20				
1C-21				

10

20

30

40

【 0 1 1 0 】

【化 4 3】

化合物	L ₁	L ₂	L ₃	V
1C-22				
1C-23				
1C-24				

10

20

30

40

【化 4 4】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1C-25
番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1C-26
番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1C-27

10

20

30

40

【化 4 5】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1D-1				
1D-2				
1D-3				

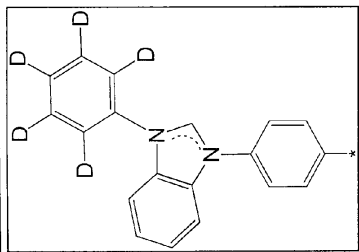
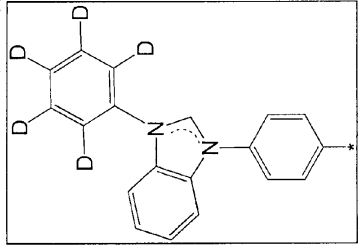
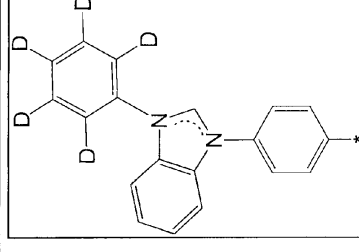
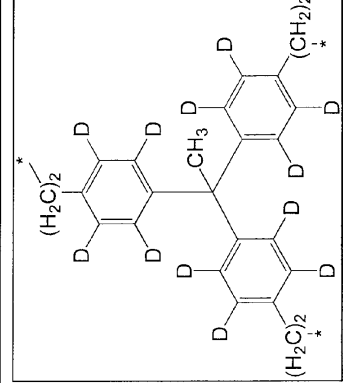
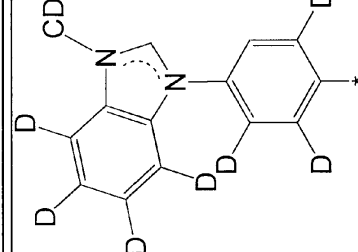
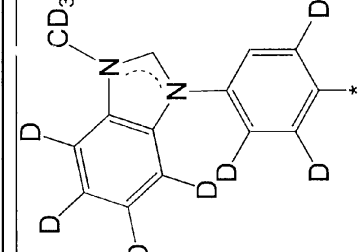
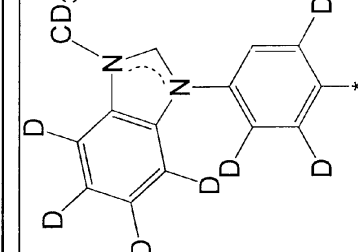
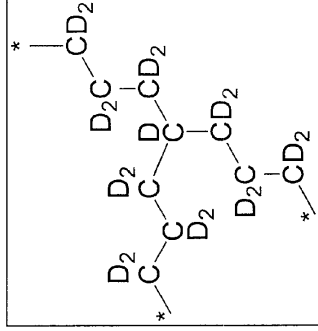
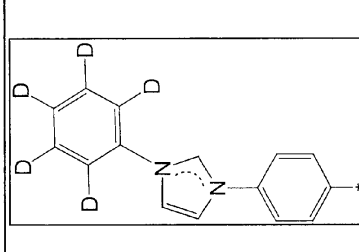
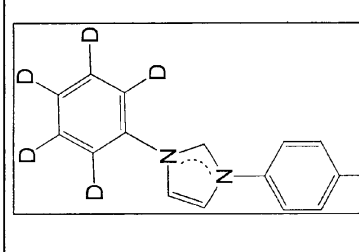
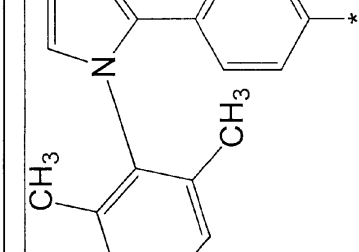
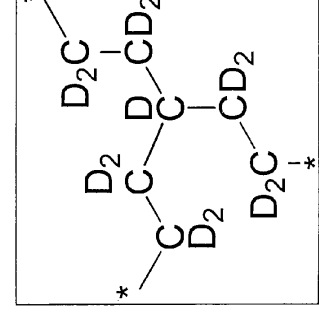
10

20

30

40

【化 4 6】

番号	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 	1D-4
1D-5					1D-5
1D-6					1D-6

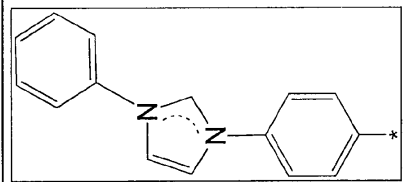
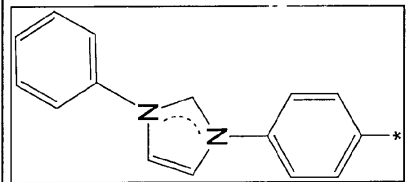
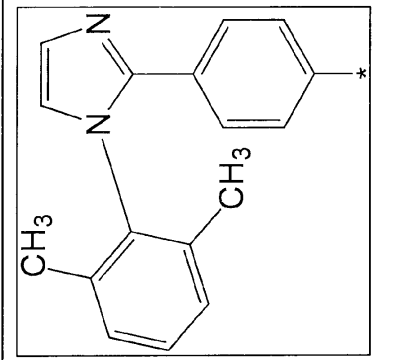
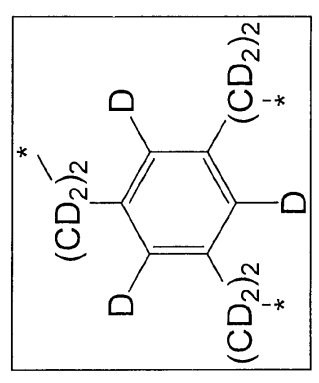
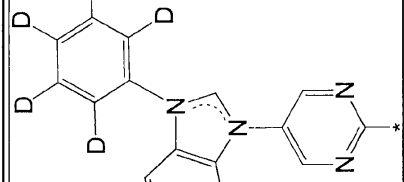
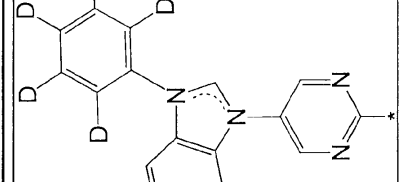
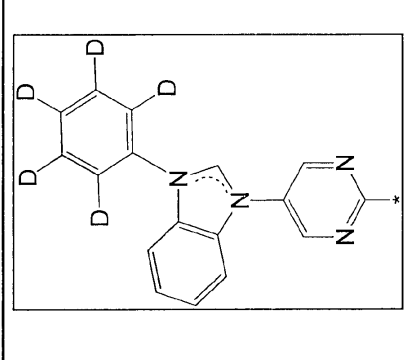
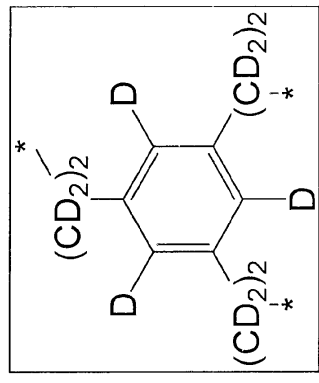
10

20

30

40

【化47】

番号	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1D-7	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 

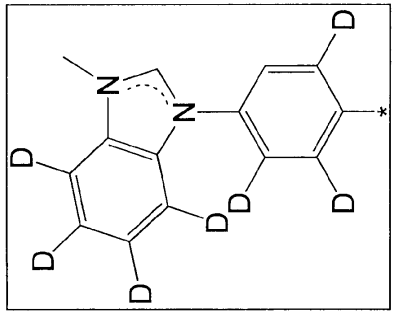
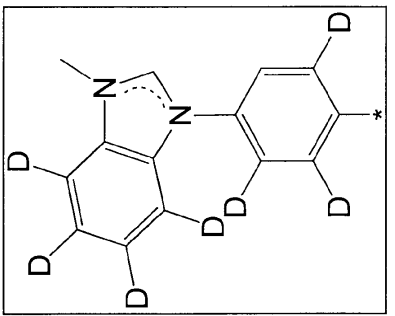
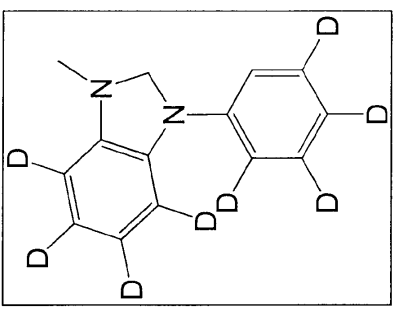
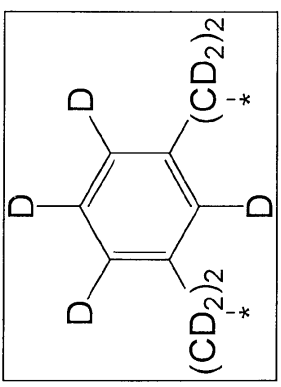
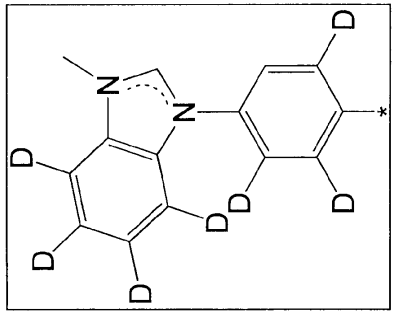
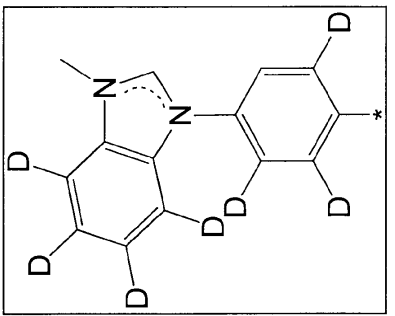
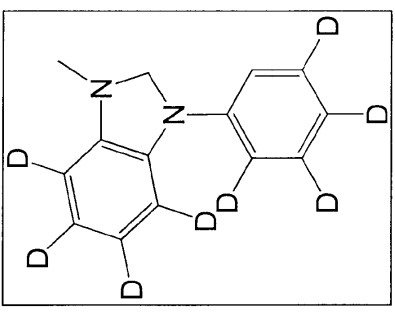
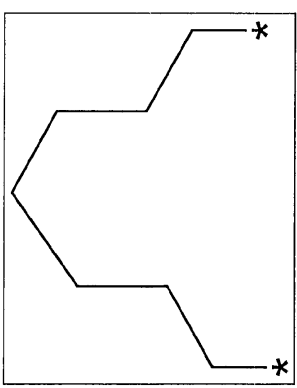
10

20

30

40

【化 4 8】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1D-9				
1D-10				

10

20

30

40

【化 4 9】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1E-1
	L ₁	L ₂	L ₃	V	1E-2
	L ₁	L ₂	L ₃	V	1E-3

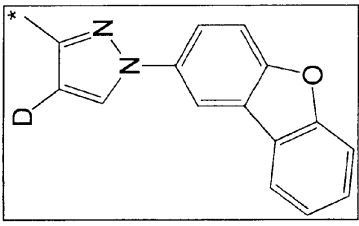
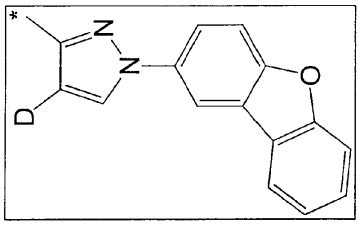
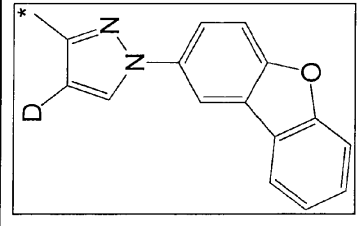
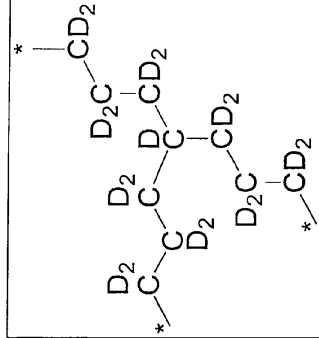
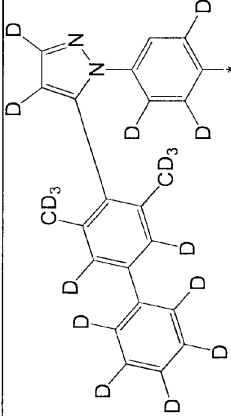
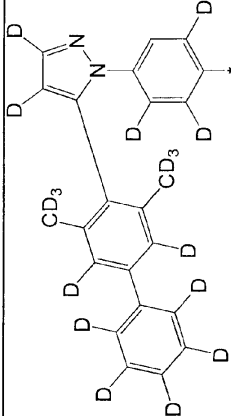
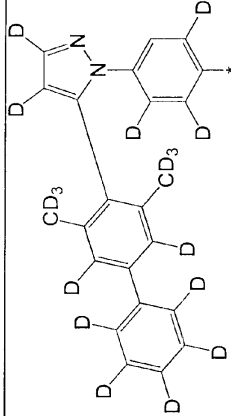
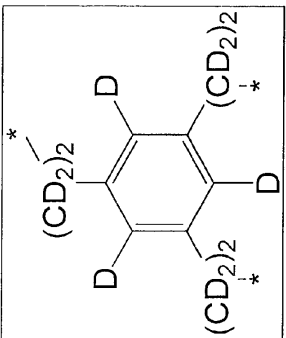
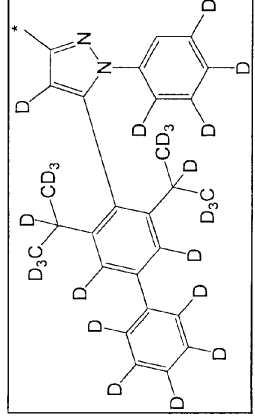
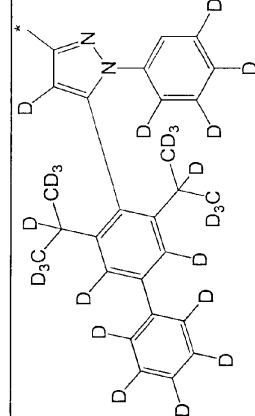
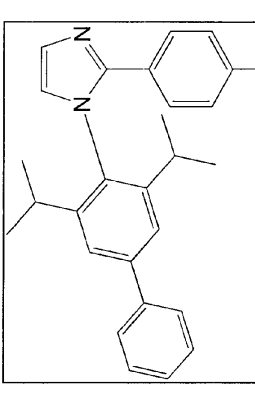
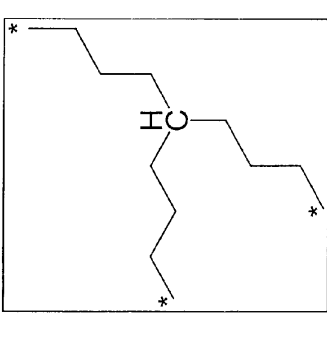
10

20

30

40

【化 5 0】

加	<p>L₁</p> 	<p>L₂</p> 	<p>L₃</p> 	<p>V</p> 
1E-4	<p>1E-5</p> 			
1E-7				

10

20

30

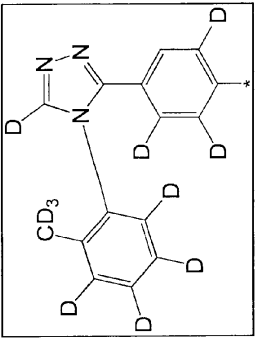
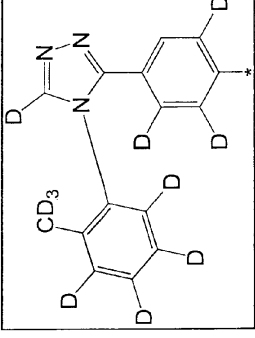
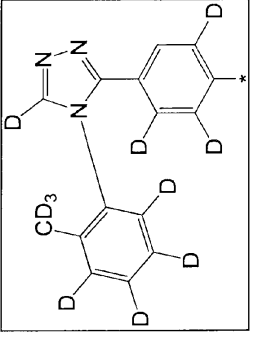
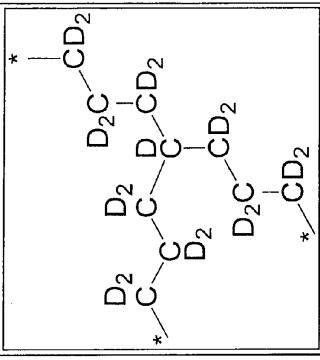
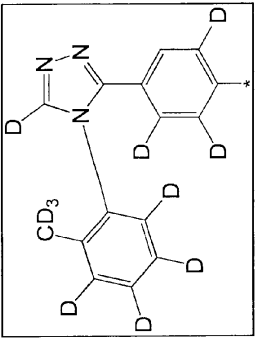
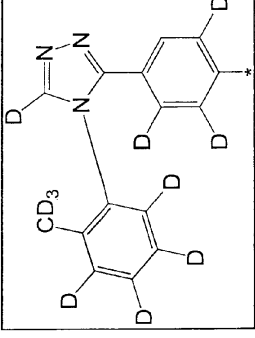
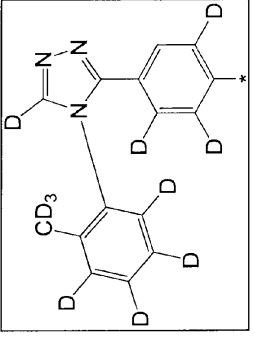
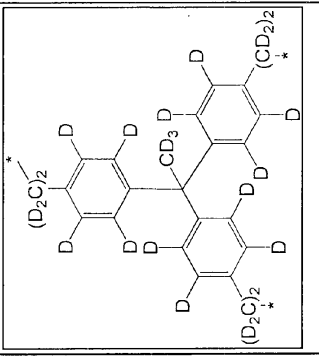
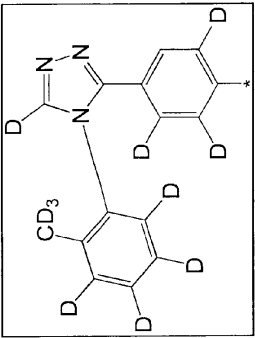
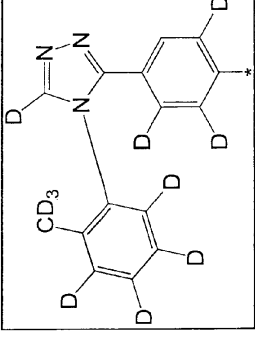
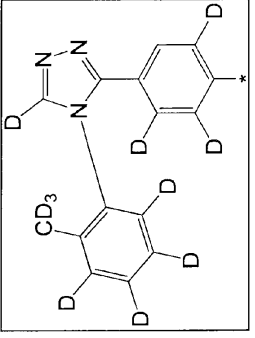
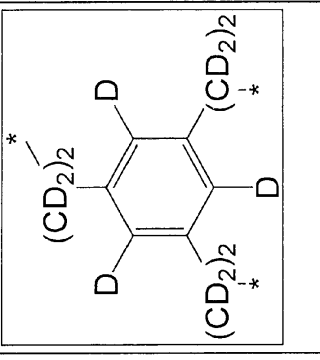
40

【 8 1 1 0】

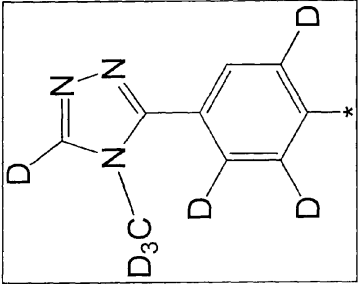
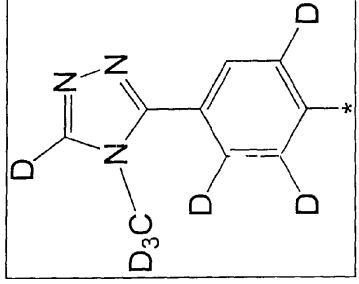
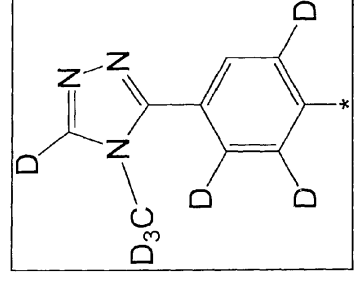
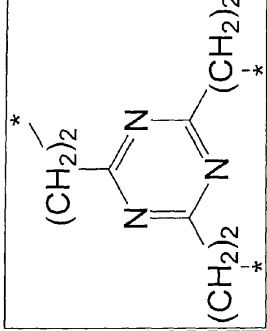
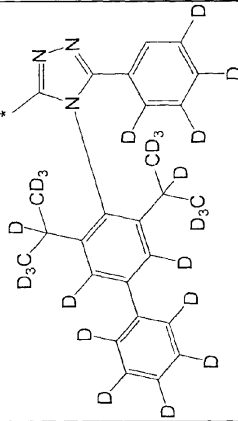
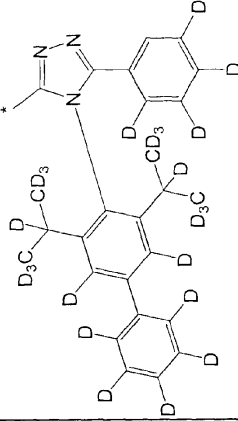
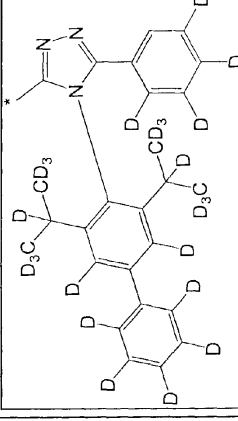
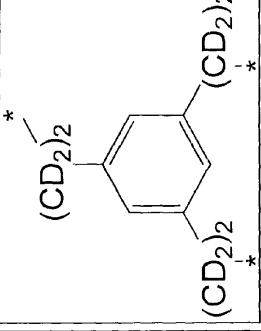
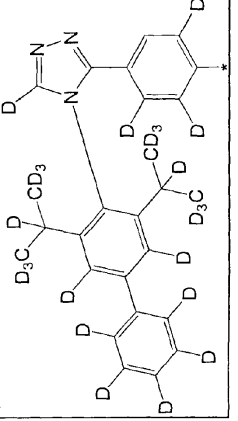
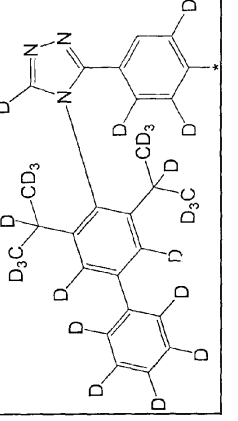
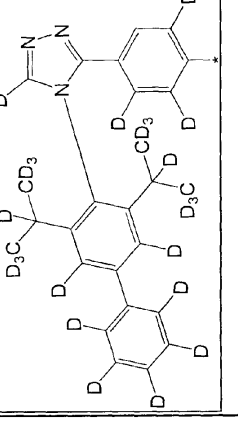
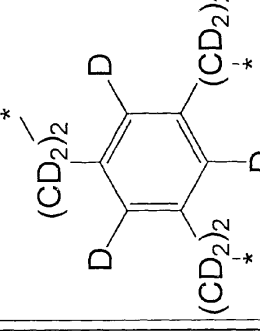
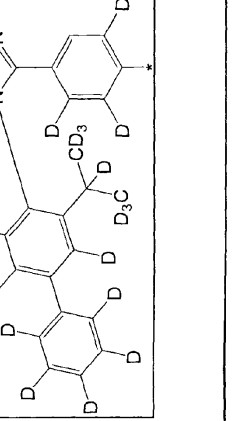
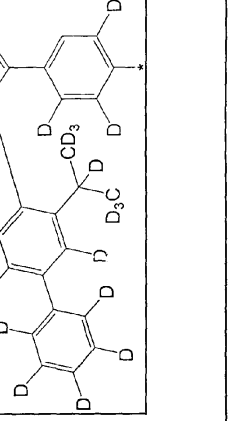
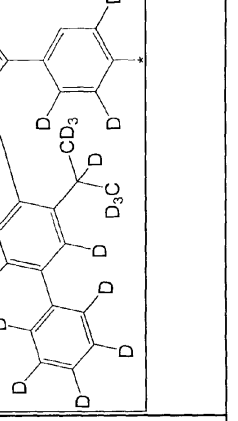
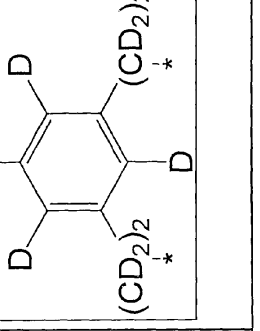
【化 5 1】

品名	L ₁	L ₂	L ₃	V	1E-8
					1E-9
					1E-10
					40
					30
					20
					10

【化 5 2】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1F-1	1F-2	1F-3	10
					1F-1	1F-2	1F-3	20
					1F-2	1F-3	1F-3	30
					1F-3	1F-3	1F-3	40

【化 5 3】

番号	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1F-4				
1F-5				
1F-6				

10

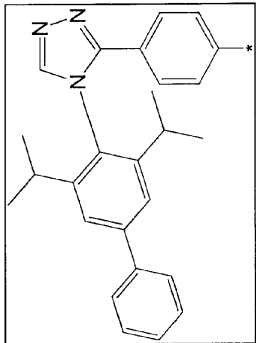
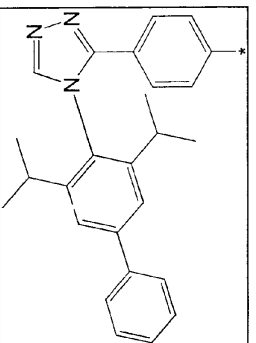
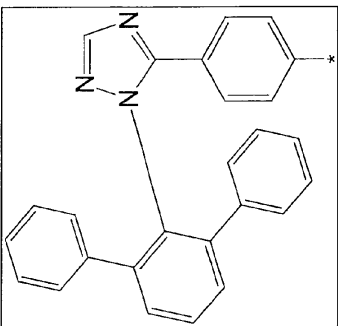
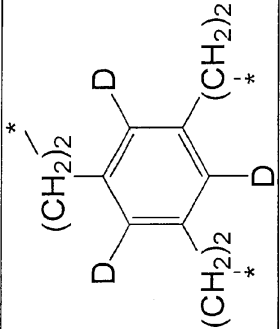
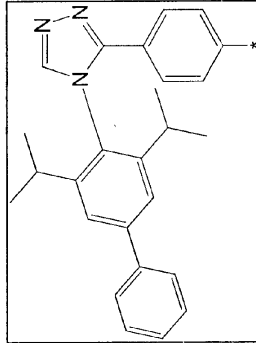
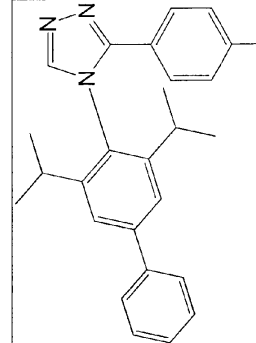
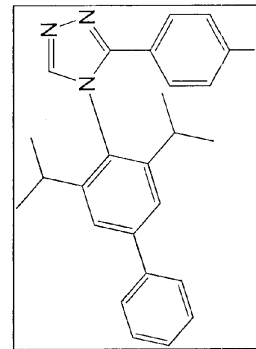
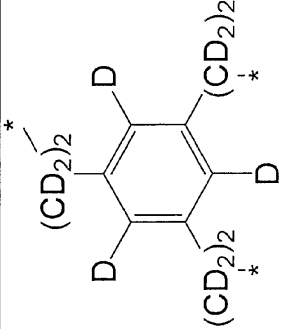
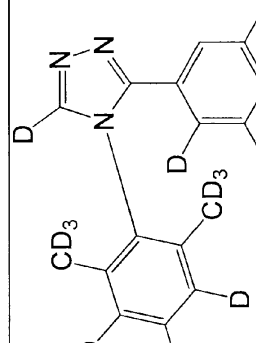
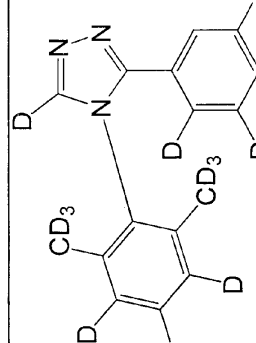
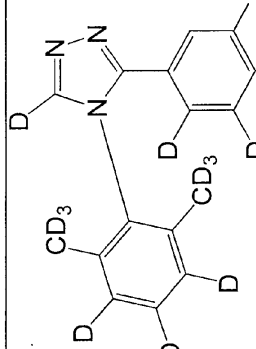
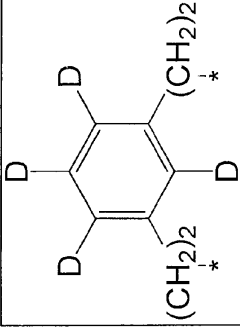
20

30

40

【 0 1 2 1】

【化 5 4】

番号	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1F-7	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 
1F-10	L ₁ 	L ₂ 	L ₃ 	V 

【 0 1 2 2 】

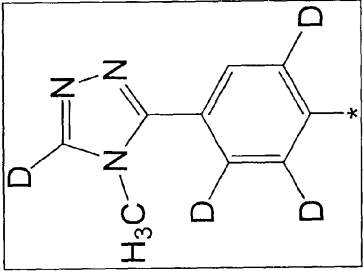
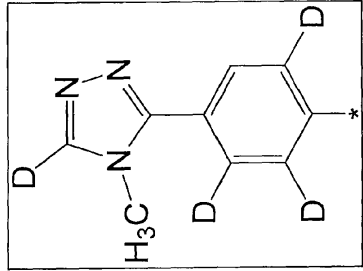
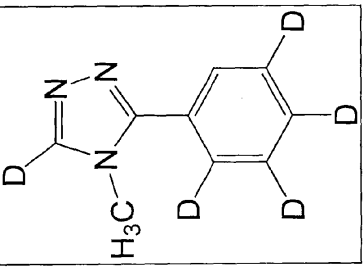
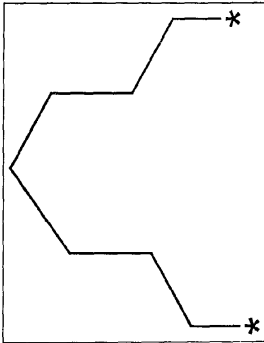
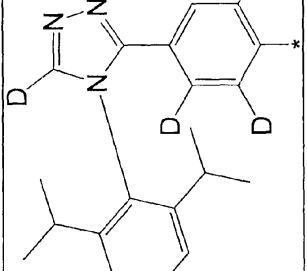
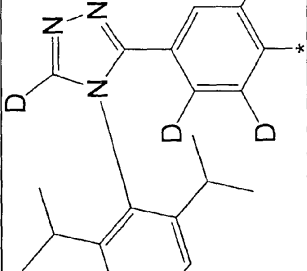
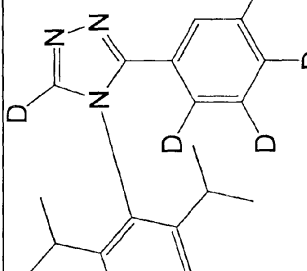
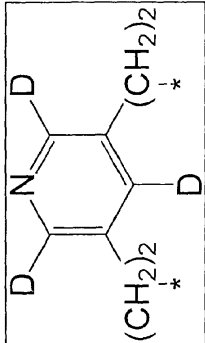
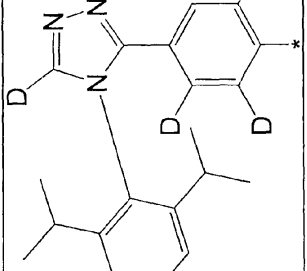
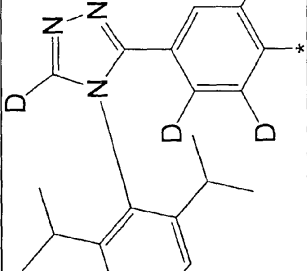
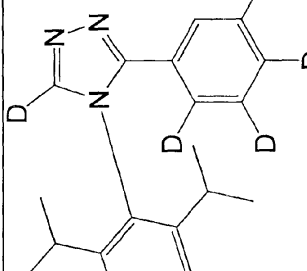
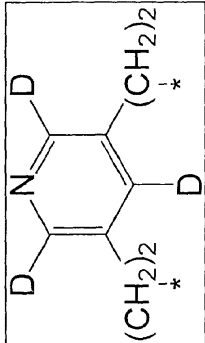
10

20

30

40

【化 5 5】

番号	<p>L₁</p> 	<p>L₂</p> 	<p>L₃</p> 	<p>V</p> 
1F-11	<p>L₁</p> 	<p>L₂</p> 	<p>L₃</p> 	
1F-12	<p>L₁</p> 	<p>L₂</p> 	<p>L₃</p> 	

10

20

30

40

【化56】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1g-1
					1g-2
					1g-3
					10
					20
					30
					40

【化 5 7】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1G-4
番号	L ₁	L ₂	V	1G-5	
番号	L ₁	L ₂	V	1G-6	

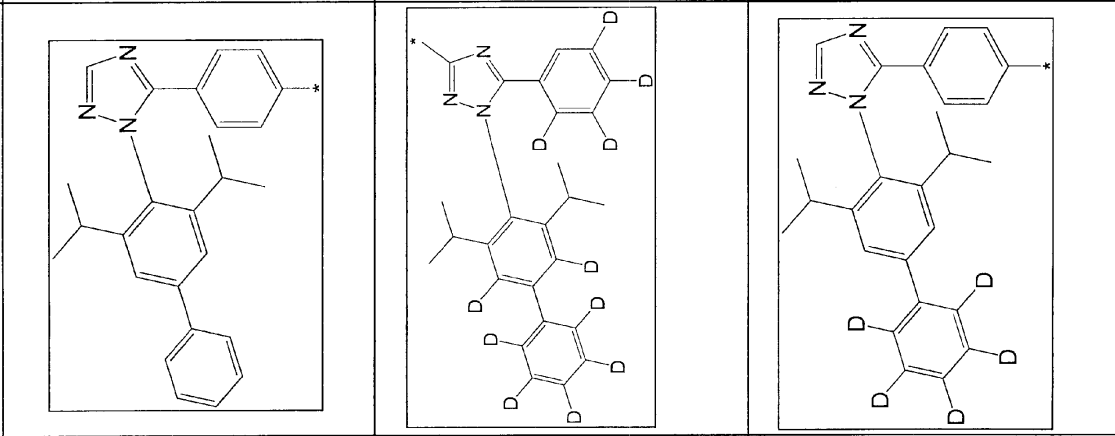
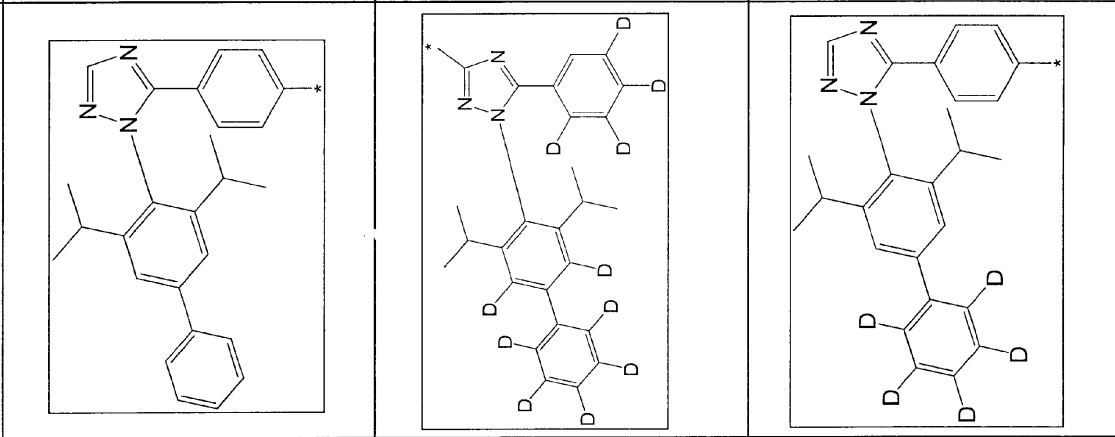
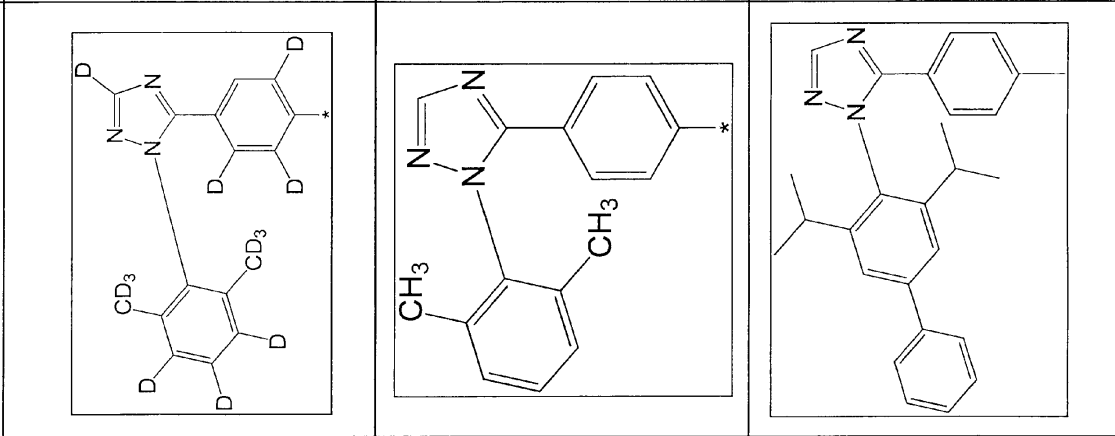
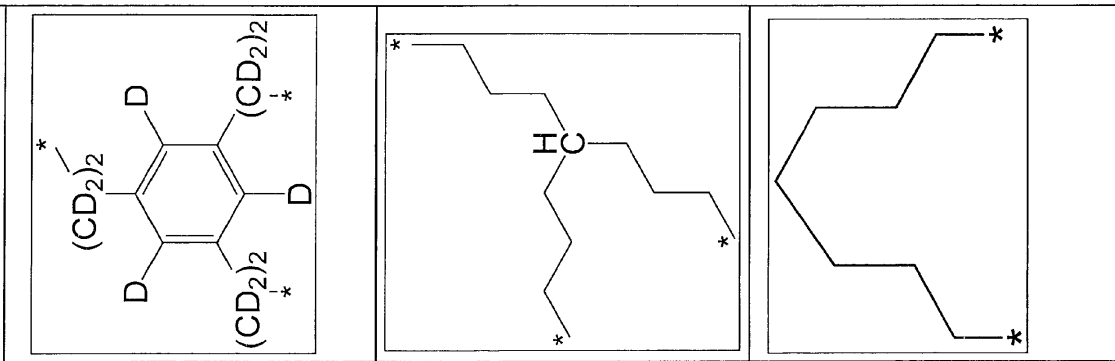
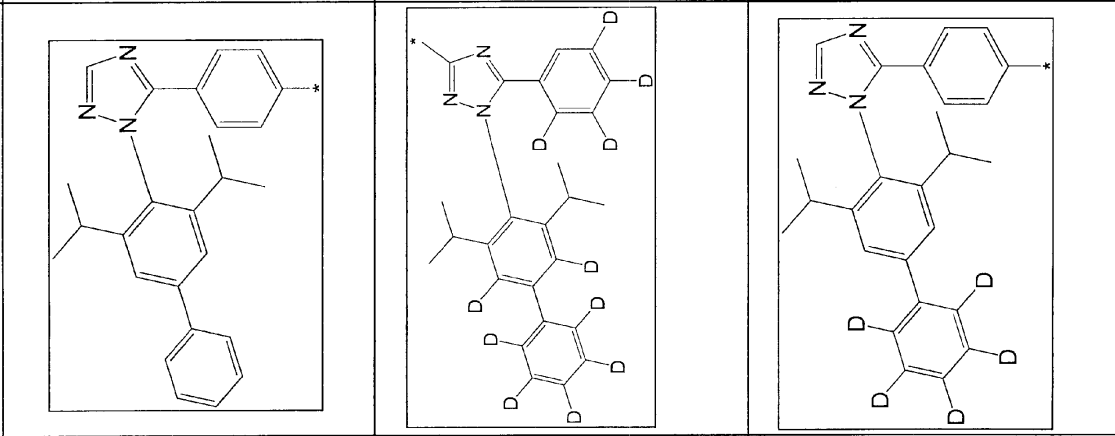
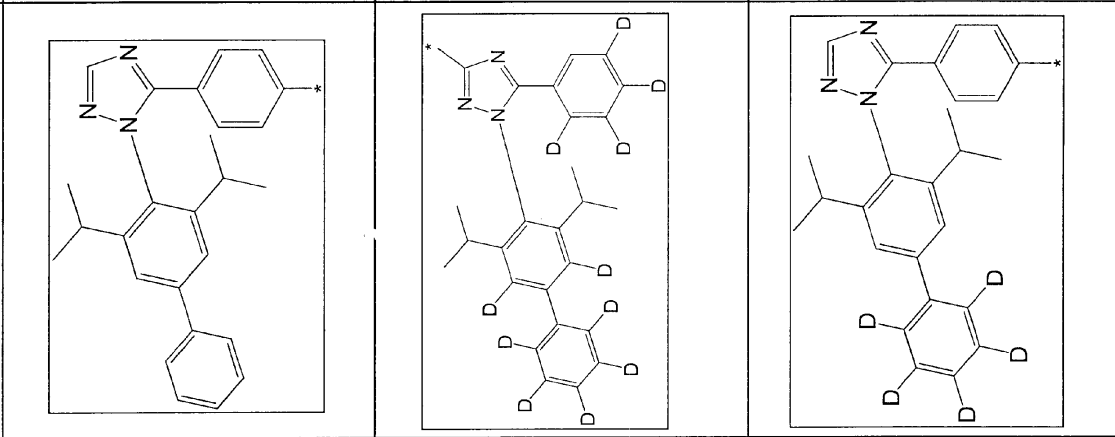
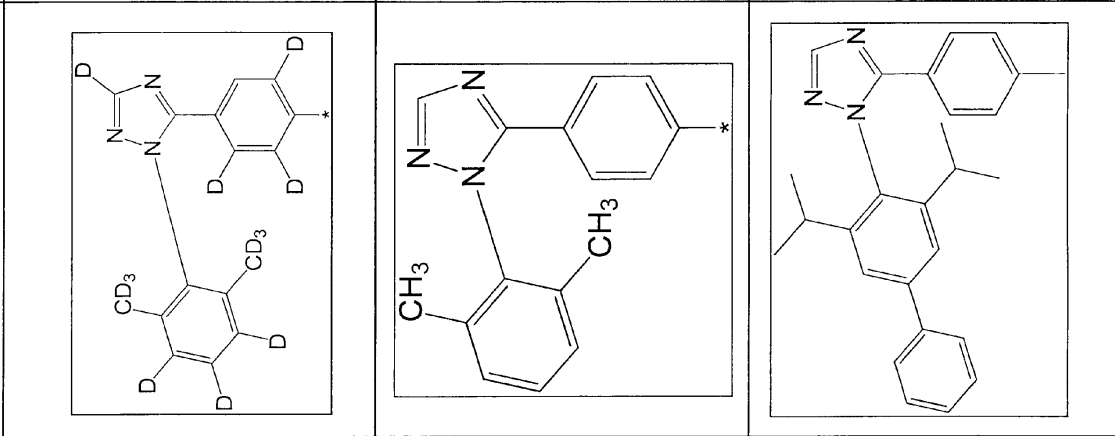
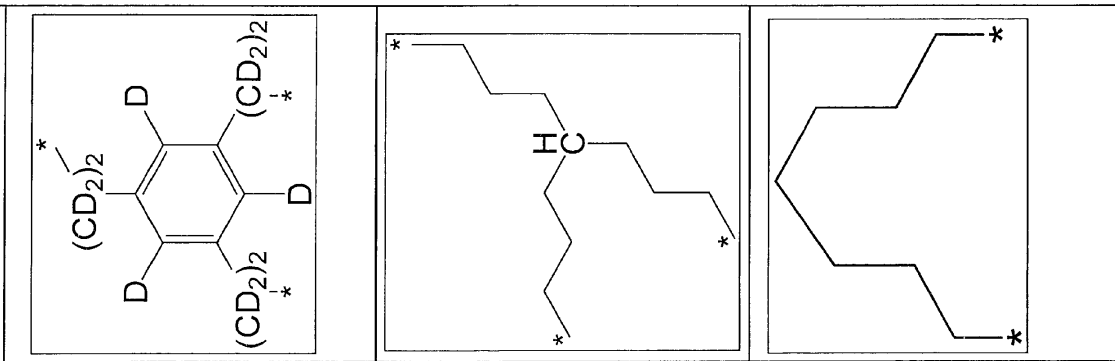
10

20

30

40

【化 5 8】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1G-7
1G-8					1G-9
1G-9					1G-7

10

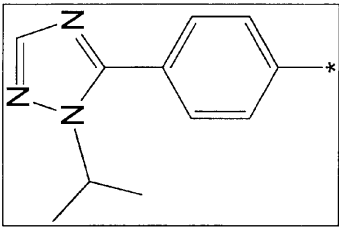
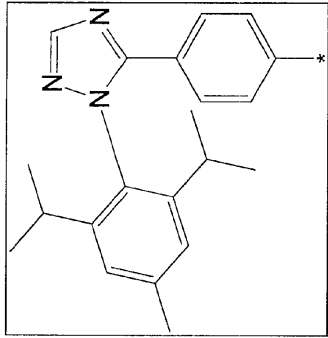
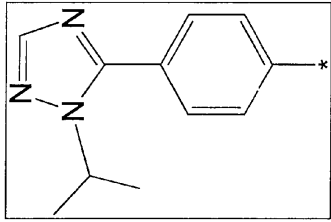
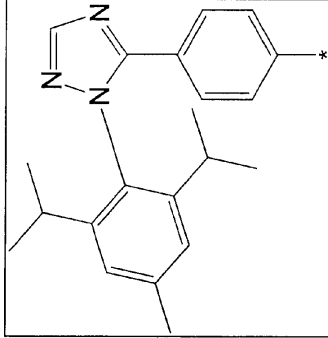
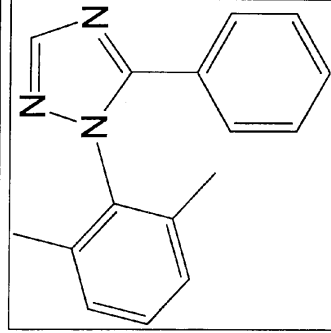
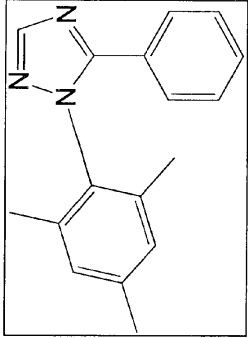
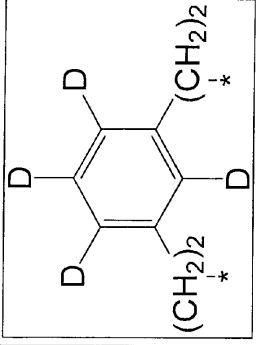
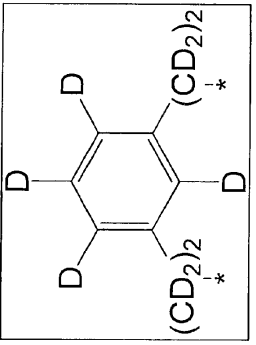
20

30

40

【 0 1 2 6 】

【化 5 9】

番号	1G-10	1G-11
L ₁		
L ₂		
L ₃		
V		

10

20

30

40

【 0 1 2 7 】

【化 6 0】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1H-1	1H-2	1H-3	

10

20

30

40

【 8 2 1 0】

【化 6 1】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1H-4				
1H-5				
1H-6				

10

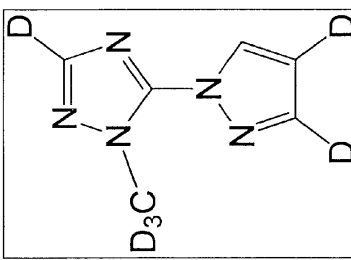
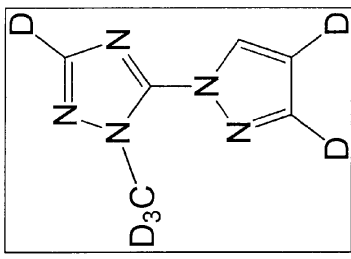
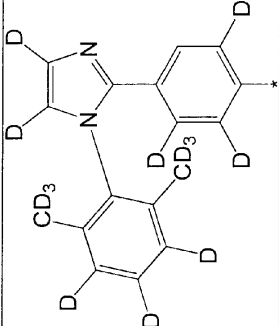
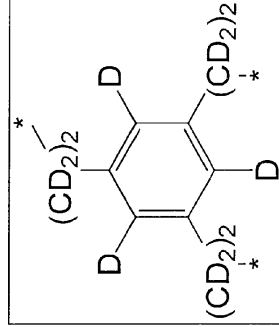
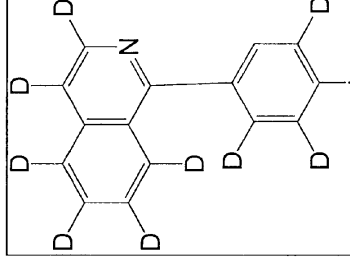
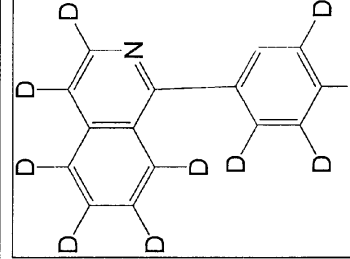
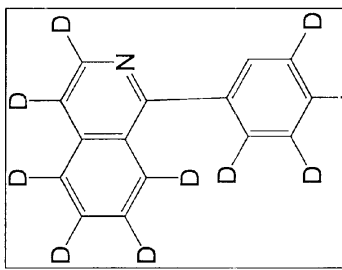
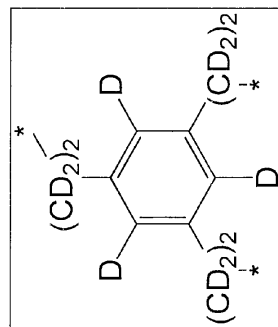
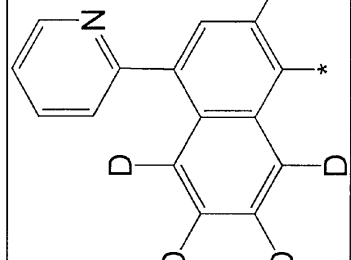
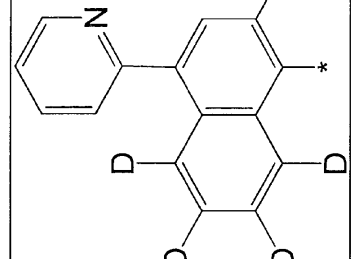
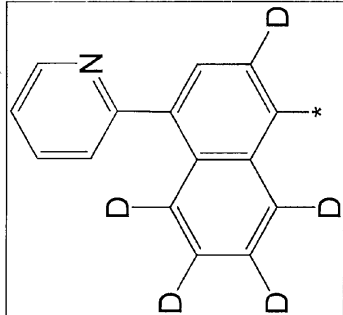
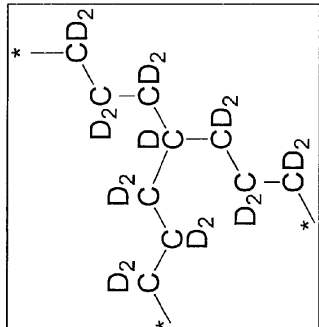
20

30

40

【 0 1 2 9 】

【化62】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V	1H-7	1H-8	1H-9					
												

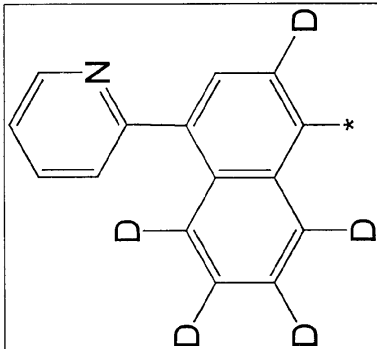
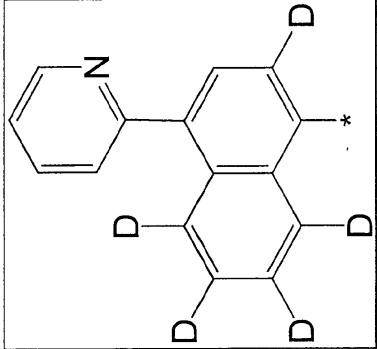
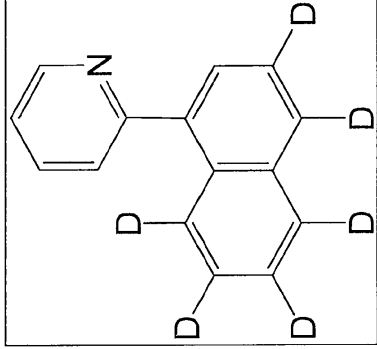
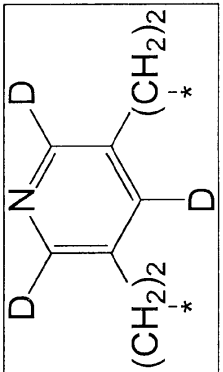
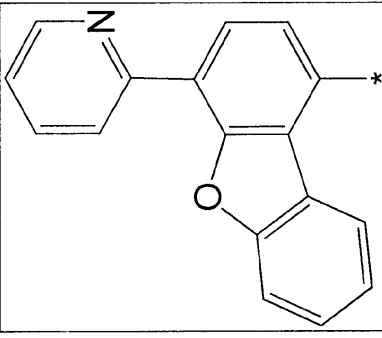
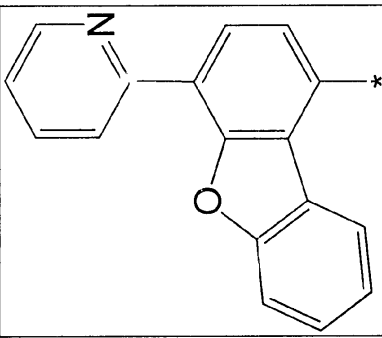
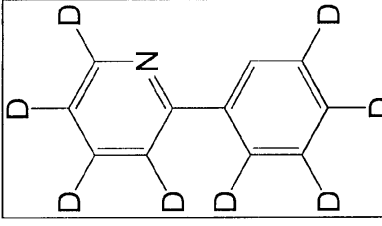
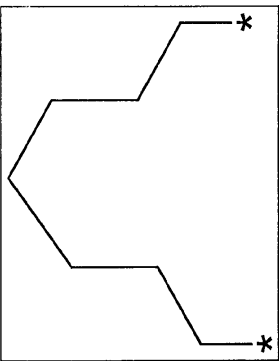
10

20

30

40

【化 6 3】

番号	L ₁	L ₂	L ₃	V
1H-10				
1H-11				

10

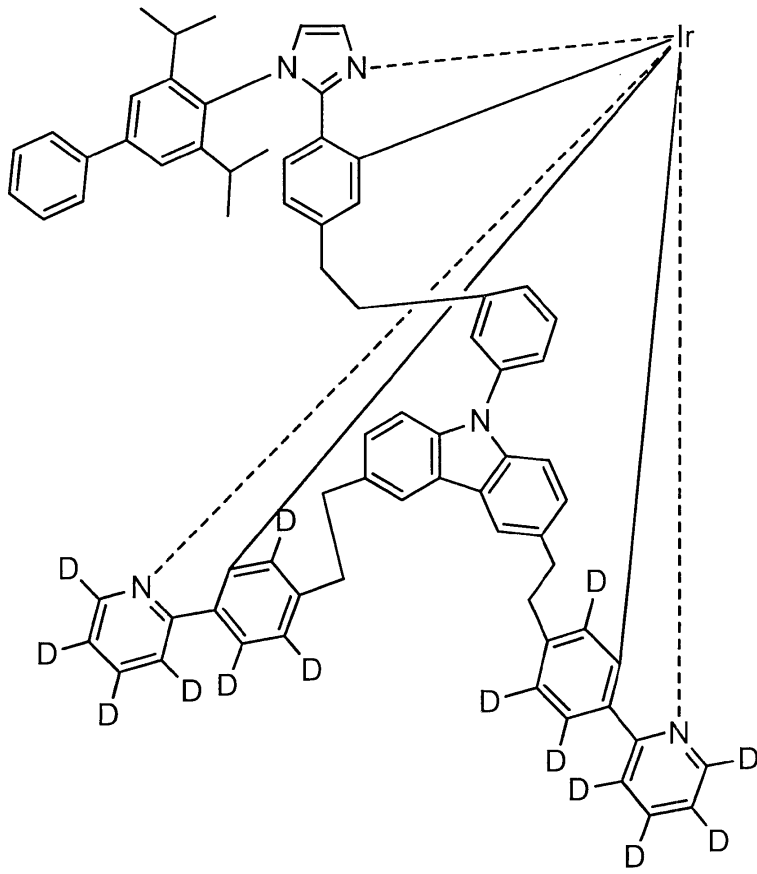
20

30

40

【化 6 4】

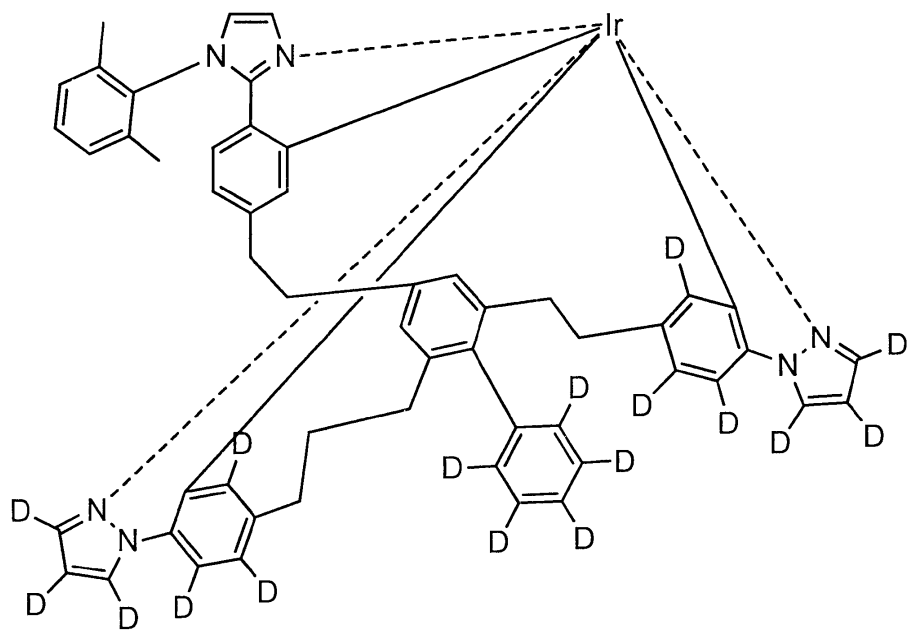
1B-10



10

20

1E-6



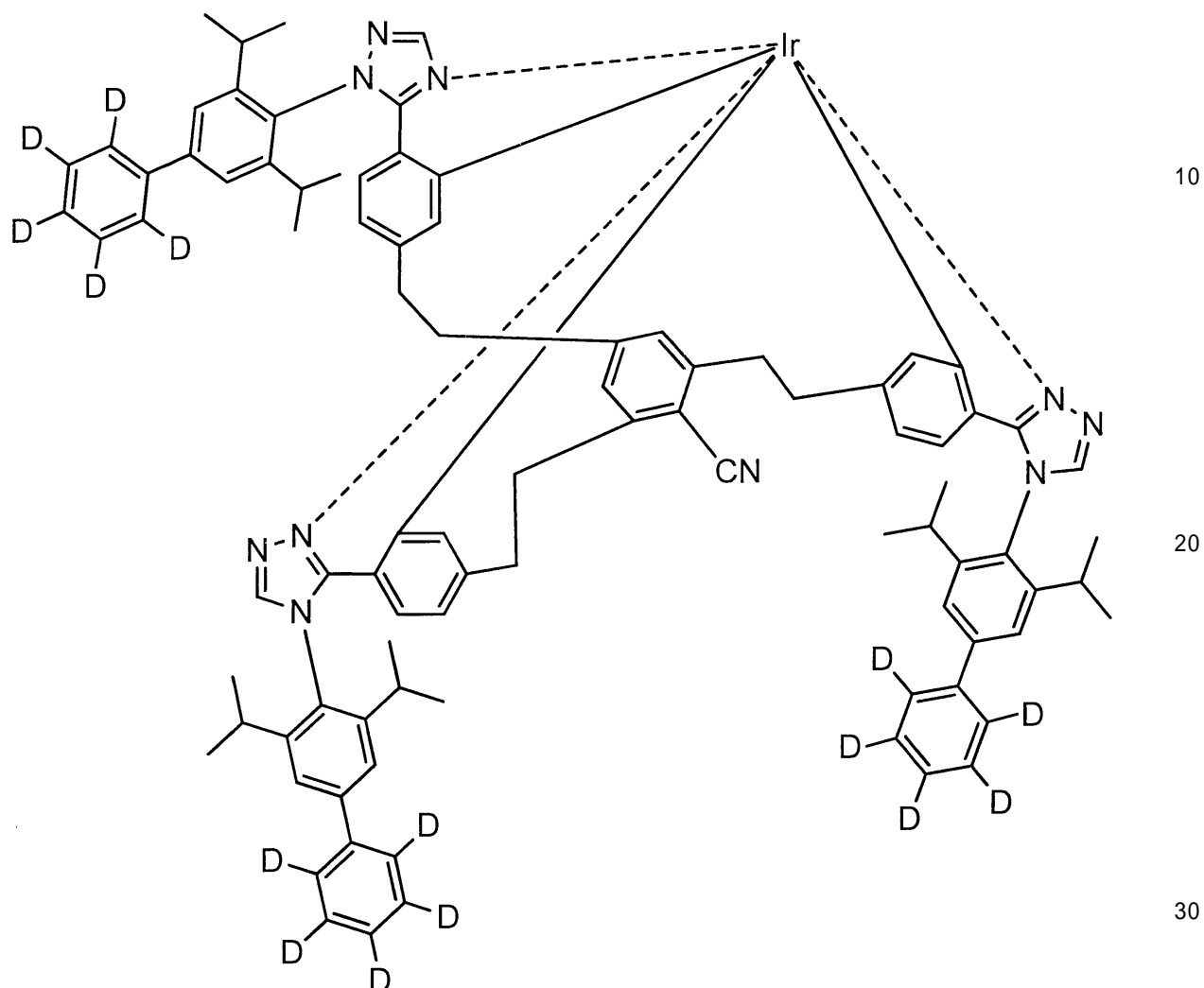
30

40

【 0 1 3 2 】

【化 6 5】

1F-8



【 0 1 3 3 】

これらの金属錯体は、例えば、米国特許出願公開第2010/176390号明細書、国際公開第2007/97149号、などを参考に合成できる。また更にこれらの文献中に記載の参考文献等の方法を適用することにより合成できる。

次に、前記一般式(1)で表わされるオルトメタルイリジウム錯体の合成例について説明する。

【 0 1 3 4 】

以下に代表的な化合物の合成例を示す。

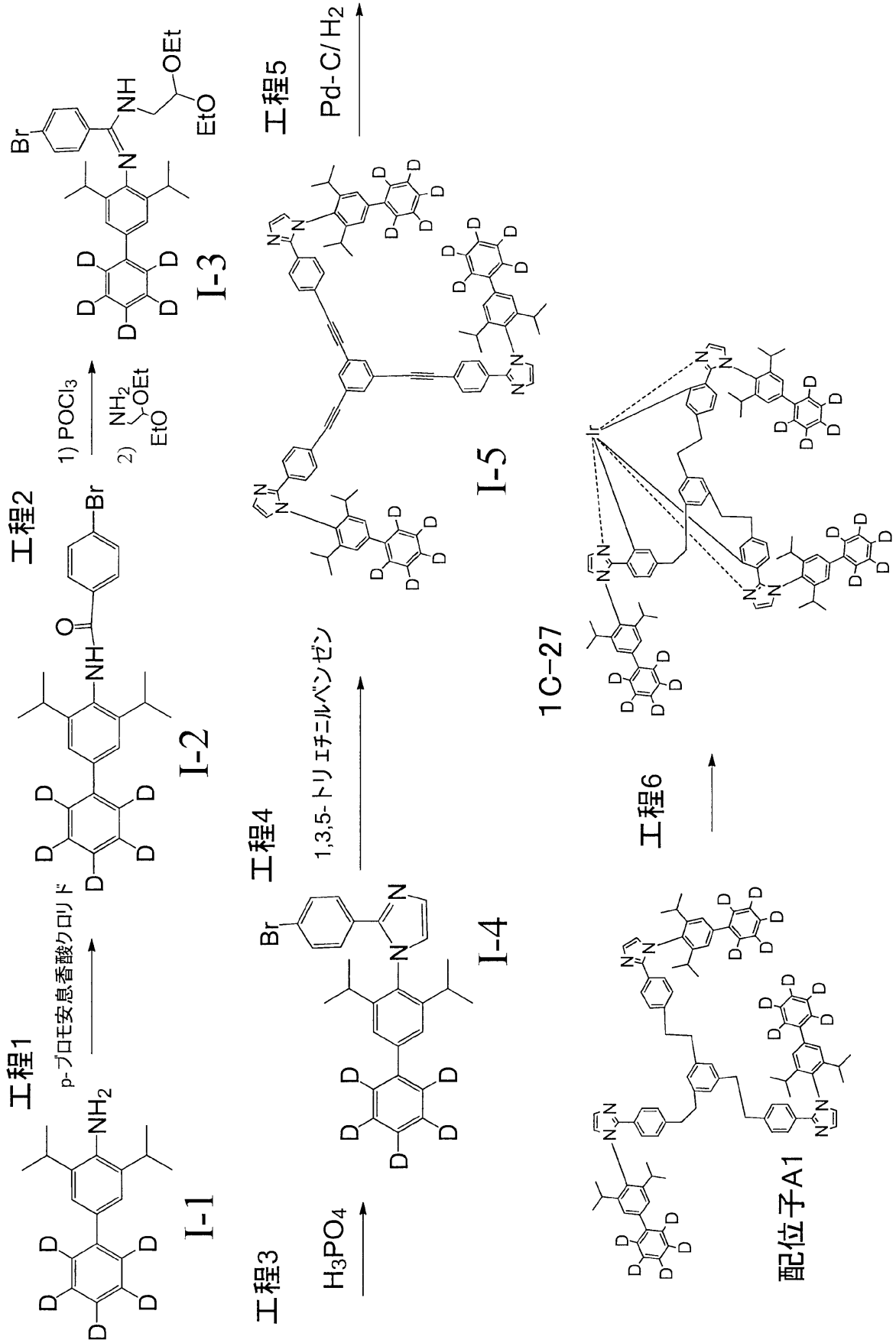
〔化合物例1C-27の合成〕

以下に示すようにして、配位子A1を合成し、次いで化合物例1C-27を合成した。

【 0 1 3 5 】

40

【化 6 6】



10

20

30

40

【 0 1 3 6】

《配位子 A 1 の合成》

(工程 1)

50

化合物(1-1) 20 gをトルエン300 mlに溶解し、トリエチルアミン25 mlを加えて水冷下p-プロモ安息香酸クロリド18 gをトルエン20 mlに溶かした溶液を滴下した。滴下終了後室温で1.5時間攪拌し、不溶物をろ取した。その後ろ取した白色結晶を水1 Lに入れて1時間懸濁し、水をろ別し、白色結晶として化合物(1-2)を30 g得た。

【0137】

(工程2)

工程1で得られた化合物(1-2) 15 gをトルエン200 mlに溶解し塩化ホスホリル6 mlを加えた後、内温90 で2時間攪拌した後、放冷した。次に、アミノアセトアルデヒドジエチルアセタール15 gを100 mlのアセトニトリルに溶解し、トリエチルアミン45 mlを加えた溶液を調製し、先程放冷した溶液を内温50 以下で滴下した。その後酢酸エチル200 mlと飽和食塩水50 mlを加え、分液後、有機層を硫酸マグネシウムで乾燥し、除去後、溶媒を濃縮することで中間体のアミジン、化合物(1-3)を粗結晶で得た。

10

【0138】

(工程3)

工程2で得られた化合物(1-3) 全量をトルエン150 mlに溶解し、リン酸25 gと水60 mlを加え、エステル管をつけて2時間還流した。次に氷冷下水酸化カリウム36 gを水57 mlに溶解した溶液を30分かけて滴下した後、酢酸エチル200 mlと飽和食塩水50 mlを加え、珪藻土濾過を行った後、分液し、有機層を硫酸マグネシウムで乾燥し、除去後溶媒を濃縮したものをヘプタン-酢酸エチルで再結晶することで、白色固体として化合物(1-4)を7 g得た。

20

【0139】

(工程4)

窒素雰囲気下で、工程3で得られた化合物(1-4) 5 gを脱水トルエンに溶解し、脱水ジイソプロピルアミンと1, 3, 5-トリエチニルベンゼンを加え、攪拌下、テトラキストリフェニルホスフィンパラジウム(0)とヨウ化銅(I)を加え内温60度で2日間攪拌した。その後酢酸エチル50 mlと飽和食塩水50 mlを加え、分液し、有機層を硫酸マグネシウムで乾燥し、除去後溶媒を濃縮したものをシリカゲルカラムクロマトグラフィーで精製し、2.2 gの化合物(1-5)を得た。

30

【0140】

(工程5)

工程4で得た化合物(1-5) 500 mgをテトラヒドロフラン50 mlとエタノール20 mlに溶解し、パラジウム-炭素(5%) 0.25 gを加え、水素添加を行い、配位子A1を500 mg得た。

配位子A1の構造はマススペクトル及び¹H-NMRで確認した。

【0141】

《化合物例1C-27の合成》

(工程6)

窒素雰囲気下、工程5で得た配位子A1 500 mgに、トリス(アセチルアセトナト)イリジウム(III) 180 mg、エチレングリコール35 ml及びグリセリン10 mlを加え内温160 で15時間加熱し、この反応液を室温に戻した後メタノール50 mlで薄めて沈殿物をろ取した。更に得られた沈殿をメタノールで洗浄し、乾燥後、化合物例1C-27を80 mg得た。

40

化合物例1C-27の構造はマススペクトル及び¹H-NMRで確認した。

【0142】

《有機EL素子の構成層》

本発明の有機EL素子の構成層について説明する。本発明において、有機EL素子の層構成の好ましい具体例を以下に示すが、本発明はこれらに限定されない。

(i) 陽極/発光層ユニット/電子輸送層/陰極

50

(ii) 陽極 / 正孔輸送層 / 発光層ユニット / 電子輸送層 / 陰極

(iii) 陽極 / 正孔輸送層 / 発光層ユニット / 正孔阻止層 / 電子輸送層 / 陰極

(iv) 陽極 / 正孔輸送層 / 発光層ユニット / 正孔阻止層 / 電子輸送層 / 陰極バッファ層 / 陰極

(v) 陽極 / 陽極バッファ層 / 正孔輸送層 / 発光層ユニット / 正孔阻止層 / 電子輸送層 / 陰極バッファ層 / 陰極

【0143】

更に、発光層ユニットは複数の発光層の間に非発光性の中間層を有していてもよく、該中間層が電荷発生層であるようなマルチフォトンユニット構成であってもよい。この場合、電荷発生層としては、ITO（インジウム・錫酸化物）、IZO（インジウム・亜鉛酸化物）、 ZnO_2 、TiN、ZrN、HfN、 TiO_x 、 VO_x 、CuI、InN、GaN、 $CuAlO_2$ 、 $CuGaO_2$ 、 $SrCu_2O_2$ 、 LaB_6 、 RuO_2 などの導電性無機化合物層や、Au/Bi₂O₃等の2層膜や、 $SnO_2/Ag/SnO_2$ 、 $ZnO/Ag/ZnO$ 、 $Bi_2O_3/Au/Bi_2O_3$ 、 $TiO_2/TiN/TiO_2$ 、 $TiO_2/ZrN/TiO_2$ 等の多層膜、またC60等のフラレン類、オリゴチオフェン等の導電性有機物層、金属フタロシアニン類、無金属フタロシアニン類、金属ポルフィリン類、無金属ポルフィリン類等の導電性有機化合物層などが挙げられる。本発明の有機EL素子における発光層としては白色発光層であることが好ましく、これらを用いた照明装置であることが好ましい。白色発光層であれば、有機EL素子が白色発光する。

10

なお、阻止層としては正孔阻止層の他に、電子阻止層を用いることもできる。

20

【0144】

本発明の有機EL素子を構成する各層について説明する。

《発光層》

本発明に係る発光層は、電極または電子輸送層、正孔輸送層から注入されてくる電子及び正孔が再結合して発光する層であり、発光する部分は発光層の層内であっても発光層と隣接層との界面であってもよい。

発光層の膜厚の総和は特に制限はないが、膜の均質性や、発光時に不必要な高電圧を印加するのを防止し、かつ、駆動電流に対する発光色の安定性向上の観点から、2nm～5μmの範囲に調整することが好ましく、更に好ましくは2nm～200nmの範囲に調整され、特に好ましくは、5nm～100nmの範囲である。

30

【0145】

発光層の作製には、後述する発光ドーパントやホスト化合物を、例えば、真空蒸着法、湿式法（ウェットプロセスともいい、例えば、スピコート法、キャスト法、ダイコート法、ブレードコート法、ロールコート法、インクジェット法、印刷法、スプレーコート法、カーテンコート法、LB法（ラングミュア・プロジェクト（Langmuir-Blodgett法））等を挙げることができる。）等により成膜して形成することができる。（本発明の化合物を発光層に用いる場合、ウェットプロセスで作製することが好ましい。）

【0146】

本発明の有機EL素子の発光層には、発光ドーパント（リン光発光性ドーパント（リン光ドーパント、リン光発光性ドーパント基ともいう）や蛍光ドーパント等）化合物と、ホスト化合物（発光ホスト化合物ともいう）とを含有することが好ましい。

40

（発光性ドーパント化合物）

発光性ドーパント化合物（発光ドーパント、単にドーパントともいう）について説明する。

発光性ドーパントとしては、蛍光ドーパント（蛍光性化合物ともいう）、リン光ドーパント（リン光発光体、リン光性化合物、リン光発光性化合物等ともいう）を用いることができる。

【0147】

（リン光ドーパント（リン光発光ドーパントともいう））

50

本発明に係るリン光ドーパントについて説明する。

本発明に係るリン光ドーパント化合物は、励起三重項からの発光が観測される化合物であり、具体的には室温（25℃）にてリン光発光する化合物であり、リン光量子収率が、25℃において0.01以上の化合物であると定義されるが、好ましいリン光量子収率は0.1以上である。

【0148】

上記リン光量子収率は、第4版実験化学講座7の分光IIの398頁（1992年版、丸善）に記載の方法により測定できる。溶液中でのリン光量子収率は種々の溶媒を用いて測定できるが、本発明に係るリン光ドーパントは、任意の溶媒のいずれかにおいて上記リン光量子収率（0.01以上）が達成されればよい。

10

リン光ドーパントの発光は原理としては2種挙げられ、1つはキャリアが輸送されるホスト化合物上でキャリアの再結合が起こって発光性ホスト化合物の励起状態が生成し、このエネルギーをリン光ドーパントに移動させることでリン光ドーパントからの発光を得るというエネルギー移動型である。もう1つはリン光ドーパントがキャリアトラップとなり、リン光ドーパント上でキャリアの再結合が起こり、リン光ドーパント化合物からの発光が得られるというキャリアトラップ型である。いずれの場合においても、リン光ドーパントの励起状態のエネルギーはホスト化合物の励起状態のエネルギーよりも低いことが条件である。

【0149】

本発明の有機EL素子は、発光層の少なくとも1つがリン光発光性の有機金属錯体（リン光発光ドーパント、リン光ドーパント等ともいう）を含有するが、該リン光発光性の有機金属錯体としては、本発明の有機EL素子の材料である、一般式（1）または（2）で表される6座配位型オルトメタルイリジウム錯体を含有することが好ましい。

20

また、本発明に係る発光層には、以下の特許公報に記載されている従来公知の化合物等を併用してもよい。

【0150】

例えば、国際公開第00/70655号パンフレット、特開2002-280178号公報、特開2001-181616号公報、特開2002-280179号公報、特開2001-181617号公報、特開2002-280180号公報、特開2001-247859号公報、特開2002-299060号公報、特開2001-313178号公報、特開2002-302671号公報、特開2001-345183号公報、特開2002-324679号公報、国際公開第02/15645号パンフレット、特開2002-332291号公報、特開2002-50484号公報、特開2002-332292号公報、特開2002-83684号公報、特表2002-540572号公報、特開2002-117978号公報、特開2002-338588号公報、特開2002-170684号公報、特開2002-352960号公報、国際公開第01/93642号パンフレット、特開2002-50483号公報、特開2002-100476号公報、特開2002-173674号公報、特開2002-359082号公報、特開2002-175884号公報、特開2002-363552号公報、特開2002-184582号公報、特開2003-7469号公報、特表2002-525808号公報、特開2003-7471号公報、特表2002-525833号公報、特開2003-31366号公報、特開2002-226495号公報、特開2002-234894号公報、特開2002-235076号公報、特開2002-241751号公報、特開2001-319779号公報、特開2001-319780号公報、特開2002-62824号公報、特開2002-100474号公報、特開2002-203679号公報、特開2002-343572号公報、特開2002-203678号公報等である。

30

40

【0151】

（蛍光ドーパント（蛍光性化合物ともいう））

蛍光ドーパントとしては、クマリン系色素、ピラン系色素、シアニン系色素、クロコニウム系色素、スクアリウム系色素、オキソベンツアントラセン系色素、フルオレセイン系

50

色素、ローダミン系色素、ピリリウム系色素、ペリレン系色素、スチルベン系色素、ポリチオフェン系色素、または希土類錯体系蛍光体等や、レーザー色素に代表される蛍光量子収率が高い化合物が挙げられる。

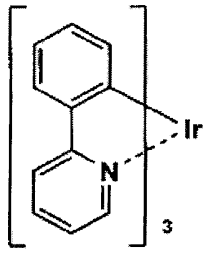
また発光ドーパントは、複数種の化合物を併用して用いてもよく、構造の異なるリン光ドーパント同士の組み合わせや、リン光ドーパントと蛍光ドーパントを組み合わせ用いてもよい。

ここで、発光ドーパントとして、本発明に用いる一般式(1)で表わされる金属錯体と併用して用いてもよい従来公知の発光ドーパントの具体例を挙げるが、本発明はこれらに限定されない。

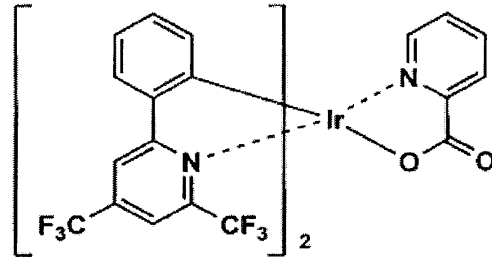
【0152】

【化67】

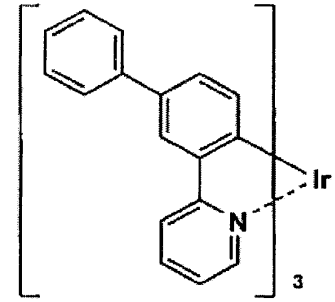
D-1



D-2

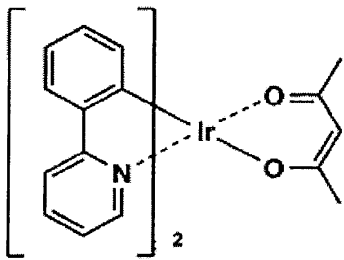


D-3

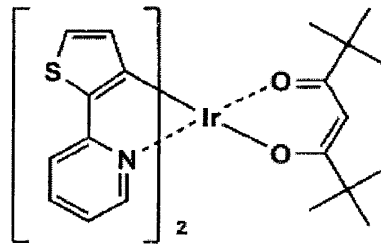


10

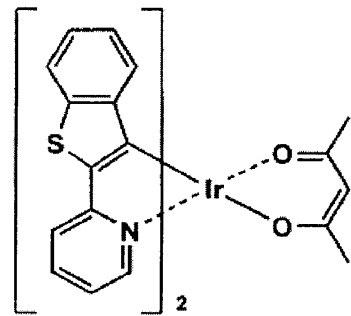
D-4



D-5

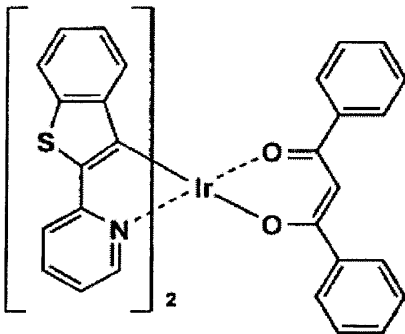


D-6

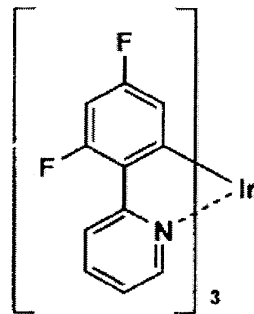


20

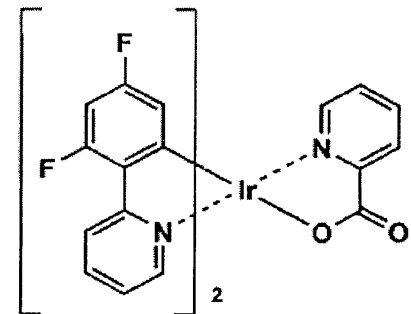
D-7



D-8

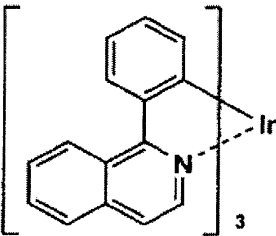


D-9

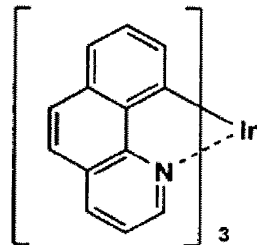


30

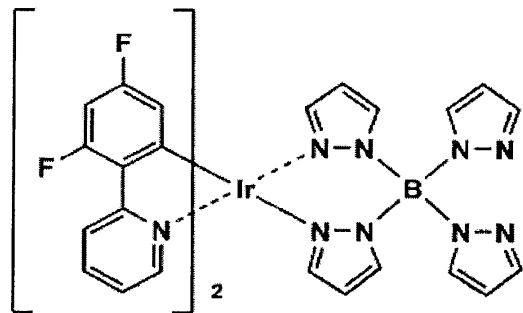
D-10



D-11



D-12

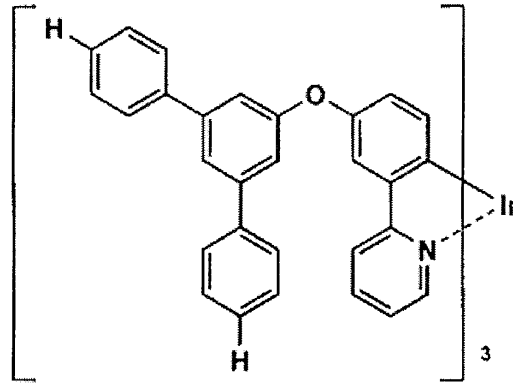


40

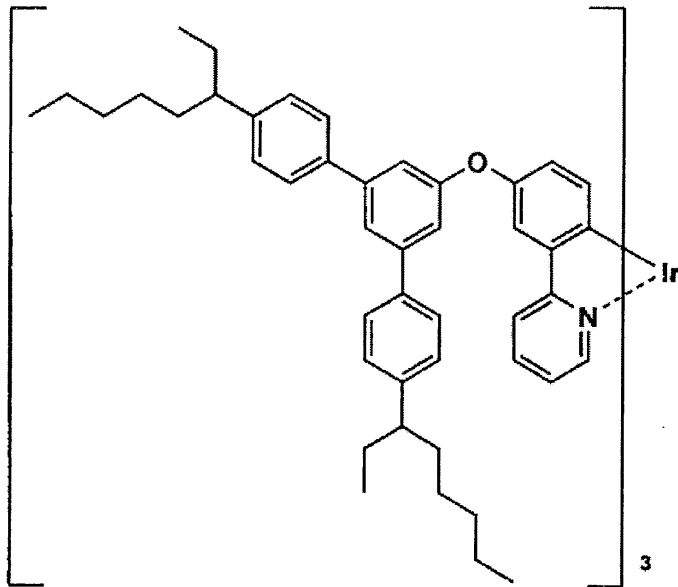
【0153】

【化 6 8】

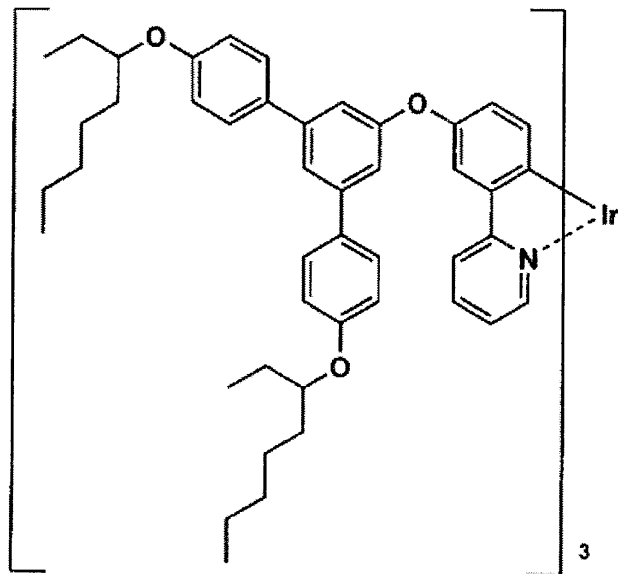
D-13



D-14



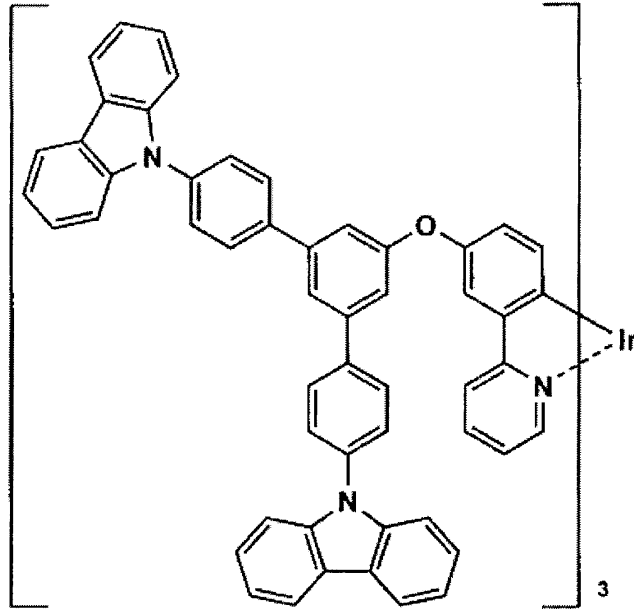
D-15



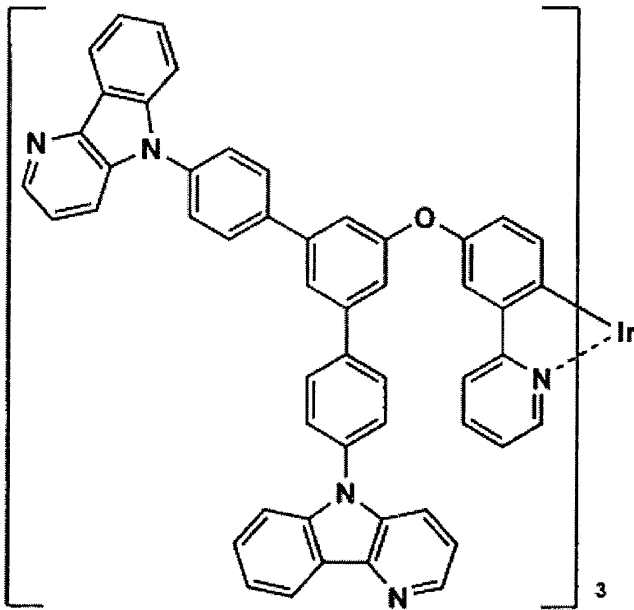
【 0 1 5 4】

【化 6 9】

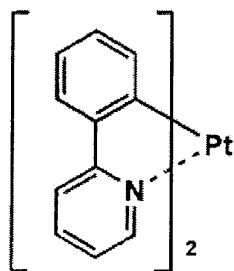
D-16



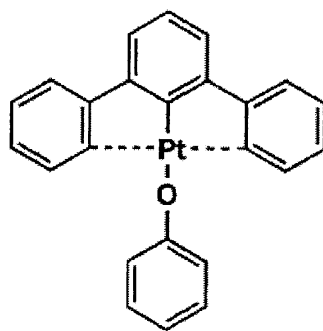
D-17



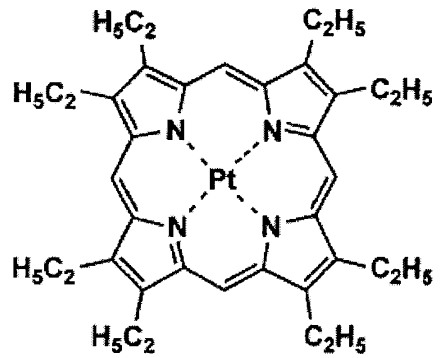
D-18



D-19



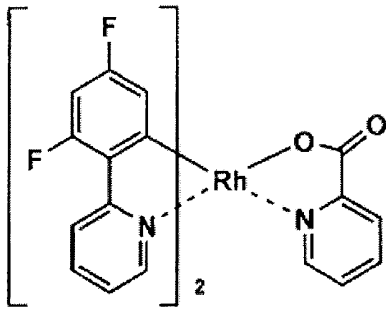
D-20



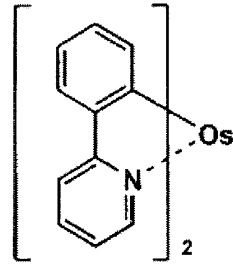
【 0 1 5 5】

【化70】

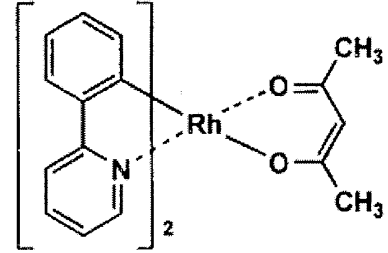
D-21



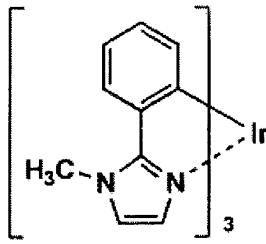
D-22



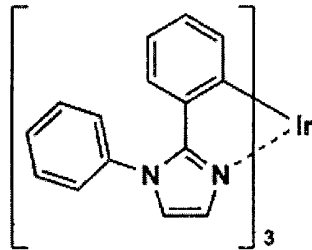
D-23



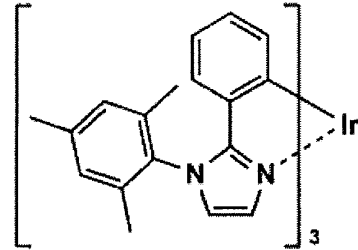
D-24



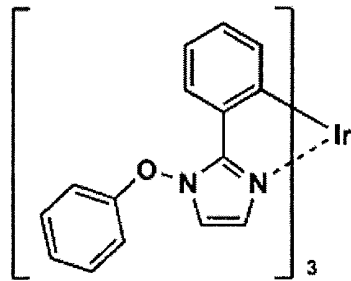
D-25



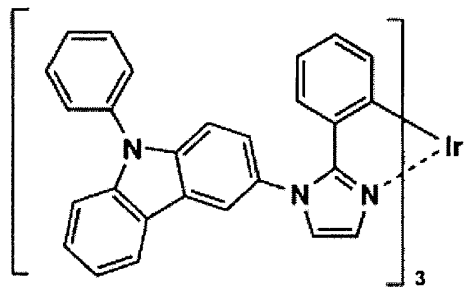
D-26



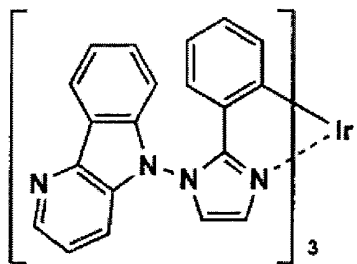
D-27



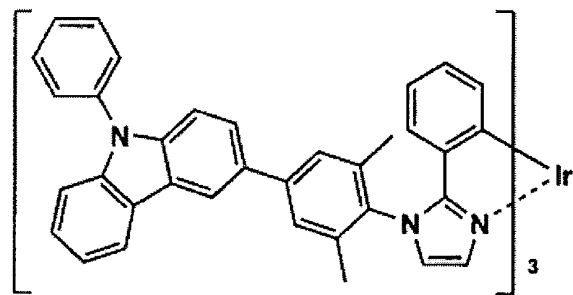
D-28



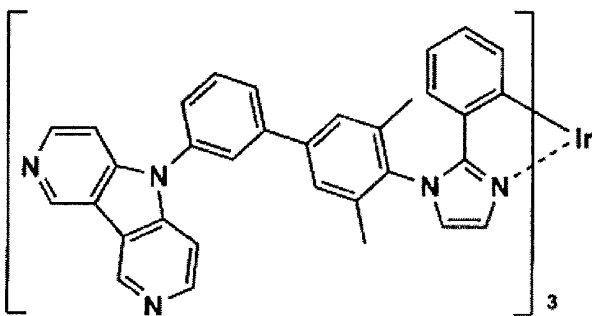
D-29



D-30



D-31



【0156】

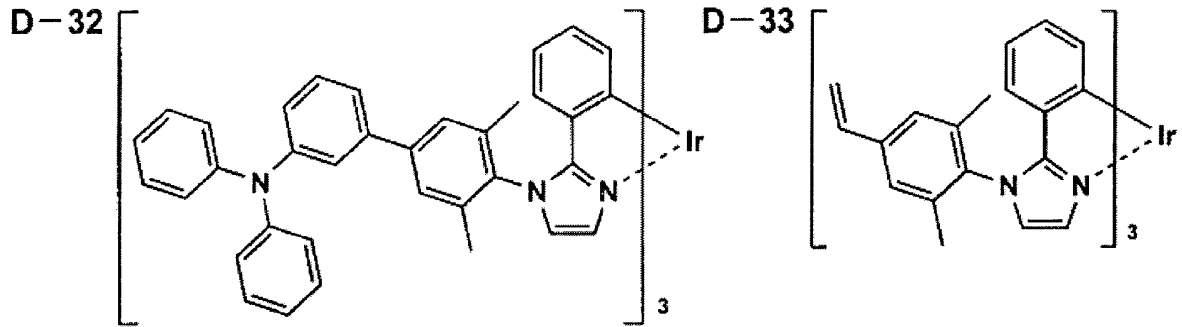
10

20

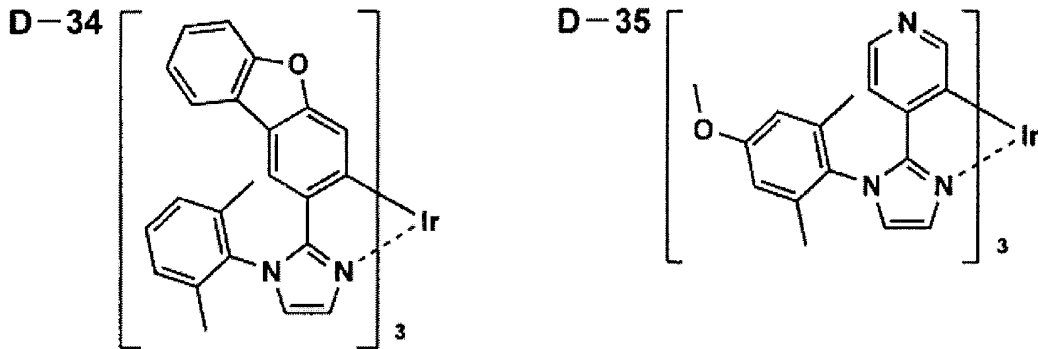
30

40

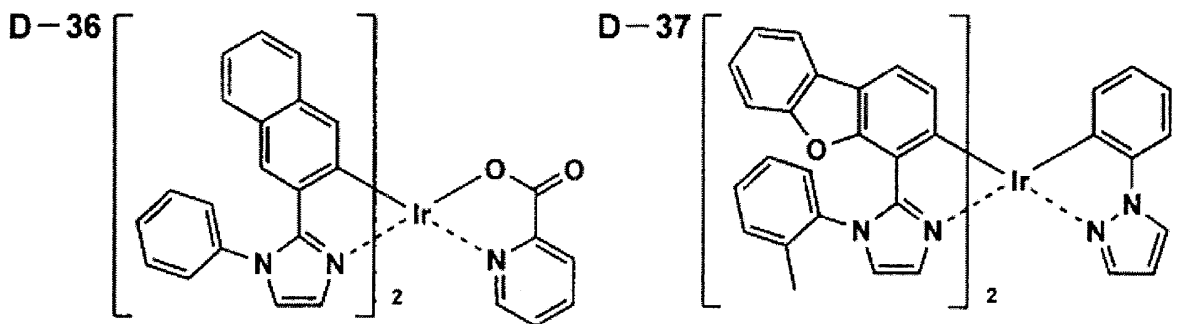
【化71】



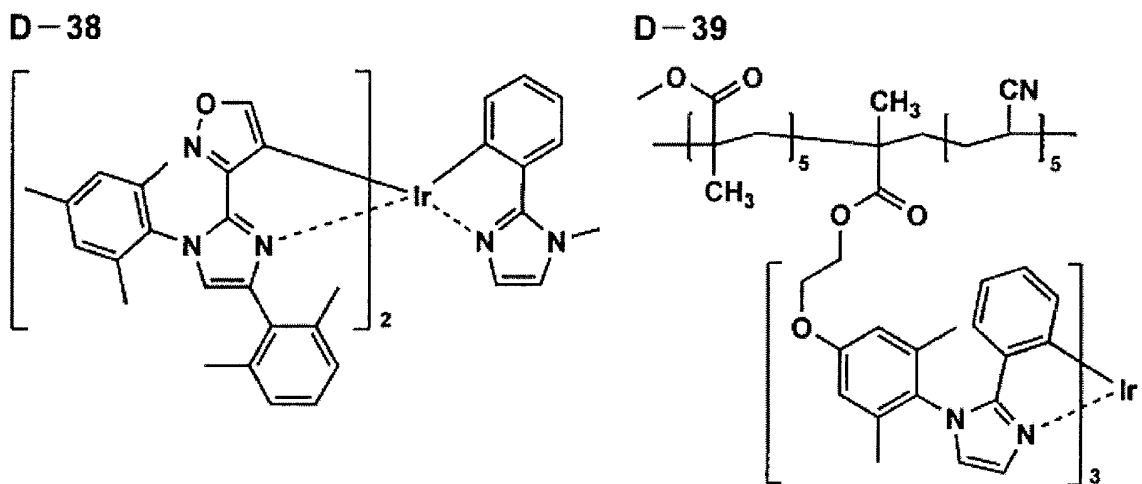
10



20



30

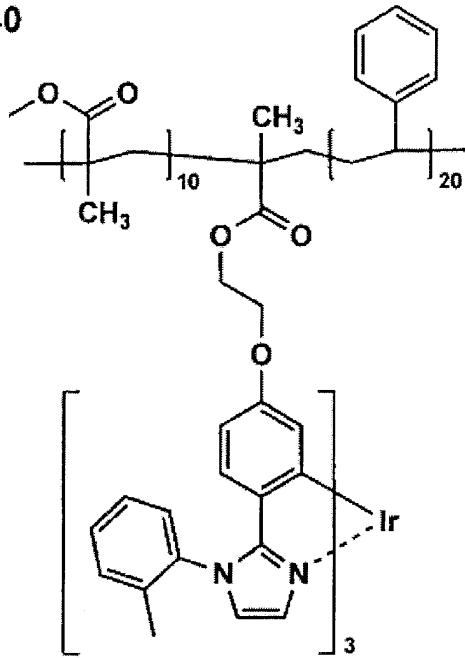


40

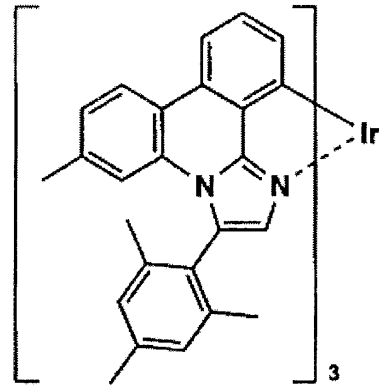
【0157】

【化 7 2】

D-40



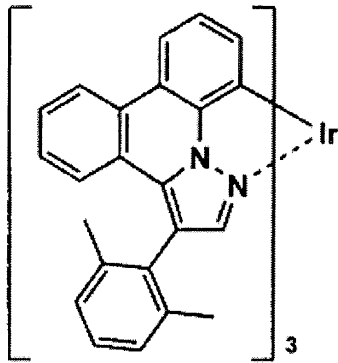
D-41



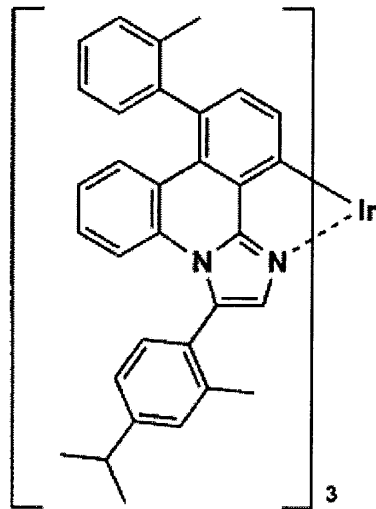
10

20

D-42



D-43

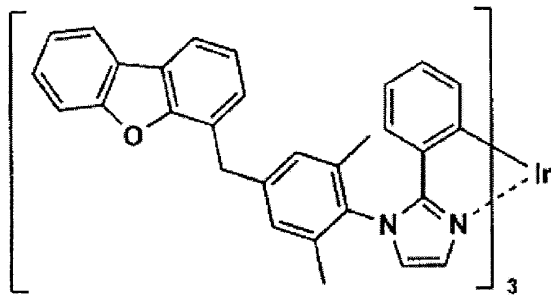


30

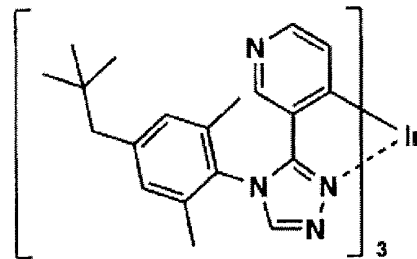
【 0 1 5 8 】

【化73】

D-44

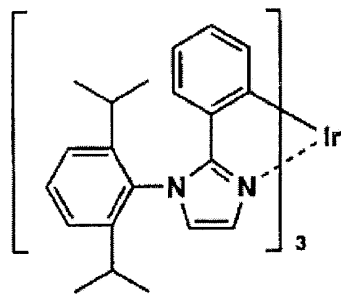


D-45

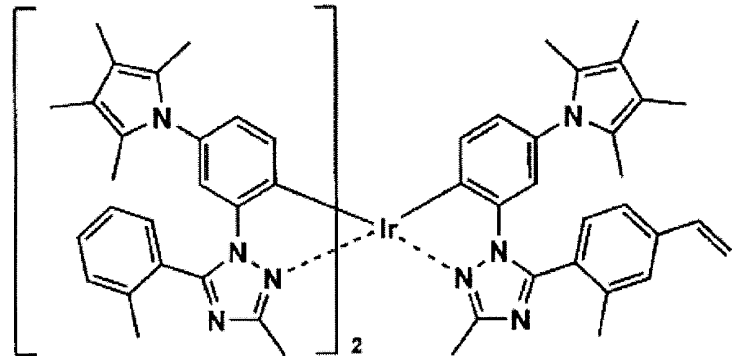


10

D-46



D-47



20

【0159】

(発光ホスト化合物(発光ホスト等ともいう))

本発明においてホスト化合物は、発光層に含有される化合物の中で、その層中での質量比が20%以上であり、且つ室温(25)においてリン光発光のリン光量子収率が、0.1未満の化合物と定義される。好ましくはリン光量子収率が0.01未満である。また、発光層に含有される化合物の中で、その層中での質量比が20%以上であることが好ましい。

30

また、発光ホスト化合物は、発光層の少なくとも1層に含有されていることが好ましい。さらには、発光ホスト化合物の少なくとも一つの水素原子が重水素原子で置換されていることが好ましく、すべての水素原子が重水素原子で置換されていることがより好ましい。

【0160】

本発明に用いることができる発光ホストとしては、特に制限はなく、従来有機EL素子で用いられる化合物を用いることができる。代表的にはカルバゾール誘導体、トリアリールアミン誘導体、芳香族誘導体、含窒素複素環化合物、チオフェン誘導体、フラン誘導体、オリゴアリーレン化合物等の基本骨格を有するもの、または、カルボリン誘導体やジアザカルバゾール誘導体(ここで、ジアザカルバゾール誘導体とは、カルボリン誘導体のカルボリン環を構成する炭化水素環の少なくとも1つの炭素原子が窒素原子で置換されているものを表す。)等が挙げられる。

40

本発明に用いることができる公知の発光ホストとしては正孔輸送能、電子輸送能を有しつつ、且つ、発光の長波長化を防ぎ、なおかつ高Tg(ガラス転移温度)である化合物が好ましい。

【0161】

また、本発明においては、従来公知の発光ホストを単独で用いてもよく、または複数種併用して用いてもよい。

発光ホストを複数種用いることで、電荷の移動を調整することが可能であり、有機EL

50

素子を高効率化することができる。

また、前記リン光ドープメントとして用いられる本発明の金属錯体及び/または従来公知の化合物を複数種用いることで、異なる発光を混ぜることが可能となり、これにより任意の発光色を得ることができる。

【0162】

また、本発明に用いられる発光ホストとしては、低分子化合物でも、繰り返し単位をもつ高分子化合物でもよく、ビニル基やエポキシ基のような重合性基を有する低分子化合物（重合性発光ホスト）でもよく、このような化合物を一種または複数種用いても良い。

公知の発光ホストの具体例としては、以下の文献に記載の化合物が挙げられる。

特開2001-257076号公報、同2002-308855号公報、同2001-313179号公報、同2002-319491号公報、同2001-357977号公報、同2002-334786号公報、同2002-8860号公報、同2002-334787号公報、同2002-15871号公報、同2002-334788号公報、同2002-43056号公報、同2002-334789号公報、同2002-75645号公報、同2002-338579号公報、同2002-105445号公報、同2002-343568号公報、同2002-141173号公報、同2002-352957号公報、同2002-203683号公報、同2002-363227号公報、同2002-231453号公報、同2003-3165号公報、同2002-234888号公報、同2003-27048号公報、同2002-255934号公報、同2002-260861号公報、同2002-280183号公報、同2002-299060号公報、同2002-302516号公報、同2002-305083号公報、同2002-305084号公報、同2002-308837号公報等。

【0163】

以下、本発明の有機EL素子の発光層の発光ホストとして用いられる具体例を挙げるが、本発明はこれらに限定されない。

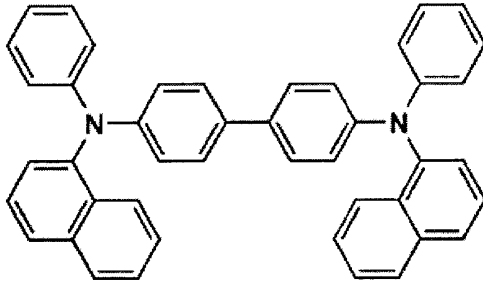
【0164】

10

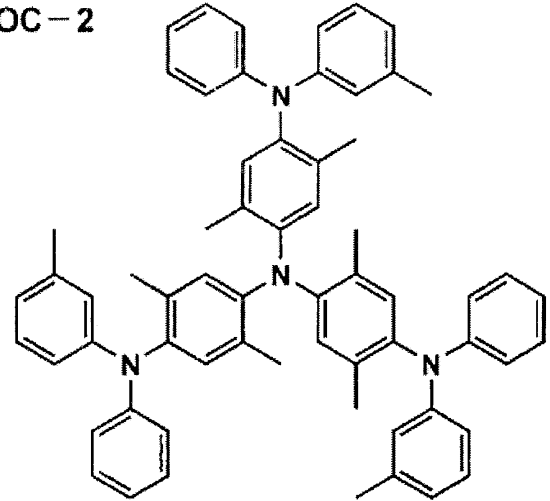
20

【化74】

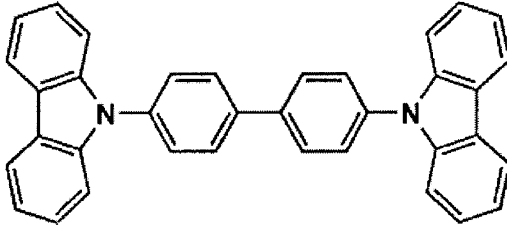
OC-1



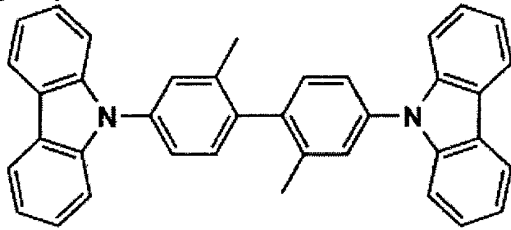
OC-2



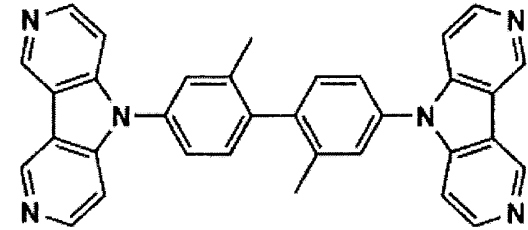
OC-3



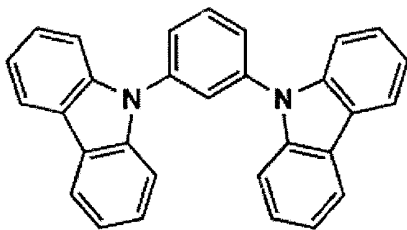
OC-4



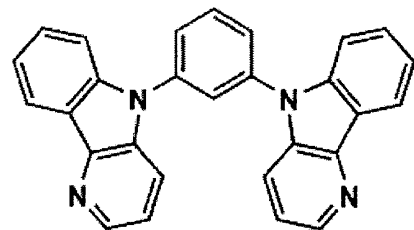
OC-5



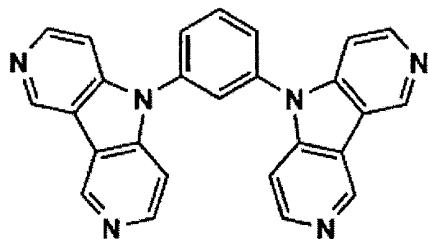
OC-6



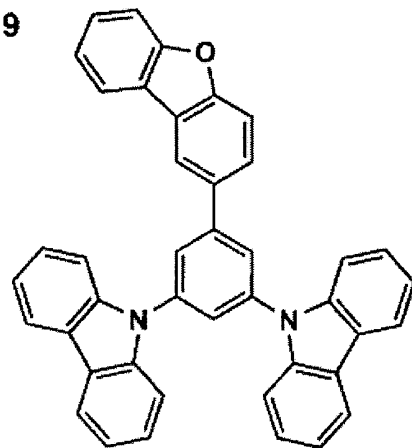
OC-7



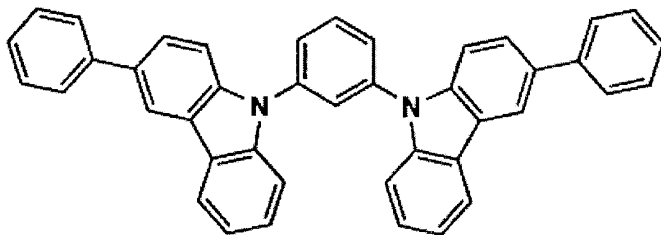
OC-8



OC-9



OC-10



10

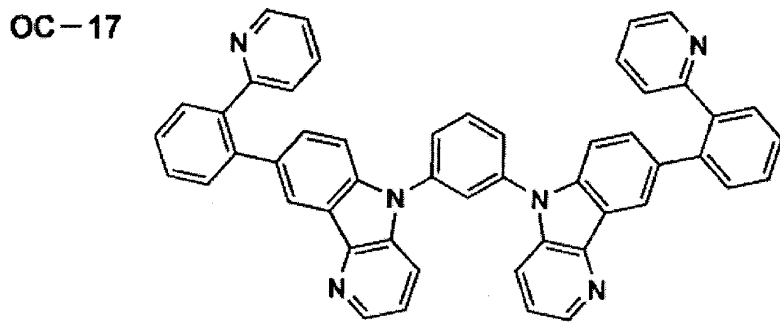
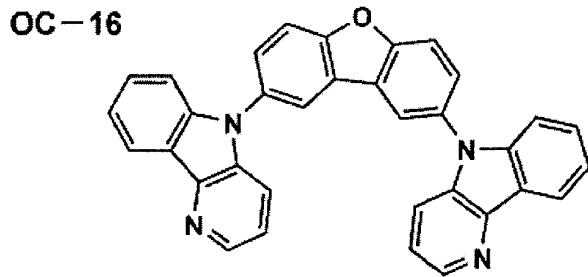
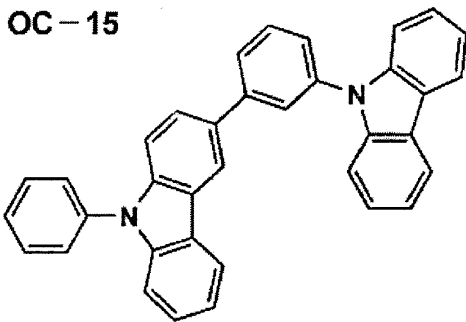
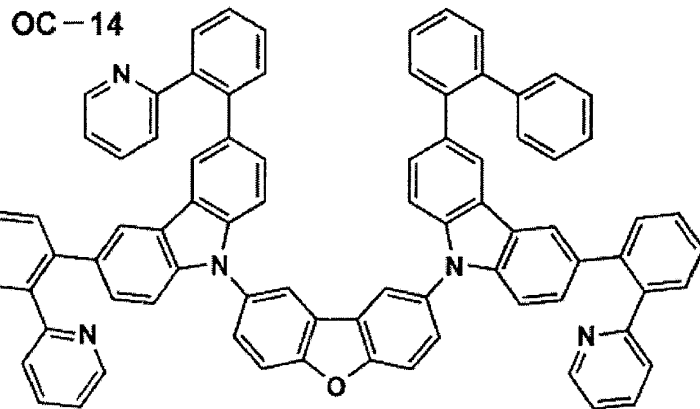
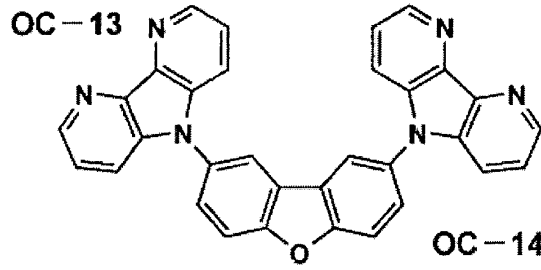
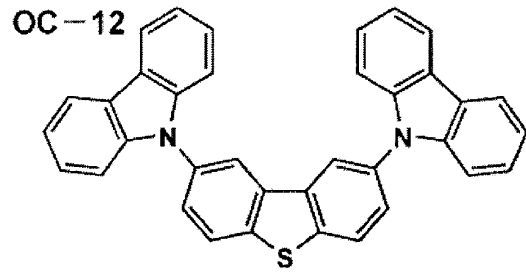
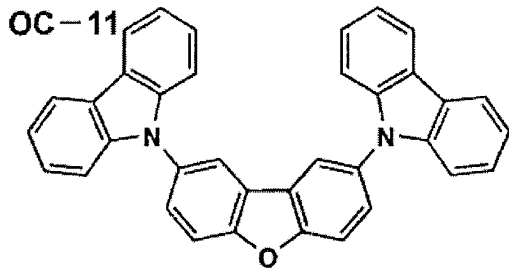
20

30

40

【0165】

【化 7 5】



10

20

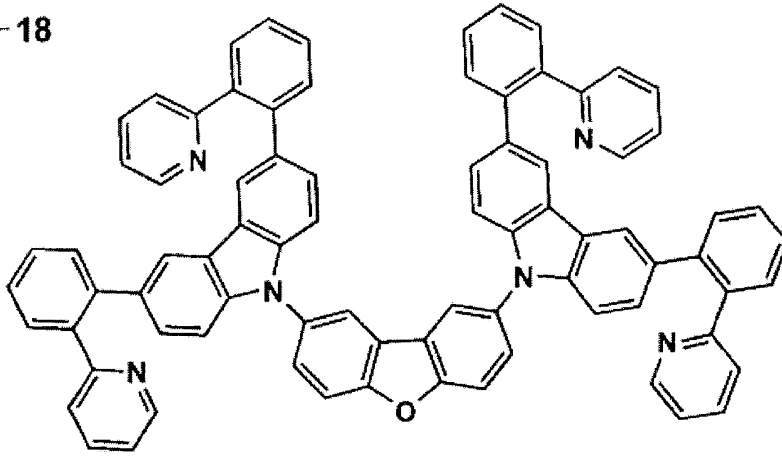
30

40

【 0 1 6 6 】

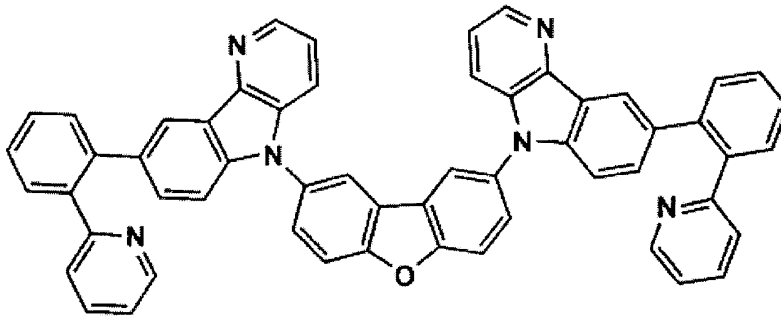
【化76】

OC-18



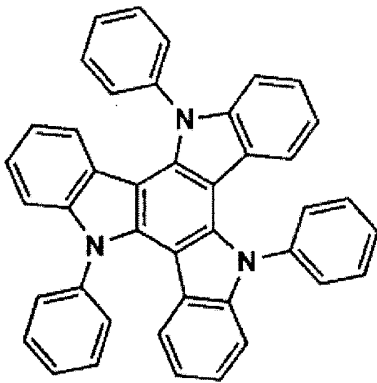
10

OC-19

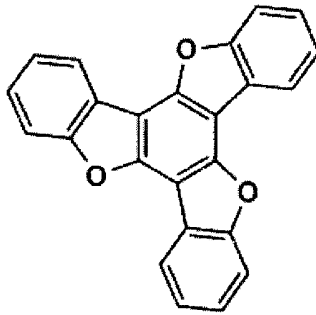


20

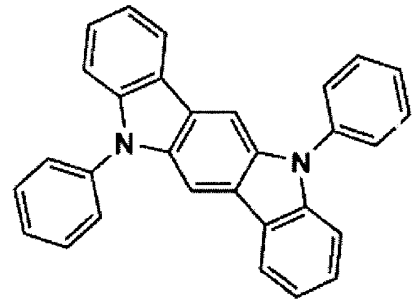
OC-20



OC-21

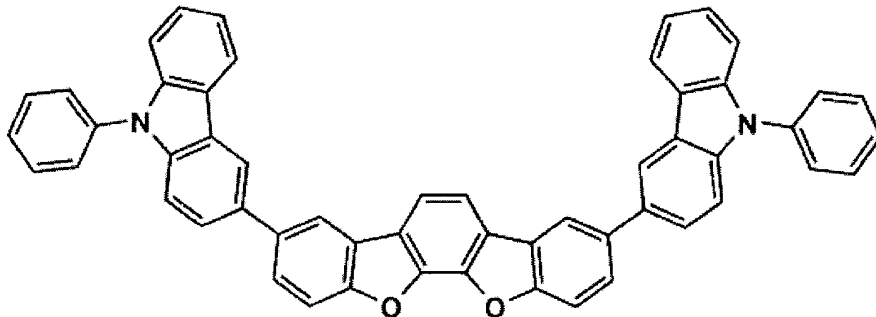


OC-22



30

OC-23

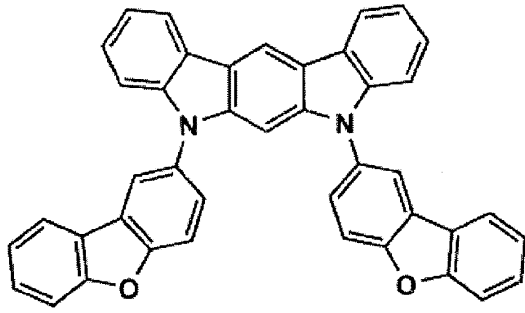


40

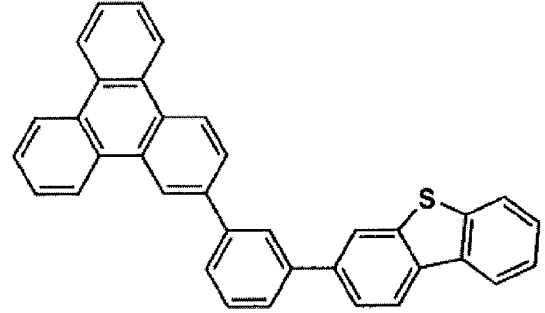
【0167】

【化 7 7】

OC-24

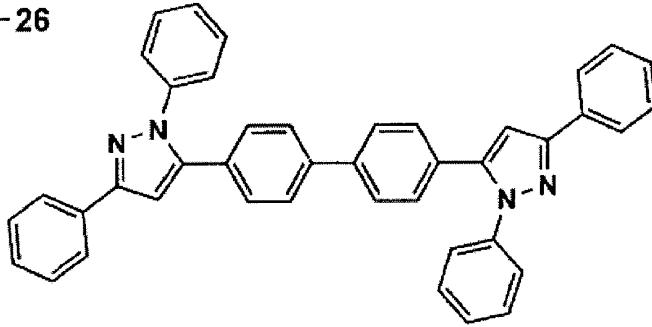


OC-25



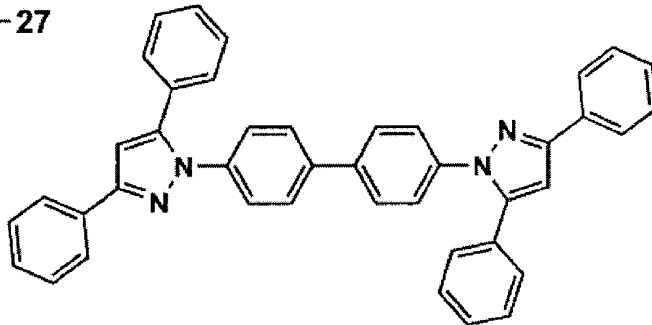
10

OC-26



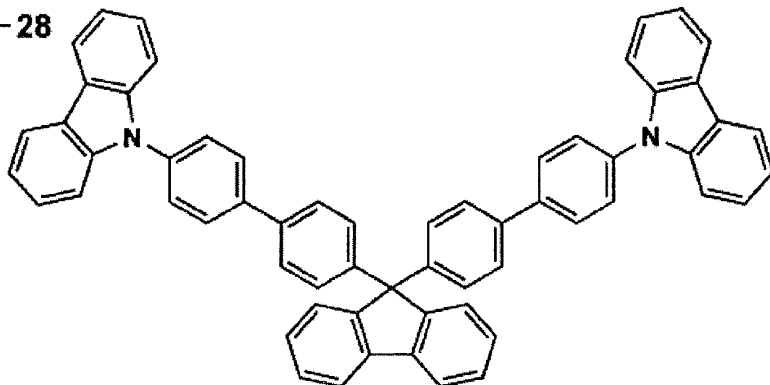
20

OC-27



30

OC-28

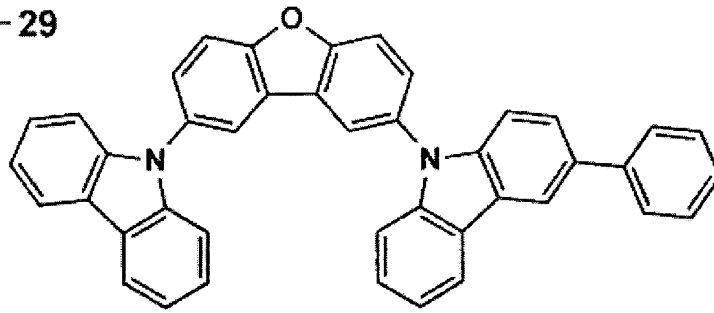


40

【 0 1 6 8 】

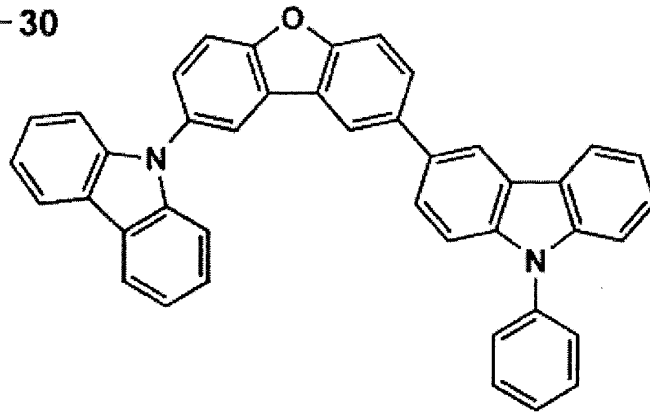
【化 7 8】

OC-29



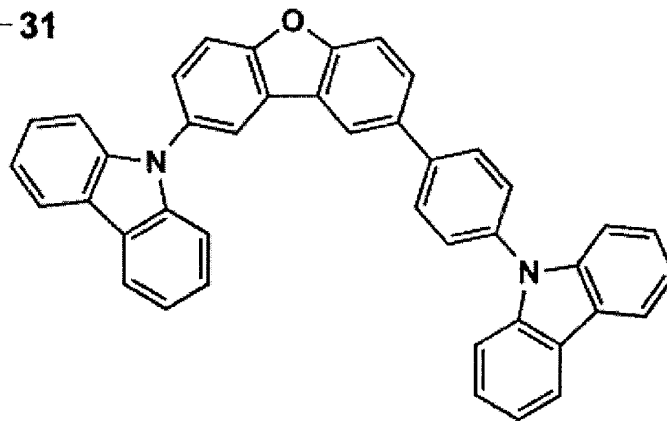
10

OC-30



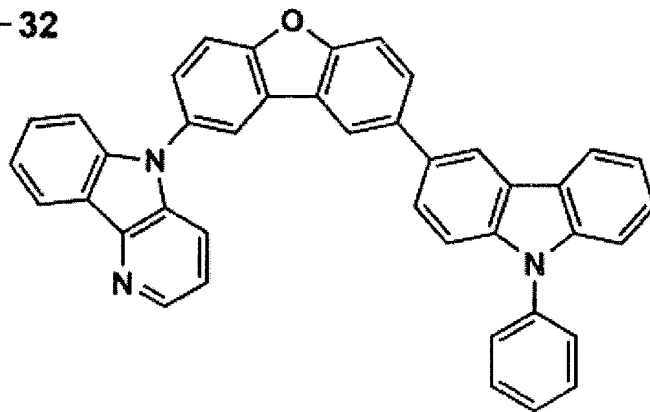
20

OC-31



30

OC-32

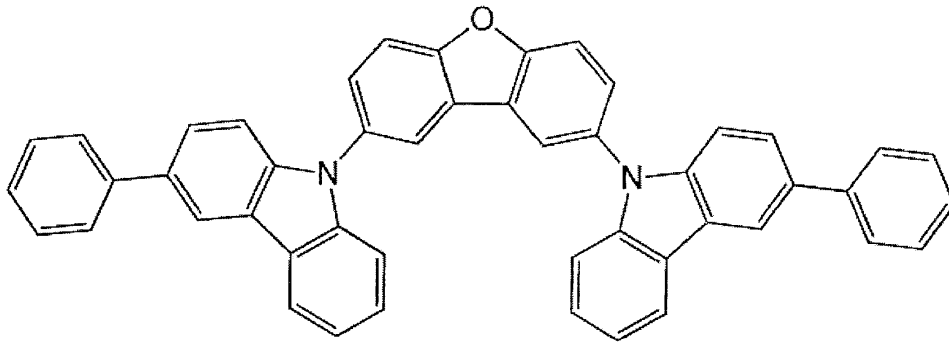


40

【 0 1 6 9】

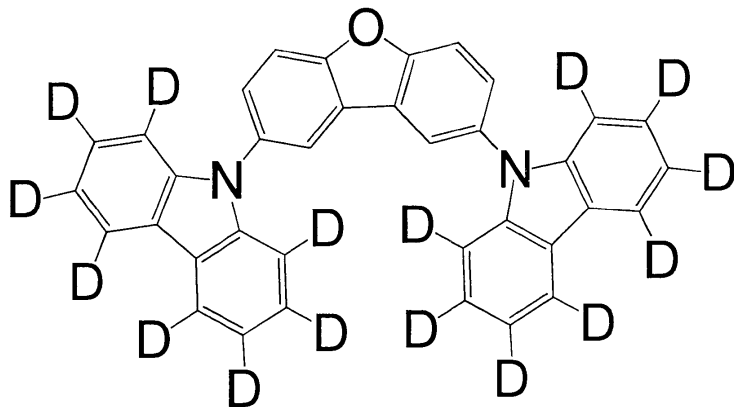
【化79】

OC-33



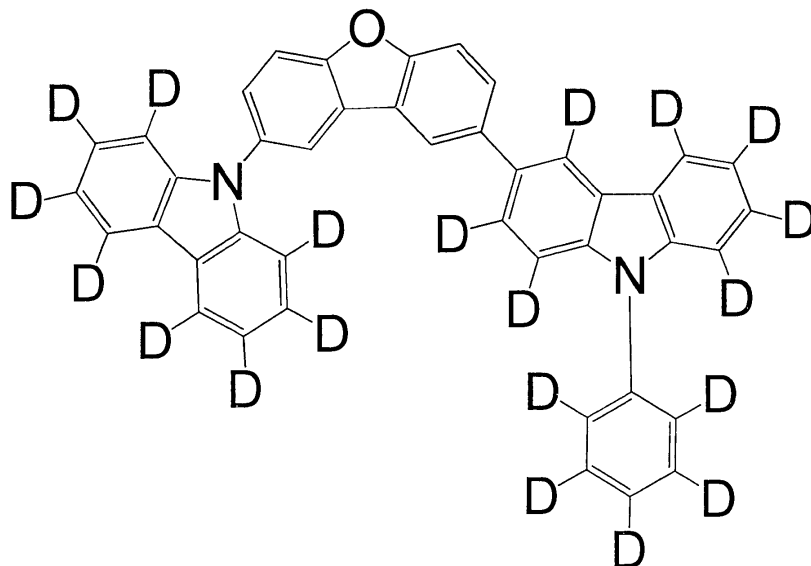
10

OC-11d



20

OC-30d



30

40

【0170】

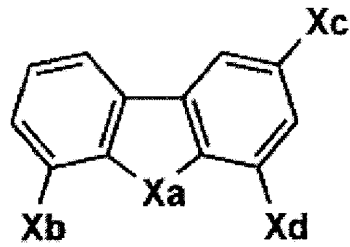
更に、本発明の有機EL素子の発光層の発光ホストとして特に好ましいものは、下記一般式(B)で表される化合物である。

【0171】

50

【化80】

一般式(B)



10

【0172】

〔式中、XaはOまたはSを表し、Xb、Xc、Xdは、各々水素原子、置換基または下記一般式(C)で表される基を表し、Xb、Xc、Xdのうち少なくとも1つは下記一般式(C)を表し、該一般式(C)で表される基のうち少なくとも1つはArがカルバゾリル基を表す。〕

【0173】

一般式(C)



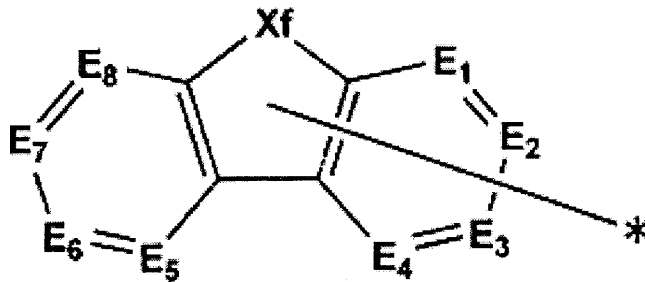
〔式中、L₄は芳香族炭化水素環または芳香族複素環から導出される2価の連結基を表す。nは0または1~3の整数を表し、nが2以上の場合複数のL₄は同じでも異なってもよい。*は一般式(B)との連結部位を表す。Arは下記一般式(D)で表される基を表す。〕

20

【0174】

【化81】

一般式(D)



30

【0175】

〔式中、XfはN(R)、OまたはSを表し、E₁~E₈はC(R₁)またはNを表し、R及びR₁は水素原子、置換基またはL₄との連結部位を表す。*はL₄との連結部位を表す。〕

40

【0176】

上記一般式(B)で表される化合物においては、好ましくは、Xb、Xc、Xdのうち少なくとも2つは前記一般式(C)で表され、より好ましくはXbが前記一般式(C)で表されかつ前記一般式(C)のArが置換基を有していてもよいカルバゾリル基を表し、更に好ましくはXbが前記一般式(C)で表されかつ前記一般式(C)のArが置換基を有していてもよいN位でL₄と連結したカルバゾリル基を表す。

また、Xcが一般式(C)で表されることが好ましく、更にXdが水素原子であることが好ましい。

【0177】

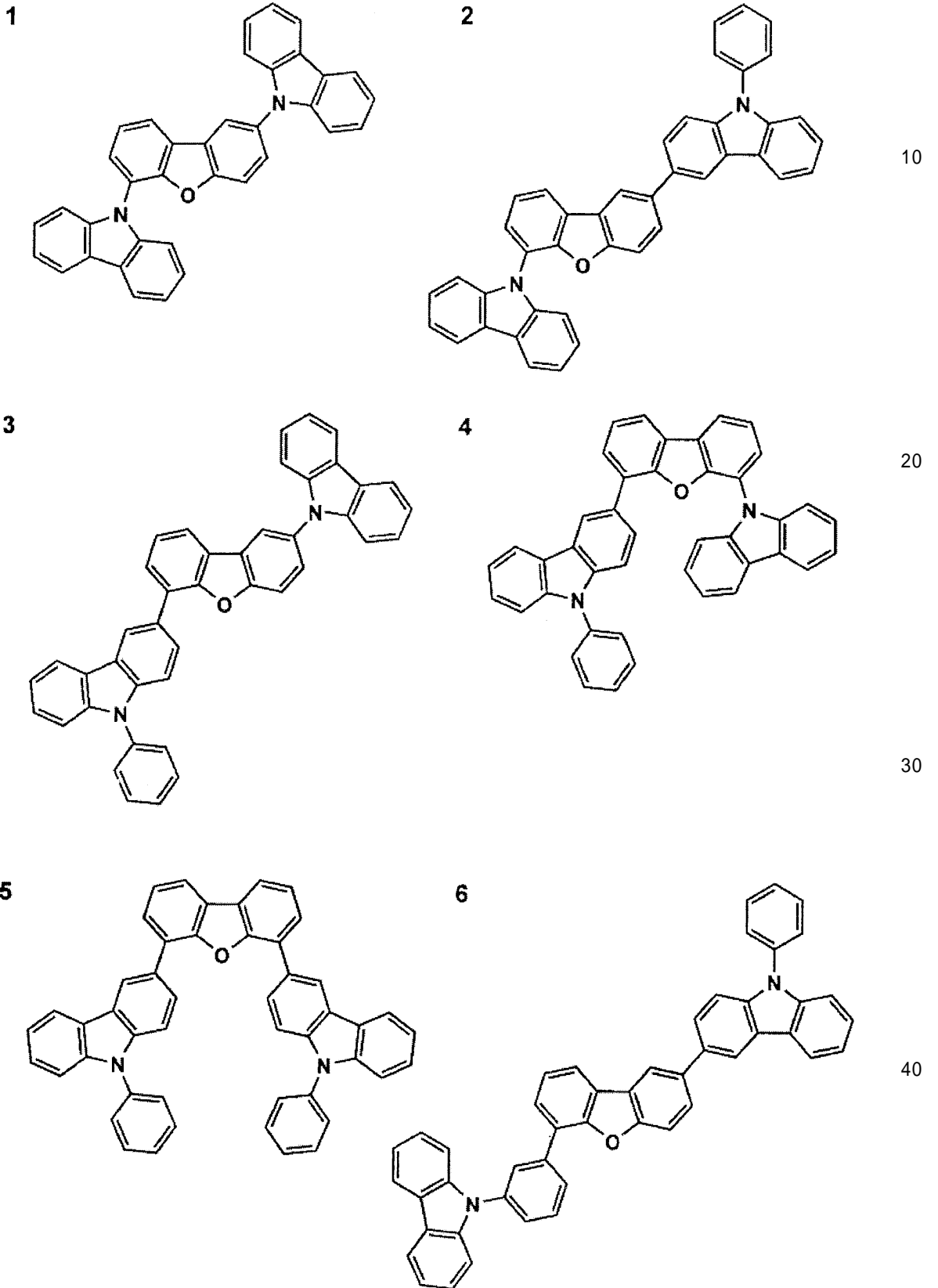
以下に、本発明の有機EL素子の発光層のホスト化合物(発光ホストともいう)として

50

好ましく用いられる一般式 (B) で表される化合物の具体例を挙げるが、本発明はこれらに限定されない。

【 0 1 7 8 】

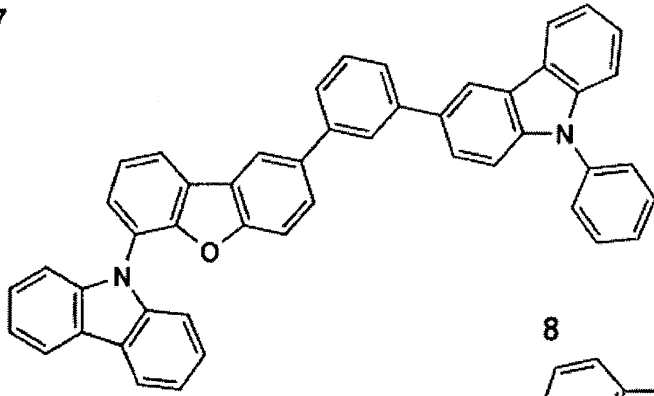
【 化 8 2 】



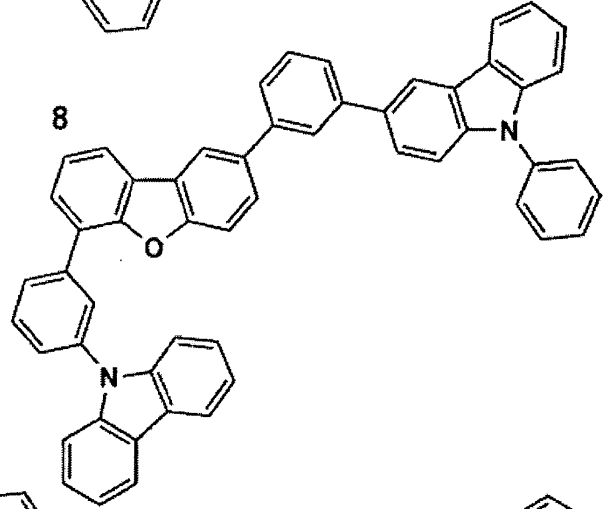
【 0 1 7 9 】

【化 8 3】

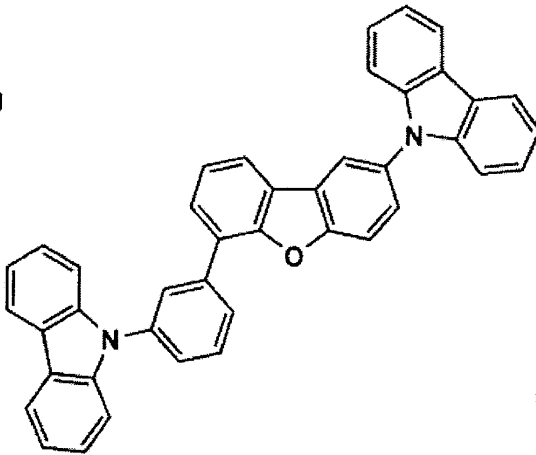
7



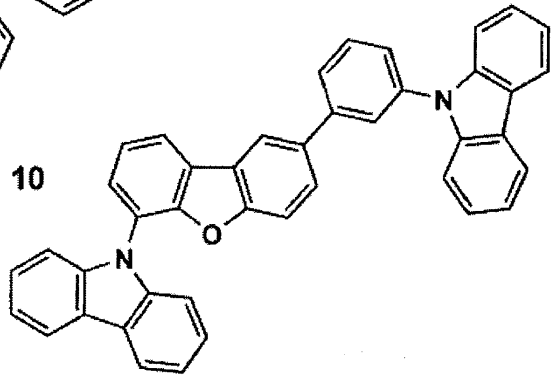
8



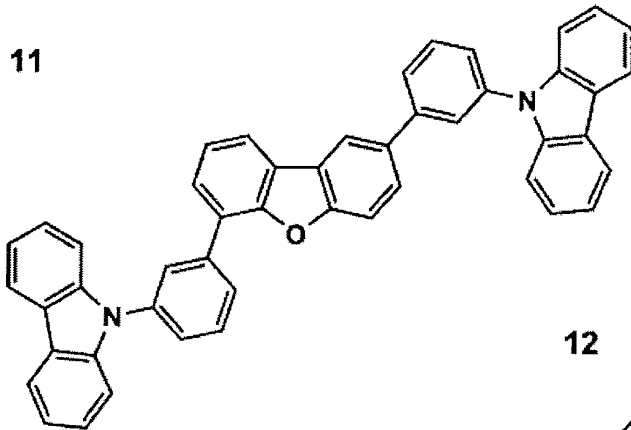
9



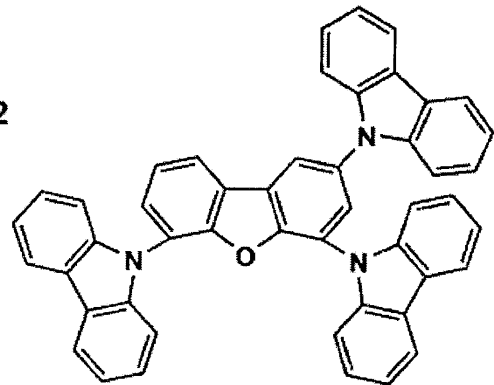
10



11



12



【 0 1 8 0 】

10

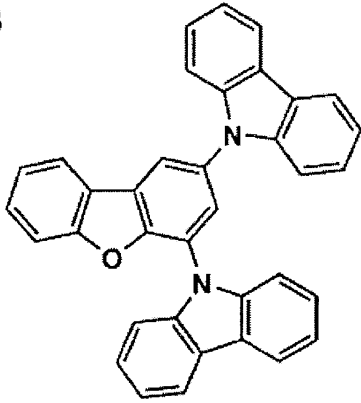
20

30

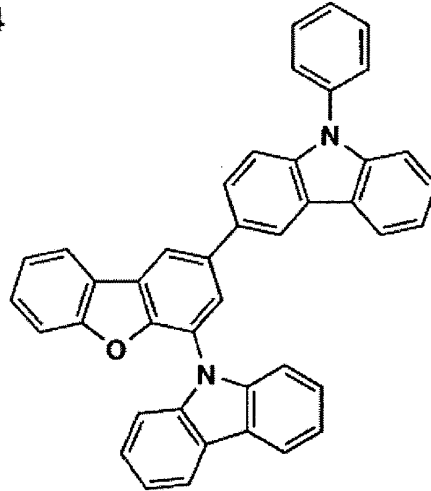
40

【化 8 4】

13

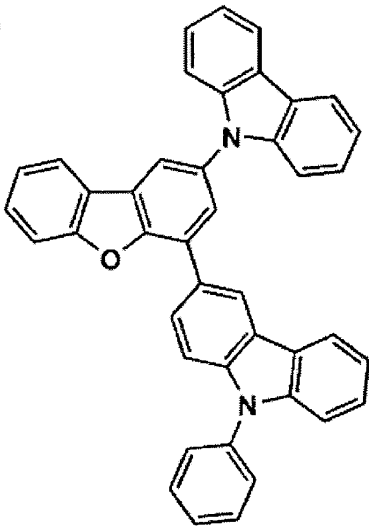


14

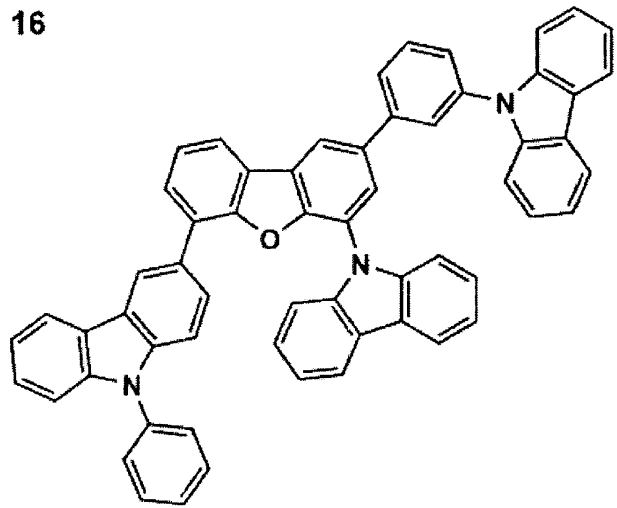


10

15

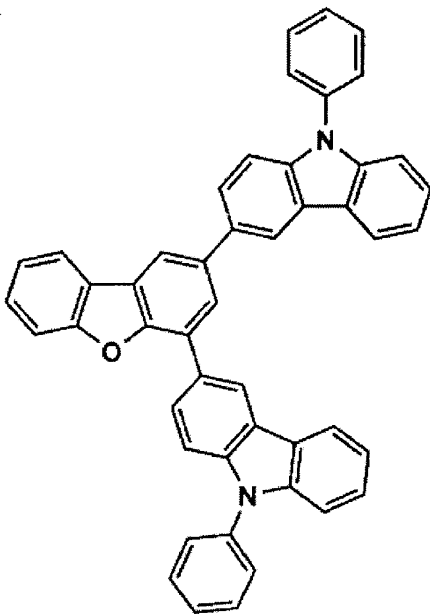


16

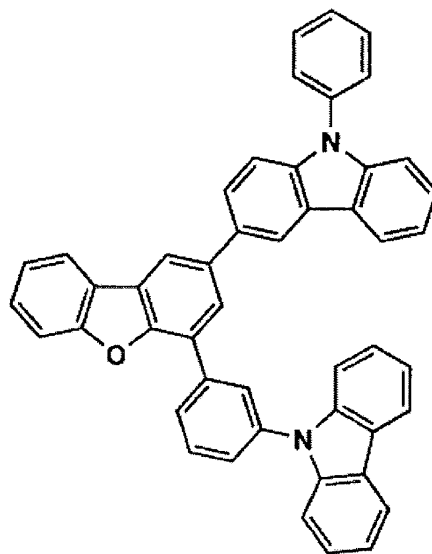


20

17



18



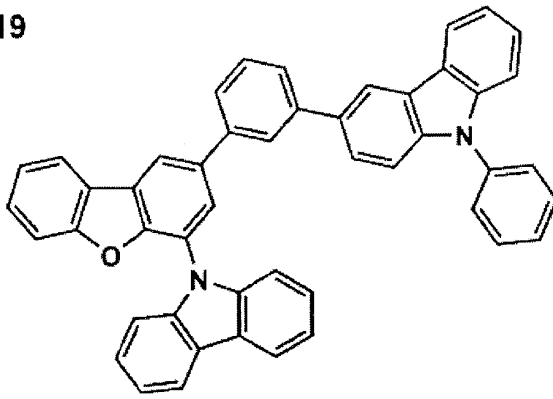
30

40

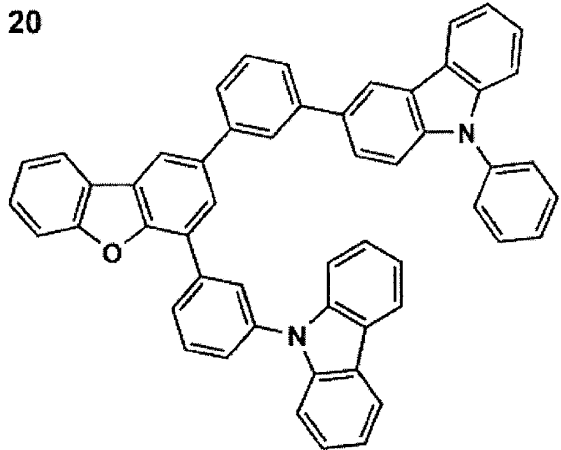
【 0 1 8 1】

【化 8 5】

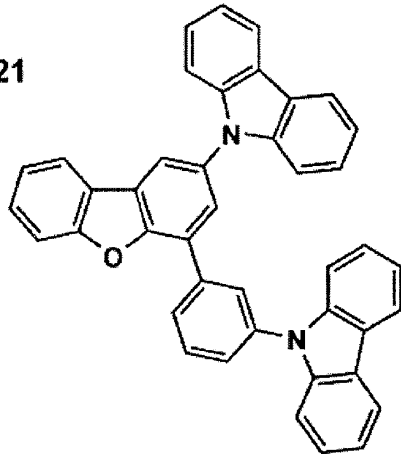
19



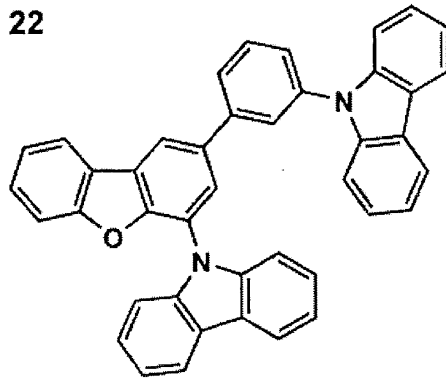
20



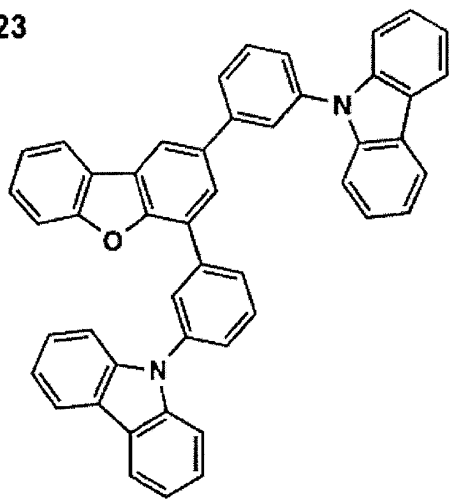
21



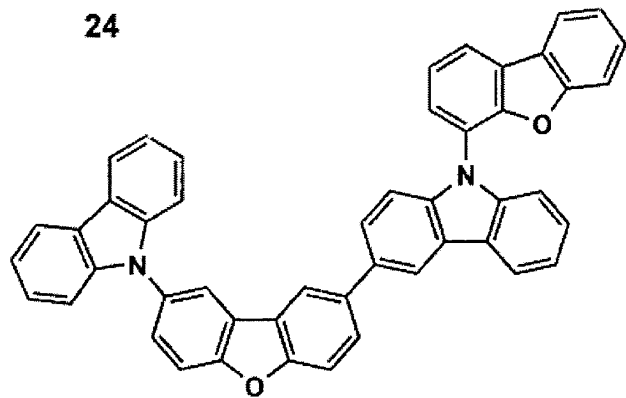
22



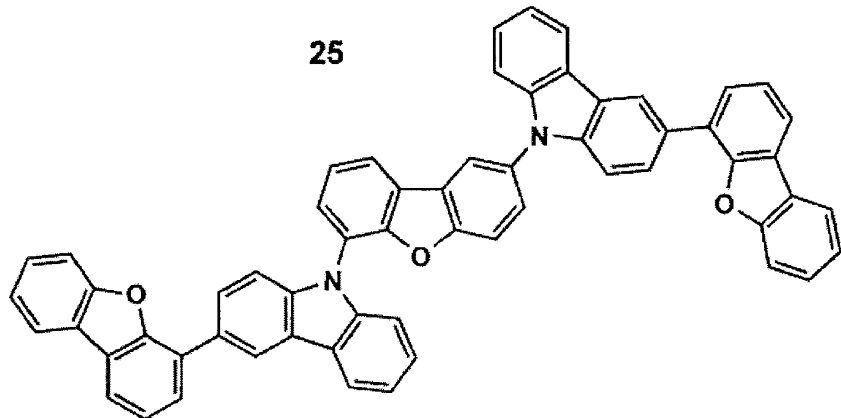
23



24



25



10

20

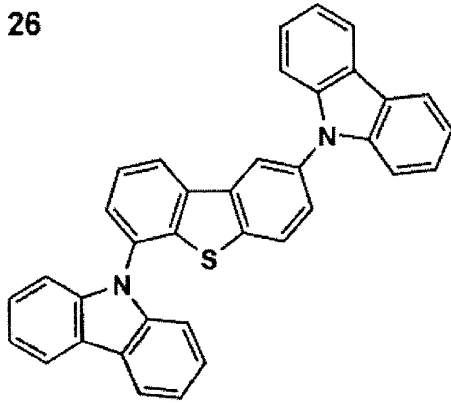
30

40

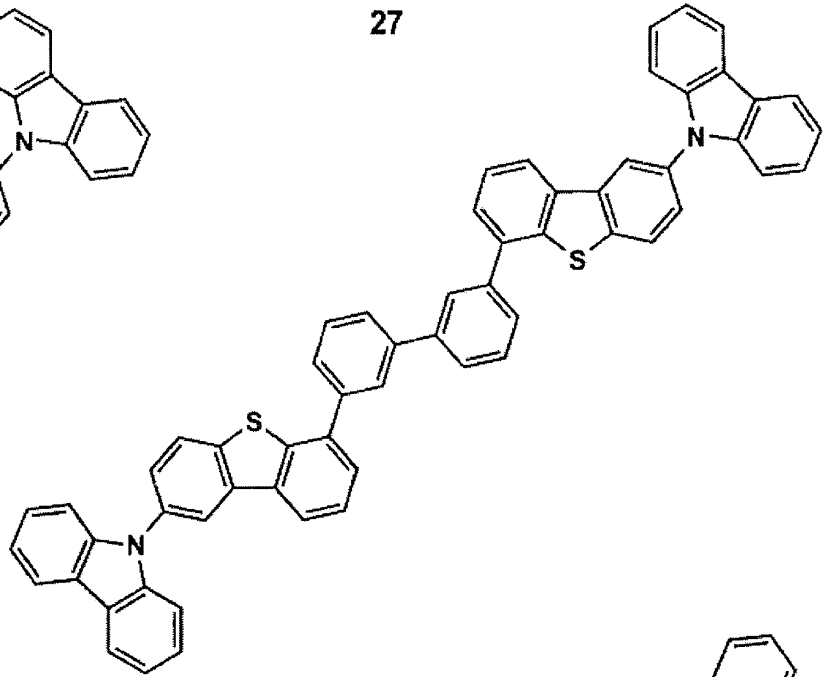
【 0 1 8 2】

【化 8 6】

26

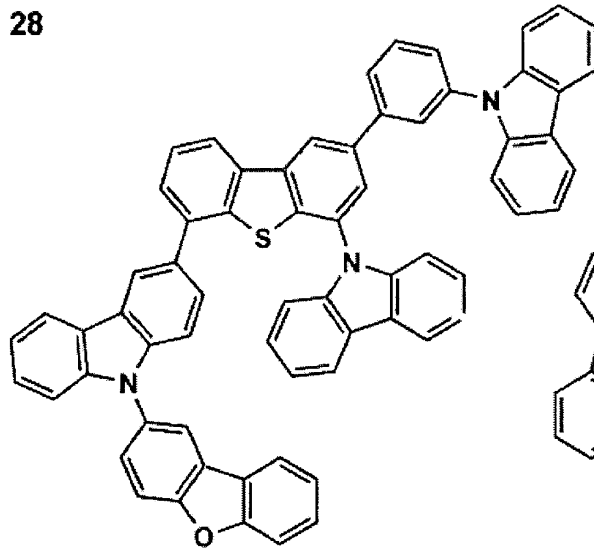


27

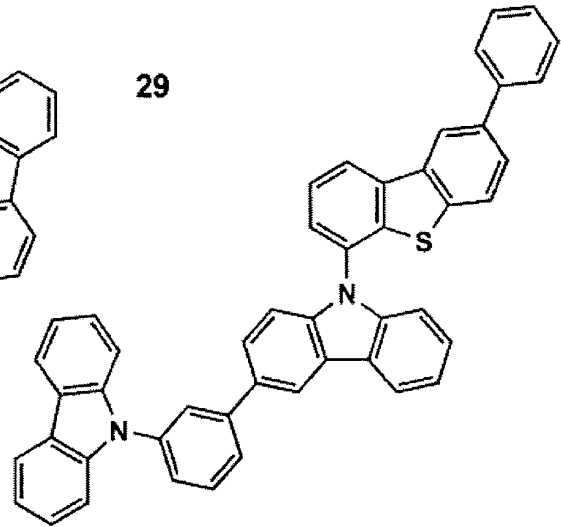


10

28



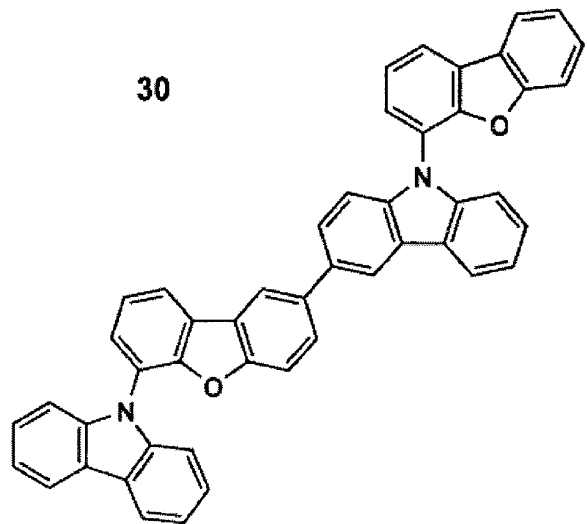
29



20

30

30

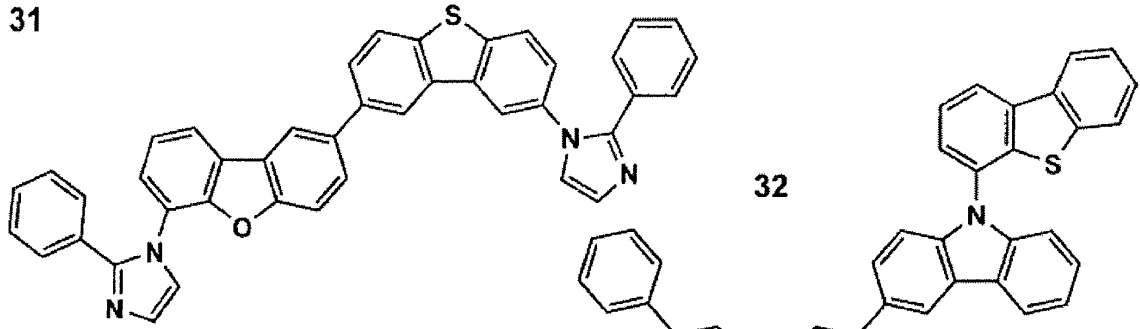


40

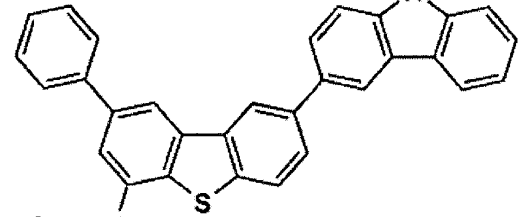
【 0 1 8 3 】

【化 8 7】

31

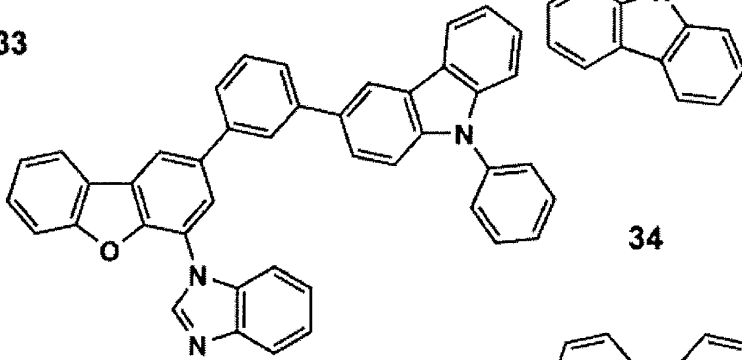


32

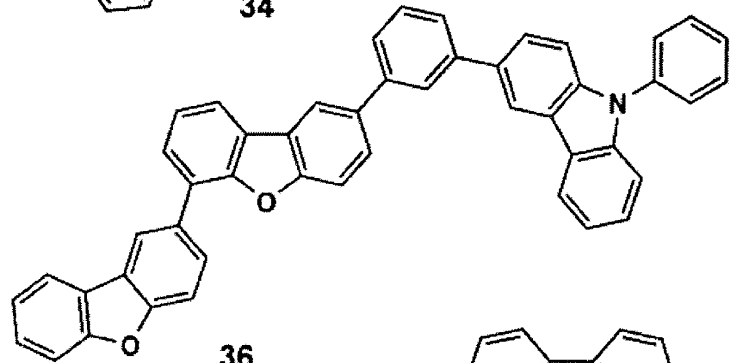


10

33

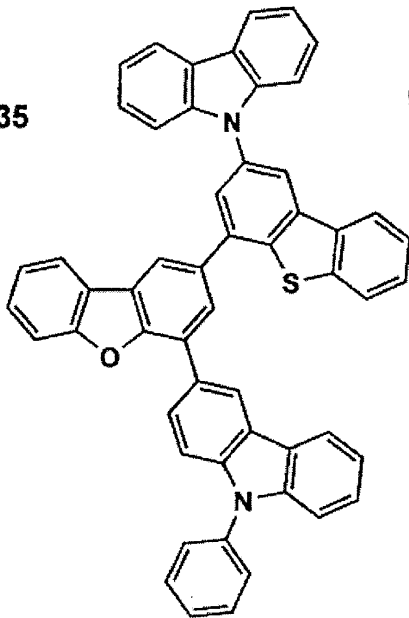


34

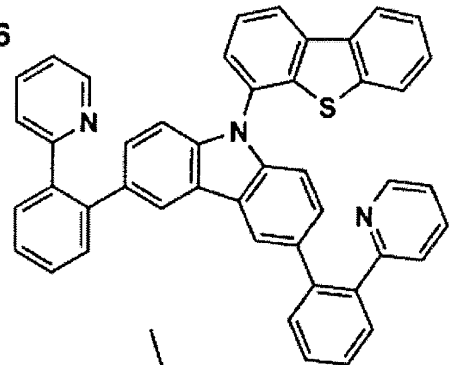


20

35

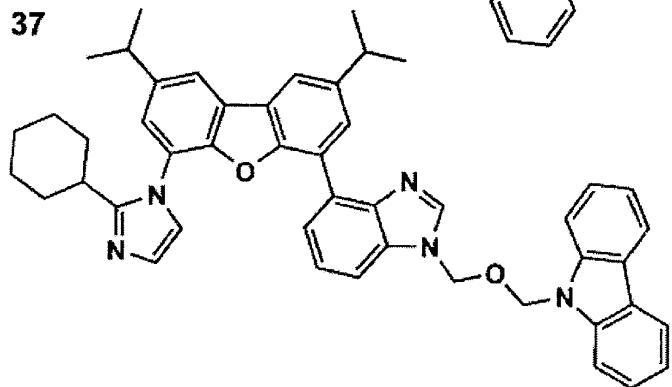


36



30

37

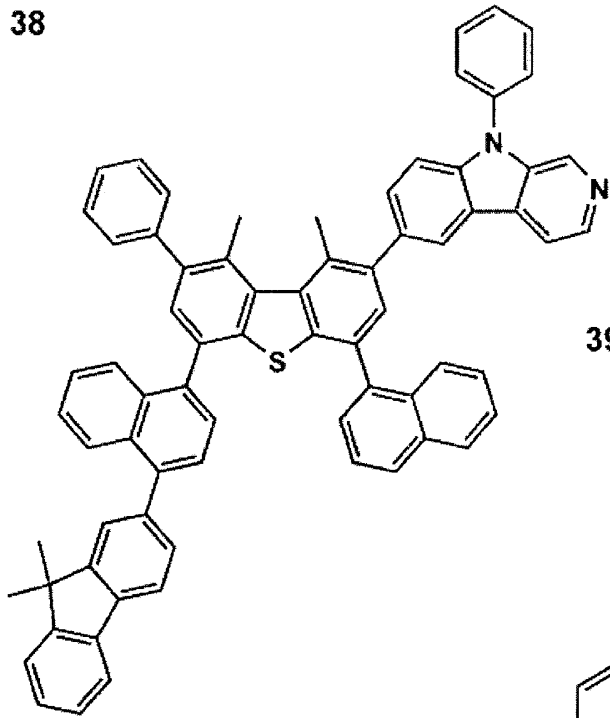


40

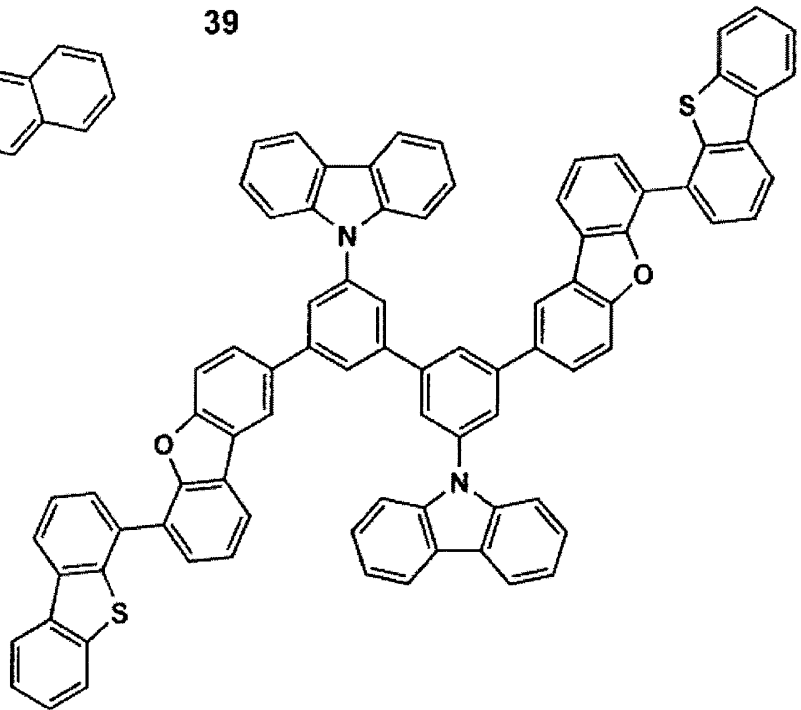
【 0 1 8 4 】

【化 8 8】

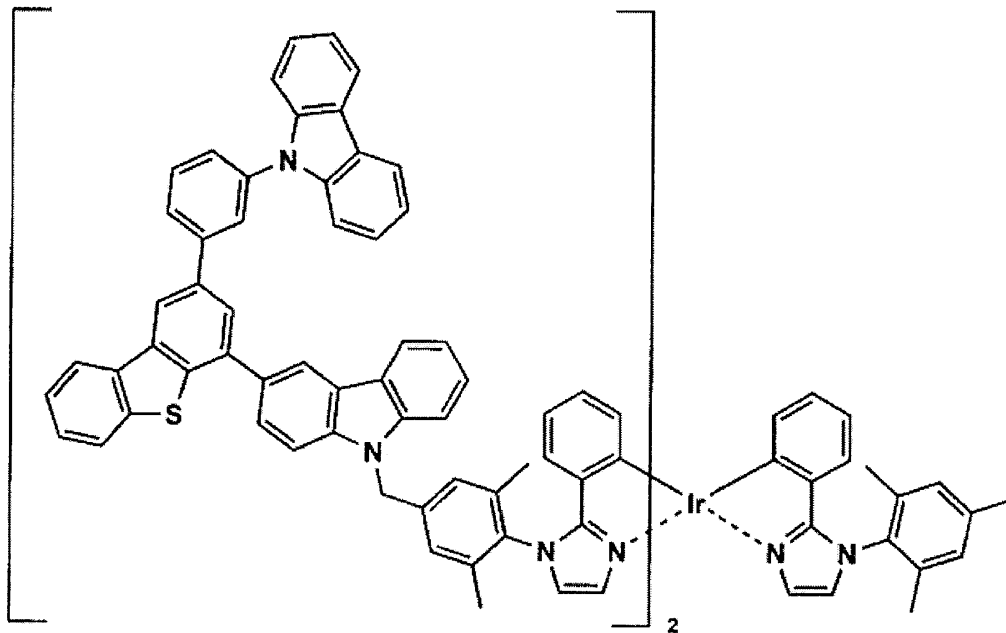
38



39



40



【 0 1 8 5 】

10

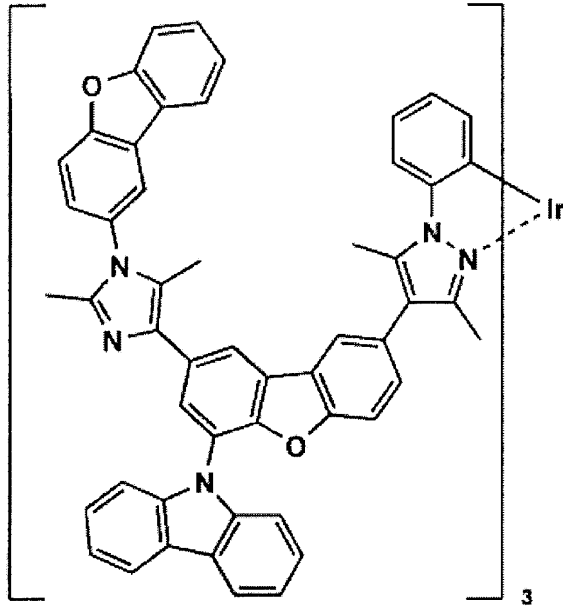
20

30

40

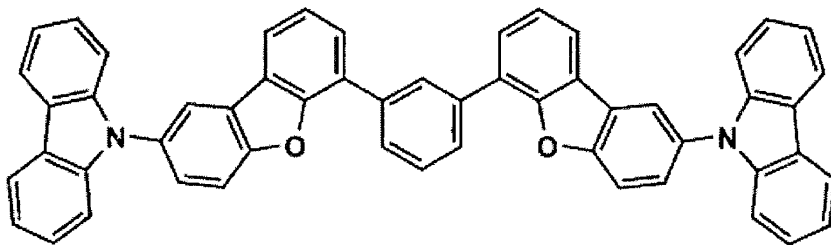
【化 8 9】

41



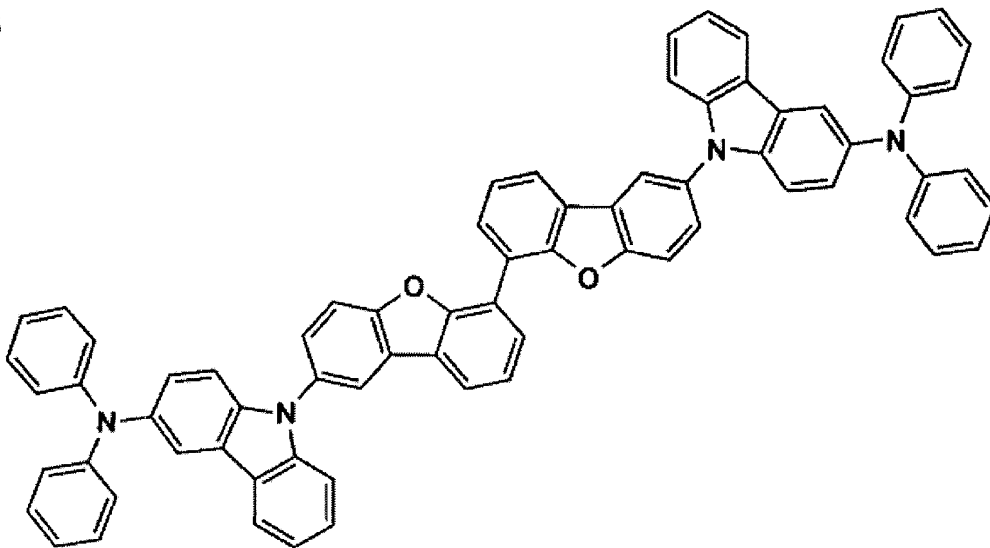
10

42



20

43



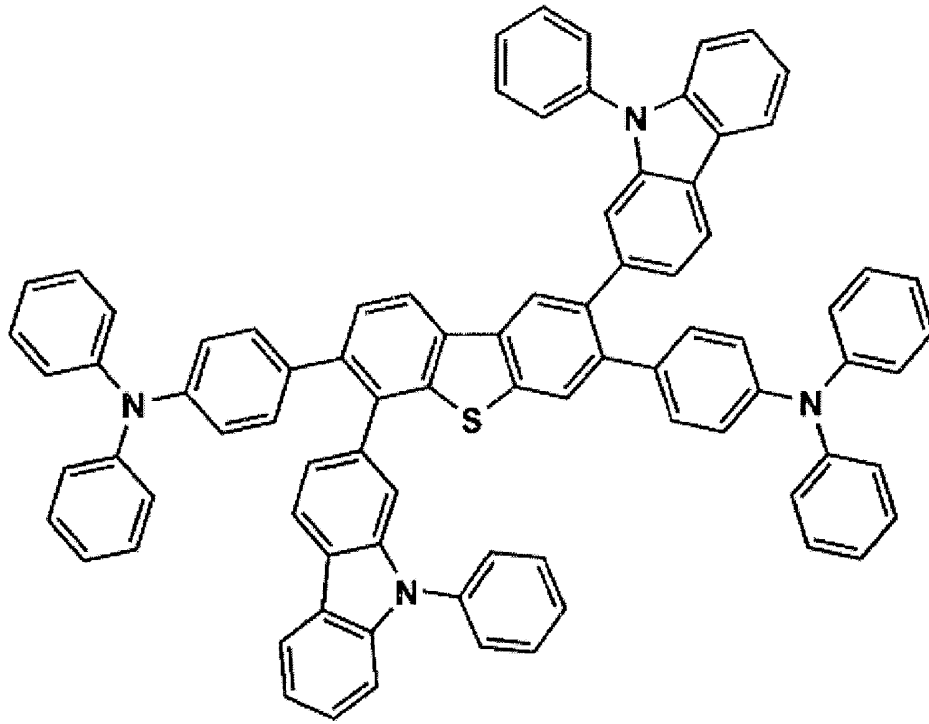
30

40

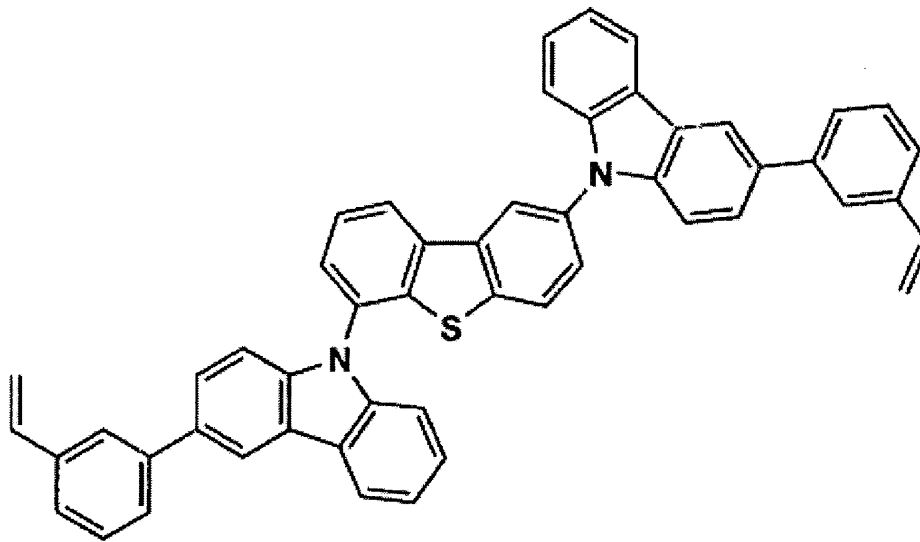
【 0 1 8 6】

【化 9 0】

44

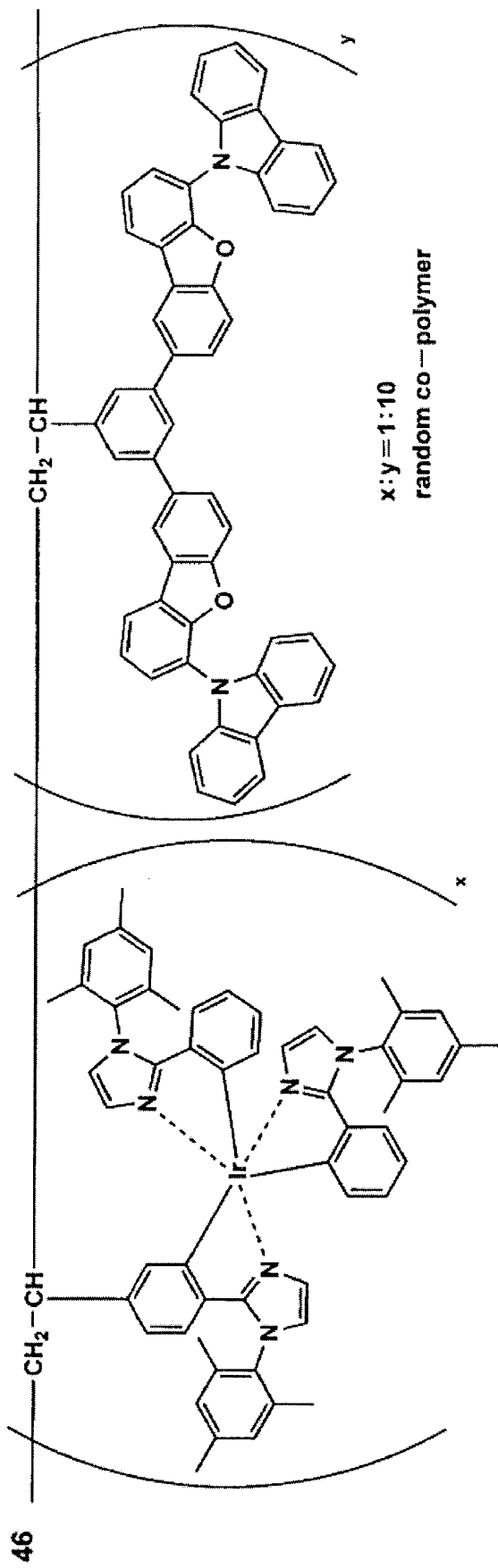


45

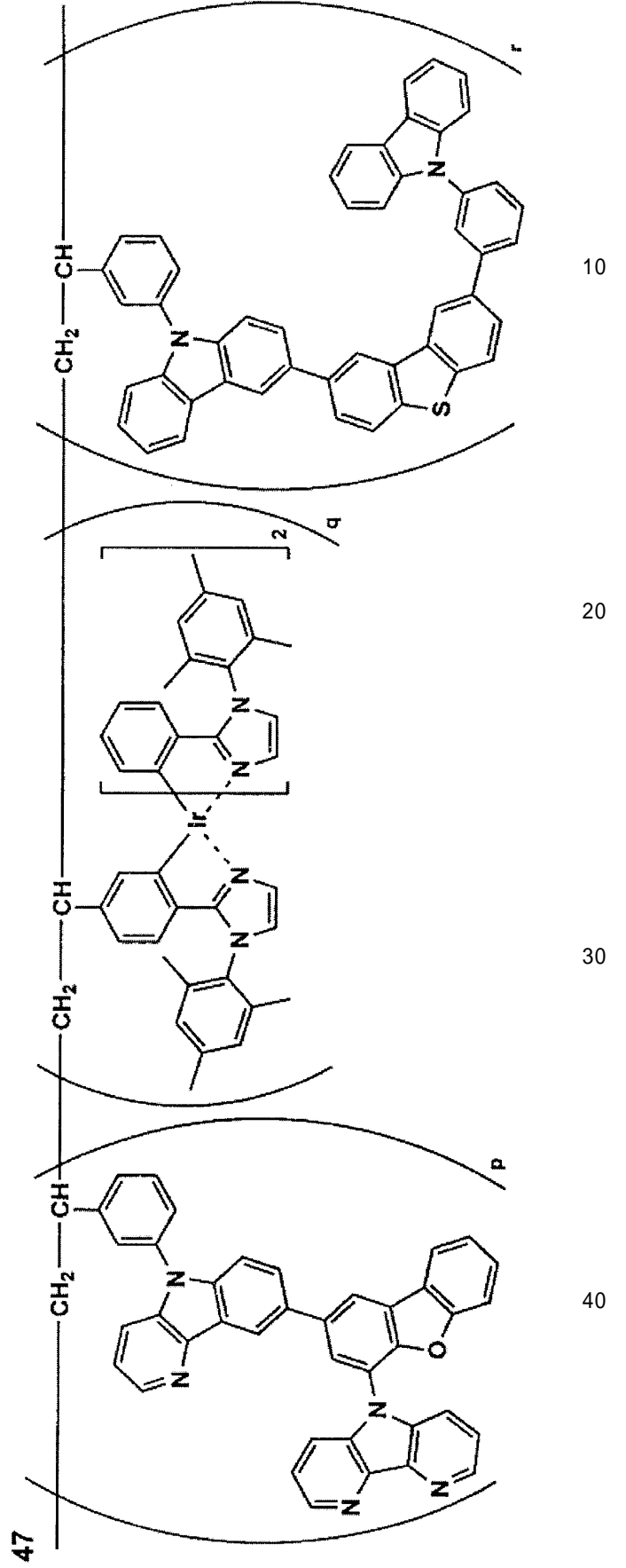


【 0 1 8 7】

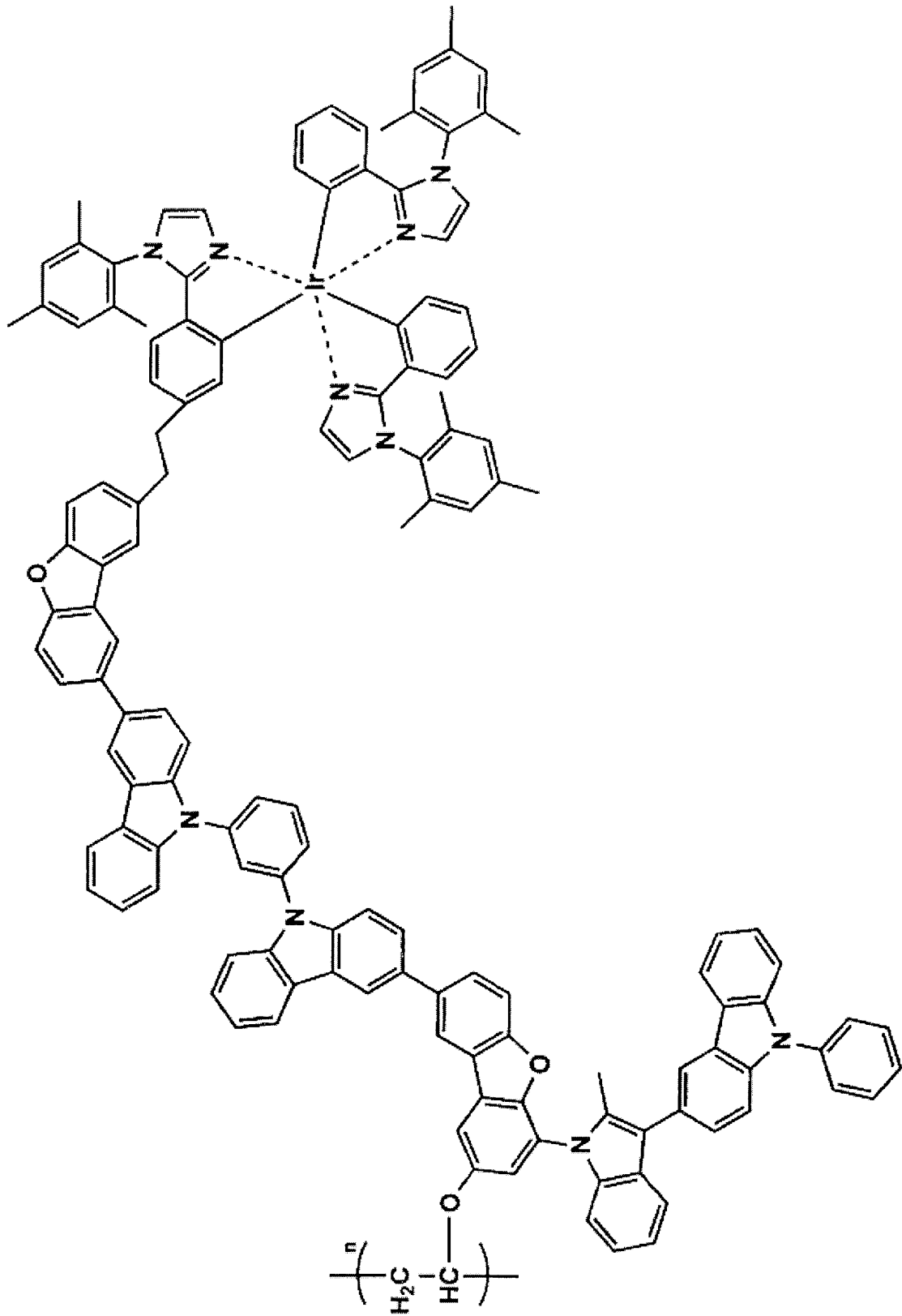
【化 9 1】



【 0 1 8 8 】



【化 9 2】



10

20

30

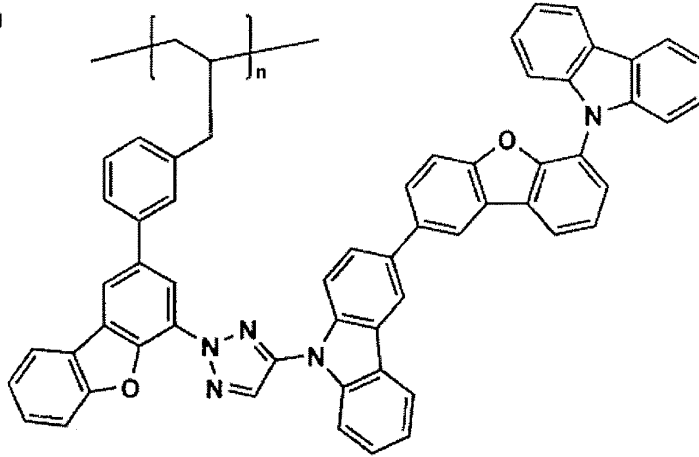
40

48

【 0 1 8 9 】

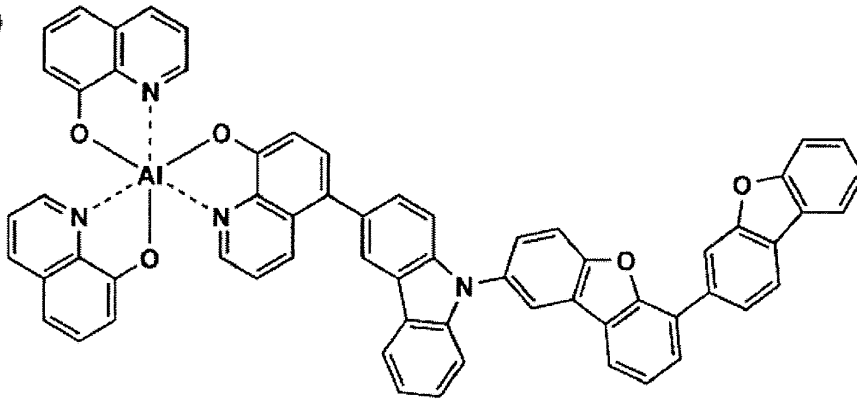
【化93】

49



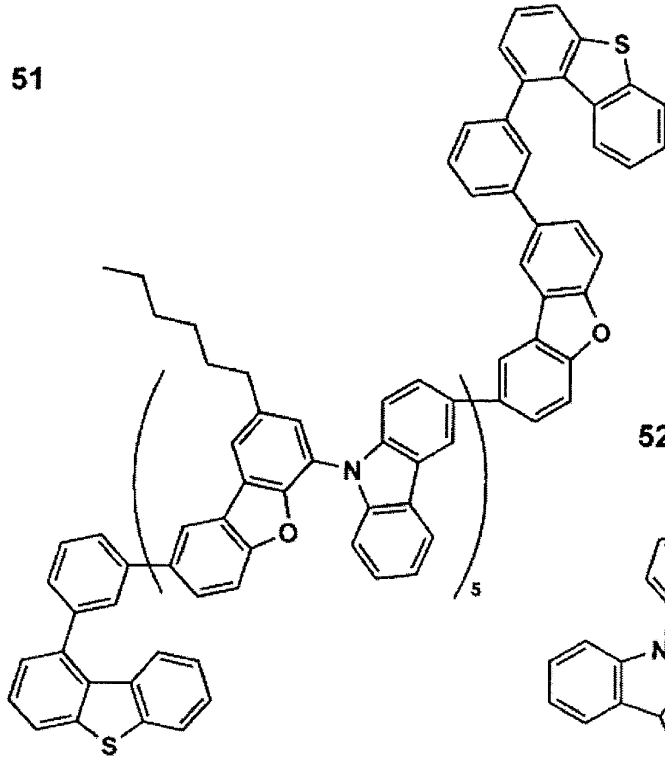
10

50



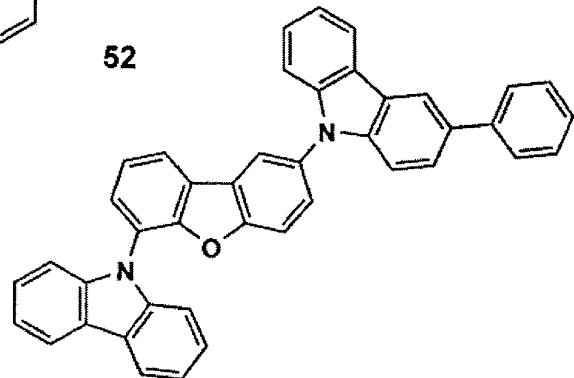
20

51



30

52

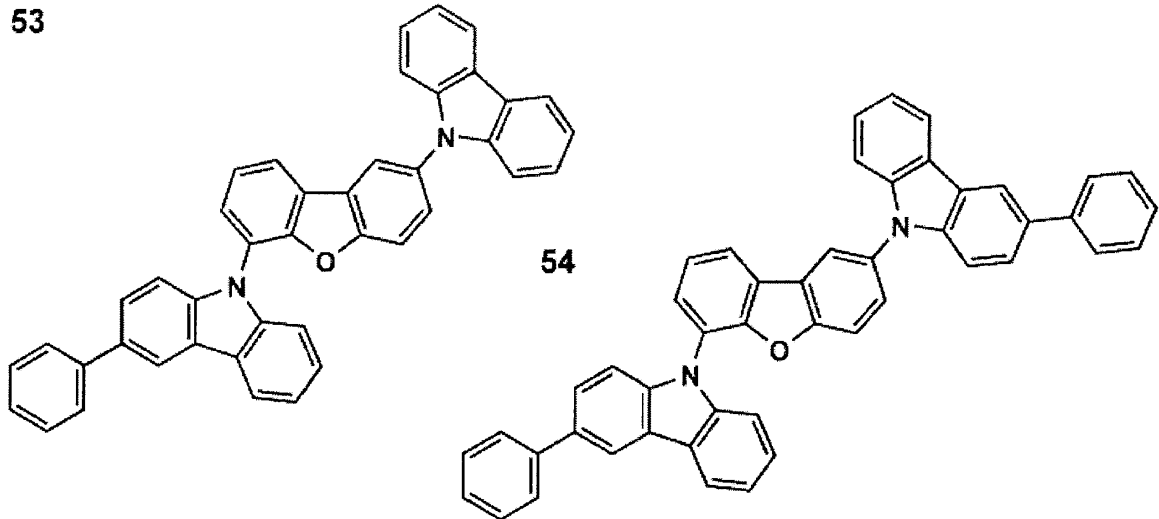


40

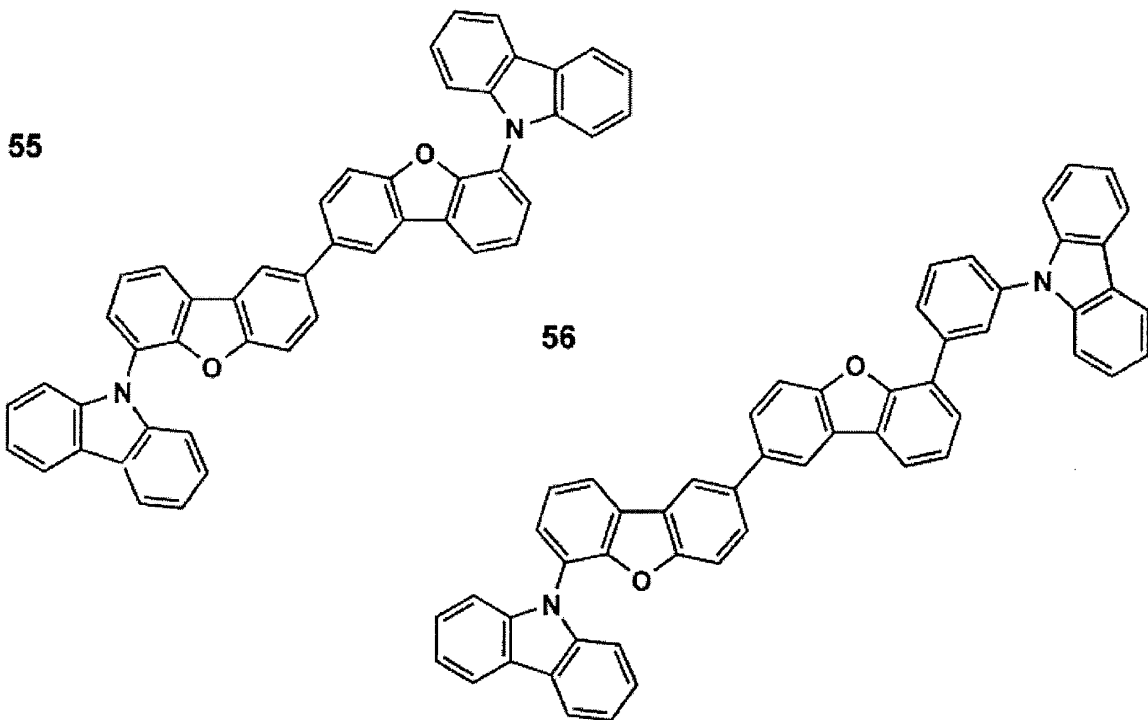
【0190】

【化94】

53



10



20

30

【0191】

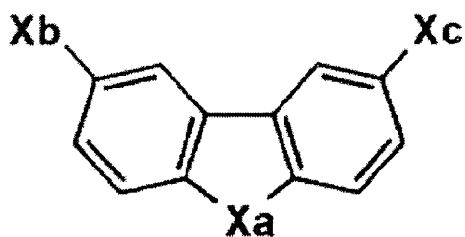
また、本発明の有機EL素子の発光層の発光ホストとして、下記一般式(B)で表される化合物も、特に好ましく用いられる。

【0192】

【化95】

一般式(B')

40



【0193】

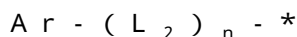
式中、XaはOまたはSを表し、Xb及びXcは、各々置換基または下記一般式(C)

50

で表される基を表し、X bまたはX cのうち少なくとも1つは下記一般式(C)を表し、該一般式(C)で表される基のうち少なくとも1つはA rがカルバゾリル基を表す。

【0194】

一般式(C)

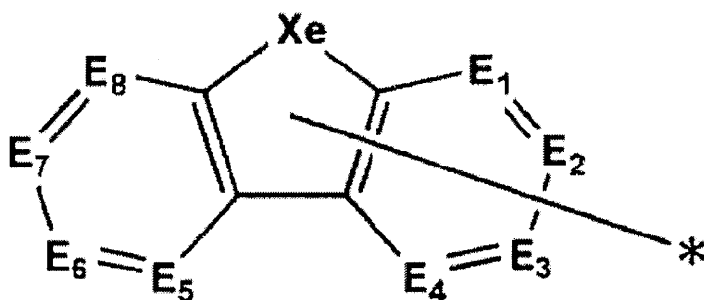


式中、L₂は芳香族炭化水素環または芳香族複素環から導出される2価の連結基を表す。nは0または1~3の整数を表し、nが2以上の場合、複数のL₂は同じでも異なってもよい。*は一般式(B)との連結部位を表す。A rは下記一般式(D)で表される基を表す。]

【0195】

【化96】

一般式(D)



【0196】

式中、X eはN(R)、OまたはSを表し、E 1~E 8はC(R 1)またはNを表し、R 及びR 1は水素原子、置換基またはL₂との連結部位を表す。*はL₂との連結部位を表す。

【0197】

上記一般式(B)で表される化合物においては、好ましくは、X b及びX cのうち少なくとも一方が前記一般式(C)で表され、より好ましくは前記一般式(C)のA rが置換基を有していてもよいカルバゾリル基を表し、更に好ましくは前記一般式(C)のA rが置換基を有していてもよいN位でL₂と連結したカルバゾリル基を表す。

本発明の有機EL素子の発光層のホスト化合物(発光ホストともいう)として好ましく用いられる一般式(B)で表される化合物は、具体的には、先に発光ホストとして用いられる具体例として挙げた、OC-9、OC-11、OC-12、OC-14、OC-18、OC-29、OC-30、OC-31、OC-32、OC-33が挙げられるが、本発明はこれらに限定されない。

【0198】

本発明のホスト化合物は、重水素化されていてもよい。具体例としては、本発明で挙げられたホスト化合物のOC-1~OC-33、1~56の化合物の水素原子を全て重水素原子で置き換えたものや、部分的に重水素に置き換えたものが挙げられる。

【0199】

本発明の一般式(1)において、6座配位型オルトメタルイリジウム錯体の重水素置換純度は80%以上であることが好ましく、さらに好ましくは90%以上であり、最も好ましくは、99%以上である。

本発明において、重水素置換純度とは、分子中の全水素原子のうち、当該水素原子が重水素原子であるものの割合をいう。従って、本発明における一般式で表わされる化合物中の全水素原子中に存在する重水素原子の割合(重水素置換純度)とする。

重水素置換純度は、プロトンNMRにより外部標準液を用いて決定することができるが、その他、重水素専用の質量分析計を用いる方法、ガスクロマトグラフィー、水素キャリ

10

20

30

40

50

ヤーガヌーモレキュラシーブ法を、水素キャリアーガス一括性アルミナ法を利用することにより決定することもできる。

【0200】

《電子輸送層》

電子輸送層とは電子を輸送する機能を有する材料からなり、広い意味で電子注入層、正孔阻止層も電子輸送層に含まれる。電子輸送層は単層もしくは複数層を設けることができる。

電子輸送層は陰極より注入された電子を発光層に伝達する機能を有していればよく、電子輸送層の構成材料としては従来公知の化合物の中から任意のものを選択し併用することも可能である。

10

【0201】

電子輸送層に用いられる従来公知の材料（以下、電子輸送材料という）の例としては、ニトロ置換フルオレン誘導体、ジフェニルキノン誘導体、チオピランジオキシド誘導体、ナフタレンペリレン等の多環芳香族炭化水素、複素環テトラカルボン酸無水物、カルボジイミド、フレオレニリデンメタン誘導体、アントラキノジメタン及びアントロン誘導体、オキサジアゾール誘導体、カルボリン誘導体、または、該カルボリン誘導体のカルボリン環を構成する炭化水素環の炭素原子の少なくとも一つが窒素原子で置換されている環構造を有する誘導体、ヘキサアザトリフェニレン誘導体等が挙げられる。

更に、上記オキサジアゾール誘導体において、オキサジアゾール環の酸素原子を硫黄原子に置換したチアジアゾール誘導体、電子吸引力基として知られているキノキサリン環を有するキノキサリン誘導体も電子輸送材料として用いることができる。

20

これらの材料を高分子鎖に導入した、またはこれらの材料を高分子の主鎖とした高分子材料を用いることもできる。

【0202】

また、8-キノリノール誘導体の金属錯体、例えば、トリス(8-キノリノール)アルミニウム(Alq)、トリス(5,7-ジクロロ-8-キノリノール)アルミニウム、トリス(5,7-ジブromo-8-キノリノール)アルミニウム、トリス(2-メチル-8-キノリノール)アルミニウム、トリス(5-メチル-8-キノリノール)アルミニウム、ビス(8-キノリノール)亜鉛(Znq)等、及びこれらの金属錯体の中心金属がIn、Mg、Cu、Ca、Sn、GaまたはPbに置き替わった金属錯体も電子輸送材料として用いることができる。

30

その他、メタルフリーもしくはメタルフタロシアン、またはそれらの末端がアルキル基やスルホン酸基等で置換されているものも電子輸送材料として用いることができる。

また、n型-Si、n型-SiC等の無機半導体も電子輸送材料として用いることができる。

【0203】

電子輸送層は電子輸送材料を、例えば、真空蒸着法、湿式法(ウェットプロセスともいい、例えば、スピンコート法、キャスト法、ダイコート法、ブレードコート法、ロールコート法、インクジェット法、印刷法、スプレーコート法、カーテンコート法、LB法(ラングミュア・プロジェクト(Langmuir-Blodgett法)等を挙げることができる。)等により、薄膜化することにより形成することが好ましい。

40

有機EL素子の構成層の形成法については、有機EL素子の作製方法のところで詳細に説明する。

電子輸送層の膜厚については特に制限はないが、通常は5nm~5000nm程度、好ましくは5nm~200nmである。この電子輸送層は上記材料の一種または二種以上からなる一層構造であってもよい。

また、金属錯体やハロゲン化金属など金属化合物等のn型ドーパントをドーブして用いてもよい。

【0204】

以下、本発明の白色有機EL素子の電子輸送層の形成に好ましく用いられる従来公知の

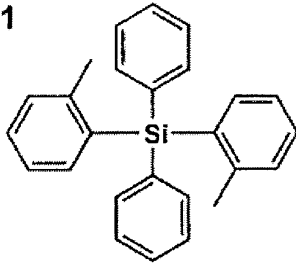
50

化合物（電子輸送材料）の具体例を挙げるが、本発明はこれらに限定されない。

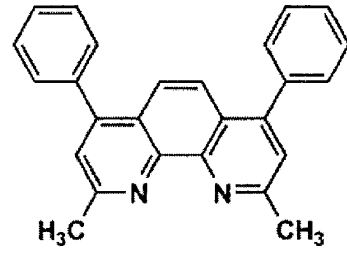
【0205】

【化97】

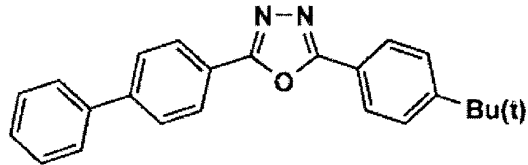
ET-1



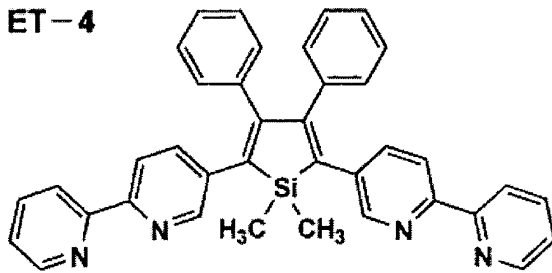
ET-2 (BCP)



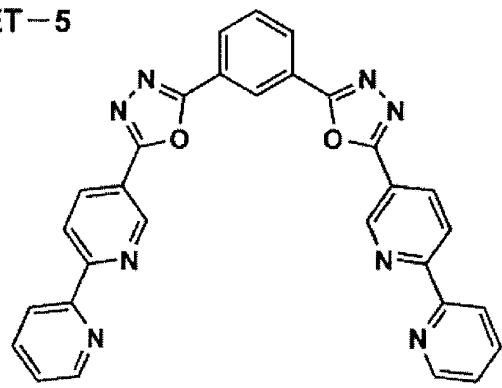
ET-3(PBD)



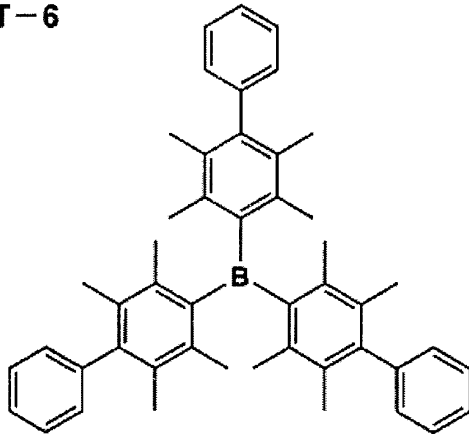
ET-4



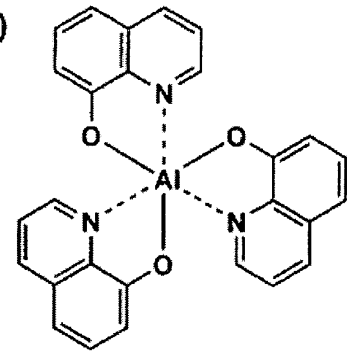
ET-5



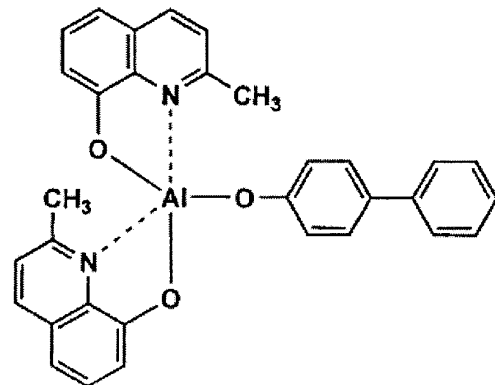
ET-6



ET-7 (Alq3)



ET-8 (BAIq)



【0206】

10

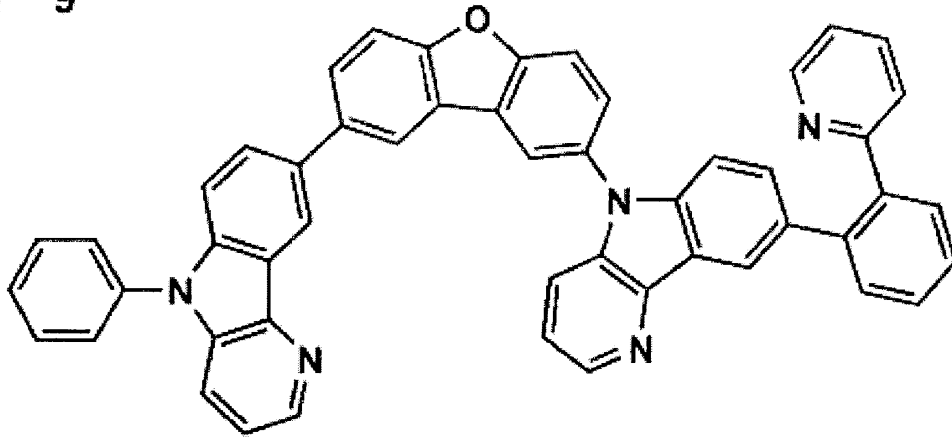
20

30

40

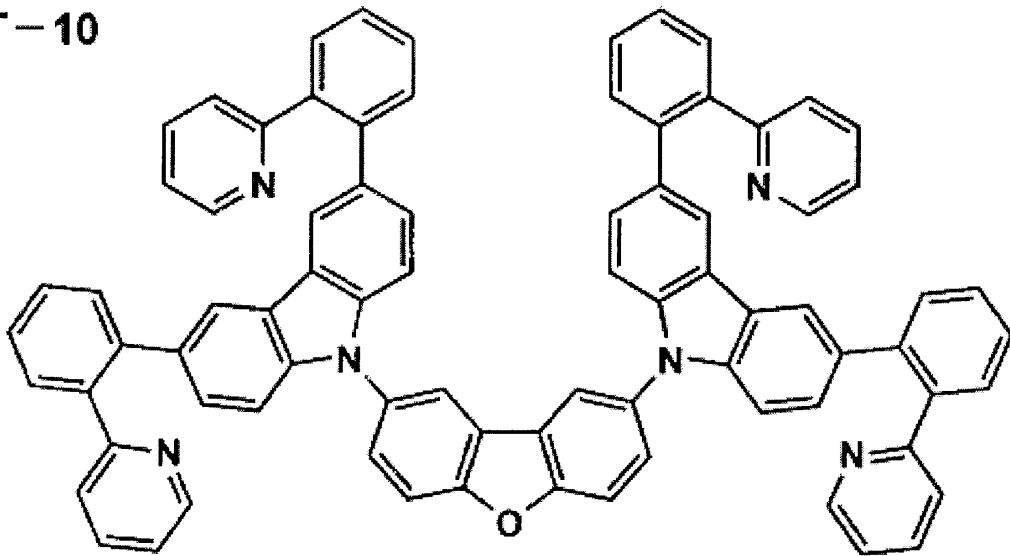
【化 9 8】

ET-9



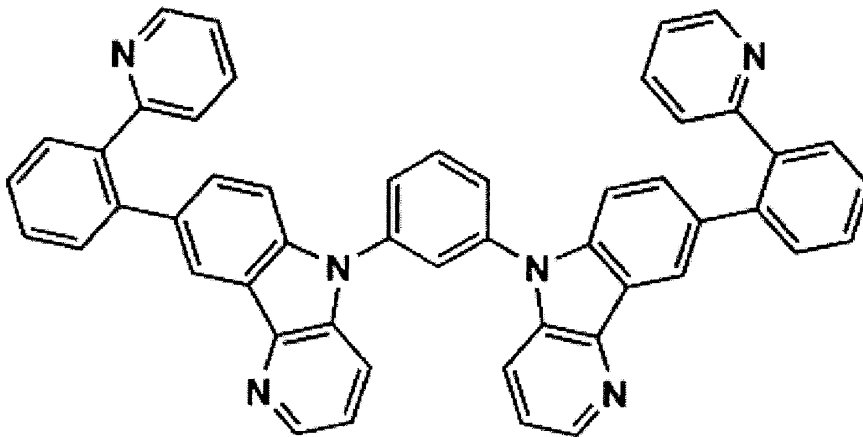
10

ET-10



20

ET-11

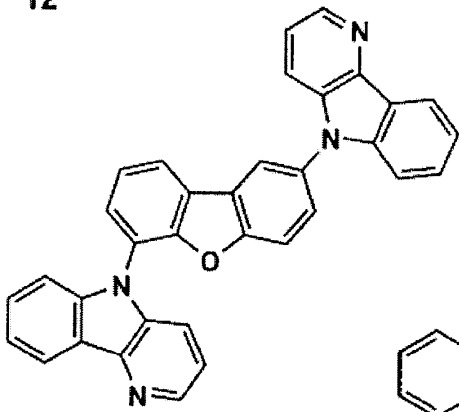


40

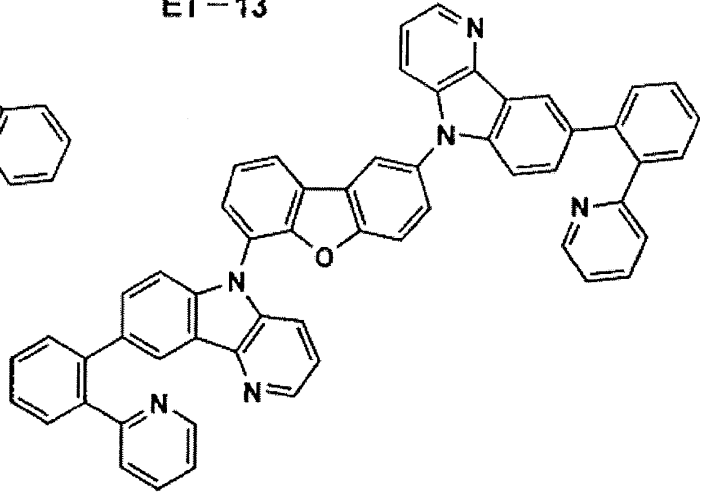
【 0 2 0 7】

【化 9 9】

ET-12

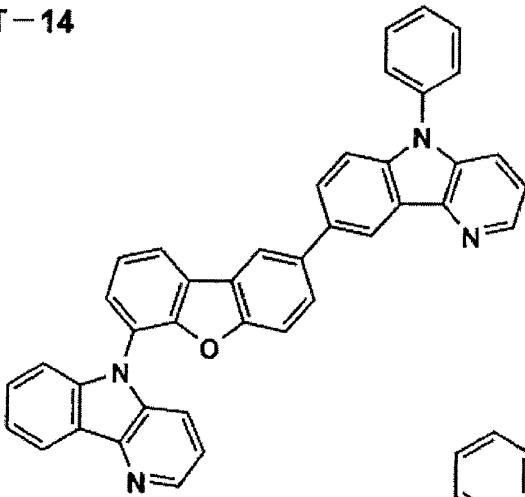


ET-13

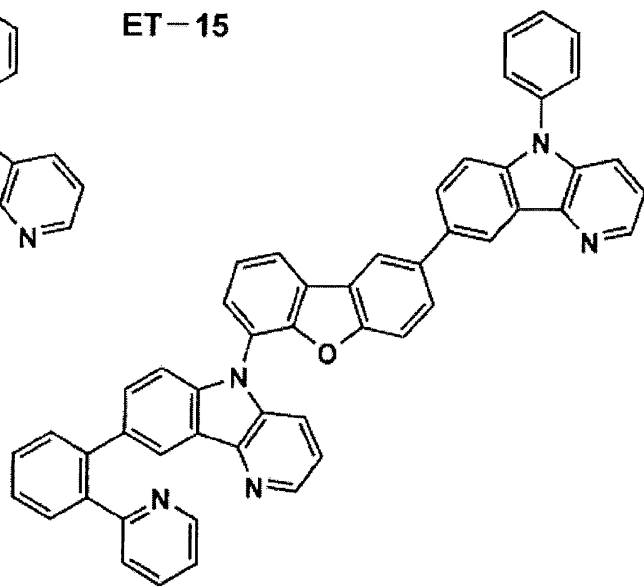


10

ET-14



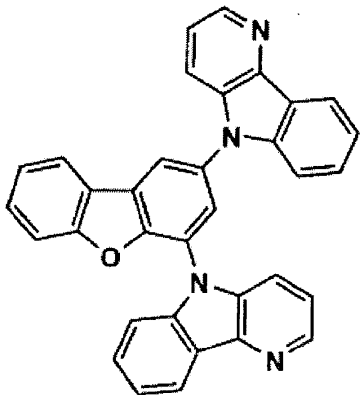
ET-15



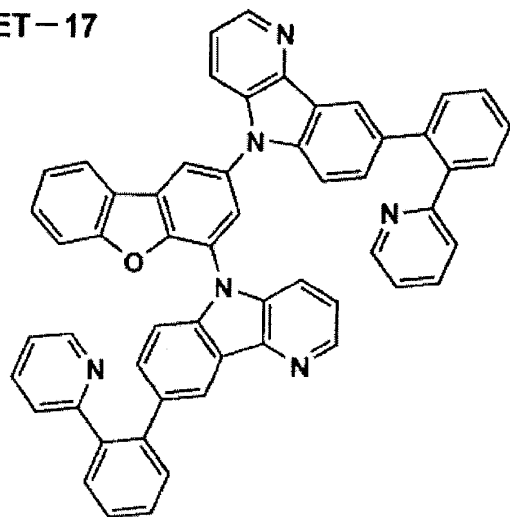
20

30

ET-16



ET-17

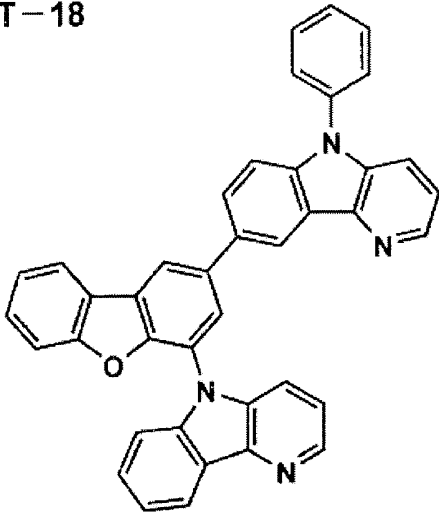


40

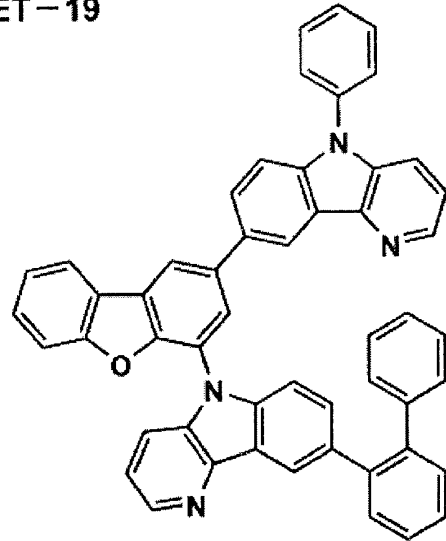
【 0 2 0 8 】

【化100】

ET-18

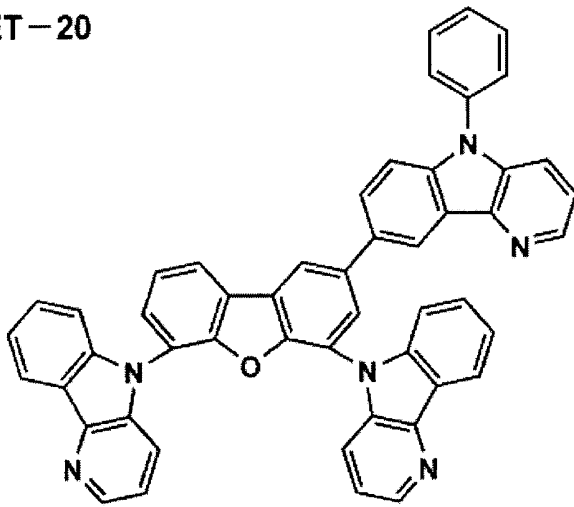


ET-19

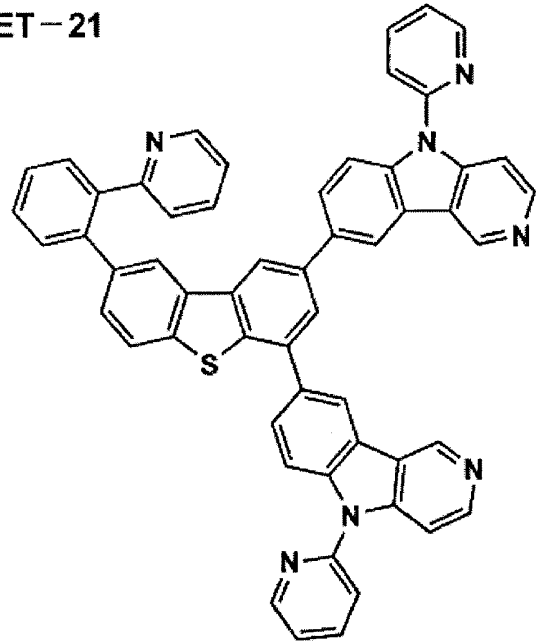


10

ET-20



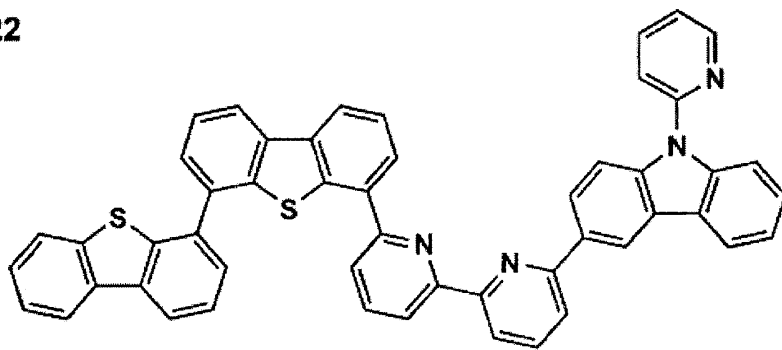
ET-21



20

30

ET-22

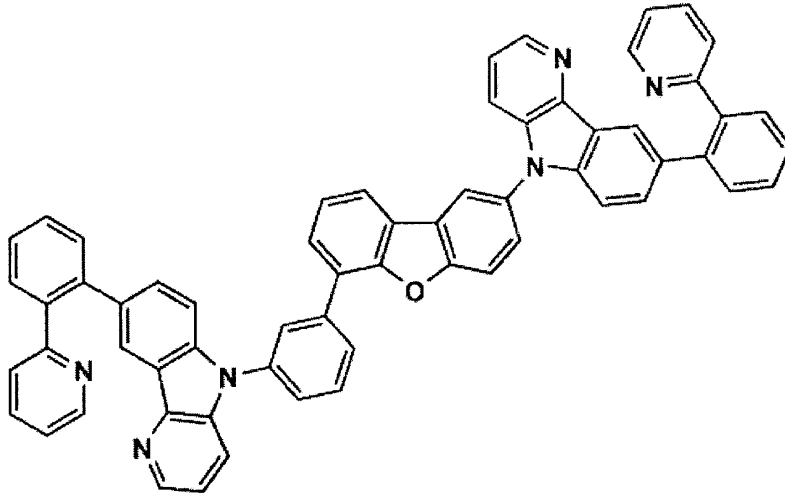


40

【0209】

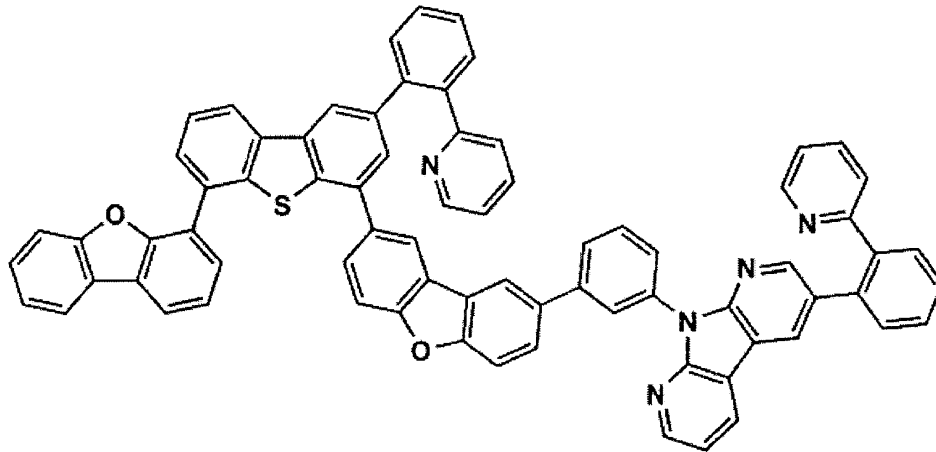
【化 1 0 1】

ET-23



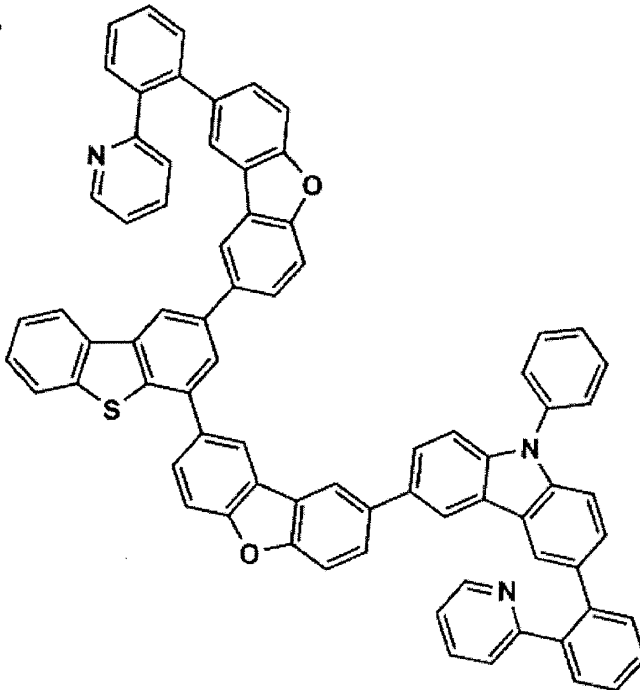
10

ET-24



20

ET-25



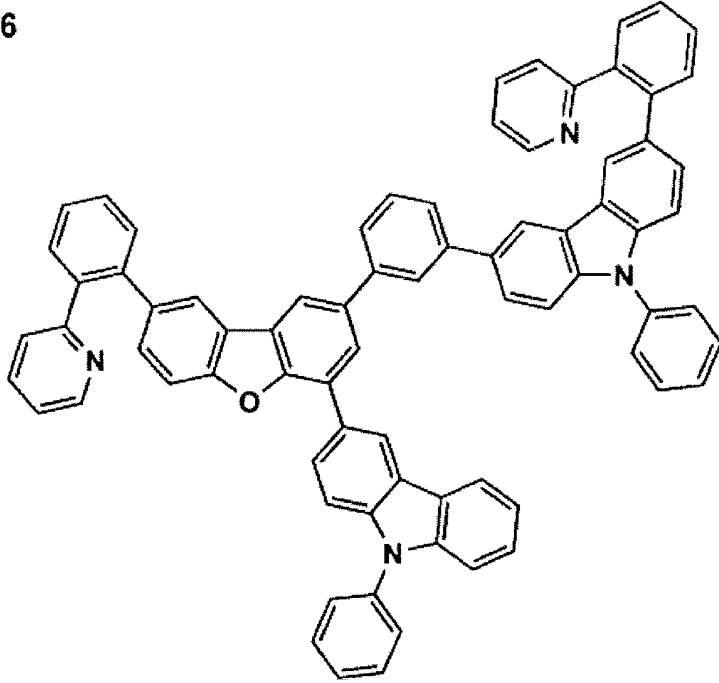
30

40

【 0 2 1 0】

【化 1 0 2】

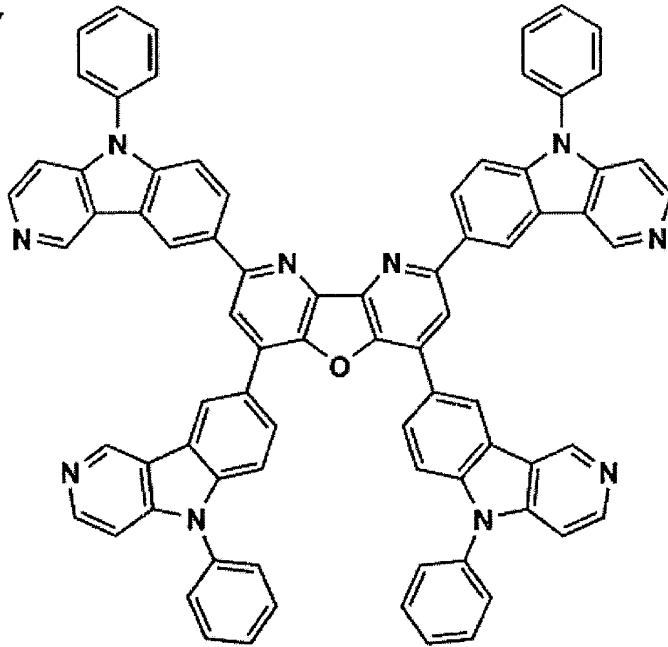
ET-26



10

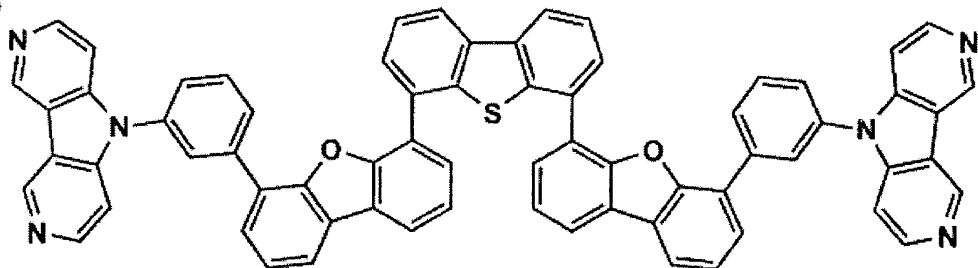
20

ET-27



30

ET-28

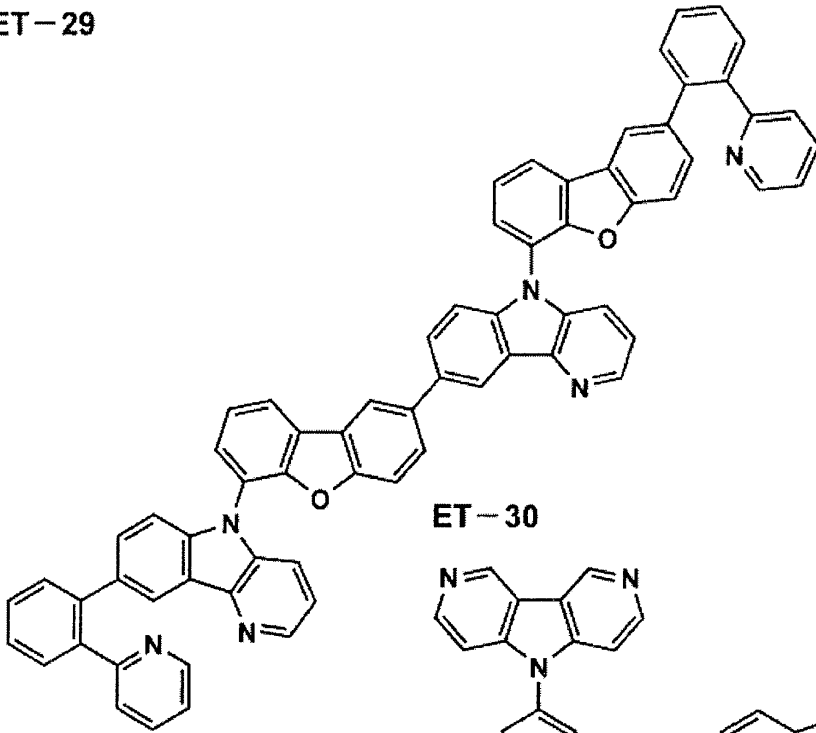


40

【 0 2 1 1】

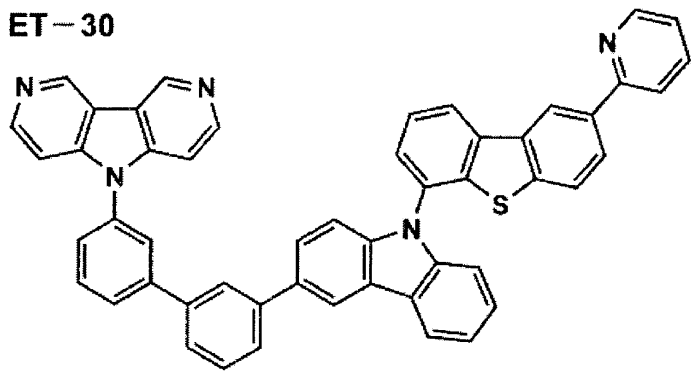
【化103】

ET-29



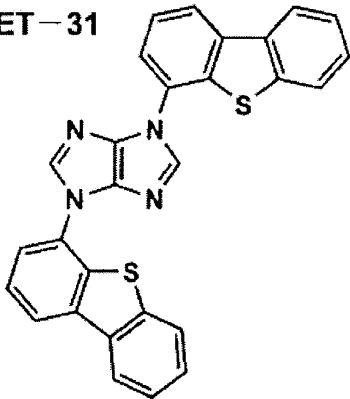
10

ET-30

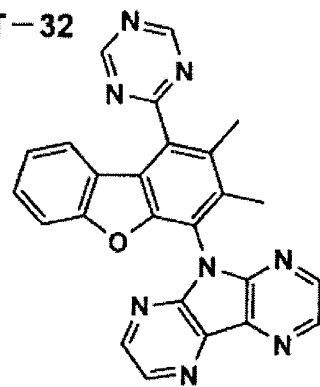


20

ET-31

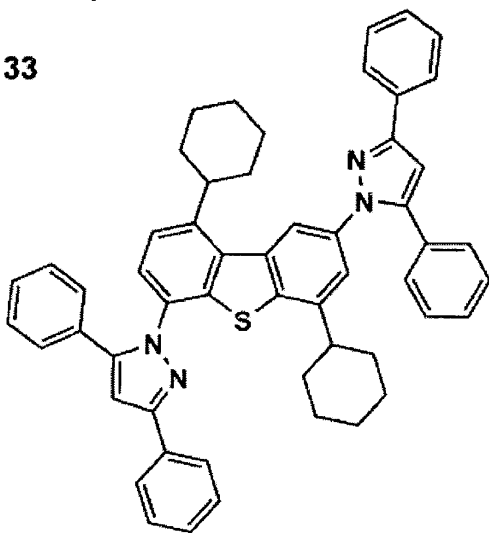


ET-32



30

ET-33

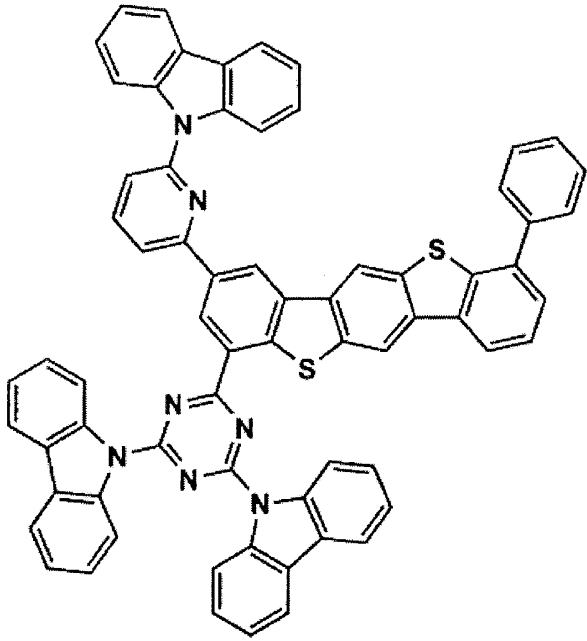


40

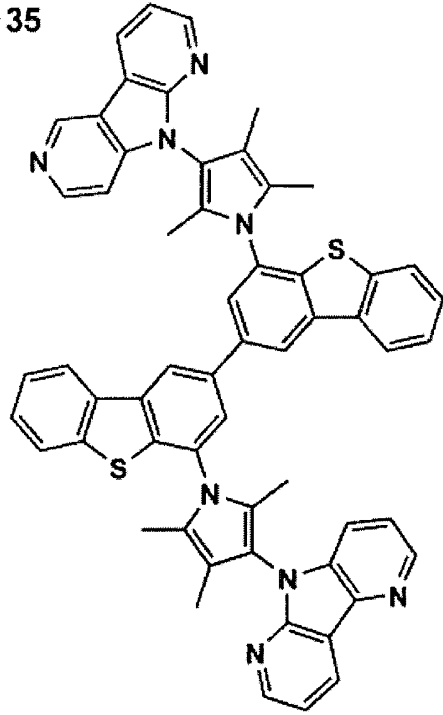
【0212】

【化104】

ET-34



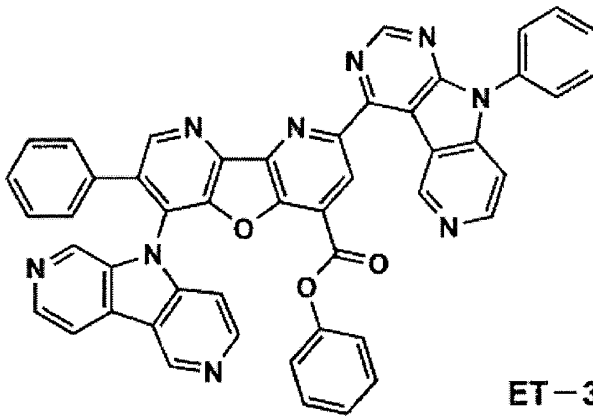
ET-35



10

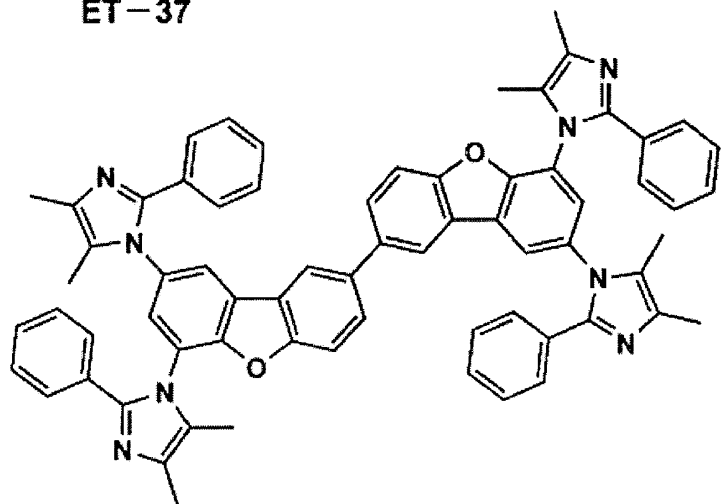
20

ET-36



30

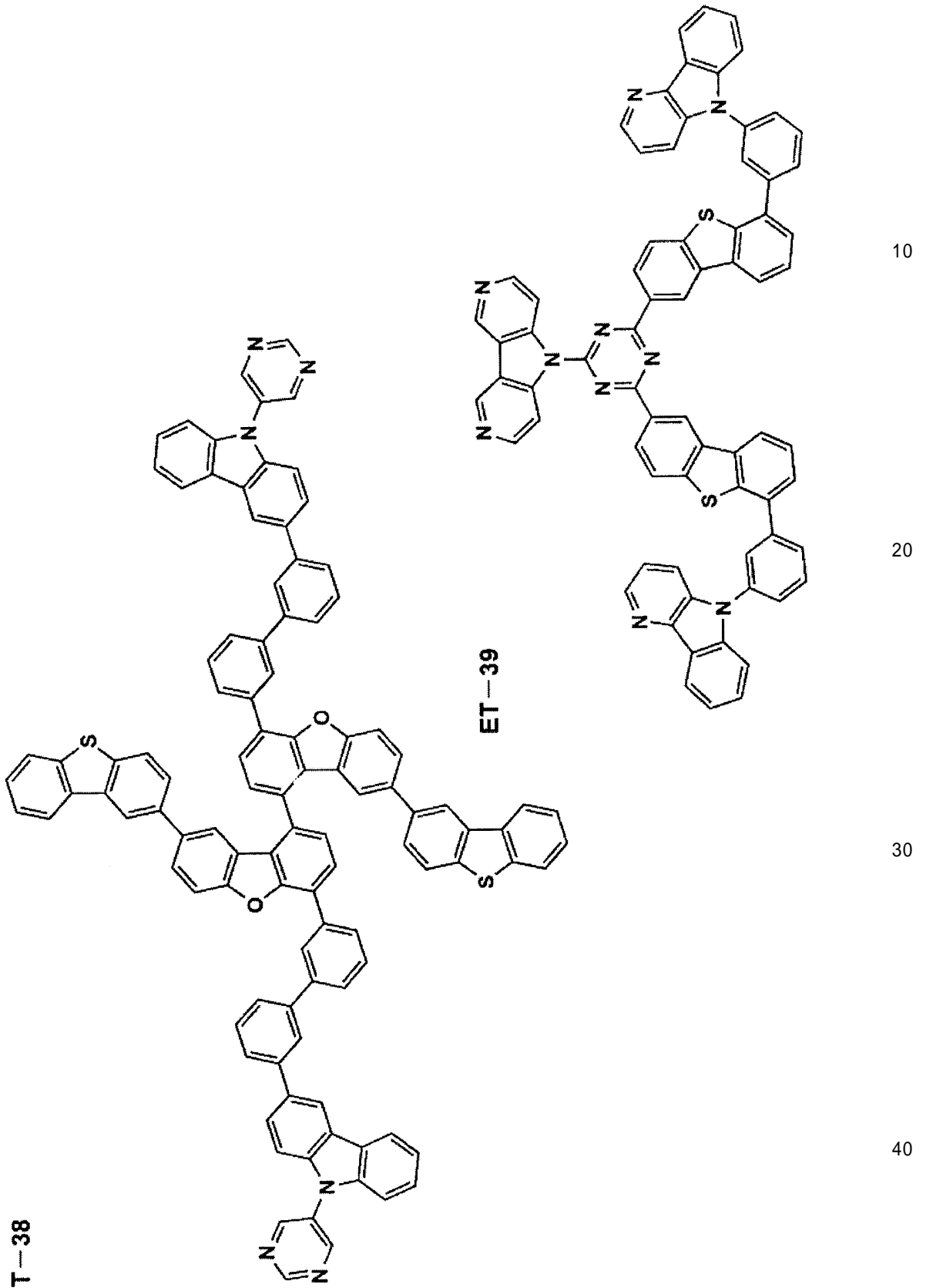
ET-37



40

【0213】

【化 1 0 5】



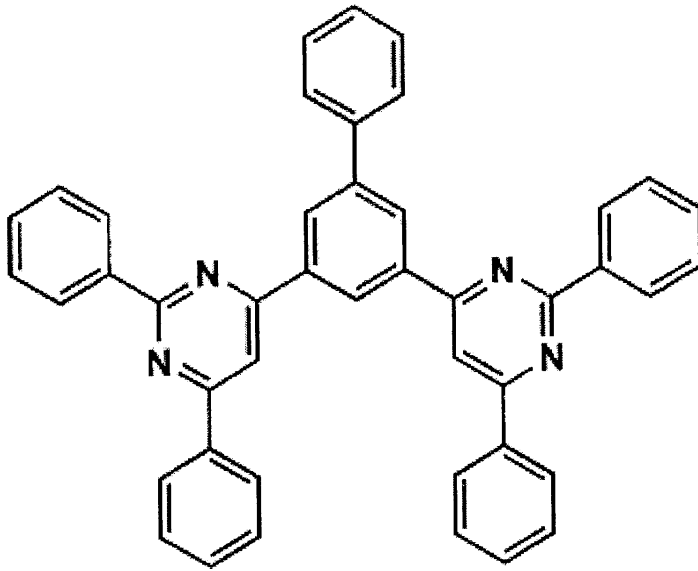
ET-38

ET-39

【 0 2 1 4】

【化106】

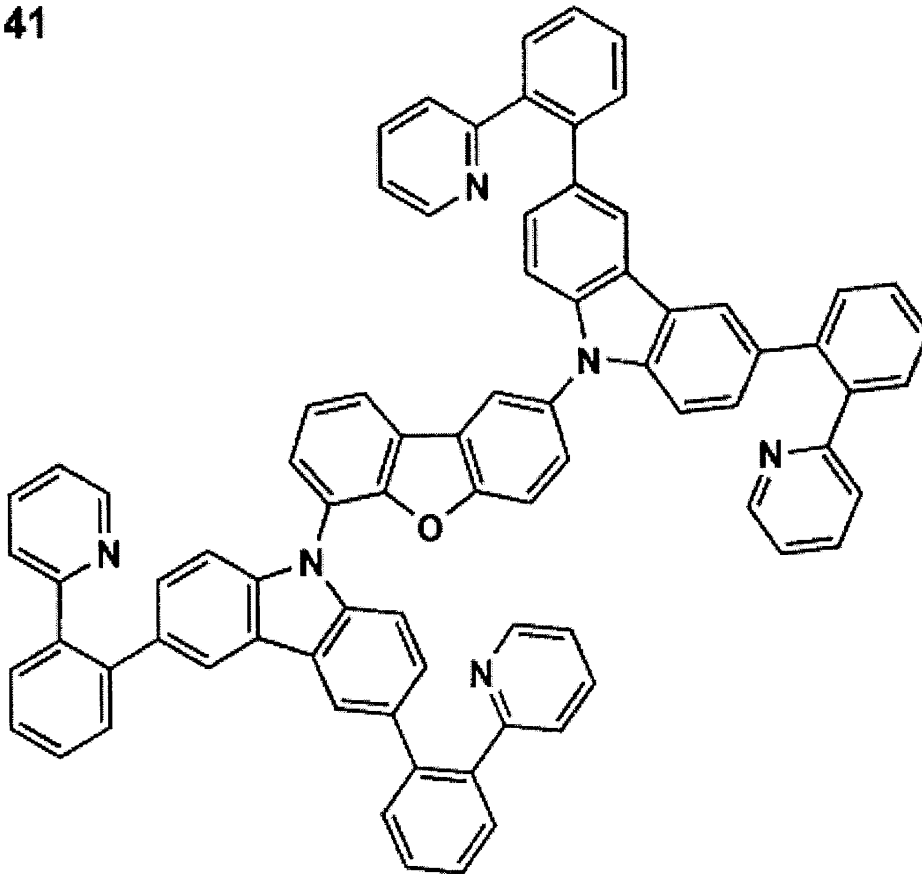
ET-40



10

20

ET-41



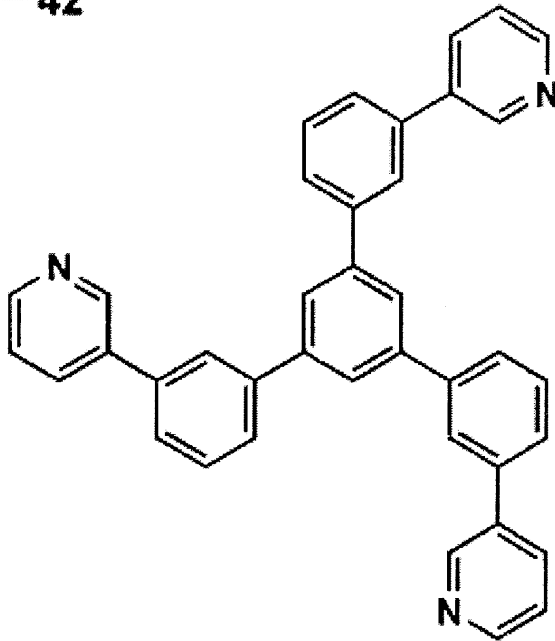
30

40

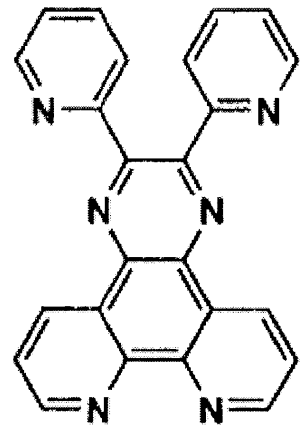
【0215】

【化107】

ET-42



ET-43



10

【0216】

《陰極》

陰極としては仕事関数の小さい(4 eV以下)金属(電子注入性金属と称する)、合金、電気伝導性化合物及びこれらの混合物を電極物質とするものが用いられる。このような電極物質の具体例としては、ナトリウム、ナトリウム-カリウム合金、マグネシウム、リチウム、マグネシウム/銅混合物、マグネシウム/銀混合物、マグネシウム/アルミニウム混合物、マグネシウム/インジウム混合物、アルミニウム/酸化アルミニウム(Al_2O_3)混合物、インジウム、リチウム/アルミニウム混合物、希土類金属等が挙げられる。

20

【0217】

これらの中で、電子注入性及び酸化等に対する耐久性の点から、電子注入性金属とこれより仕事関数の値が大きく安定な金属である第二金属との混合物、例えば、マグネシウム/銀混合物、マグネシウム/アルミニウム混合物、マグネシウム/インジウム混合物、アルミニウム/酸化アルミニウム(Al_2O_3)混合物、リチウム/アルミニウム混合物、アルミニウム等が好適である。

30

陰極はこれらの電極物質を蒸着やスパッタリング等の方法により薄膜を形成させることにより、作製することができる。また、陰極としてのシート抵抗は数百 / 以下が好ましく、膜厚は通常10 nm ~ 5 μm、好ましくは50 nm ~ 200 nmの範囲で選ばれる。なお、発光した光を透過させるため、有機EL素子の陽極または陰極のいずれか一方が透明または半透明であれば発光輝度が向上し好都合である。

また、陰極に上記金属を1 nm ~ 20 nmの膜厚で作製した後に、後述する陽極の説明で挙げる導電性透明材料をその上に作製することで、透明または半透明の陰極を作製ことができ、これを応用することで陽極と陰極の両方が透過性を有する素子を作製することができる。

40

【0218】

《注入層：正孔注入層(陽極バッファ層)、電子注入層(陰極バッファ層)》

注入層は必要に応じて設け、電子注入層と正孔注入層があり、上記の如く陽極と発光層または正孔輸送層の間、及び陰極と発光層または電子輸送層との間に存在させてもよい。

注入層とは、駆動電圧低下や発光輝度向上のために電極と有機層間に設けられる層のことで、「有機EL素子とその工業化最前線(1998年11月30日エヌ・ティー・エス社発行)」の第2編第2章「電極材料」(123頁~166頁)に詳細に記載されており

50

、正孔注入層（陽極バッファ層）と電子注入層（陰極バッファ層）とがある。

【0219】

陽極バッファ層（正孔注入層）は、特開平9-45479号公報、同9-260062号公報、同8-288069号公報等にもその詳細が記載されており、具体例として、銅フタロシアニンに代表されるフタロシアニンバッファ層、特表2003-519432や特開2006-135145等に記載されているようなヘキサアザトリフェニレン誘導体バッファ層、酸化バナジウムに代表される酸化物バッファ層、アモルファスカーボンバッファ層、ポリアニリン（エメラルディン）やポリチオフェン等の導電性高分子を用いた高分子バッファ層、トリス（2-フェニルピリジン）イリジウム錯体等に代表されるオルトメタル化錯体層等が挙げられる。

10

【0220】

陰極バッファ層（電子注入層）は、特開平6-325871号公報、同9-17574号公報、同10-74586号公報等にもその詳細が記載されており、具体的にはストロンチウムやアルミニウム等に代表される金属バッファ層、フッ化リチウム、フッ化カリウムに代表されるアルカリ金属化合物バッファ層、フッ化マグネシウム、フッ化セシウムに代表されるアルカリ土類金属化合物バッファ層、酸化アルミニウムに代表される酸化物バッファ層等が挙げられる。上記バッファ層（注入層）はごく薄い膜であることが望ましく、素材にもよるがその膜厚は0.1nm～5μmの範囲が好ましい。

【0221】

《阻止層：正孔阻止層、電子阻止層》

20

阻止層は、上記の如く有機化合物薄膜の基本構成層の他に必要に応じて設けられるものである。例えば、特開平11-204258号公報、同11-204359号公報、及び「有機EL素子とその工業化最前線（1998年11月30日エヌ・ティー・エス社発行）」の237頁等に記載されている正孔阻止（ホールブロック）層がある。

正孔阻止層とは広い意味では電子輸送層の機能を有し、電子を輸送する機能を有しつつ正孔を輸送する能力が著しく小さい正孔阻止材料からなり、電子を輸送しつつ正孔を阻止することで電子と正孔の再結合確率を向上させることができる。

また、前述する電子輸送層の構成を必要に応じて、本発明に係わる正孔阻止層として用いることができる。

【0222】

30

本発明の有機EL素子の正孔阻止層は、発光層に隣接して設けられていることが好ましい。

正孔阻止層には、前述のホスト化合物として挙げた、カルバゾール誘導体、カルボリン誘導体、ジアザカルバゾール誘導体（ここで、ジアザカルバゾール誘導体とは、カルボリン環を構成する炭素原子のいずれかひとつが窒素原子で置き換わったものを示す）を含有することが好ましい。

また、本発明においては、複数の発光色の異なる複数の発光層を有する場合、その発光極大波長が最も短波にある発光層（最短波層）が、全発光層中、最も陽極に近いことが好ましい。そしてこのような場合、最短波層と、この最短波層の次に陽極に近い発光層との間に正孔阻止層を追加して設けることが好ましい。更には、この位置に設けられる正孔阻止層に含有される化合物の50質量%以上が、前記最短波発光層のホスト化合物に対しそのイオン化ポテンシャルが0.3eV以上大きいことが好ましい。

40

【0223】

イオン化ポテンシャルは化合物のHOMO（最高占有軌道）レベルにある電子を真空準位に放出するのに必要なエネルギーで定義され、例えば下記に示すような方法により求めることができる。

(1) 米国Gaussian社製の分子軌道計算用ソフトウェアであるGaussian98（Gaussian98、Revision A.11.4, M. J. Frisch, et al, Gaussian, Inc., Pittsburgh PA, 2002

50

。)を用い、キーワードとしてB 3 L Y P / 6 - 3 1 G *を用いて構造最適化を行うことにより算出した値(e V単位換算値)として求めることができる。この計算値が有効な背景には、この手法で求めた計算値と実験値の相関が高いためである。

(2)イオン化ポテンシャルは光電子分光法で直接測定する方法により求めることもできる。例えば、理研計器社製の低エネルギー電子分光装置「Model AC-1」を用いて、あるいは紫外光電子分光として知られている方法を好適に用いることができる。

【0224】

一方、電子阻止層とは広い意味では正孔輸送層の機能を有し、正孔を輸送する機能を有しつつ電子を輸送する能力が著しく小さい材料からなり、正孔を輸送しつつ電子を阻止することで電子と正孔の再結合確率を向上させることができる。

また、後述する正孔輸送層の構成を必要に応じて電子阻止層として用いることができる。本発明に係る正孔阻止層、電子輸送層の膜厚としては、好ましくは3 nm ~ 100 nmであり、更に好ましくは5 nm ~ 30 nmである。

【0225】

《正孔輸送層》

正孔輸送層とは正孔を輸送する機能を有する正孔輸送材料からなり、広い意味で正孔注入層、電子阻止層も正孔輸送層に含まれる。正孔輸送層は単層または複数層設けることができる。

正孔輸送材料としては、正孔の注入または輸送、電子の障壁性のいずれかを有するものであり、有機物、無機物のいずれであってもよい。例えば、トリアゾール誘導体、オキサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ポリアリールアルカン誘導体、ピラゾリン誘導体及びピラゾロン誘導体、フェニレンジアミン誘導体、アリアルアミン誘導体、アミノ置換カルコン誘導体、オキサゾール誘導体、スチリルアントラセン誘導体、フルオレノン誘導体、ヒドラゾン誘導体、スチルベン誘導体、シラザン誘導体、アニリン系共重合体、また導電性高分子オリゴマー、特にチオフエンオリゴマー等が挙げられる。

また、特表2003-519432号公報や特開2006-135145号公報等に記載されているようなアザトリフェニレン誘導体も同様に正孔輸送材料として用いることができる。

【0226】

正孔輸送材料としては上記のものを使用することができるが、ポルフィリン化合物、芳香族第3級アミン化合物及びスチリルアミン化合物、特に芳香族第3級アミン化合物を用いることが好ましい。

芳香族第3級アミン化合物及びスチリルアミン化合物の代表例としては、N, N, N, N - テトラフェニル - 4, 4 - ジアミノフェニル; N, N - ジフェニル - N, N - ビス(3 - メチルフェニル) - [1, 1 - ビフェニル] - 4, 4 - ジアミン(TPD); 2, 2 - ビス(4 - ジ - p - トリルアミノフェニル)プロパン; 1, 1 - ビス(4 - ジ - p - トリルアミノフェニル)シクロヘキサン; N, N, N, N - テトラ - p - トリル - 4, 4 - ジアミノビフェニル; 1, 1 - ビス(4 - ジ - p - トリルアミノフェニル) - 4 - フェニルシクロヘキサン; ビス(4 - ジメチルアミノ - 2 - メチルフェニル)フェニルメタン; ビス(4 - ジ - p - トリルアミノフェニル)フェニルメタン; N, N - ジフェニル - N, N - ジ(4 - メトキシフェニル) - 4, 4 - ジアミノビフェニル; N, N, N, N - テトラフェニル - 4, 4 - ジアミノジフェニルエーテル; 4, 4 - ビス(ジフェニルアミノ)クオードリフェニル; N, N, N - トリ(p - トリル)アミン; 4 - (ジ - p - トリルアミノ) - 4 - [4 - (ジ - p - トリルアミノ)スチリル]スチルベン; 4 - N, N - ジフェニルアミノ - (2 - ジフェニルビニル)ベンゼン; 3 - メトキシ - 4 - N, N - ジフェニルアミノスチルベン; N - フェニルカルバゾール、更には米国特許第5, 061, 569号明細書に記載されている2個の縮合芳香族環を分子内に有するもの、例えば、4, 4 - ビス[N - (1 - ナフチル) - N - フェニルアミノ]ビフェニル(NPD)、特開平4 - 308688号公報に記載されているトリフェニルアミンユニットが3つスターバースト型に連結された4, 4, 4 - トリス〔

10

20

30

40

50

N - (3 - メチルフェニル) - N - フェニルアミノ) トリフェニルアミン (M T D A T A) 等が挙げられる。

【 0 2 2 7 】

更にこれらの材料を高分子鎖に導入した、またはこれらの材料を高分子の主鎖とした高分子材料を用いることもできる。

また、p型 - Si、p型 - SiC等の無機化合物も正孔注入材料、正孔輸送材料として使用することができる。

また、特開平11-251067号公報、J. Huang et al. 著文献 (Applied Physics Letters 80 (2002), p. 139) に記載されているような、所謂p型正孔輸送材料を用いることもできる。本発明においては、より高効率の発光素子が得られることからこれらの材料を用いることが好ましい。

10

正孔輸送層は上記正孔輸送材料を、例えば、真空蒸着法、スピンコート法、キャスト法、インクジェット法を含む印刷法、LB法等の公知の方法により、薄膜化することにより形成することができる。

【 0 2 2 8 】

正孔輸送層の膜厚については特に制限はないが、通常は5nm~5μm程度、好ましくは5nm~200nmである。この正孔輸送層は上記材料の一種または2種以上からなる一層構造であってもよい。

また、不純物をドーブしたp性の高い正孔輸送層を用いることもできる。その例としては、特開平4-297076号公報、特開2000-196140号公報、同2001-102175号公報の各公報、J. Appl. Phys., 95, 5773 (2004) 等に記載されたものが挙げられる。

20

本発明においては、このようなp性の高い正孔輸送層を用いることが、より低消費電力の素子を作製することができるため好ましい。

【 0 2 2 9 】

《陽極》

有機EL素子における陽極としては、仕事関数の大きい(4eV以上)金属、合金、電気伝導性化合物及びこれらの混合物を電極物質とするものが好ましく用いられる。このような電極物質の具体例としては、Au等の金属、CuI、インジウムチンオキシド(ITO)、SnO₂、ZnO等の導電性透明材料が挙げられる。

30

また、IDIXO(In₂O₃-ZnO)等非晶質で透明導電膜を作製可能な材料を用いてもよい。陽極はこれらの電極物質を蒸着やスパッタリング等の方法により薄膜を形成させ、フォトリソグラフィ法で所望の形状のパターンを形成してもよく、あるいはパターン精度をあまり必要としない場合は(100μm以上程度)、上記電極物質の蒸着やスパッタリング時に所望の形状のマスクを介してパターンを形成してもよい。

あるいは、有機導電性化合物のように塗布可能な物質を用いる場合には、印刷方式、コーティング方式等湿式成膜法を用いることもできる。この陽極より発光を取り出す場合には、透過率を10%より大きくすることが望ましく、また陽極としてのシート抵抗は数百Ω以下が好ましい。更に膜厚は材料にもよるが、通常10nm~1000nm、好ましくは10nm~200nmの範囲で選ばれる。

40

【 0 2 3 0 】

《支持基板》

本発明の有機EL素子に用いることのできる支持基板(以下、基体、基板、基材、支持体等とも言う)としては、ガラス、プラスチック等の種類には特に限定はなく、また透明であっても不透明であってもよい。支持基板側から光を取り出す場合には、支持基板は透明であることが好ましい。好ましく用いられる透明な支持基板としては、ガラス、石英、透明樹脂フィルムを挙げることができる。特に好ましい支持基板は、有機EL素子にフレキシブル性を与えることが可能な樹脂フィルムである。

樹脂フィルムとしては、例えば、ポリエチレンテレフタレート(PET)、ポリエチレンナフタレート(PEN)等のポリエステル、ポリエチレン、ポリプロピレン、セロファ

50

ン、セルロースジアセテート、セルローストリアセテート、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネート（CAP）、セルロースアセテートフタレート（TAC）、セルロースナイトレート等のセルロースエステル類またはそれらの誘導体、ポリ塩化ビニリデン、ポリビニルアルコール、ポリエチレンビニルアルコール、シンジオタクティックポリスチレン、ポリカーボネート、ノルボルネン樹脂、ポリメチルペンテン、ポリエーテルケトン、ポリイミド、ポリエーテルスルホン（PES）、ポリフェニルスルフィド、ポリスルホン類、ポリエーテルイミド、ポリエーテルケトンイミド、ポリアミド、フッ素樹脂、ナイロン、ポリメチルメタクリレート、アクリルあるいはポリアリレート類、アートン（商品名JSR社製）あるいはアペル（商品名三井化学社製）といったシクロオレフィン系樹脂等を挙げられる。

10

【0231】

樹脂フィルムの表面には、無機物、有機物の被膜またはその両者のハイブリッド被膜が形成されていてもよく、JIS K 7129-1992に準拠した方法で測定された、水蒸気透過度（ 25 ± 0.5 、相対湿度（ 90 ± 2 ）%RH）が $0.01 \text{ g} / (\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ 以下のバリア性フィルムであることが好ましく、更には、JIS K 7126-1987に準拠した方法で測定された酸素透過度が、 $10^{-3} \text{ ml} / (\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h} \cdot \text{atm})$ 以下、水蒸気透過度が、 $10^{-5} \text{ g} / (\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ 以下の高バリア性フィルムであることが好ましい。

【0232】

バリア膜を形成する材料としては、水分や酸素等素子の劣化をもたらすものの浸入を抑制する機能を有する材料であればよく、例えば、酸化珪素、二酸化珪素、窒化珪素等を用いることができる。更に該膜の脆弱性を改良するために、これら無機層と有機材料からなる層の積層構造を持たせることがより好ましい。無機層と有機層の積層順については特に制限はないが、両者を交互に複数回積層させることが好ましい。

20

バリア膜の形成方法については特に限定はなく、例えば、真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、分子線エピタキシー法、クラスタ-イオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法、大気圧プラズマ重合法、プラズマCVD法、レーザーCVD法、熱CVD法、コーティング法等を用いることができるが、特開2004-68143号公報に記載されているような大気圧プラズマ重合法によるものが特に好ましい。

30

【0233】

不透明な支持基板としては、例えば、アルミ、ステンレス等の金属板、フィルムや不透明樹脂基板、セラミック製の基板等が挙げられる。

本発明の有機EL素子の発光の室温における外部取り出し効率は、1%以上であることが好ましく、より好ましくは5%以上である。

ここに、外部取り出し量子効率（%）＝有機EL素子外部に発光した光子数／有機EL素子に流した電子数×100である。

また、カラーフィルター等の色相改良フィルター等を併用しても、有機EL素子からの発光色を蛍光体を用いて多色へ変換する色変換フィルターを併用してもよい。色変換フィルターを用いる場合においては、有機EL素子の発光のmaxは480nm以下が好ましい。

40

【0234】

《有機EL素子の作製方法》

有機EL素子の作製方法の一例として、陽極／正孔注入層／正孔輸送層／発光層ユニット（発光層）／陽極バッファ層（正孔阻止層）／電子輸送層／陰極バッファ層（電子注入層）／陰極からなる素子の作製方法について説明する。

まず、適当な基体上に所望の電極物質、例えば、陽極用物質からなる薄膜を $1 \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $10 \text{ nm} \sim 200 \text{ nm}$ の膜厚になるように形成させ、陽極を作製する。

次に、この上に素子材料である正孔注入層、正孔輸送層、発光層、正孔阻止層、電子輸送層、電子注入層等の有機化合物を含有する薄膜を形成させる。

50

薄膜の形成方法としては、例えば、真空蒸着法、湿式法（ウェットプロセスともいう）等により成膜して形成することができる。

湿式法としては、スピコート法、キャスト法、ダイコート法、ブレードコート法、ロールコート法、インクジェット法、印刷法、スプレーコート法、カーテンコート法、LB法等があるが、精密な薄膜が形成可能で、且つ高生産性の点から、ダイコート法、ロールコート法、インクジェット法、スプレーコート法などのロール・ツー・ロール方式適性の高い方法が好ましい。また、層ごとに異なる成膜法を適用してもよい。

【0235】

本発明に係る有機EL材料を溶解または分散する液媒体としては、例えば、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等のケトン類、酢酸エチル等の脂肪酸エステル類、ジクロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素類、トルエン、キシレン、メシチレン、シクロヘキシルベンゼン等の芳香族炭化水素類、シクロヘキサン、デカリン、ドデカン等の脂肪族炭化水素類、DMF、DMSO等の有機溶媒を用いることができる。

また、分散方法としては、超音波、高剪断力分散やメディア分散等の分散方法により分散することができる。

これらの層の形成後、その上に陰極用物質からなる薄膜を1 μ m以下、好ましくは50~200nmの範囲の膜厚になるように形成させ、陰極を設けることにより所望の有機EL素子が得られる。

また、順序を逆にして、陰極、電子注入層、電子輸送層、正孔阻止層、発光層、正孔輸送層、正孔注入層、陽極の順に作製することも可能である。

このようにして得られた多色の表示装置に、直流電圧を印加する場合には陽極を+、陰極を-の極性として電圧2V~40V程度を印加すると発光が観測できる。また交流電圧を印加してもよい。なお、印加する交流の波形は任意でよい。

本発明の有機EL素子の作製は、一回の真空引きで一貫して正孔注入層から陰極まで作製するのが好ましいが、途中で取り出して異なる成膜法を施しても構わない。その際、作業を乾燥不活性ガス雰囲気下で行うことが好ましい。

【0236】

《封止》

本発明に用いられる封止手段としては、例えば、封止部材と電極、支持基板とを接着剤で接着する方法を挙げることができる。

封止部材としては、有機EL素子の表示領域を覆うように配置されておればよく、凹板状でも平板状でもよい。また透明性、電気絶縁性は特に問わない。

具体的には、ガラス板、ポリマー板・フィルム、金属板・フィルム等が挙げられる。ガラス板としては、特にソーダ石灰ガラス、バリウム・ストロンチウム含有ガラス、鉛ガラス、アルミノケイ酸ガラス、ホウケイ酸ガラス、バリウムホウケイ酸ガラス、石英等を挙げることができる。

また、ポリマー板としては、ポリカーボネート、アクリル、ポリエチレンテレフタレート、ポリエーテルサルファイド、ポリサルフォン等から形成されたものを挙げることができる。

【0237】

金属板としては、ステンレス、鉄、銅、アルミニウム、マグネシウム、ニッケル、亜鉛、クロム、チタン、モリブデン、シリコン、ゲルマニウム及びタンタルからなる群から選ばれ一種以上の金属または合金からなるものが挙げられる。

本発明においては、素子を薄膜化できるということからポリマーフィルム、金属フィルムを好ましく使用することができる。

更には、ポリマーフィルムは、JIS K 7126-1987に準拠した方法で測定された酸素透過度が $1 \times 10^{-3} \text{ ml} / (\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h} \cdot \text{atm})$ 以下、JIS K 7129-1992に準拠した方法で測定された、水蒸気透過度(25 \pm 0.5、相対湿度(90 \pm 2)%RH)が、 $1 \times 10^{-3} \text{ g} / (\text{m}^2 \cdot 24 \text{ h})$ 以下のものであることが好ましい。

10

20

30

40

50

【 0 2 3 8 】

封止部材を凹状に加工するのは、サンドブラスト加工、化学エッチング加工等が使われる。

接着剤として具体的には、アクリル酸系オリゴマー、メタクリル酸系オリゴマーの反応性ビニル基を有する光硬化及び熱硬化型接着剤、2-シアノアクリル酸エステル等の湿気硬化型等の接着剤を挙げることができる。また、エポキシ系等の熱及び化学硬化型（二液混合）を挙げることができる。また、ホットメルト型のポリアミド、ポリエステル、ポリオレフィンを挙げることができる。また、カチオン硬化タイプの紫外線硬化型エポキシ樹脂接着剤を挙げることができる。

なお、有機EL素子が熱処理により劣化する場合があるので、室温から80℃までに接着硬化できるものが好ましい。また、前記接着剤中に乾燥剤を分散させておいてもよい。封止部分への接着剤の塗布は市販のディスペンサーを使ってもよいし、スクリーン印刷のように印刷してもよい。

10

【 0 2 3 9 】

また、有機層を挟み支持基板と対向する側の電極の外側に該電極と有機層を被覆し、支持基板と接する形で無機物、有機物の層を形成し封止膜とすることも好適にできる。この場合、該膜を形成する材料としては、水分や酸素等素子の劣化をもたらすものの浸入を抑制する機能を有する材料であればよく、例えば、酸化珪素、二酸化珪素、窒化珪素等を用いることができる。

更に、該膜の脆弱性を改良するために、これら無機層と有機材料からなる層の積層構造を持たせることが好ましい。これらの膜の形成方法については、特に限定はなく、例えば真空蒸着法、スパッタリング法、反応性スパッタリング法、分子線エピタキシー法、クラスターイオンビーム法、イオンプレーティング法、プラズマ重合法、大気圧プラズマ重合法、プラズマCVD法、レーザーCVD法、熱CVD法、コーティング法等を用いることができる。

20

【 0 2 4 0 】

封止部材と有機EL素子の表示領域との間隙には、気相及び液相では、窒素、アルゴン等の不活性気体やフッ化炭化水素、シリコンオイルのような不活性液体を注入することが好ましい。また真空とすることも可能である。また、内部に吸湿性化合物を封入することもできる。

30

吸湿性化合物としては、例えば、金属酸化物（例えば、酸化ナトリウム、酸化カリウム、酸化カルシウム、酸化バリウム、酸化マグネシウム、酸化アルミニウム等）、硫酸塩（例えば、硫酸ナトリウム、硫酸カルシウム、硫酸マグネシウム、硫酸コバルト等）、金属ハロゲン化物（例えば、塩化カルシウム、塩化マグネシウム、フッ化セシウム、フッ化タンタル、臭化セリウム、臭化マグネシウム、沃化バリウム、沃化マグネシウム等）、過塩素酸類（例えば、過塩素酸バリウム、過塩素酸マグネシウム等）等が挙げられ、硫酸塩、金属ハロゲン化物及び過塩素酸類においては無水塩が好適に用いられる。

【 0 2 4 1 】

《保護膜、保護板》

有機層を挟み支持基板と対向する側の前記封止膜、あるいは前記封止用フィルムの外側に、素子の機械的強度を高めるために保護膜、あるいは保護板を設けてもよい。特に封止が前記封止膜により行われている場合には、その機械的強度は必ずしも高くないため、このような保護膜、保護板を設けることが好ましい。これに使用することができる材料としては、前記封止に用いたのと同様なガラス板、ポリマー板・フィルム、金属板・フィルム等を用いることができるが、軽量且つ薄膜化ということからポリマーフィルムを用いることが好ましい。

40

【 0 2 4 2 】

《光取り出し》

有機EL素子は空気よりも屈折率の高い（屈折率が1.7～2.1程度）層の内部で発光し、発光層で発生した光のうち15%から20%程度の光しか取り出せないことが一般

50

的に言われている。これは、臨界角以上の角度で界面（透明基板と空気との界面）に入射する光は、全反射を起こし素子外部に取り出すことができないことや、透明電極ないし発光層と透明基板との間で光が全反射を起こし、光が透明電極ないし発光層を導波し、結果として光が素子側面方向に逃げるためである。

この光の取り出しの効率を向上させる手法としては、例えば、透明基板表面に凹凸を形成し、透明基板と空気界面での全反射を防ぐ方法（米国特許第4,774,435号明細書）、基板に集光性を持たせることにより効率を向上させる方法（特開昭63-314795号公報）、素子の側面等に反射面を形成する方法（特開平1-220394号公報）、基板と発光体の間に中間の屈折率を持つ平坦層を導入し、反射防止膜を形成する方法（特開昭62-172691号公報）、基板と発光体の間に基板よりも低屈折率を持つ平坦層を導入する方法（特開2001-202827号公報）、基板、透明電極層や発光層のいずれかの層間（含む、基板と外界間）に回折格子を形成する方法（特開平11-283751号公報）等がある。

10

【0243】

本発明においては、これらの方法を本発明の有機EL素子と組み合わせて用いることができるが、基板と発光体の間に基板よりも低屈折率を持つ平坦層を導入する方法、あるいは基板、透明電極層や発光層のいずれかの層間（含む、基板と外界間）に回折格子を形成する方法を好適に用いることができる。

本発明はこれらの手段を組み合わせることにより、更に高輝度あるいは耐久性に優れた素子を得ることができる。

20

透明電極と透明基板の間に低屈折率の媒質を光の波長よりも長い厚みで形成すると、透明電極から出てきた光は、媒質の屈折率が低いほど外部への取り出し効率が高くなる。

低屈折率層としては、例えば、エアロゲル、多孔質シリカ、フッ化マグネシウム、フッ素系ポリマー等が挙げられる。透明基板の屈折率は一般に1.5~1.7程度であるので、低屈折率層は屈折率がおよそ1.5以下であることが好ましい。また、更に1.35以下であることが好ましい。

【0244】

また、低屈折率媒質の厚みは媒質中の波長の2倍以上となるのが望ましい。これは低屈折率媒質の厚みが、光の波長程度になってエバネッセントで染み出した電磁波が基板内に入り込む膜厚になると、低屈折率層の効果が薄れるからである。

30

全反射を起こす界面もしくはいずれかの媒質中に回折格子を導入する方法は、光取り出し効率の向上効果が高いという特徴がある。この方法は回折格子が1次の回折や2次の回折といった所謂ブラッグ回折により、光の向きを屈折とは異なる特定の向きに変えることができる性質を利用して、発光層から発生した光のうち層間での全反射等により外に出ることができない光を、いずれかの層間もしくは、媒質中（透明基板内や透明電極内）に回折格子を導入することで光を回折させ、光を外に取り出そうとするものである。

【0245】

導入する回折格子は、二次元的な周期屈折率を持っていることが望ましい。これは発光層で発光する光はあらゆる方向にランダムに発生するので、ある方向にのみ周期的な屈折率分布を持っている一般的な1次元回折格子では、特定の方向に進む光しか回折されず、光の取り出し効率がさほど上がらない。

40

しかしながら、屈折率分布を二次元的な分布にすることにより、あらゆる方向に進む光が回折され、光の取り出し効率が上がる。

回折格子を導入する位置としては前述の通り、いずれかの層間もしくは媒質中（透明基板内や透明電極内）でもよいが、光が発生する場所である有機発光層の近傍が望ましい。

このとき、回折格子の周期は媒質中の光の波長の約1/2~3倍程度が好ましい。

回折格子の配列は正方形のラチス状、三角形のラチス状、八ニカムラチス状等、二次元的に配列が繰り返されることが好ましい。

【0246】

《集光シート》

50

本発明の有機EL素子は基板の光取り出し側に、例えば、マイクロレンズアレイ状の構造を設けるように加工したり、あるいは所謂集光シートと組み合わせることにより、特定方向、例えば、素子発光面に対し正面方向に集光することにより、特定方向上の輝度を高めることができる。

マイクロレンズアレイの例としては、基板の光取り出し側に一辺が30 μmでその頂角が90度となるような四角錐を2次元に配列する。一辺は10 μm ~ 100 μmが好ましい。これより小さくなると回折の効果が発生して色付く、大きすぎると厚みが厚くなり好ましくない。

【0247】

集光シートとしては、例えば、液晶表示装置のLEDバックライトで実用化されているものを用いることが可能である。このようなシートとして、例えば、住友スリーエム社製輝度上昇フィルム(BEF)等を用いることができる。

プリズムシートの形状としては、例えば、基材に頂角90度、ピッチ50 μmの状(三角状)のストライプが形成されたものであってもよいし、頂角が丸みを帯びた形状、ピッチをランダムに変化させた形状、その他の形状であってもよい。

また、発光素子からの光放射角を制御するために、光拡散板・フィルムを集光シートと併用してもよい。例えば、(株)きもと製拡散フィルム(ライトアップ)等を用いることができる。

【0248】

《用途》

本発明の有機EL素子は、表示デバイス、ディスプレイ、各種発光光源として用いることができる。発光光源として、例えば、照明装置(家庭用照明、車内照明)、時計や液晶用バックライト、看板広告、信号機、光記憶媒体の光源、電子写真複写機の光源、光通信処理機の光源、光センサーの光源等が挙げられるがこれに限定するものではない。しかし、特に液晶表示装置のバックライト、照明用光源としての用途に有効に用いることができる。

本発明の有機EL素子においては、必要に応じ成膜時にメタルマスクやインクジェットプリンティング法等でパターンングを施してもよい。パターンングする場合は、電極のみをパターンングしてもよいし、電極と発光層をパターンングしてもよいし、素子全層をパターンングしてもよく、素子の作製においては、従来公知の方法を用いることができる。

本発明の有機EL素子や本発明に係る化合物の発光する色は、「新編色彩科学ハンドブック」(日本色彩学会編、東京大学出版会、1985)の108頁の図4.16において、分光放射輝度計CS-1000(コニカミノルタセンシング(株)製)で測定した結果をCIE色度座標に当てはめたときの色で決定される。

また、本発明の有機EL素子が白色素子の場合には、白色とは、2度視野角正面輝度を上記方法により測定した際に、1000 cd/m²でのCIE1931表色系における色度がX = 0.33 ± 0.07、Y = 0.33 ± 0.1の領域内にあることを言う。

【0249】

表示装置

本発明の表示装置について説明する。本発明の表示装置は、本発明の有機EL素子を具備したものである。

本発明の表示装置は単色でも多色でもよいが、ここでは多色表示装置について説明する。多色表示装置の場合は発光層形成時のみシャドーマスクを設け、一面に蒸着法、キャスト法、スピンコート法、インクジェット法、印刷法等で膜を形成できる。

発光層のみパターンングを行う場合、その方法に限定はないが、好ましくは蒸着法、インクジェット法、スピンコート法、印刷法である。

表示装置に具備される有機EL素子の構成は、必要に応じて上記の有機EL素子の構成例の中から選択される。

また、有機EL素子の製造方法は、上記の本発明の有機EL素子の製造の一態様に示したとおりである。

10

20

30

40

50

【 0 2 5 0 】

得られた多色表示装置に直流電圧を印加する場合には、陽極を +、陰極を - の極性として電圧 2 V ~ 4 0 V 程度を印加すると発光が観測できる。また、逆の極性で電圧を印加しても電流は流れずに発光は全く生じない。更に交流電圧を印加する場合には、陽極が +、陰極が - の状態になったときのみ発光する。なお、印加する交流の波形は任意でよい。

多色表示装置は、表示デバイス、ディスプレイ、各種発光光源として用いることができる。表示デバイス、ディスプレイにおいて、青、赤、緑発光の 3 種の有機 E L 素子を用いることによりフルカラーの表示が可能となる。

表示デバイス、ディスプレイとしては、テレビ、パソコン、モバイル機器、A V 機器、文字放送表示、自動車内の情報表示等が挙げられる。特に静止画像や動画像を再生する表示装置として使用してもよく、動画再生用の表示装置として使用する場合の駆動方式は単純マトリクス（パッシブマトリクス）方式でもアクティブマトリクス方式でもどちらでもよい。

10

【 0 2 5 1 】

発光光源としては家庭用照明、車内照明、時計や液晶用のバックライト、看板広告、信号機、光記憶媒体の光源、電子写真複写機の光源、光通信処理機の光源、光センサーの光源等が挙げられるが、本発明はこれらに限定されない。

以下、本発明の有機 E L 素子を有する表示装置の一例を図面に基づいて説明する。

図 1 は有機 E L 素子から構成される表示装置の一例を示した模式図である。有機 E L 素子の発光により画像情報の表示を行う、例えば、携帯電話等のディスプレイの模式図である。

20

ディスプレイ 1 は複数の画素を有する表示部 A、画像情報に基づいて表示部 A の画像走査を行う制御部 B 等からなる。

制御部 B は表示部 A と電気的に接続され、複数の画素それぞれに外部からの画像情報に基づいて走査信号と画像データ信号を送り、走査信号により走査線毎の画素が画像データ信号に応じて順次発光して画像走査を行って画像情報を表示部 A に表示する。

【 0 2 5 2 】

図 2 は表示部 A の模式図である。

表示部 A は基板上に、複数の走査線 5 及びデータ線 6 を含む配線部と複数の画素 3 等とを有する。表示部 A の主要な部材の説明を以下に行う。

30

図においては、画素 3 の発光した光が白矢印方向（下方向）へ取り出される場合を示している。

配線部の走査線 5 及び複数のデータ線 6 はそれぞれ導電材料からなり、走査線 5 とデータ線 6 は格子状に直交して、直交する位置で画素 3 に接続している（詳細は図示していない）。

画素 3 は走査線 5 から走査信号が印加されると、データ線 6 から画像データ信号を受け取り、受け取った画像データに応じて発光する。

発光の色が赤領域の画素、緑領域の画素、青領域の画素を適宜同一基板上に並置することによって、フルカラー表示が可能となる。

【 0 2 5 3 】

40

次に、画素の発光プロセスを説明する。図 3 は画素の模式図である。

画素は有機 E L 素子 1 0、スイッチングトランジスタ 1 1、駆動トランジスタ 1 2、コンデンサ 1 3 等を備えている。複数の画素に有機 E L 素子 1 0 として、赤色、緑色、青色発光の有機 E L 素子を用い、これらを同一基板上に並置することでフルカラー表示を行うことができる。

図 3 において、制御部 B（図 1 参照）からデータ線 6 を介してスイッチングトランジスタ 1 1 のドレインに画像データ信号が印加される。そして、制御部 B から走査線 5 を介してスイッチングトランジスタ 1 1 のゲートに走査信号が印加されると、スイッチングトランジスタ 1 1 の駆動がオンし、ドレインに印加された画像データ信号がコンデンサ 1 3 と駆動トランジスタ 1 2 のゲートに伝達される。

50

【0254】

画像データ信号の伝達により、コンデンサ13が画像データ信号の電位に応じて充電されるとともに、駆動トランジスタ12の駆動がオンする。駆動トランジスタ12は、ドレインが電源ライン7に接続され、ソースが有機EL素子10の電極に接続されており、ゲートに印加された画像データ信号の電位に応じて電源ライン7から有機EL素子10に電流が供給される。

制御部Bの順次走査により走査信号が次の走査線5に移ると、スイッチングトランジスタ11の駆動がオフする。しかし、スイッチングトランジスタ11の駆動がオフしてもコンデンサ13は充電された画像データ信号の電位を保持するので、駆動トランジスタ12の駆動はオン状態が保たれて、次の走査信号の印加が行われるまで有機EL素子10の発光が継続する。順次走査により次に走査信号が印加されたとき、走査信号に同期した次の画像データ信号の電位に応じて駆動トランジスタ12が駆動して有機EL素子10が発光する。

10

【0255】

即ち、有機EL素子10の発光は、複数の画素それぞれの有機EL素子10に対して、アクティブ素子であるスイッチングトランジスタ11と駆動トランジスタ12を設けて、複数の画素3それぞれの有機EL素子10の発光を行っている。このような発光方法をアクティブマトリクス方式と呼んでいる。

ここで、有機EL素子10の発光は複数の階調電位を持つ多値の画像データ信号による複数の階調の発光でもよいし、2値の画像データ信号による所定の発光量のオン、オフでもよい。また、コンデンサ13の電位の保持は次の走査信号の印加まで継続して保持してもよいし、次の走査信号が印加される直前に放電させてもよい。

20

本発明においては、上述したアクティブマトリクス方式に限らず、走査信号が走査されたときのみデータ信号に応じて有機EL素子を発光させるパッシブマトリクス方式の発光駆動でもよい。

【0256】

図4はパッシブマトリクス方式による表示装置の模式図である。図4において、複数の走査線5と複数の画像データ線6が画素3を挟んで対向して格子状に設けられている。

順次走査により走査線5の走査信号が印加されたとき、印加された走査線5に接続している画素3が画像データ信号に応じて発光する。

30

パッシブマトリクス方式では画素3にアクティブ素子が無く、製造コストの低減が計れる。

【0257】

照明装置

本発明の照明装置について説明する。本発明の照明装置は上記有機EL素子を具備したものである。

本発明の照明装置においては、本発明の有機EL素子に共振器構造を持たせた有機EL素子として用いてもよい。このような共振器構造を有した有機EL素子の使用目的としては、光記憶媒体の光源、電子写真複写機の光源、光通信処理機の光源、光センサーの光源等が挙げられるが、これらに限定されない。また、レーザー発振をさせることにより上記用途に使用してもよい。

40

また、本発明の有機EL素子は照明用や露光光源のような一種のランプとして使用してもよいし、画像を投影するタイプのプロジェクション装置や、静止画像や動画像を直接視認するタイプの表示装置(ディスプレイ)として使用してもよい。

動画再生用の表示装置として使用する場合の駆動方式は、単純マトリクス(パッシブマトリクス)方式でもアクティブマトリクス方式でもどちらでもよい。または、異なる発光色を有する本発明の有機EL素子を2種以上使用することにより、フルカラー表示装置を作製することが可能である。

【0258】

また、本発明に用いる有機EL材料、は照明装置として、実質白色の発光を生じる有機

50

EL素子に適用できる。この有機EL素子は、複数の発光材料により複数の発光色を同時に発光させて混色により白色発光を得る。複数の発光色の組み合わせとしては、赤色、緑色、青色の3原色の3つの発光極大波長を含有させたものでもよいし、青色と黄色、青緑と橙色等の補色の関係を利用した2つの発光極大波長を含有したものでもよい。

また複数の発光色を得るための発光材料の組み合わせは、複数のリン光または蛍光で発光する材料を複数組み合わせたもの、蛍光またはリン光で発光する発光材料と、発光材料からの光を励起光として発光する色素材料との組み合わせたものいずれでもよいが、本発明に係る白色有機EL素子においては、発光ドーパントを複数組み合わせ混合するだけでよい。

【0259】

発光層、正孔輸送層あるいは電子輸送層等の形成時のみマスクを設け、マスクにより塗り分ける等単純に配置するだけでよく、他層は共通であるのでマスク等のパターニングは不要であり、一面に蒸着法、キャスト法、スピコート法、インクジェット法、印刷法等で例えば電極膜を形成でき、生産性も向上する。

この方法によれば、複数色の発光素子をアレー状に並列配置した白色有機EL装置と異なり、素子自体が発光白色である。

発光層に用いる発光材料としては特に制限はなく、例えば、液晶表示素子におけるバックライトであれば、CF(カラーフィルター)特性に対応した波長範囲に適合するように、本発明に係る金属錯体、また公知の発光材料の中から任意のものを選択して組み合わせで白色化すればよい。

【0260】

《本発明の照明装置の一態様》

本発明の有機EL素子を具備した、本発明の照明装置の一態様について説明する。

本発明の有機EL素子の非発光面をガラスケースで覆い、厚み300 μ mのガラス基板を封止用基板として用いて、周囲にシール材として、エポキシ系光硬化型接着剤(東亜合成社製ラックストラックLC0629B)を適用し、これを陰極上に重ねて透明支持基板と密着させ、ガラス基板側からUV光を照射して、硬化させて、封止し、図5、図6に示すような照明装置を形成することができる。

図5は、照明装置の概略図を示し、本発明の有機EL素子101はガラスカバー102で覆われている(なお、ガラスカバーでの封止作業は、有機EL素子101を大気に接触させることなく窒素雰囲気下のグローブボックス(純度99.999%以上の高純度窒素ガスの雰囲気下)で行うことができる。)

図6は、照明装置の断面図を示し、図6において、105は陰極、106は有機EL層、107は透明電極付きガラス基板を示す。なお、ガラスカバー102内には窒素ガス108が充填され、捕水剤109が設けられている。

【実施例】

【0261】

以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明の範囲はこれらにより限定されるものではない。

以下に有機EL素子の作製に用いられる化合物の構造を示す。

【0262】

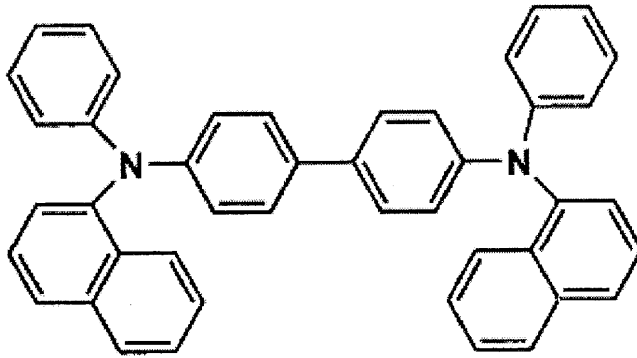
10

20

30

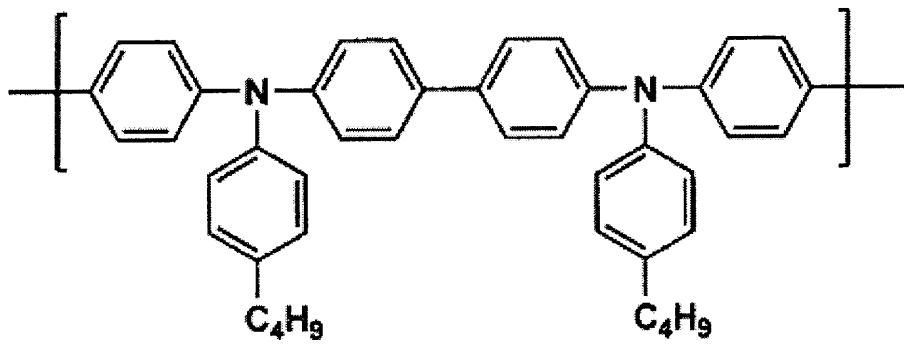
40

【化 1 0 8】

 α -NPD

10

ADS-254

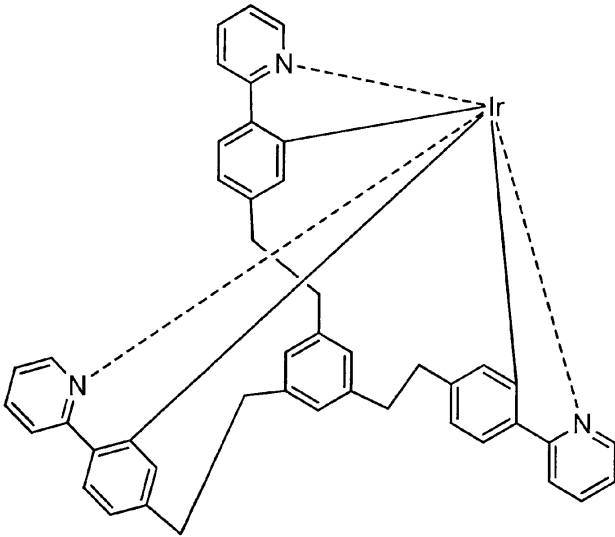


20

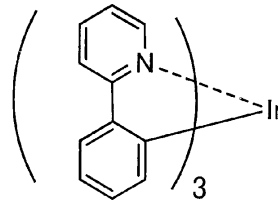
【 0 2 6 3】

【化109】

比較1

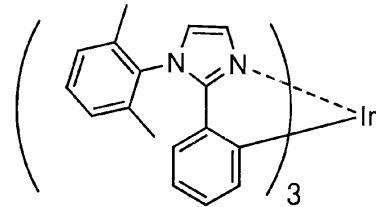


比較2



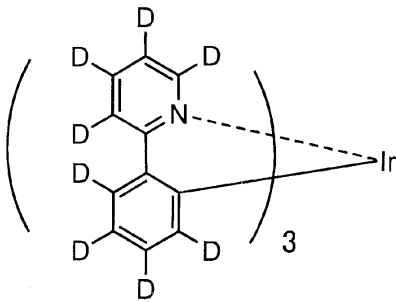
10

比較3

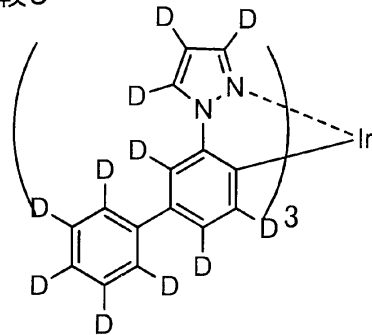


20

比較4

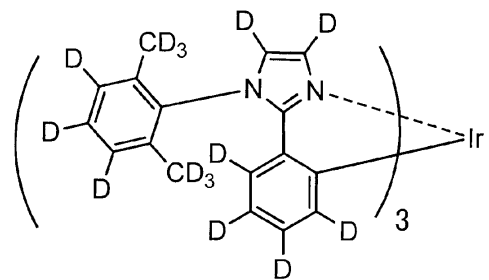


比較5



30

比較7

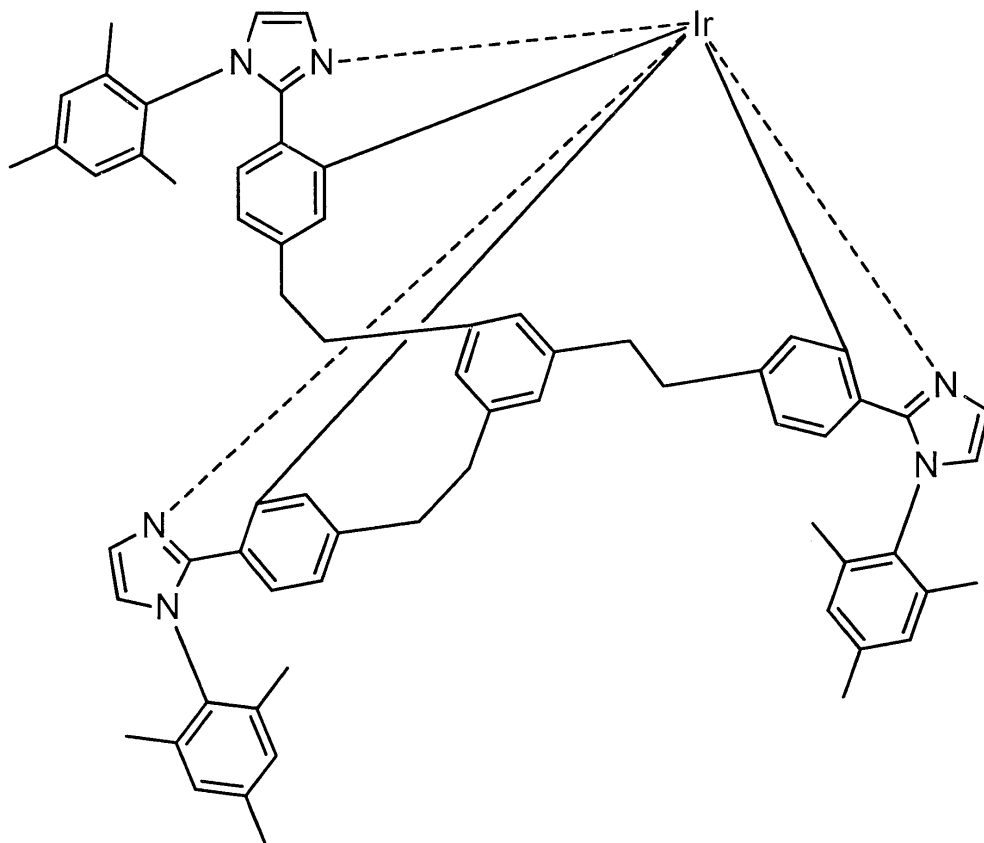


40

【0264】

【化 1 1 0】

比較6



10

20

【 0 2 6 5】

[実施例 1]

〔有機EL素子1-1の作製〕

陽極として100mm×100mm×1.1mmのガラス基板上にITO（インジウムチンオキド）を100nm成膜した基板（AvanStrate株式会社製、NA-45）にパターニングを行った。その後、このITO透明電極を設けた透明支持基板をイソプロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥窒素ガスで乾燥して、UVオゾン洗浄を5分間行った。

この透明支持基板上に、ポリ（3,4-エチレンジオキシチオフェン）-ポリスチレンスルホネート（PEDOT/PSS、Bayer株式会社製、Baytron P A14083）を純水で70%に希釈した溶液をスピコート法により成膜した後、200

30

40

【 0 2 6 6】

この第1正孔輸送層上に、正孔輸送材料Poly（N,N'-ビス（4-ブチルフェニル）-N,N'-ビス（フェニル））ベンジジン（American Dye Source株式会社製、ADS-254）のクロロベンゼン溶液をスピコート法により成膜した。150℃で1時間加熱乾燥し、膜厚40nmの第2正孔輸送層を設けた。

【 0 2 6 7】

この第2正孔輸送層上に、ホスト化合物OC-11及びドーパント化合物である比較1の酢酸ブチル溶液をスピコート法により成膜し、120℃で1時間加熱乾燥し、膜厚30nmの発光層を設けた。

50

この発光層上に、電子輸送材料ET-11の1-ブタノールの溶液をスピンコート法により成膜し、膜厚20nmの電子輸送層を設けた。

これを、真空蒸着装置に取付け、真空槽を 4×10^{-4} Paまで減圧した。次いで、電子注入層としてフッ化リチウム1.0nm、陰極としてアルミニウム110nmを蒸着し、有機EL素子1-1を作製した。

【0268】

〔有機EL素子1-2～1-23の作製〕

有機EL素子1-1の作製において、発光層のホスト化合物OC-11、ドーパント化合物比較1を表1に示す化合物に置き換えた以外は同様にして、有機EL素子1-2～1-23を各々作製した。

10

【0269】

有機EL素子の評価

得られた有機EL素子1-1～1-23を評価するに際しては、作製後の各有機EL素子の非発光面をガラスケースで覆い、厚み300 μ mのガラス基板を封止用基板として用いて、周囲にシール材としてエポキシ系光硬化型接着剤（東亜合成社製ラックストラックLC0629B）を適用し、これを上記陰極上に重ねて前記透明支持基板と密着させ、ガラス基板側からUV光を照射して、硬化させて、封止して、図5、図6に示すような照明装置を形成して下記評価を行った。

【0270】

（発光効率（外部取り出し量子効率（単に、効率ともいう）））

20

有機EL素子を室温（約23～25）、 2.5 mA/cm^2 の定電流条件下による点灯を行い、点灯開始直後の発光輝度（L）[cd/m^2]を測定することにより、外部取り出し量子効率（）を算出した。

ここで、発光輝度の測定はCS-1000（コニカミノルタセンシング製）を用いて行い、外部取り出し量子効率は有機EL素子1-1（比較例）を100とする相対値で表した。

【0271】

（駆動電圧）

有機EL素子を室温（約23～25）、 2.5 mA/cm^2 の定電流条件下により駆動した時の電圧を各々測定し、測定結果を下記に示した計算式により計算し、得られた結果を表1に示した。

30

有機EL素子1-1（比較例）を100として各々相対値で示した。

駆動電圧（相対値）=（各素子の駆動電圧/有機EL素子1-1（比較例）の駆動電圧） $\times 100$

なお、値が小さいほうが比較に対して駆動電圧が低いことを示す。

【0272】

（半減寿命）

下記に示す測定法に従って、半減寿命の評価を行った。

各有機EL素子を初期輝度 1000 cd/m^2 を与える電流で定電流駆動して、初期輝度の $1/2$ （ 500 cd/m^2 ）になる時間を求め、これを半減寿命の尺度とした。

40

なお、半減寿命は比較の有機EL素子1-1（比較例）を100とした時の相対値で表示した。

得られた結果を表1に示す。

【0273】

【表 1】

有機EL素子	発光ホスト	ドーパント	発光効率	半減寿命	駆動電圧	備考
1-1	OC-11	比較1	100	100	100	比較例
1-2	OC-11	比較2	94	90	100	比較例
1-3	OC-11	比較3	95	102	98	比較例
1-4	OC-11	比較4	107	110	92	比較例
1-5	OC-11	比較5	100	102	95	比較例
1-6	OC-11	1B-1	122	198	83	本発明
1-7	OC-6	1B-15	120	188	83	本発明
1-8	OC-11	1B-17	120	198	85	本発明
1-9	OC-11	1C-4	122	201	82	本発明
1-10	1	1C-11	125	212	82	本発明
1-11	OC-11	1C-18	123	209	80	本発明
1-12	55	1D-4	118	177	88	本発明
1-13	OC-11	1D-7	115	175	89	本発明
1-14	1	1E-1	117	174	89	本発明
1-15	OC-6	1E-5	114	180	88	本発明
1-16	OC-11	1F-2	116	175	88	本発明
1-17	54	1F-4	115	165	90	本発明
1-18	OC-29	1G-3	114	160	88	本発明
1-19	OC-29	1G-7	115	162	89	本発明
1-20	1	1H-1	110	165	90	本発明
1-21	OC-11	1H-9	110	170	90	本発明
1-22	OC-11d	1B-1	127	220	78	本発明
1-23	OC-11d	1C-18	129	224	76	本発明

【0274】

表1から、本発明の素子は比較例に対して、高い効率を示し、半減寿命が向上し、駆動電圧も低下する等、素子としての特性が向上している。

【0275】

[実施例2]

〔有機EL素子2-1の作製〕

陽極として100mm×100mm×1.1mmのガラス基板上にITO（インジウムチンオキド）を100nm製膜した基板（NHテクノグラス社製NA45）にパターンニングを行った後、このITO透明電極を設けた透明支持基板をイソプロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥窒素ガスで乾燥し、UVオゾン洗浄を5分間行った。

この透明支持基板上に、ポリ（3,4-エチレンジオキシチオフェン）-ポリスチレンスルホネート（PEDOT/PSS、H.C. スタルク社製、CLEVIO P V P A I 4083）を純水で70%に希釈した溶液を用い、3000rpm、30秒の条件でスピンコート法により薄膜を形成した後、200℃にて1時間乾燥し、膜厚20nmの第1正孔輸送層を設けた。

この透明支持基板を市販の真空蒸着装置の基板ホルダーに固定し、一方、モリブデン製抵抗加熱ポートにNPDを200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにホスト化合物としてOC-30を200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにET-8を200mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにドーパント化合物である比較1を100mg入れ、真空蒸着装置に取り付けた。

【0276】

次いで真空槽を 4×10^{-4} Pa まで減圧した後、 MgO -NPD の入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度 0.1 nm/秒 で透明支持基板に蒸着し 20 nm の第 2 正孔輸送層を設けた。

更に、ホスト化合物 OC-30 とドーパント化合物である比較 1 の入った前記加熱ポートに通電して加熱し、それぞれ蒸着速度 0.1 nm/秒 、 0.006 nm/秒 で前記第 2 正孔輸送層上に共蒸着して 40 nm の発光層を設けた。

更に ET-8 の入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度 0.1 nm/秒 で前記発光層上に蒸着して膜厚 30 nm の電子輸送層を設けた。

なお、蒸着時の基板温度は室温であった。

引き続き、陰極バッファ層としてフッ化リチウム 0.5 nm を蒸着し、更にアルミニウム 110 nm を蒸着して陰極を形成し、有機 EL 素子 2-1 を作製した。

10

【0277】

〔有機 EL 素子 2-2 ~ 2-23 の作製〕

有機 EL 素子 2-1 の作製において、発光層のホスト化合物 OC-30、ドーパント化合物である比較 1 を表 2 に記載の化合物に置き換えた以外は同様にして、有機 EL 素子 2-2 ~ 2-23 を各々作製した。

【0278】

有機 EL 素子の評価

得られた有機 EL 素子 2-1 ~ 2-23 を評価するに際しては、実施例 1 の有機 EL 素子 1-1 と同様に封止し、図 5、図 6 に示すような照明装置を形成して下記評価を行った。

20

【0279】

（発光輝度）

有機 EL 素子の温度 23°C 、 10 V 直流電圧を印加した時の発光輝度 (L) [cd/m^2] を測定した。発光輝度は有機 EL 素子 2-1 (比較例) を 100 とする相対値で表した。発光輝度については、CS-1000 (コニカミノルタセンシング社製) を用いて測定した。

【0280】

（初期劣化）

下記に示す測定法に従って、初期劣化の評価を行い、耐久性の指標とした。前記半減寿命の測定時に、輝度が 90% に到達する時間を測定し、これを初期劣化の尺度とした。尚、初期劣化は比較の有機 EL 素子 2-1 を 100 とした。初期劣化は以下の計算式を基に計算した。

30

初期劣化 = (有機 EL 素子 2-1 の輝度 90% 到達時間) / (各素子の輝度 90% 到達時間) $\times 100$

即ち、初期劣化の値は、小さいほど初期の劣化が小さいことを示す。

【0281】

（駆動電圧）

実施例 1 に記載の方法と同様にして行った。なお、駆動電圧は、有機 EL 素子 2-1 (比較例) を 100 として各々相対値で示した。

40

【0282】

【表 2】

有機EL素子	発光ホスト	ドーパント	発光輝度	初期劣化	駆動電圧	備考
2-1	OC-30	比較1	100	1.00	100	比較例
2-2	OC-30	比較2	96	1.08	100	比較例
2-3	OC-30	比較3	90	1.02	100	比較例
2-4	OC-30	比較4	103	0.98	98	比較例
2-5	OC-30	比較7	99	1.02	98	比較例
2-6	OC-30	1B-2	125	0.72	78	本発明
2-7	55	1B-7	128	0.77	77	本発明
2-8	9	1B-10	130	0.78	79	本発明
2-9	OC-7	1C-1	132	0.80	77	本発明
2-10	26	1C-6	133	0.75	75	本発明
2-11	9	1C-13	134	0.81	79	本発明
2-12	OC-30	1D-1	122	0.80	81	本発明
2-13	9	1D-4	120	0.83	84	本発明
2-14	1	1E-2	118	0.83	83	本発明
2-15	54	1E-6	115	0.82	82	本発明
2-16	OC-30	1F-3	119	0.82	81	本発明
2-17	54	1F-8	112	0.88	85	本発明
2-18	9	1G-1	121	0.82	84	本発明
2-19	9	1G-8	115	0.88	86	本発明
2-20	OC-7	1H-4	121	0.90	83	本発明
2-21	OC-7	1H-5	118	0.91	85	本発明
2-22	OC-30d	1B-2	128	0.70	75	本発明
2-23	OC-30d	1C-6	137	0.71	73	本発明

【0283】

表 2 から、蒸着法で素子を製造した場合も、本発明の素子は比較例に対して、各々高い発光輝度を示し、初期劣化も抑えられ、駆動電圧も低下する等、素子としての諸特性が向上している。またこの場合も、フェニルピリジン系の配位子を有する比較 2 に対する、比較 1 の配位子同士を結合させた効果に比して、本発明の重水素置換した本発明の化合物にしたときの効果は明らかに大きい。

【0284】

〔実施例 3〕

〔有機 EL 素子 3 - 1 ~ 3 - 6 の作製〕

有機 EL 素子 1 - 1 の作製において、発光層のホスト化合物 OC - 11、ドーパント化合物比較 1 を表 3 に示す化合物に置き換えた以外は同様にして、有機 EL 素子 3 - 1 ~ 3 - 6 を各々作製した。

【0285】

有機 EL 素子 3 - 1 ~ 3 - 6 の評価

得られた有機 EL 素子 3 - 1 ~ 3 - 6 を評価するに際しては、実施例 1 の有機 EL 素子 1 - 1 と同様に封止し、図 5、図 6 に示すような照明装置を形成して下記評価を行った。

【0286】

(重水素置換純度)

重水素置換純度は、プロトン NMR により外部標準を用いて測定した。

【0287】

(発光効率)

10

20

30

40

50

実施例 1 に記載の方法と同様にして行った。なお、発光輝度は有機 E L 素子 3 - 1 (比較例) を 1 0 0 とした時の相対値で表した。

【 0 2 8 8 】

(半減寿命)

実施例 1 に記載の方法と同様にして行った。なお、半減寿命は、有機 E L 素子 3 - 1 (比較例) を 1 0 0 とした各々相対値で示した。

【 0 2 8 9 】

(駆動電圧)

実施例 1 に記載の方法と同様にして行った。なお、駆動電圧は、有機 E L 素子 3 - 1 (比較例) を 1 0 0 とした各々相対値で示した。

得られた結果を表 3 に示す。

【 0 2 9 0 】

【表 3】

有機EL素子	発光ホスト	ドーパント	重水素置換純度	発光効率	半減寿命	駆動電圧	備考
3-1	OC-11	比較6	0.0	100	100	100	比較例
3-2	OC-11	1C-10	30.0	101	102	100	本発明
3-3	OC-11	1C-10	70.0	102	108	99	本発明
3-4	OC-11	1C-10	85.0	103	115	98	本発明
3-5	OC-11	1C-10	93.0	104	120	97	本発明
3-6	OC-11	1C-10	99.7	105	150	95	本発明

【 0 2 9 1 】

表 3 から、比較の有機 E L 素子 3 - 1 に比べて、本発明の重水素置換純度の高い有機 E L 素子材料を用いて作製した本発明の有機 E L 素子 3 - 2 ~ 3 - 6 は、各々高い発光効率、半減寿命を示し、且つ、駆動電圧も低下する等、素子としての諸特性が向上していることが明らかである。

【 0 2 9 2 】

[実施例 4]

[白色発光有機 E L 素子 4 - 1 の作製]

陽極として 1 0 0 m m × 1 0 0 m m × 1 . 1 m m のガラス基板上に I T O (インジウムチンオキシド) を 1 0 0 n m 成膜した基板 (A v a n S t r a t e 株式会社製、N A - 4 5) にパターニングを行った。その後、この I T O 透明電極を設けた透明支持基板をイソプロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥窒素ガスで乾燥して、U V オゾン洗浄を 5 分間行った。

この透明支持基板上に、ポリ (3 , 4 - エチレンジオキシチオフェン) - ポリスチレンスルホネート (P E D O T / P S S 、 B a y e r 株式会社製、B a y t r o n P A 1 4 0 8 3) を純水で 7 0 % に希釈した溶液をスピンコート法により成膜した後、2 0 0 にて 1 時間乾燥し、膜厚 3 0 n m の第 1 正孔輸送層を設けた。

この第 1 正孔輸送層上に、正孔輸送材料 P o l y (N , N - ビス (4 - ブチルフェニル) - N , N - ビス (フェニル)) ベンジジン (A m e r i c a n D y e S o u r c e 株式会社製、A D S - 2 5 4) のクロロベンゼン溶液をスピンコート法により成膜した。1 5 0 で 1 時間加熱乾燥し、膜厚 4 0 n m の第 2 正孔輸送層を設けた。

【 0 2 9 3 】

次に、ホスト化合物 2 4 (1 0 0 m g) とドーパント材料 1 D - 1 (3 m g) と 1 D - 1 0 (3 m g) をトルエン 1 0 m l に溶解した溶液を用い、2 0 0 0 r p m、3 0 秒の条件下、スピンコート法により成膜した。6 0 で 1 時間真空乾燥し第 1 発光層を形成した。

更にこの第 1 発光層上に、ホスト化合物 O C - 1 1 (1 0 0 m g) とドーパント材料 1 C - 6 (1 6 m g) を 6 m l のヘキサフルオロイソプロパノール (H F I P) に溶解した溶液を用い、2 0 0 0 r p m、3 0 秒の条件でスピンコート法により成膜し、6 0 で 1

時間真空乾燥し、第2発光層を形成した。

この基板を真空蒸着装置の基板ホルダーに固定し、真空槽を 4×10^{-4} Paまで減圧した後、第2発光層上に、電子輸送材料ET-9を30 nm、続いて陰極バッファ層としてフッ化リチウムを0.5 nm、更に陰極としてアルミニウムを110 nm蒸着して陰極を形成し、有機EL素子4-1を作製した。

この素子に通電したところほぼ白色の光が得られ、照明装置として使用出来ることが判った。なお、例示の他の化合物に置き換えても同様に白色の発光が得られることが判った。

【0294】

[実施例5]

[白色発光有機EL素子5-1の作製]

陽極として100 mm×100 mm×1.1 mmのガラス基板上にITO(インジウムチンオキシド)を100 nm成膜した基板(Avanstrate株式会社製、NA-45)にパターンニングを行った。その後、このITO透明電極を設けた透明支持基板をイソプロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥窒素ガスで乾燥して、UVオゾン洗浄を5分間行った。

この透明支持基板上に、ポリ(3,4-エチレンジオキシチオフェン)-ポリスチレンスルホネート(PEDOT/PSS、Bayer株式会社製、Baytron PA14083)を純水で70%に希釈した溶液をスピンコート法により成膜した後、200

にて1時間乾燥し、膜厚30 nmの第1正孔輸送層を設けた。

この第1正孔輸送層上に、正孔輸送材料Poly(N,N'-ビス(4-ブチルフェニル)-N,N'-ビス(フェニル))ベンジジン(American Dye Source株式会社製、ADS-254)のクロロベンゼン溶液をスピンコート法により成膜した。150 で1時間加熱乾燥し、膜厚40 nmの第2正孔輸送層を設けた。

【0295】

次に、ホスト化合物7(100 mg)とドーパント材料1D-1(3 mg)と1D-6(3 mg)、1F-3(16 mg)をトルエン10 mlに溶解した溶液を用い、2000 rpm、30秒の条件下、スピンコート法により成膜した。60 で1時間真空乾燥し発光層を形成した。

この基板を真空蒸着装置の基板ホルダーに固定し、真空槽を 4×10^{-4} Paまで減圧した後、発光層上に、電子輸送材料ET-15を30 nm、続いて陰極バッファ層としてフッ化リチウムを0.5 nm、更に陰極としてアルミニウムを110 nm蒸着して陰極を形成し、有機EL素子5-1を作製した。

この素子に通電したところほぼ白色の光が得られ、照明装置として使用出来ることが判った。なお、例示の他の化合物に置き換えても同様に白色の発光が得られることが判った。

【0296】

[実施例6]

[白色発光有機EL素子6-1の作製]

陽極として100 mm×100 mm×1.1 mmのガラス基板上にITO(インジウムチンオキシド)を100 nm製膜した基板(NHテクノグラス社製NA45)にパターンニングを行った後、このITO透明電極を設けた透明支持基板をイソプロピルアルコールで超音波洗浄し、乾燥窒素ガスで乾燥し、UVオゾン洗浄を5分間行った。

この透明支持基板を市販の真空蒸着装置の基板ホルダーに固定し、一方、モリブデン製抵抗加熱ポートに-NPDを200 mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにホスト化合物として1を200 mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにET-11を200 mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにドーパント化合物である1C-12を100 mg入れ、別のモリブデン製抵抗加熱ポートにドーパント化合物である1D-10を100 mg入れ、真空蒸着装置に取り付けた。

次いで真空槽を 4×10^{-4} Paまで減圧した後、-NPDの入った前記加熱ポート

10

20

30

40

50

をそれぞれ別々に通電して、蒸着速度 0.1 nm/秒 で透明支持基板に蒸着し 20 nm の第 1 正孔輸送層を設けた。

【0297】

更に、ホスト化合物 1 とドーパント化合物である 1C - 12、ドーパント化合物である 1D - 10 の入った前記加熱ポートに通電して、ホスト化合物である 1 とドーパント化合物である 1C - 12 及び 1D - 10 の蒸着速度が $100 : 5 : 0.6$ になるように調節し、膜厚 30 nm の厚さになるように蒸着し、発光層を設けた。

更に ET - 11 の入った前記加熱ポートに通電して加熱し、蒸着速度 0.1 nm/秒 で前記発光層上に蒸着して膜厚 30 nm の電子輸送層を設けた。

なお、蒸着時の基板温度は室温であった。

10

引き続き、陰極バッファ層としてフッ化リチウム 0.5 nm を蒸着し、更にアルミニウム 110 nm を蒸着して陰極を形成し、有機 EL 素子 6 - 1 を作製した。

この素子に通電したところほぼ白色の光が得られ、照明装置として使用出来ることが判った。なお、例示の他の化合物に置き換えても同様に白色の発光が得られることが判った。

【符号の説明】

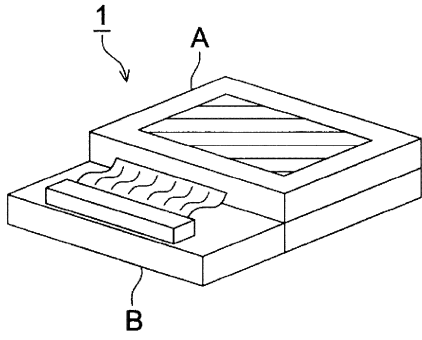
【0298】

- 1 表示装置 (ディスプレイ)
- 3 画素
- 5 走査線
- 6 データ線
- 7 電源ライン
- 10 有機 EL 素子
- 11 スイッチングトランジスタ
- 12 駆動トランジスタ
- 13 コンデンサ
- 101 有機 EL 素子
- 102 ガラスカバー
- 105 陰極
- 106 有機 EL 層
- 107 透明電極付きガラス基板
- 108 窒素ガス
- 109 捕水剤
- A 表示部
- B 制御部

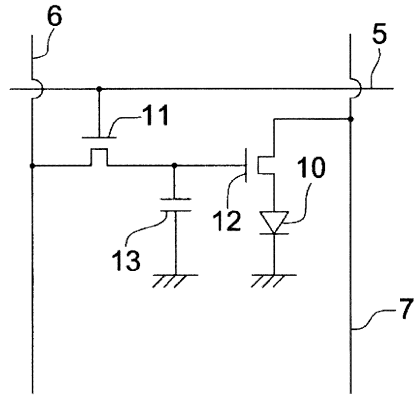
20

30

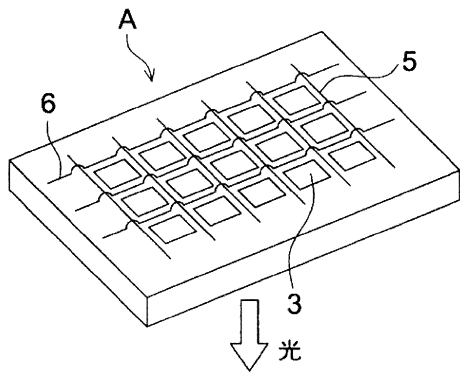
【図1】



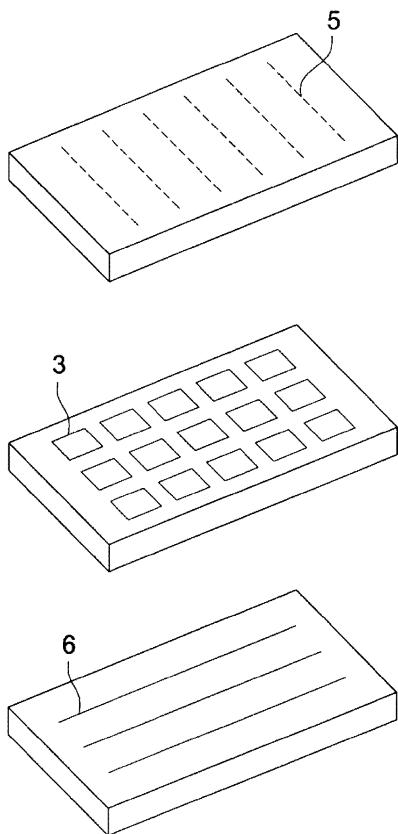
【図3】



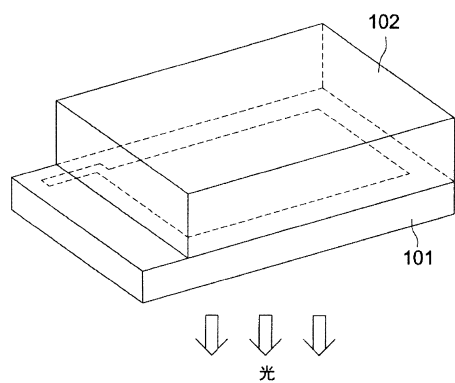
【図2】



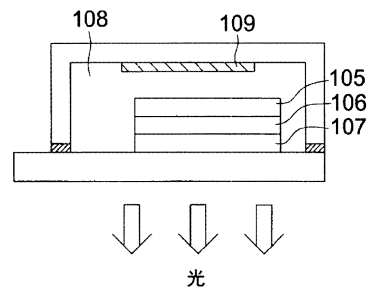
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

審査官 大竹 秀紀

- (56)参考文献 特表2007-524585(JP,A)
特開2006-128634(JP,A)
国際公開第2007/018067(WO,A1)
特表2004-515506(JP,A)
特開2008-270737(JP,A)
国際公開第2010/129323(WO,A1)
特開2009-277790(JP,A)
国際公開第2010/075421(WO,A2)
特開2005-327526(JP,A)
国際公開第2006/046980(WO,A1)
国際公開第2005/019373(WO,A2)
国際公開第2005/076380(WO,A2)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 51/50

CAplus/REGISTRY(STN)