

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5399236号
(P5399236)

(45) 発行日 平成26年1月29日(2014.1.29)

(24) 登録日 平成25年11月1日(2013.11.1)

(51) Int.Cl.

F 1

CO9K	11/06	(2006.01)	CO9K	11/06	690
HO1L	51/50	(2006.01)	CO9K	11/06	640
CO7D	251/18	(2006.01)	HO5B	33/14	B
CO7D	239/12	(2006.01)	HO5B	33/22	B
			HO5B	33/22	D

請求項の数 6 (全 28 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2009-509093 (P2009-509093)
(86) (22) 出願日	平成20年3月24日 (2008.3.24)
(86) 国際出願番号	PCT/JP2008/055419
(87) 国際公開番号	W02008/123189
(87) 国際公開日	平成20年10月16日 (2008.10.16)
審査請求日	平成22年9月6日 (2010.9.6)
(31) 優先権主張番号	特願2007-79414 (P2007-79414)
(32) 優先日	平成19年3月26日 (2007.3.26)
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)

(73) 特許権者	000006644
	新日鉄住金化学株式会社
	東京都千代田区外神田四丁目14番1号
(74) 代理人	100082739
	弁理士 成瀬 勝夫
(74) 代理人	100087343
	弁理士 中村 智廣
(74) 代理人	100088203
	弁理士 佐野 英一
(74) 代理人	100132230
	弁理士 佐々木 一也
(72) 発明者	甲斐 孝弘
	福岡県北九州市戸畑区大字中原先の浜46番地の80 新日鉄化学株式会社内

最終頁に続く

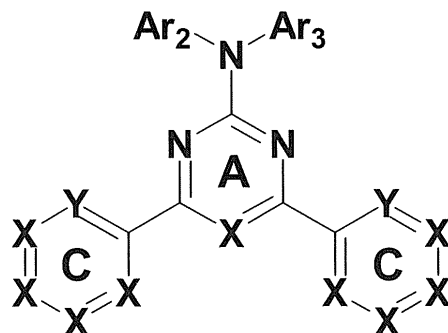
(54) 【発明の名称】 有機電界発光素子用化合物及び有機電界発光素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記一般式(2)で示される有機電界発光素子用化合物を含む有機層を有することを特徴とする有機電界発光素子。

【化1】



ここで、環 A を構成する X は独立して置換若しくは未置換のメチン又は窒素を表し、環 C を構成する X、Y は独立して置換若しくは未置換のメチンを表し、X が置換のメチンである場合の置換基はフェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、ピラジニル基、ピリダジニル基、キノリル基、イソキノリル基、キノキサリニル基又はナフチリジニル基である。Ar₂と Ar₃ は独立して置換若しくは未

置換の芳香族炭化水素基又は置換若しくは未置換の芳香族複素環基を表し、未置換の芳香族炭化水素基又は未置換の芳香族複素環基は、ベンゼン、ナフタレン、フェナンスレン、ピレン、ピリジン、ピリミジン、トリアジン、ピラジン、ピリダジン、キノリン、イソキノリン、キノキサリン又はナフチリジンから1つのHをとって生じる基であり、置換の芳香族炭化水素基又は芳香族複素環基である場合の置換基はフェニル基、ビフェニル基、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、ピラジニル基、又はピリダジニル基であり、上記 Ar_2 と Ar_3 は結合している窒素と共に含窒素複素環を形成してもよい。

【請求項2】

一般式(2)において、環Aを構成するXが窒素又は未置換のメチンである請求項1に記載の有機電界発光素子。

10

【請求項3】

一般式(2)において、 Ar_2 、 Ar_3 が独立して、フェニル基、ナフチル基、フェナンスリル、ピリジル基、ピリミジル基又はトリアジル基のいずれかである請求項1に記載の有機電界発光素子。

【請求項4】

一般式(2)において、 $-NAr_2Ar_3$ が、N-カルバゾリル基、N-フェノキサジニル基、N-フェノチアジニル基又はN-カルボリニル基のいずれかである請求項1に記載の有機電界発光素子。

【請求項5】

前記有機層が、発光層、正孔輸送層、電子輸送層及び正孔阻止素子層から選ばれる少なくとも一つの層である請求項1～4のいずれかに記載の有機電界発光素子。

20

【請求項6】

前記有機層が、燐光発光ドーパントを含有する発光層である請求項1～4のいずれかに記載の有機電界発光素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は新規な有機電界発光素子用化合物及びこれを用いた有機電界発光素子(以下、有機EL素子という)に関するものである。

【背景技術】

30

【0002】

一般に、有機電界発光素子(以下、有機EL素子という)は、その最も簡単な構造としては発光層及び該層を挟んだ一对の対向電極から構成されている。すなわち、有機EL素子では、両電極間に電界が印加されると、陰極から電子が注入され、陽極から正孔が注入され、これらが発光層において再結合し、光を放出する現象を利用する。

【0003】

近年、有機薄膜を用いた有機EL素子の開発が行われるようになった。特に、発光効率を高めるため、電極からキャリア注入の効率向上を目的として電極の種類最適化を行い、芳香族ジアミンからなる正孔輸送層と8-ヒドロキシキノリンアルミニウム錯体(以下、Alq3という)からなる発光層とを電極間に薄膜として設けた素子の開発により、従来のアントラセン等の単結晶を用いた素子と比較して大幅な発光効率の改善がなされたことから、自発光・高速応答性といった特徴を持つ高性能フラットパネルへの実用化を目指して進められてきた。

40

【0004】

また、素子の発光効率を上げる試みとして、蛍光ではなく燐光を用いることも検討されている。上記の芳香族ジアミンからなる正孔輸送層とAlq3からなる発光層とを設けた素子をはじめとした多くの素子が蛍光発光を利用したものであったが、燐光発光を用いる、すなわち、三重項励起状態からの発光を利用することにより、従来の蛍光(一重項)を用いた素子と比べて、3～4倍程度の効率向上が期待される。この目的のためにクマリン誘導体やベンゾフェノン誘導体を発光層とすることが検討されてきたが、極めて低い輝度しか

50

得られなかった。また、三重項状態を利用する試みとして、ユーロピウム錯体を用いることが検討されてきたが、これも高効率の発光には至らなかった。近年では、特許文献1に挙げられるように発光の高効率化や長寿命化を目的にイリジウム錯体等の有機金属錯体を中心に研究が多数行われている。

【0005】

【特許文献1】特表2003-515897号公報

【特許文献2】特開2001-313178号公報

【特許文献3】特開2006-76901号公報

【特許文献4】W O 2005-76668号公報

【特許文献5】W O 2003-78541号公報

【非特許文献1】Applied Physics Letters, 2003, 83, 569-571

【非特許文献2】Applied Physics Letters, 2003, 82, 2422-2424

【0006】

高い発光効率を得るには、前記ドーパント材料と同時に、使用するホスト材料が重要になる。ホスト材料として提案されている代表的なものとして、特許文献2で紹介されているカルバゾール化合物の4,4'-ビス(9-カルバゾリル)ピフェニル(以下、CBPという)が挙げられる。CBPはトリス(2-フェニルピリジン)イリジウム錯体(以下、Ir(ppy)₃という)に代表される緑色燐光発光材料のホスト材料として使用した場合に比較的良好な発光特性を示す。一方で、青色燐光発光材料のホスト材料として使用した場合には十分な発光効率は得られない。これは、CBPの最低励起三重項状態のエネルギーレベルが、一般的な青色燐光発光材料のそれより低いために、青色燐光発光材料の三重項励起エネルギーがCBPに移動することに起因する。つまり、燐光ホスト材料は、燐光発光材料よりも高い三重項励起エネルギーを持つことで、燐光発光材料の三重項励起エネルギーを効果的に閉じ込め、その結果高い発光効率が達成される。このエネルギー閉じ込め効果改善を目的として、非特許文献1ではCBPの構造改変により三重項励起エネルギーを向上させており、これによりビス[2-(4,6-ジフルオロフェニル)ピリジナト-N, C2'] (ピコリナト)イリジウム錯体(以下、FIrpicという)の発光効率を向上させている。また、非特許文献2では、1,3-ジカルバゾリルベンゼン(以下、mCPという)をホスト材料に用いることで、同様の効果により発光効率を改善している。しかしながら、これらの材料においては、特に耐久性の観点から実用上満足できるものではない。

【0007】

また、高い発光効率を得るためには、バランスの良い両電荷(正孔・電子)の注入輸送特性が必要となる。CBPは正孔輸送能に対して電子輸送能が劣るために、発光層中の電荷のバランスが崩れ、過剰の正孔は陰極側に流出し、発光層中の再結合確率の低下による発光効率低下を招く。更に、この場合、発光層の再結合領域は陰極側の界面近傍の狭い領域に限られるために、Alq₃のようなIr(ppy)₃に対して最低励起三重項状態のエネルギーレベルが低い電子輸送材料を用いた場合、ドーパントから電子輸送材料への三重項励起エネルギーの移動による発光効率低下も起こり得る。

【0008】

電子輸送層への正孔の流出防止策として、発光層と電子輸送層の間に正孔阻止層を設ける手法がある。この正孔阻止層により正孔を発光層中に効率よく蓄積することによって、発光層中での電子との再結合確率を向上させ、発光効率を向上することができることが知られている(特許文献2)。一般的に用いられている正孔阻止材料として、2,9-ジメチル-4,7-ジフェニル-1,10-フェナントロリン(以下、BCPという)及びp-フェニルフェノラト-ビス(2-メチル-8-キノリノラト)アルミニウム(以下、BAIqという)が挙げられる。これにより、発光層から電子輸送層への正孔の流出を防止することは可能であるが、両材料共にIr(ppy)₃等の燐光発光ドーパントに対して最低励起三重項状態のエネルギーレベルが低いために、満足できる効率は得られない。

【0009】

また、BCPは室温でも結晶化し易く材料としての信頼性に欠けるため、素子寿命が極端

10

20

30

40

50

に短い。BAIqはTgが約100 と比較的良好な素子寿命結果が報告されているが、正孔阻止能力が十分でない。

【0010】

前述の例より、有機EL素子で高い発光効率を得るには、高い三重項励起エネルギーを有し、かつ両電荷（正孔・電子）注入輸送特性においてバランスがとれたホスト材料が求められることがわかる。更に、電気化学的に安定であり、高い耐熱性と共に優れたアモルファス安定性を備える化合物が望まれるが、このような特性を実用レベルで満足する化合物は未だ知られて無いのが現状である。

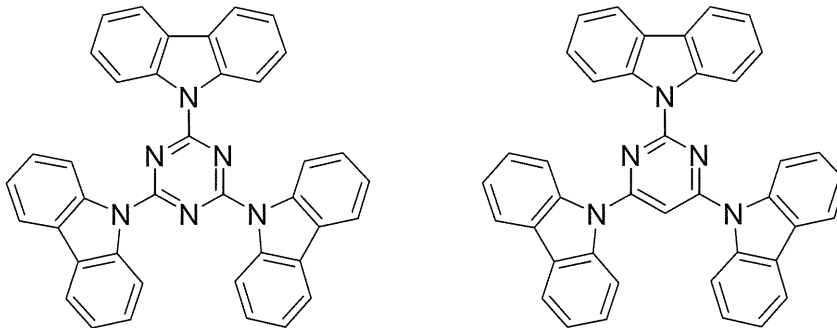
【0011】

これまでに、トリアリールアミンやカルバゾール等に代表される正孔輸送性の優れた骨格と、ピリミジンやトリアジン等に代表される電子輸送性の優れた骨格を、同一分子内に導入する試みがなされている。

【0012】

特許文献3においては、以下の化合物が開示されている。

【化1】



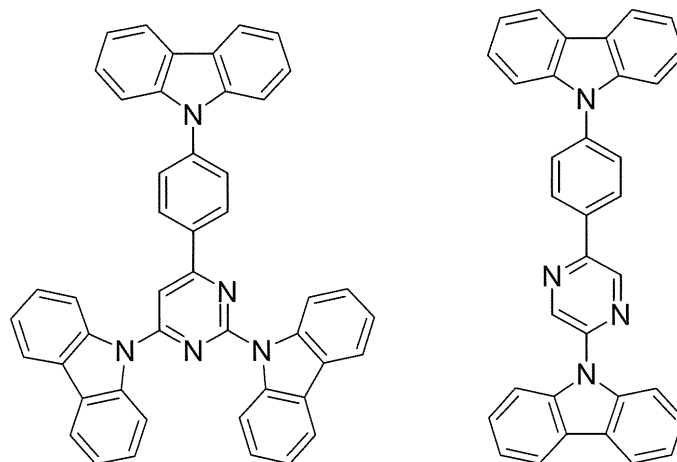
【0013】

これらの化合物は、最低空軌道（LUMO）が分子中央のトリアジン環上若しくはピリミジン環上にあり、その周辺を最高被占軌道（HOMO）が広がるカルバゾール骨格で覆われている。このように、LUMOが分子内部に集中し閉じ込められていることから、分子間での電子移動に不利に働き、さらには一電子還元を受けた場合の安定性の改善も必要となる。

【0014】

また、特許文献4や特許文献5においては、以下に示す化合物が開示されている。

【化2】



【0015】

これら化合物においても、LUMOは分子中央のベンゼン環とピリミジン環の二つの環上にあり、その周辺をHOMOが広がるカルバゾール骨格で覆われている。つまり、L U

10

20

30

40

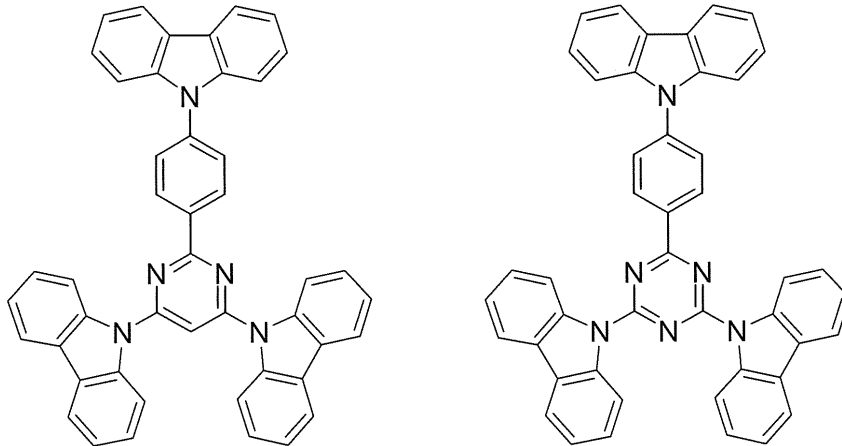
50

MOが分子内部に閉じ込められていることから、分子間での電子移動が不利になる。更に、これらの化合物においては、ベンゼン環上にカルbazolリル基が結合することにより、三重項励起エネルギーが低下する。従って、使用するドーパントの三重項エネルギー順位によっては、ドーパントの三重項励起エネルギーがホスト分子に移動し、高い発光効率を得られない。

【0016】

また、特許文献5には、次のような化合物も例示されている。

【化3】



10

20

【0017】

これらの化合物においても、LUMOは分子中央のベンゼン環とピリミジン環、又はベンゼン環とトリアジン環の両環上に集中しており、その周辺をHOMOが広がるカルbazolリル骨格で覆われている。つまり、LUMOが分子内部に閉じ込められていることから、分子間での電子移動が不利になる。また、これらの化合物においても、ベンゼン環上にカルbazolリル基が結合することにより、三重項励起エネルギーが低下する。従って、使用するドーパントの三重項エネルギー順位に寄っては、ドーパントの三重項励起エネルギーがホスト分子に移動し、高い発光効率を得られない。

【0018】

電荷輸送性が異なる複数の骨格を同一分子内に導入する際、導入法次第では化合物の電荷バランスや安定性が大きく変化する。このことが特にホスト材料として用いる場合、発光特性や寿命特性に大きく影響することになり、実用化に向けては、更なる改善が必要となる。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0019】

有機EL素子をフラットパネルディスプレイ等の表示素子に応用するためには、素子の発光効率を改善すると同時に駆動時の安定性を十分に確保する必要がある。本発明は、上記現状に鑑み、高効率かつ高い駆動安定性を有した実用上有用な有機EL素子及びそれに適する化合物を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0020】

本発明者らは、特定構造の化合物を有機EL素子に使用することで、上記課題を解決することができることを見出し、本発明を完成するに至った。

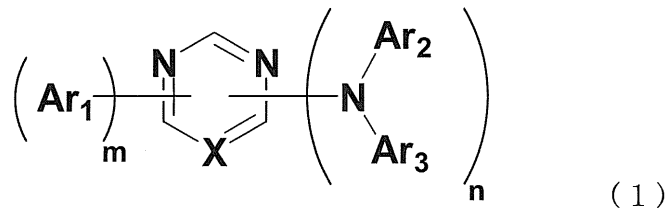
【0021】

本明細書は、一般式(1)及び(2)で示される有機電界発光素子用化合物を開示する

30

40

【化4】



ここで、

Xは置換若しくは未置換のメチン又は窒素を表し、

Ar₁~Ar₃は独立して置換若しくは未置換の芳香族炭化水素基又は置換若しくは未置換の芳香族複素環基を表し、

Ar₂とAr₃は結合している窒素と共に含窒素複素環を形成してもよい。

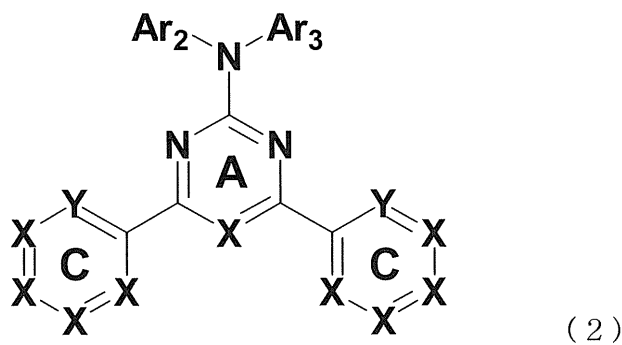
m及びnは1又は2の整数を表し、mとnの合計は3である。

【0022】

上記一般式(1)で示される有機電界発光素子用化合物において、好ましい化合物としては、下記一般式(2)で示される有機電界発光素子用化合物がある。

【0023】

【化5】



【0024】

ここで、Xは独立して置換若しくは未置換のメチン又は窒素を表し、Yは置換若しくは未置換のメチンを表し、Ar₂とAr₃は独立して置換若しくは未置換の芳香族炭化水素基又は置換若しくは未置換の芳香族複素環基を表し、Ar₂とAr₃は結合している窒素と共に含窒素複素環を形成してもよい。

【0025】

一般式(1)又は(2)において、Ar₂とAr₃が独立してフェニル基、ナフチル基、フェナンスリル、ピリジル基、ピリミジル基又はトリアジル基のいずれかであること、又は-NAr₂Ar₃が、N-カルバゾリル基、N-フェノキサジニル基、N-フェノチアジニル基又はN-カルボリニル基のいずれかであることは好ましい有機電界発光素子用化合物を与える。

【0026】

また、一般式(2)において、環Cを構成するX及びYが置換若しくは未置換のメチンであること、環Cが未置換の芳香族炭化水素基若しくは芳香族複素環基であること、環Aを構成するXが窒素であること、又はXが未置換のメチンであることのいずれか1以上を満足することは好ましい有機電界発光素子用化合物を与える。

【0027】

本発明は、上記一般式(2)で示される有機電界発光素子用化合物を素子用化合物を含む有機層を有する有機電界発光素子である。ここで、一般式(2)において、環Aを構成するXは独立して置換若しくは未置換のメチン又は窒素を表し、環Cを構成するX、Yは独立して置換若しくは未置換のメチンを表し、Xが置換のメチンである場合の置換基はフ

10

20

30

40

50

エニル基、ナフチル基、ピフェニル基、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、ピラジニル基、ピリダジニル基、キノリル基、イソキノリル基、キノキサリニル基又はナフチリジニル基である。Ar₂とAr₃は独立して置換若しくは未置換の芳香族炭化水素基又は置換若しくは未置換の芳香族複素環基を表し、未置換の芳香族炭化水素基又は未置換の芳香族複素環基は、ベンゼン、ナフタレン、フェナンスレン、ピレン、ピリジン、ピリミジン、トリアジン、ピラジン、ピリダジン、キノリン、イソキノリン、キノキサリン又はナフチリジンから1つのHをとって生じる基であり、置換の芳香族炭化水素基又は芳香族複素環基である場合の置換基はフェニル基、ピフェニル基、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、ピラジニル基、又はピリダジニル基である。Ar₂とAr₃は結合している窒素と共に含窒素複素環を形成してもよい。

10

また、上記有機層が、発光層、正孔輸送層、電子輸送層及び正孔阻止素子層から選ばれた少なくとも一つの層であること、又は上記有機層が、燐光発光ドーパントを含有する発光層であることは好ましい有機電界発光素子を与える。

【図面の簡単な説明】

【0028】

【図1】図1は、有機EL素子の一例を示した模式断面図である。

【0029】

符号の説明：1は基板、2は陽極、3は正孔注入層、4は正孔輸送層、5は発光層、6は電子輸送層、7は陰極である。

【0030】

20

以下、本発明の実施の形態を詳細に説明する。

【0031】

本発明の有機EL素子用化合物（以下、本発明の化合物ともいう）は優れた電子輸送特性と正孔輸送特性を有しており、一電子酸化及び一電子還元に対して極めて高い耐久性を示す特性を有する。これらの特徴は、構造的特徴に起因するものであり、以下これについて詳細を説明する。

【0032】

本発明の化合物は上記一般式(1)又は(2)で示される。一般式(1)は、一般式(2)を含む式であるので、共通する部分は一般式(1)で代表して説明する。なお、一般式(1)と一般式(2)において、共通する記号は同じ意味を有する。一般式(1)で表される化合物の構造的特徴として、まず、分子中央に電子注入輸送性を有するピリミジン環若しくはトリアジン環が配置される。次に、この電子注入輸送性を高めることを目的として、Ar₁が一個又は二個直接結合している。また、正孔注入輸送性を高めることを目的として、NAr₂Ar₃が一個又は二個直接結合している。こうして得られた化合物のフロンティア軌道に着目すると、LUMOは中央六員複素環とAr₁から形成される部位に広がり、一方、HOMOはNAr₂Ar₃上に広がる。このようにLUMOとHOMOの両軌道が、複数の芳香環から形成される部位に広がることから、一電子酸化及び一電子還元を受けた状態でも、正孔及び電子が非局在化し安定な分子を維持する。更に両軌道は、分子外側に大きく張り出すことから、分子間での両電荷移動を容易にし、その結果、バランスよい電子・正孔の輸送特性を示す。

30

40

【0033】

一般式(1)で示される化合物は、より好ましい化合物として、上記一般式(2)で示される化合物があり、これらの化合物は上記構造的特徴を更に強める。

【0034】

一般式(2)においては、環Aと二つの環Cからなる部位にLUMOが広がる。更に、環C上のX及びYが置換メチンの場合、置換基としては、LUMOを伸張させるように置換基を選ぶことが好ましい。その結果LUMOは環Aと2つの環Cを中心とした部位に広がり、電子輸送性及び一電子還元を受けた際の安定性が増すことになる。

【0035】

一方、NAr₂Ar₃上にはHOMOが分布し、これが分子外部に張り出す格好で広が

50

ることから、分子間の正孔移動に有利に働く。特に、 Ar_2 と Ar_3 が、結合している窒素と共に含窒素複素環を形成する場合、HOMOの平面性が高くなる。このような分子は、一電子酸化を受けても、非局在化の効果により分子の安定性を維持する。

【0036】

一般式(1)及び(2)において、 Ar_1 及び $Ar_2 \sim Ar_3$ は、独立して置換若しくは未置換の芳香族炭化水素基又は置換若しくは未置換の芳香族複素環基を表す。また、同じNに結合する Ar_2 と Ar_3 は、結合している窒素と共に含窒素複素環を形成することも好ましい。

【0037】

未置換の芳香族炭化水素基の好ましい例としては、ベンゼン、ナフタレン、フェナンスレン又はピレンから1つのHをとって生じる基などが挙げられる。また、未置換の芳香族複素環基の好ましい例としてはピリジン、ピリミジン、トリアジン、ピラジン、ピリダジン、キノリン、イソキノリン、キノキサリン又はナフチリジンから1つのHをとって生じる基などが挙げられる。

10

【0038】

これらが、置換芳香族炭化水素基又は芳香族複素環基である場合、置換基の好ましい例としては、フェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、ピラジニル基、ピリダジニル基、キノリル基、イソキノリル基、キノキサリニル基又はナフチリジニル基などの芳香族炭化水素基若しくは芳香族炭化水素基などが挙げられる。より好ましくは、フェニル基、ピフェニル基、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、ピラジニル基、ピリダジニル基などの6員芳香族基が挙げられる。

20

【0039】

また、上記置換基が隣り合う炭素に置換した場合、置換基は環 Ar_2 又は Ar_3 と共に縮環構造を形成しても良い。この場合、 Ar_2 又は Ar_3 を含む縮環としては、ナフタレン、フェナンスレン、キノリン、イソキノリン、フタラジン、ナフチリジン、キノキサリン、キナゾリン、カルバゾール、フェナントリジン、アクリジン、フェナントロリン及びフェナジン等の芳香族炭化水素基又は芳香族複素環基などが挙げられる。

【0040】

また、 Ar_2 と Ar_3 の2つが、結合している窒素と共に含窒素複素環を形成する場合、好ましい含窒素複素環としては、カルバゾール、フェノキサジン、フェノチアジン又はカルボリン等が挙げられる。

30

【0041】

一般式(1)~(2)において、Xは置換若しくは未置換のメチン又は窒素を表す。未置換のメチンは-CH-で表され、置換メチンは-CR-で表される。ここで、置換メチンの置換基Rの好ましい具体例としては、フェニル基、ナフチル基、ピフェニル基、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、ピラジニル基、ピリダジニル基、キノリル基、イソキノリル基、キノキサリニル基、ナフチリジニル基などの芳香族炭化水素基若しくは芳香族炭化水素基などが挙げられる。より好ましくは、フェニル基、ピフェニル基、ピリジル基、ピリミジニル基、トリアジニル基、ピラジニル基、ピリダジニル基などの6員芳香族基が挙げられる。

40

【0042】

また、一般式(2)の環Cにおいて、隣り合うXが置換メチンである場合、その置換基同士が結合し、環Cを含む縮環構造を形成しても良い。この場合の環Cを含む縮環としては、ナフタレン、フェナンスレン、キノリン、イソキノリン、フタラジン、ナフチリジン、キノキサリン、キナゾリン、カルバゾール、フェナントリジン、アクリジン、フェナントロリン及びフェナジン等の芳香族炭化水素環若しくは芳香族複素環などが挙げられる。

【0043】

一般式(2)において、環Cを構成するXは未置換のメチン又は窒素であることが好ましい。また、X及びYは置換又は未置換のメチンが好ましく、X及びYが置換メチンである場合、置換基としては6員芳香族基が好ましい。

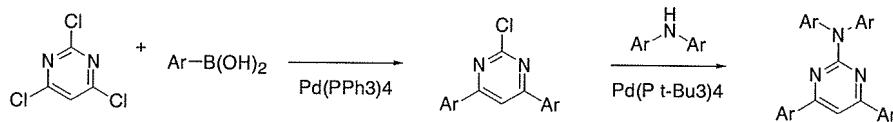
50

【 0 0 4 4 】

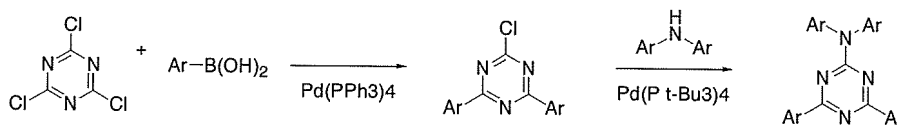
一般式(1)において、 m 及び n は1又は2の整数を表し、 m と n の合計は3である。したがって、6員環を構成するN及びX以外の3つの炭素は Ar_1 又は NAr_2Ar_3 のいずれかの置換基を有する。なお、一般式(2)は一般式(1)の好ましい例を示すものであるので、一般式(1)中の6員環は、一般式(2)中の環Aに対応し、一般式(1)中の NAr_2Ar_3 は、一般式(2)中の NAr_2Ar_3 に対応し、一般式(1)中の Ar_1 は、環Cに対応すると理解される。

【 0 0 4 5 】

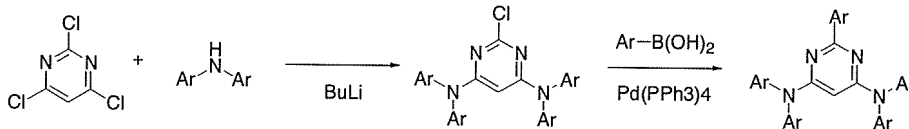
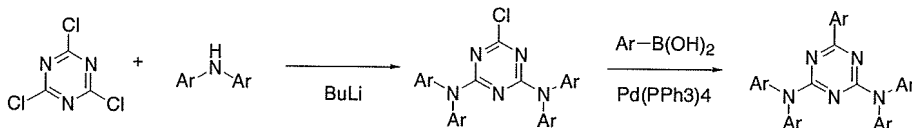
本発明の化合物の合成法としては、以下に示す合成ルートが例示される。



10



20



30

【 0 0 4 6 】

本発明の化合物は、ハロゲン化トリアジン誘導体やハロゲン化ピリミジン誘導体と、アニリン誘導体やボロン酸誘導体を、パラジウムや銅触媒を用いて、ヘテロカップリング反応することにより得られる。ハロゲン原子としては、塩素、臭素、よう素等が挙げられる。また使用する溶媒は、原料を溶解して反応を行わせることができるものであればよい。例えば、トルエン、キシレン、ジオキサン、テトラリン、キノリン、ニトロベンゼン、ジメチルスルフォキシド、N、N-ジメチルホルムアミド等の溶媒が挙げられる。

【 0 0 4 7 】

前記ヘテロカップリング反応は、金属触媒及び塩基の存在下、100~200 程度の温度で、1~100時間程度反応させて行うことができる。金属触媒の例としては、酢酸パラジウム、ビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウムなどのパラジウム源と、トリtert-ブチルホスフィンなどの配位子により形成されるパラジウム錯体や、銅粉、酸化銅、ハロゲン化銅、硫酸銅等である。使用される塩基としては、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、ナトリウム tert-ブトキシド、カリウム tert-ブトキシドのような無機塩基、ピリジン、ピコリン、トリエチルアミンのような有機塩基が挙げられる。

40

【 0 0 4 8 】

前記いずれの反応においても、反応終了後、水を加えて有機層を分離し、これを濃縮し、酢酸エチル等の低沸点溶媒で洗浄し、減圧乾燥することにより、本発明の化合物を得る。本発明の化合物を有機EL材料として使用する場合は、更に昇華精製することが好まし

50

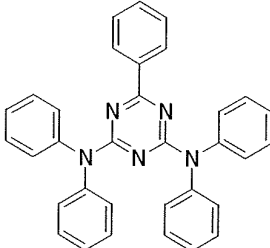
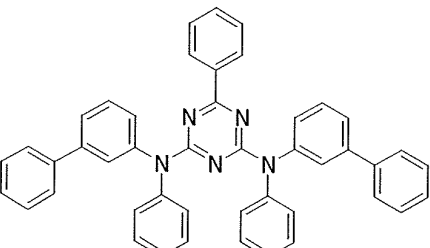
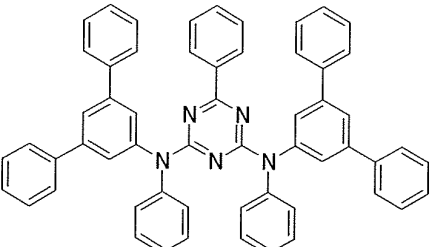
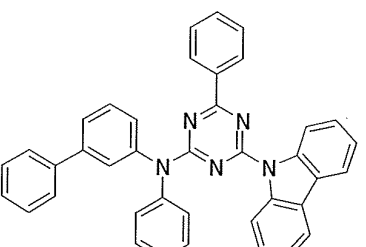
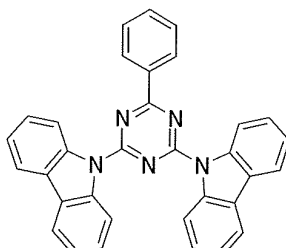
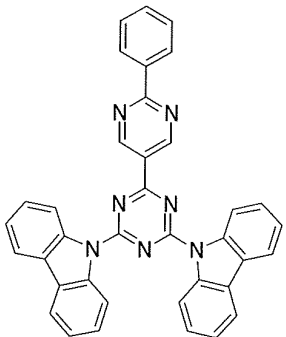
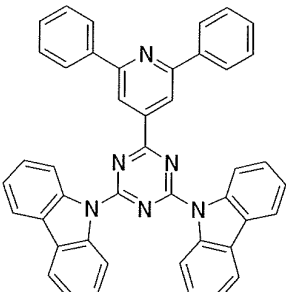
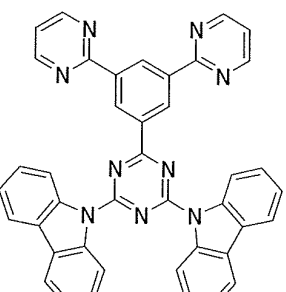
い。

【 0 0 4 9 】

前記一般式(1)~(2)で表される本発明の化合物の好ましい具体例を以下の表に示すが、本発明はこれらに限定するものではない。

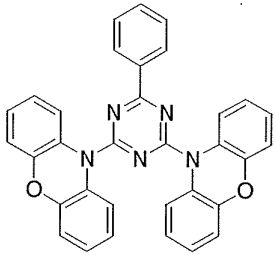
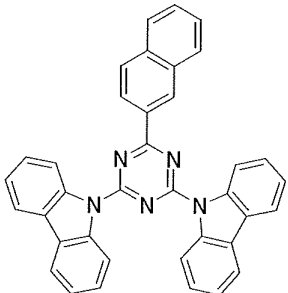
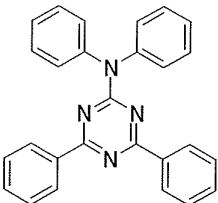
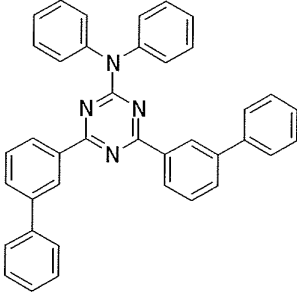
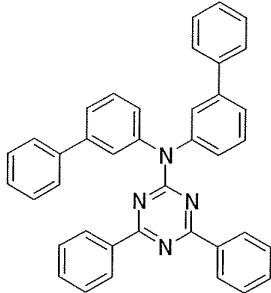
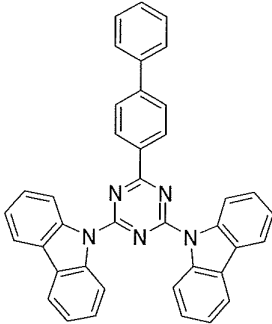
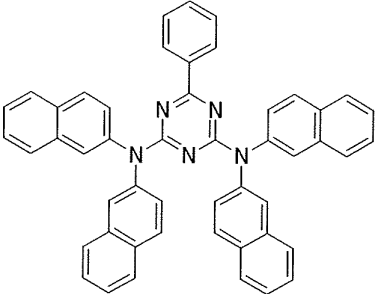
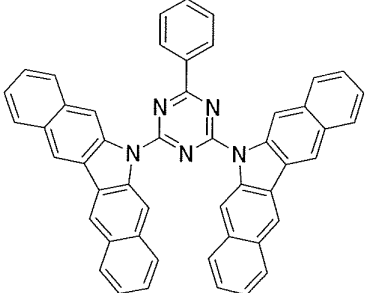
【 0 0 5 0 】

【表1】

1		2		10
3		4		20
5		6		30
7		8		40

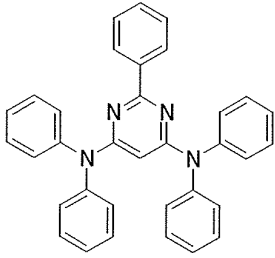
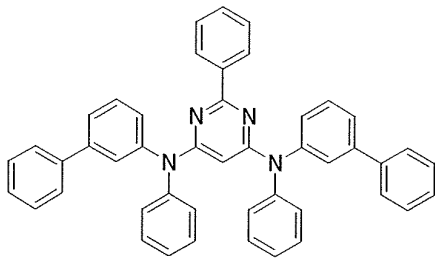
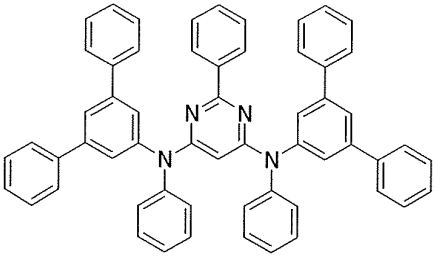
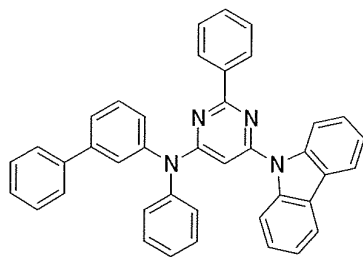
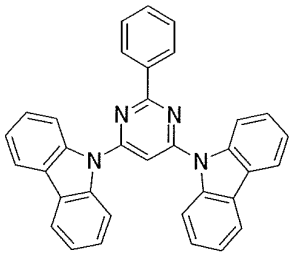
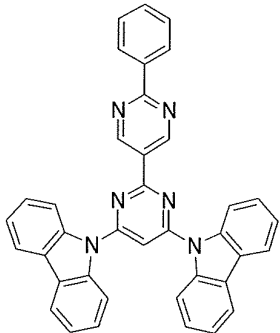
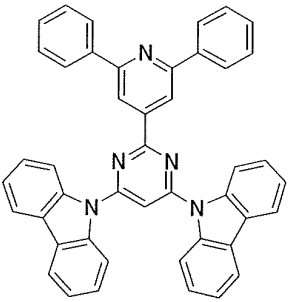
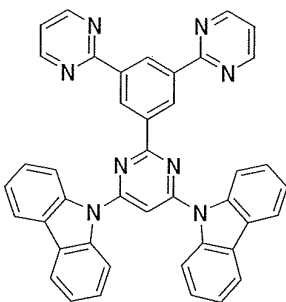
【 0 0 5 1 】

【表 2】

9		10		10
11		12		20
13		14		30
15		16		40

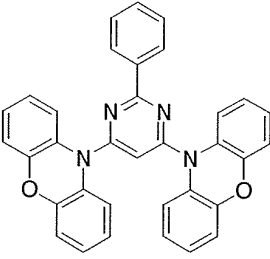
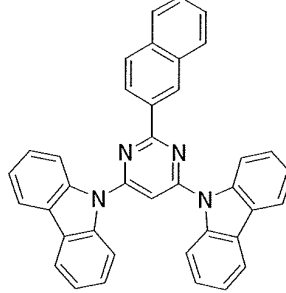
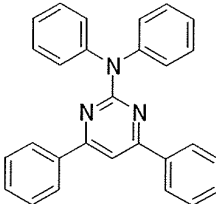
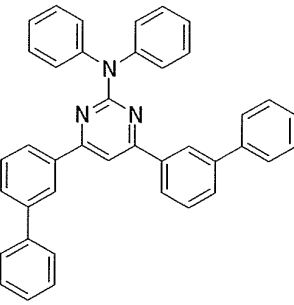
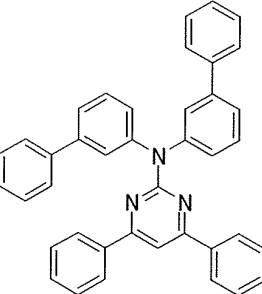
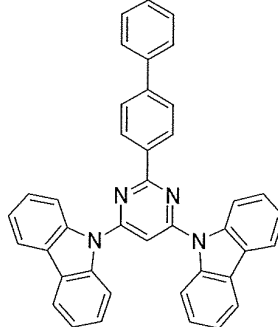
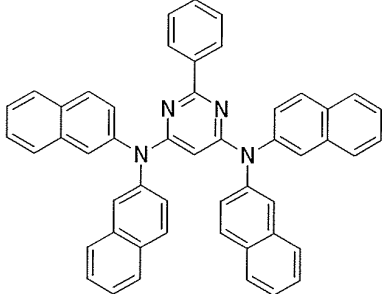
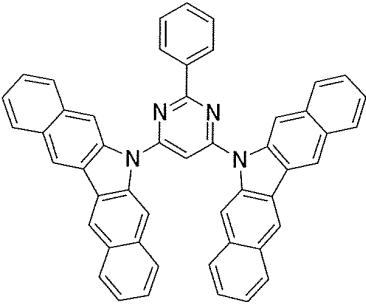
【 0 0 5 2 】

【表 3】

17		18		10
19		20		20
21		22		30
23		24		40

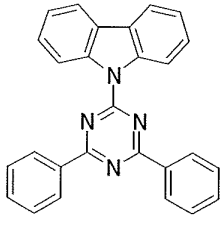
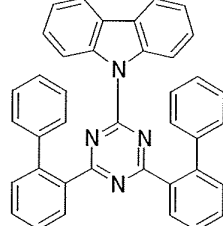
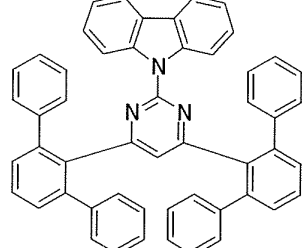
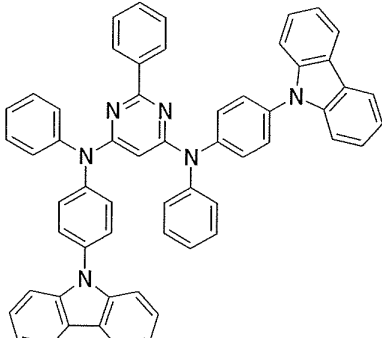
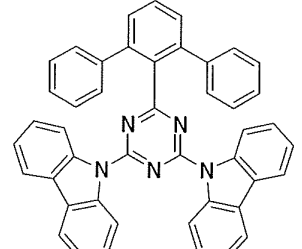
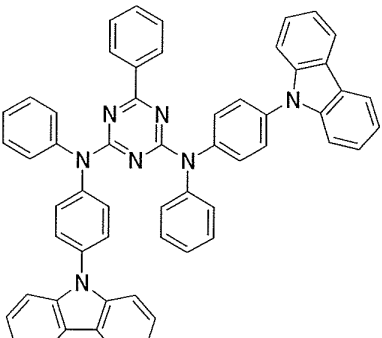
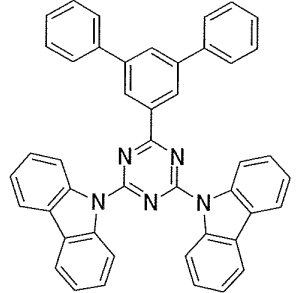
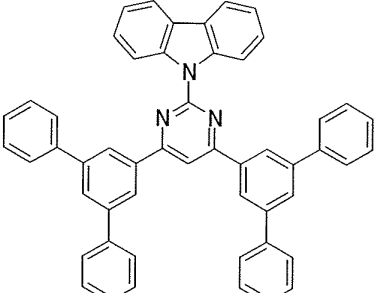
【 0 0 5 3 】

【表 4】

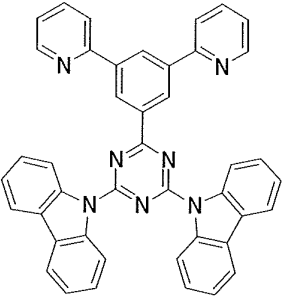
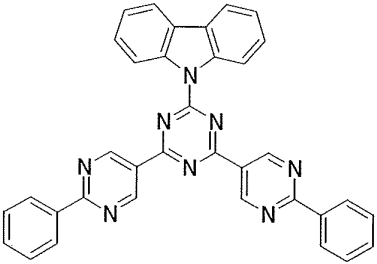
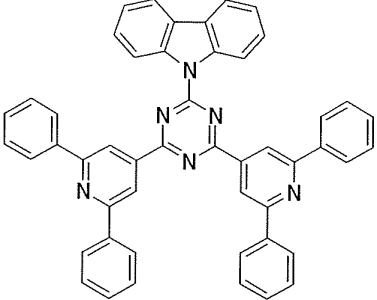
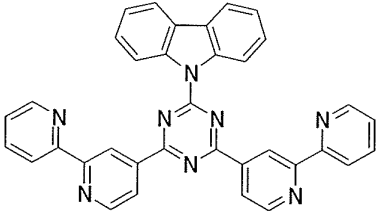
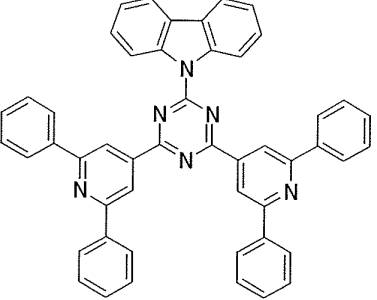
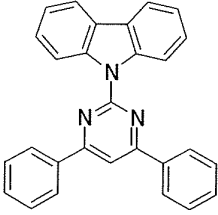
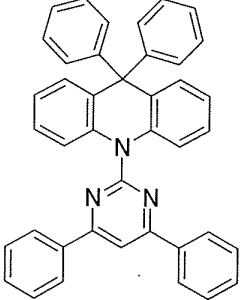
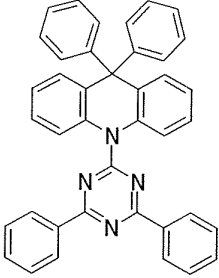
25		26		10
27		28		20
29		30		30
31		32		40

【 0 0 5 4 】

【表 5】

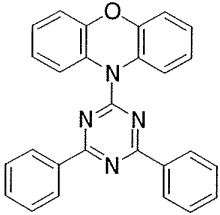
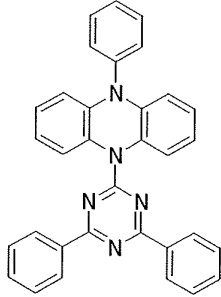
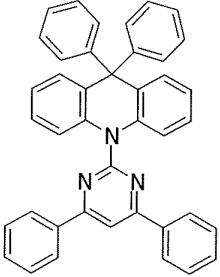
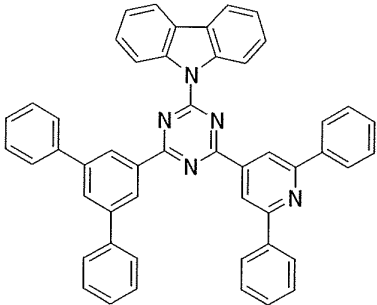
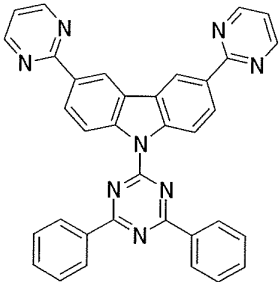
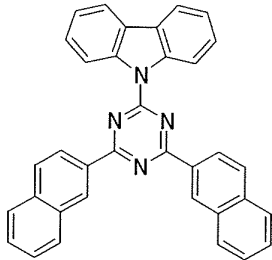
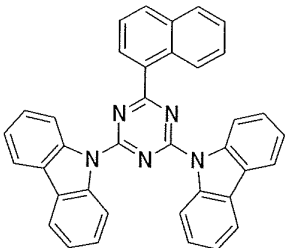
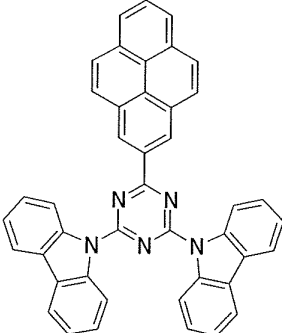
33		34		10
35		36		20
37		38		30
39		40		40

【表 6】

41		42		10
43		44		20
45		46		30
47		48		40

【 0 0 5 6 】

【表 7】

49		50		10
51		52		20
53		54		30
55		56		40

【0057】

本発明の有機電界発光素子用化合物は、有機EL素子の有機層に含有させることにより、優れた有機電界発光素子を与える。有利には、発光層、正孔輸送層、電子輸送層及び正孔阻止素子層から選ばれる少なくとも一つの有機層に含有させることがよい。更に好ましくは、燐光発光ドーパントを含有する発光層のホスト材料として含有させることがよい。

【0058】

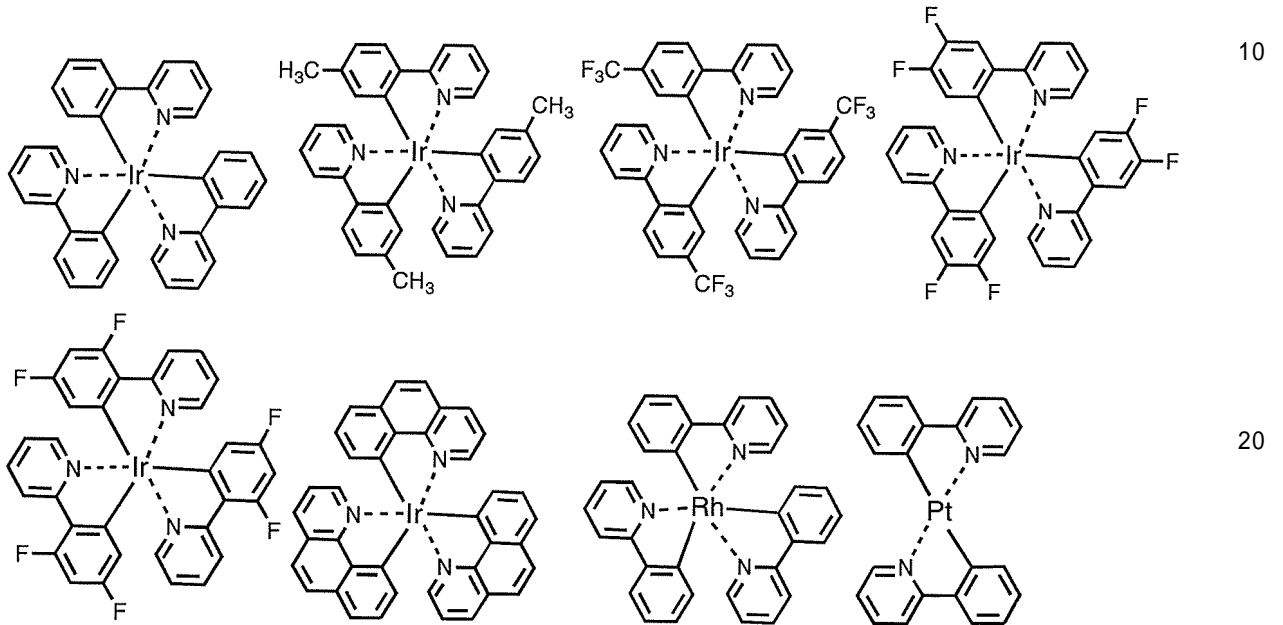
発光層における燐光発光ドーパント材料としては、ルテニウム、ロジウム、パラジウム

、銀、レニウム、オスミウム、イリジウム、白金及び金から選ばれる少なくとも一つの金属を含む有機金属錯体を含有するものがよい。かかる有機金属錯体は、前記特許文献等で公知であり、これらが選択されて使用可能である。

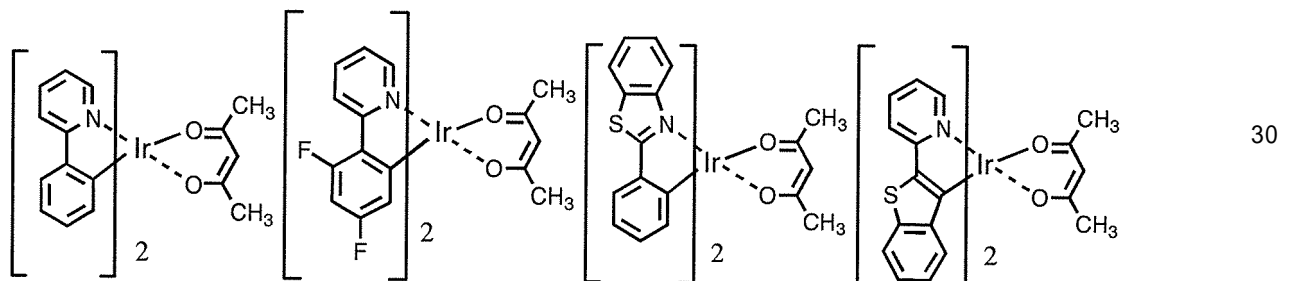
【 0 0 5 9 】

好ましい燐光発光ドーパントとしては、Ir等の貴金属元素を中心金属として有するIr(py)₃等の錯体類、Ir(bt)₂・acac₃等の錯体類、PtOEt₃等の錯体類が挙げられる。これらの錯体類の具体例を以下に示すが、下記の化合物に限定されない。

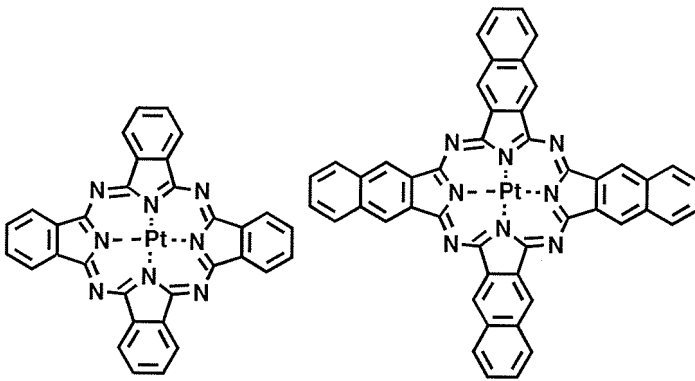
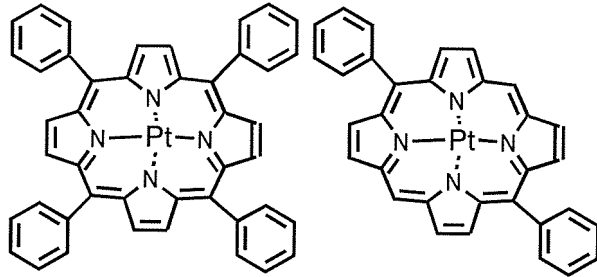
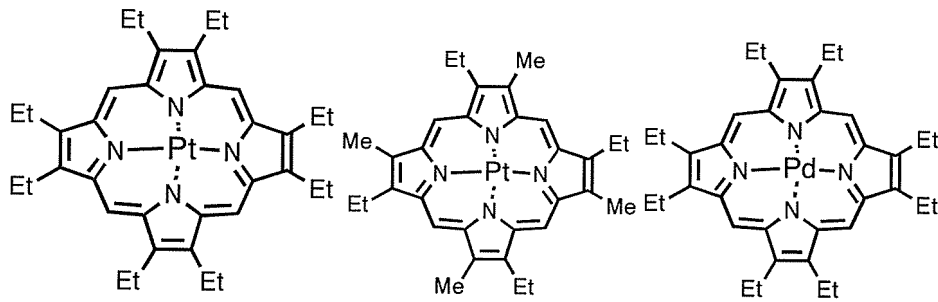
【 0 0 6 0 】



【 0 0 6 1 】



【 0 0 6 2 】



10

20

【0063】

前記燐光発光ドーパントが発光層中に含有される量は、5～10重量%の範囲にあることが好ましい。

30

【0064】

次に、本発明の化合物を用いた有機EL素子について説明する。

【0065】

本発明の有機EL素子は、基板上に積層された陽極と陰極の間に、少なくとも一つの発光層を有する有機EL素子である。

【0066】

次に、本発明の有機EL素子の構造について、図面を参照しながら説明するが、本発明の有機EL素子の構造は何ら図示のものに限定されるものではない。

【0067】

図1は本発明に用いられる一般的な有機EL素子の構造例を模式的に示す断面図であり、1は基板、2は陽極、3は正孔注入層、4は正孔輸送層、5は発光層、6は電子輸送層、7は陰極を各々表わす。本発明の有機EL素子では、基板、陽極、発光層及び陰極を必須の層として有するが、必須の層以外の層に、正孔注入輸送層、電子注入輸送層を有することがよく、更に発光層と電子注入輸送層の間に正孔阻止層を有することがよい。なお、正孔注入輸送層は、正孔注入層と正孔輸送層のいずれか又は両者を意味し、電子注入輸送層は、電子注入層と電子輸送層のいずれか又は両者を意味する。

40

【0068】

なお、図1とは逆の構造、すなわち、基板1上に陰極7、電子輸送層6、発光層5、正孔輸送層4、陽極2の順に積層することも可能であり、既述したように少なくとも一方が

50

透明性の高い2枚の基板の間に本発明の有機EL素子を設けることも可能である。この場合も、必要により層を追加したり、省略したりすることが可能である。

【0069】

本発明の有機EL素子は、単一の素子、アレイ状に配置された構造からなる素子、陽極と陰極がX-Yマトリクス状に配置された構造のいずれにおいても適用することができる。本発明の有機EL素子によれば、発光層に特定の骨格を有する化合物と、燐光発光ドープメントを含有させることにより、従来の一重項状態からの発光を用いた素子よりも発光効率が高くかつ駆動安定性においても大きく改善された素子が得られ、フルカラーあるいはマルチカラーのパネルへの応用において優れた性能を発揮できる。

【実施例】

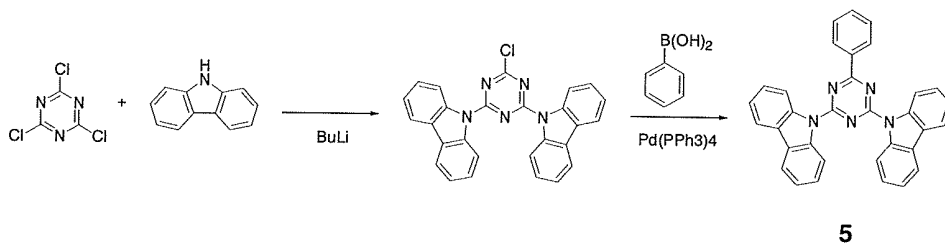
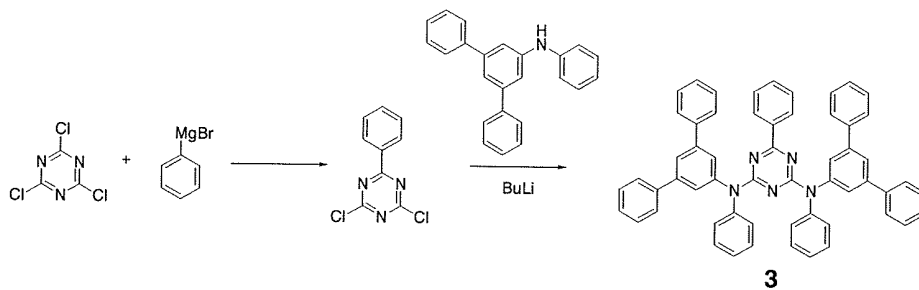
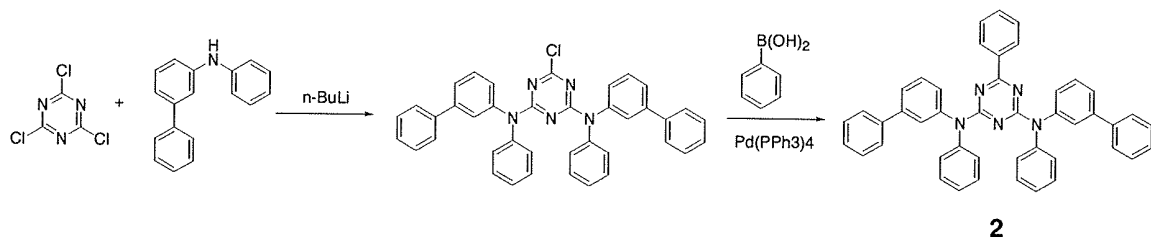
【0070】

以下、本発明を実施例によって更に詳しく説明するが、本発明は勿論、これらの実施例に限定されるものではなく、その要旨を越えない限りにおいて、種々の形態で実施することが可能である。

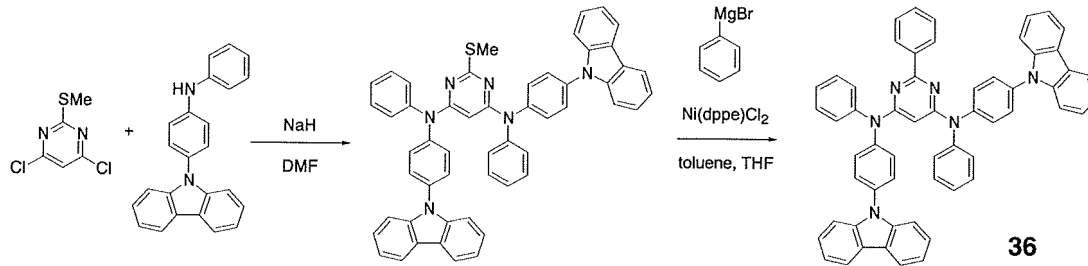
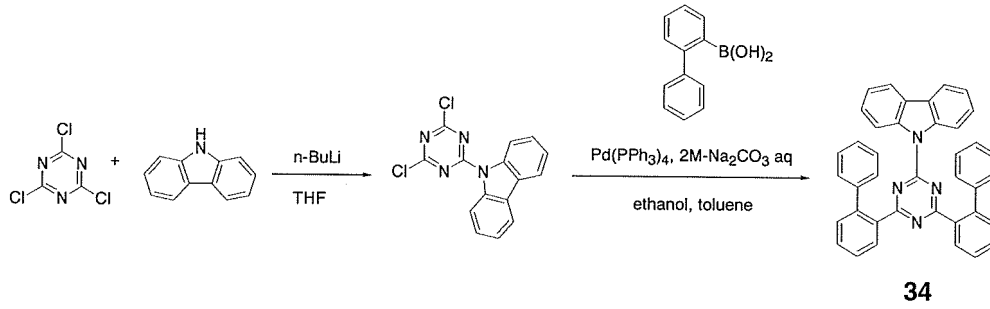
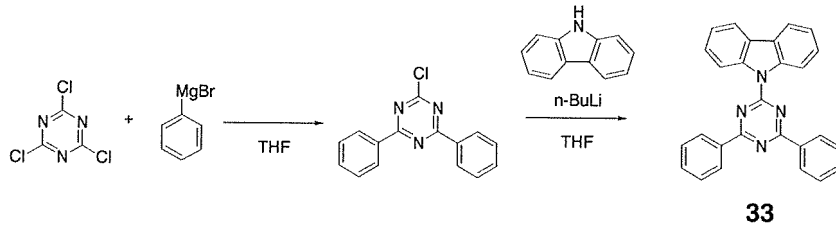
【0071】

以下に示すルートにより、化合物2、化合物3、化合物5、化合物33、化合物34、化合物36、化合物37及び化合物38を合成した。なお、化合物番号は表1~7の化合物に付した番号に対応する。

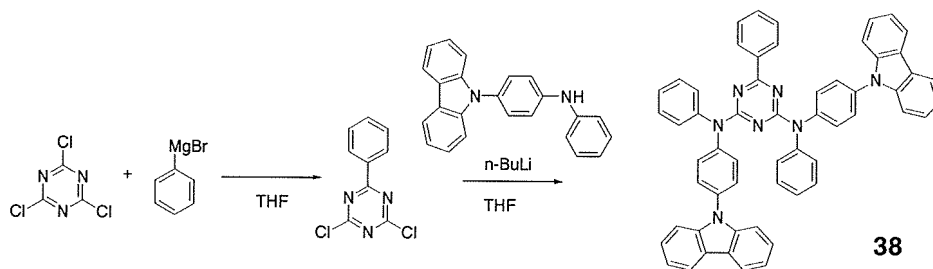
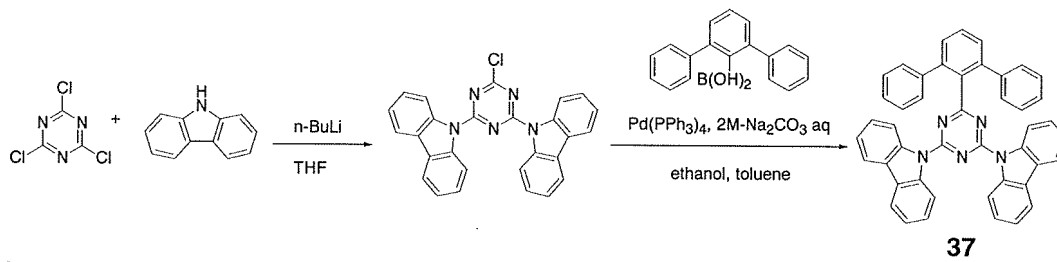
【0072】



【0073】



【 0 0 7 4 】



【 0 0 7 5 】

実施例 1

化合物 2 の合成

窒素気流下、500ml三口フラスコにN-(3-ピフェニル)フェニルアミン25.0 g (0.102m

50

ol)を加え、これにTHF200mlを加えて攪拌した。氷浴にて0℃まで冷却し、n-ブチルリチウム/n-ヘキサン溶液77ml(0.122mol)を15分間かけ滴下した。その後室温にて30分間攪拌し、リチウム試薬を調製した。次に、窒素気流下、1000ml三口フラスコに塩化シアヌル8.9g(0.048mol)、THF200mlを加え攪拌した。これに、先に調製したリチウム試薬を20分間かけ滴下した。滴下後、55℃にて1.5時間攪拌した。室温まで冷却した後、水300ml、トルエン100mlを加え、攪拌した後、有機層と水層に分画した。有機層を100mlの水で三回洗浄し、その後、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水し、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去した。その後、カラムクロマトグラフィーで精製し、白色固体21.5g(0.036mol、収率74.4%)を得た。

【0076】

次に、500ml三口フラスコに前記の白色固体19.0g(0.032mol)、フェニルボロン酸3.5g(0.028mol)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)0.44g(0.0004mol)、エタノール60ml、トルエン180mlを加えて攪拌した。これに、炭酸ナトリウム15.8gの水(60ml)溶液を加え、75℃で1.5時間攪拌した。室温まで冷却した後、トルエン150mlを加え攪拌し、有機層と水層に分画した。有機層を100mlの水で三回洗浄し、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水し、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去した。その後、カラムクロマトグラフィーで精製して白色固体9.5gを得た。さらに、得られた白色固体に対してジクロロメタンとエタノールにより晶析精製を行い、化合物2を7.7g得た。

FD-MS, m/z 643 [M]⁺、融点198

【0077】

実施例2

化合物3の合成

窒素気流下、1000ml三口フラスコに塩化シアヌル20.9g(0.113mol)、THF200mlを加えて攪拌した。これに、臭化フェニルマグネシウム/THF溶液100ml(0.108mol)を20分間かけ滴下し、室温で2.5時間攪拌させた。水200ml、トルエン100mlを加え、攪拌し、有機層と水層に分画した。有機層を100mlの水で三回洗浄した後、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水し、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去した。その後、メタノールでリソラーを行い、淡黄色固体13.9g(0.061mol、収率54.4%)を得た。

【0078】

次に、窒素気流下、500ml三口フラスコにN-(3,5-ジフェニルフェニル)フェニルアミン15.5g(0.048mol)、THF150mlを加えて攪拌した。氷浴により0℃まで冷却した後、n-ブチルリチウム/n-ヘキサン溶液34ml(0.053mol)を15分間かけて滴下した。その後室温に戻し、30分間攪拌し、リチウム試薬を調製した。次に、窒素気流下、1000ml三口フラスコに前記の淡黄色固体5.0g(0.022mol)、THF150mlを加えて攪拌した。これに、先に調製したリチウム試薬を20分間かけ滴下した。滴下後、55℃まで過熱して3.5時間攪拌した。室温まで冷却した後、水200ml、トルエン150mlを加え、攪拌した後、有機層と水層に分画した。有機層を100mlの水で三回洗浄し、その後、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水し、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去し、黄色固体20.7gを得た。さらに得られた固体をTHFとメタノールにより晶析を行い、化合物3を8.8g(0.011mol、収率50.0%)得た。

FD-MS, m/z 795 [M]⁺、融点252

【0079】

実施例3

化合物5の合成

窒素気流下、500ml三口フラスコにカルバゾール20.0g(0.120mol)、THF120mlを加えて攪拌した。氷浴により0℃まで冷却した後、n-ブチルリチウム/n-ヘキサン溶液80ml(0.127mol)を15分間かけ滴下した。その後室温で20分間攪拌し、リチウム試薬を調製した。次に、窒素気流下、500ml三口フラスコに塩化シアヌル11.0g(0.060mol)、THF120mlを加えて攪拌した。これに、先に調製したリチウム試薬を15分間かけて滴下した。滴下後、55℃ま

で過熱して1時間攪拌した。室温まで冷却した後、水100mlを加えて、生じた固体を濾取した後、濾取した固体を水100mlとTHF100mlの混合溶媒でリンス洗浄し、さらにメタノール50mlでリンス洗浄した。これを、減圧乾燥して黄色粉末20.2g (0.045mol、収率75.5%)を得た。

【0080】

次に、500ml三口フラスコに前記の白色粉末10.0g (0.022mol)、フェニルボロン酸3.5g (0.028mol)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)0.44g (0.0004mol)エタノール60ml、トルエン180mlを加えて攪拌した。これに、炭酸ナトリウム11.4gの水(60ml)溶液を加えた後、75℃で1.5時間攪拌した。室温まで冷却した後、水100mlを加え、攪拌した後、析出物を濾取し、黒色固体8.9gを得た。得られた黒色固体にTHF120ml、トルエン120mlを加えて、加熱リスラリーを行い、灰色固体6.5gを得た。得られた灰色固体にTHF650g、活性炭0.7gを加えて、室温で1時間攪拌した。その後、セライト濾過を行った。濾液を減圧濃縮し、白色固体6.0gを得た。さらに得られた白色固体に対してTHFとメタノールにより晶析精製を行い、化合物5を2.5g得た。

FD-MS, m/z 487 [M]⁺、融点274

【0081】

実施例4

化合物33の合成

窒素気流下、1000ml三口フラスコに塩化シアヌル25.0g (0.135mol)、THF110mlを加えて攪拌した。これに、臭化フェニルマグネシウム/THF溶液344ml(0.371mol)を20分間かけ滴下し、その後室温で2.5時間攪拌した。水200ml、トルエン150mlを加え、攪拌した後、有機層と水層に分画した。有機層を100mlの水で三回洗浄した後、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水し、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去し、黄色固体30.5gを得た。得られた黄色固体にメタノール145gを加えて、加熱リスラリーを行い、淡黄色固体21.0g (0.078mol、収率58.1%)を得た。

【0082】

次に、窒素気流下、1000ml三口フラスコにカルバゾール18.8g (0.112mol)、THF125mlを加えて攪拌した。氷浴により0℃まで冷却した後、n-ブチルリチウム/n-ヘキサン溶液85ml (0.135mol)を15分間かけ滴下した。その後室温に戻し、20分間攪拌し、リチウム試薬を調製した。次に、窒素気流下、500ml三口フラスコに前記の淡黄色固体20.0g (0.075mol)、THF120mlを加えて攪拌した。これに、先に調製したリチウム試薬を滴下した。滴下後、過熱還流下、23時間攪拌した。室温まで冷却した後、水200ml、メタノール65mlを加え、攪拌を行った後、析出物を濾取し、黄色固体18.3gを得た。得られた黄色固体に対してクロロホルムとメタノールで晶析精製を行い、化合物33を6.6g (0.017mol、収率22.1%)得た。

APCI-MS, m/z 399 [M+H]⁺、融点286

【0083】

実施例5

化合物34の合成

窒素気流下、500ml三口フラスコに、カルバゾール19.0g (0.114mol)、THF120mlを加えて攪拌した。氷浴にて0℃まで冷却し、n-ブチルリチウム/n-ヘキサン溶液72ml (0.114mol)を30分間かけて滴下した。その後室温にて30分間攪拌し、リチウム試薬を調製した。次に、窒素気流下、1000ml三口フラスコに塩化シアヌル20.0g (0.108mol)、THF120mlを加えて攪拌した。これに、先に調製したリチウム試薬を30分間かけ滴下した。滴下後、室温で1.0時間攪拌した。その後、水240mlを加え、析出した白色固体を濾取した。得られた固体をメタノールとトルエンにより再結晶精製し、白色固体19.0g (0.0603mol、収率95.4%)を得た。

【0084】

次に2000ml三口フラスコに前記の白色粉末14.0g (0.0444mol)、2-ピフェニルボロン酸21.1g (0.107mol)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)2.8g

10

20

30

40

50

(0.0018mol)、エタノール140ml、トルエン420mlを加えて攪拌した。これに、炭酸ナトリウム35.0gの水(168ml)溶液を加え、90℃で一晩攪拌した。一旦、室温まで冷却した後、水200ml、トルエン200mlを加え、攪拌した後、有機層と水層に分画した。有機層を200mlの水で三回洗浄し、その後、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水し、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去した。その後、クロロホルム、トルエンによる再結晶を行い、白色粉末状の化合物34を7.40g(0.0134mol、収率30.3%)得た。

FD-MS, m/z 551 [M+H]⁺、融点227

【0085】

実施例7

化合物36の合成

窒素気流下、500ml三口フラスコに水素化ナトリウム2.69g(0.066mol)、DMF50mlを加えて攪拌した。これに、N-(4-カルバゾリルフェニル)フェニルアミン20.0g(0.060mol)のDMF(100ml)溶液を滴下した後、室温で30分間攪拌した。次に、4,6-ジクロロ-2-メチルチオピリミジン4.86g(0.025mol)のDMF(50ml)溶液を滴下した。滴下後、50℃にて2.5時間攪拌した。室温まで冷却後、水200mlを加え攪拌を行い、析出した固体を濾取し、赤色固体18.8gを得た。得られた赤色固体にトルエン200gを加えて、加熱リスラリー精製により、白色固体13.2g(0.017mol、収率66.8%)を得た。

【0086】

次に、窒素気流下、500ml三口フラスコに前記の白色固体12.0g(0.015mol)、[1,2-ビス(ジフェニルホスフィノ)エタン]ジクロロニッケル(II)0.16g(0.0003mol)、トルエン100mlを加え、10分間攪拌した。これに、臭化フェニルマグネシウム/THF溶液21.1ml(0.023mol)を加え、60℃にて1時間攪拌した。その後室温に戻し、1M塩酸100mlを加え、攪拌し、析出した固体を濾取し、赤色固体9.6gを得た。得られた赤色固体をTHFで再結晶を行い、化合物36を3.7g(0.0045mol、収率29.7%)得た。

APCI-MS, m/z 821 [M+H]⁺、融点293

【0087】

実施例8

化合物37の合成

窒素気流下、500ml三口フラスコにカルバゾール20.0g(0.120mol)、THF120mlを加えて攪拌した。氷浴にて、0℃まで冷却した後、n-ブチルリチウム/n-ヘキサン溶液80ml(0.127mol)を30分間かけ滴下した。その後室温に戻し、20分間攪拌し、リチウム試薬を調製した。次に、窒素気流下、1000ml三口フラスコに塩化シアヌル11.0g(0.0599mol)、THF120mlを加えて攪拌した。そこに、先に調製したリチウム試薬を30分間かけ滴下した。滴下後、60℃にて1.5時間攪拌させた。室温まで冷却した後、水200mlを加え、析出した白色固体を濾取した。得られた固体をメタノール加熱リスラリー精製し、白色固体16.0g(0.0359mol、収率59.9%)を得た。

次に2000ml三口フラスコに前記の白色固体10.0g(0.0224mol)、m-ターフェニル-2'-ボロン酸7.38g(0.0269mol)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0)1.7g(0.0011mol)、エタノール100ml、トルエン400mlを加えて攪拌した。これに、炭酸ナトリウム8.55gの水(40ml)溶液を加え、90℃にて一晩攪拌した。一旦、室温まで冷却した後、水200ml、トルエン500mlを加え攪拌し、有機層と水層に分画した。有機層を200mlの水で三回洗浄し、その後、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水を行い、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去した。その後、THF、トルエンにて加熱リスラリー精製を行い白色粉末状の化合物37を3.10g(0.00485mol、収率21.7%)得た。

FD-MS, m/z 640 [M+H]⁺、融点307

【0088】

実施例9

化合物38の合成

窒素気流下、1000ml三口フラスコに塩化シアヌル20.9g(0.113mol)、THF200mlを加え

10

20

30

40

50

て攪拌した。そこに、臭化フェニルマグネシウム/THF溶液100ml(0.108mol)を20分間かけ滴下し、その後室温で2.5時間攪拌した。水200ml、トルエン100mlを加え、攪拌した後、有機層と水層に分画した。有機層を100mlの水で三回洗浄した後、得られた有機層を硫酸マグネシウムで脱水し、硫酸マグネシウムを濾別した後、溶媒を減圧留去した。その後、メタノールでリスラリー精製し、淡黄色固体13.9g(0.061mol、収率54.4%)を得た。

【0089】

次に、窒素気流下、300ml三口フラスコにN-(4-カルバゾリルフェニル)フェニルアミン15.0g(0.041mol)、THF150mlを加えて攪拌した。氷浴にて0℃まで冷却した後、n-ブチルリチウム/n-ヘキサン溶液30ml(0.049mol)を15分間かけ滴下した。その後室温に戻し、30分間攪拌し、リチウム試薬を調製した。次に、窒素気流下、1000ml三口フラスコに前記の淡黄色固体4.2g(0.018mol)、THF250mlを加えて攪拌した。これに、先に調製したリチウム試薬を滴下した。滴下後、加熱還流下4.5時間攪拌した。室温まで冷却した後、水200mlを加え、生じた固体を濾取し、淡黄色固体14.4gを得た。得られた淡黄色固体を酢酸エチルにてリスラリー精製し、白色固体13.1gを得た。さらに得られた白色固体に対して、ジクロロメタンとエタノールにより晶析精製を行い、化合物38を10.0g(0.012mol、収率66.7%)得た。

APCI-MS, m/z 822 [M+H]⁺、融点258

【0090】

実施例10

図1において、電子注入層を追加した構成の有機EL素子を作成した。膜厚150nmの酸化インジウムスズ(ITO)からなる陽極が形成されたガラス基板の上に、各薄膜を真空蒸着法にて、真空度 4.0×10^{-4} Paで積層させた。まず、ITO上に正孔注入層として、銅フタロシアニン(CuPC)を25nmの厚さに形成した。次に、正孔輸送層としてNPBを40nmの厚さに形成した。次に、正孔輸送層上に、発光層の主成分として化合物2を、ゲスト剤(燐光発光ドーパント)としてIr(ppy)₃を、異なる蒸着源から、共蒸着し、40nmの厚さの発光層を形成した。Ir(ppy)₃の濃度は7.0%であった。次に、電子輸送層としてAlq3を20nmの厚さに形成した。更に、電子輸送層上に、電子注入層としてフッ化リチウム(LiF)を0.5nmの厚さに形成した。最後に、電子注入層上に、電極としてアルミニウム(Al)を170nmの厚さに形成し、有機EL素子を作成した。

【0091】

得られた有機EL素子に外部電源を接続し直流電圧を印加したところ、表8のような発光特性を有することが確認された。表8において、輝度、電圧、発光効率、及び輝度半減時間は、10 mA/cm²での値を示す。なお、素子発光スペクトルの極大波長は517nmであり、Ir(ppy)₃からの発光が得られていることがわかった。

【0092】

実施例11

発光層の主成分として、化合物3を用いた以外は実施例10と同様にして有機EL素子を作成した。

【0093】

実施例12

発光層の主成分として、化合物5を用いた以外は実施例10と同様にして有機EL素子を作成した。

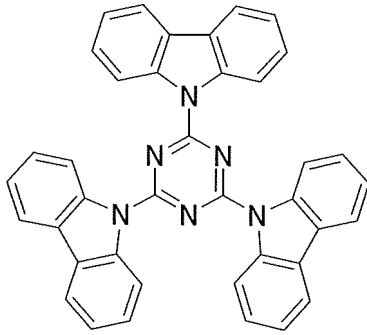
【0094】

比較例1

発光層の主成分として、下記化合物(H-1)を用いた以外は、実施例10と同様にして有機EL素子を作成した。

有機EL素子の発光特性をまとめて表8に示す。

【0095】



【 0 0 9 6 】

【 表 8 】

	化合物	輝度 (cd/m ²)	電圧 (V)	視感発光 効率 (lm/W)	輝度半減 時間 (h)
実施例 1 0	2	4250	8.1	16.5	550
実施例 1 1	3	3900	7.9	15.5	1050
実施例 1 2	5	3300	7.5	13.8	1200
比較例 1	H-1	3200	8.2	12.3	55

【 0 0 9 7 】

実施例 1 3

膜厚 110 nm の酸化インジウムスズ (ITO) からなる陽極が形成されたガラス基板に、各薄膜を真空蒸着法にて、真空度 4.0×10^{-4} Pa で積層させた。まず、ITO 上に正孔注入層として、銅フタロシアニン (CuPC) を 30 nm の厚さに形成した。次に、正孔輸送層として NPB を 80 nm の厚さに形成した。次に、正孔輸送層上に、発光層の主成分として化合物 2 と発光層のゲスト剤として青色燐光材料であるイリジウム錯体 [イリジウム (III) ビス (4,6-ジ-フルオロフェニル)-ピリジネート-N,C2']ピコリネート] (Flrpic) とを異なる蒸着源から、共蒸着し、35 nm の厚さに発光層を形成した。Flrpic の濃度は 8.0 % であった。次に、電子輸送層として Alq3 を 25 nm の厚さに形成した。更に、電子輸送層上に、電子注入層としてフッ化リチウム (LiF) を 0.5nm の厚さに形成した。最後に、電子注入層上に、電極としてアルミニウム (Al) を 170 nm の厚さに形成し、図 1 に示す素子構成例の陰極と電子輸送層の間に、電子注入層を追加した構成の有機 EL 素子を作成した。

【 0 0 9 8 】

得られた有機 EL 素子に外部電源を接続し直流電圧を印加したところ、表 9 のような発光特性を有することが確認された。表 9 において、輝度、電圧、及び発光効率は、 10 mA/cm^2 での値を示す。なお、素子発光スペクトルの極大波長は 470 nm であり、Flrpic からの発光が得られていることがわかった。

【 0 0 9 9 】

実施例 1 4 ~ 2 1

発光層の主成分として、化合物 3、化合物 5、化合物 3 3、化合物 3 4、化合物 3 6、化合物 3 7 又は化合物 3 8 を用いた以外は実施例 1 3 と同様にして有機 EL 素子を作成した。表 9 に発光層の主成分として使用した化合物と発光特性を示す。

【 0 1 0 0 】

比較例 2

発光層の主成分（ホスト剤）として、H-1を用いた以外は実施例13と同様にして有機EL素子を作成した。表9に発光特性を示す。

【0101】

【表9】

	化合物	輝度 (cd/m ²)	電圧 (V)	視感発光効率 (lm/W)
実施例13	2	1320	9.9	4.2
実施例14	3	1200	9.1	4.1
実施例15	5	1150	8.8	4.1
実施例16	33	1120	9.3	3.8
実施例17	34	1020	10.2	3.1
実施例19	36	1270	9.2	4.3
実施例20	37	1080	9.8	3.5
実施例21	38	1210	9.4	4.0
比較例2	H-1	925	12.8	2.3

10

20

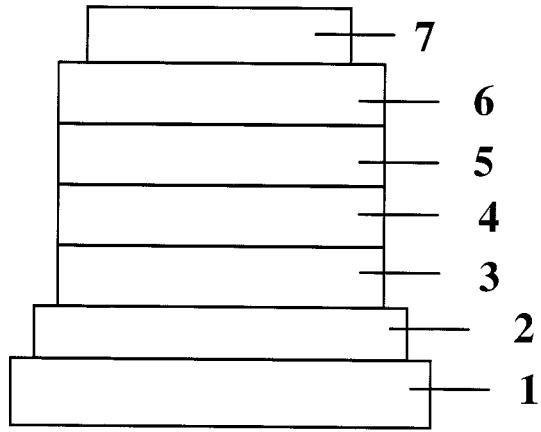
【産業上の利用の可能性】

【0102】

本発明の有機EL素子用化合物は、バランスの良い優れた両電荷注入輸送特性を示し、かつ燐光発光分子の最低励起三重項エネルギーを閉じ込めるのに十分高い最低励起三重項エネルギーを有していることから、低電圧駆動かつ高輝度の有機EL素子を実現した。加えて、該化合物は優れた電気化学的安定性と熱安定性を示し、さらに良好なアモルファス特性を示すことから、該化合物を含む有機EL素子は、優れた駆動安定性を示す耐久性を併せ持つ。本発明の有機EL素子は、発光特性、駆動寿命ならびに耐久性において、実用上満足できるレベルにあり、フラットパネルディスプレイ（携帯電話表示素子、車載表示素子、OAコンピュータ表示素子やテレビ等）、面発光体としての特徴を生かした光源（照明、複写機の光源、液晶ディスプレイや計器類のバックライト光源）、表示板や標識灯等への応用において、その技術的価値は大きいものである。

30

【図1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 7 D 251/18 C S P E
C 0 7 D 239/12

(72)発明者 山本 敏浩
福岡県北九州市戸畑区大字中原先の浜4 6 番地の8 0 新日鐵化学株式会社内
(72)発明者 堀田 正則
福岡県北九州市戸畑区大字中原先の浜4 6 番地の8 0 新日鐵化学株式会社内
(72)発明者 小川 淳也
福岡県北九州市戸畑区大字中原先の浜4 6 番地の8 0 新日鐵化学株式会社内

審査官 坂崎 恵美子

(56)参考文献 国際公開第2 0 0 3 / 0 7 8 5 4 1 (W O , A 1)
特開2 0 0 5 - 1 8 6 6 0 7 (J P , A)
特開昭4 9 - 0 5 4 3 8 7 (J P , A)
特表2 0 0 4 - 5 0 0 4 5 5 (J P , A)
Khimiya Geterotsiklicheskikh Soedinenii , 1 9 7 9 年 , No.4 , p.558-561
Journal of Chemical and Engineering Data , 1 9 6 4 年 , Vol.9 , No.1 , p.110-111

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C 0 9 K 1 1 / 0 6
C 0 7 D 2 3 9 / 1 2
C 0 7 D 2 5 1 / 1 8
C 0 7 D 4 0 3 / 0 4
C A p l u s / R E G I S T R Y (S T N)

专利名称(译)	用于有机电致发光元件和有机电致发光元件的化合物		
公开(公告)号	JP5399236B2	公开(公告)日	2014-01-29
申请号	JP2009509093	申请日	2008-03-24
[标]申请(专利权)人(译)	新日铁化学株式会社		
申请(专利权)人(译)	新日铁化学株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	新日铁住金化学株式会社		
[标]发明人	甲斐孝弘 山本敏浩 堀田正則 小川淳也		
发明人	甲斐 孝弘 山本 敏浩 堀田 正則 小川 淳也		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50 C07D251/18 C07D239/12		
CPC分类号	C07D251/18 C07D251/22 C07D251/34 C07D403/04 C07D403/10 C07D413/04 C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 C09K2211/1029 C09K2211/1033 C09K2211/1037 C09K2211/1044 C09K2211/1059 C09K2211/1092 C09K2211/185 H01L51/006 H01L51/0061 H01L51/0067 H01L51/0071 H01L51/0072 H01L51/0085 H01L51/5016 H01L51/5024		
FI分类号	C09K11/06.690 C09K11/06.640 H05B33/14.B H05B33/22.B H05B33/22.D C07D251/18.CSPE C07D239/12		
代理人(译)	佐野荣一 佐佐木哉		
优先权	2007079414 2007-03-26 JP		
其他公开文献	JPWO2008123189A1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供一种有机电致发光器件(有机EL器件),其具有简单的结构,提高器件的发光效率,充分确保驱动稳定性,以及用于其的有机EL器件的化合物。有机电致发光器件具有有机层,该有机层包括层叠在基板上的阳极和阴极之间的发光层,并且有机层含有通式(1)表示的化合物。作为含有通式(1)表示的化合物的有机层,含有磷光掺杂剂的发光层是合适的。在通式(1)中,X表示CR或N,Ar1至Ar3各自表示取代或未取代的芳族烃基或芳族杂环基,Ar2和Ar3与它们结合的氮一起是含氮的它可以形成杂环。m和n表示1或2的整数,m和n之和为3。

