

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

WO2003/050201

発行日 平成17年4月21日 (2005. 4. 21)

(43) 国際公開日 平成15年6月19日 (2003. 6. 19)

(51) Int. Cl.⁷

C09K 11/06
H05B 33/14

F I

C09K 11/06 610
C09K 11/06 615
C09K 11/06 620
C09K 11/06 625
C09K 11/06 640

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 120 頁) 最終頁に続く

出願番号 特願2003-551223 (P2003-551223)
(21) 国際出願番号 PCT/JP2002/012821
(22) 国際出願日 平成14年12月6日 (2002. 12. 6)
(31) 優先権主張番号 特願2001-378448 (P2001-378448)
(32) 優先日 平成13年12月12日 (2001. 12. 12)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)
(31) 優先権主張番号 特願2002-120827 (P2002-120827)
(32) 優先日 平成14年4月23日 (2002. 4. 23)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)
(31) 優先権主張番号 特願2002-208112 (P2002-208112)
(32) 優先日 平成14年7月17日 (2002. 7. 17)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)

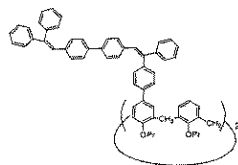
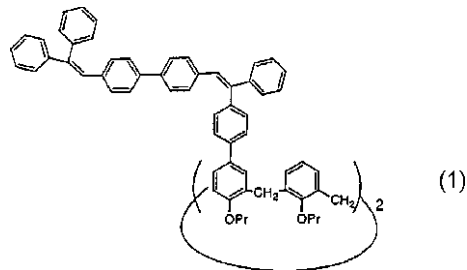
(71) 出願人 000003182
株式会社トクヤマ
山口県周南市御影町1番1号
(72) 発明者 百田 潤二
茨城県つくば市上横場2450-2-1-301
(72) 発明者 川端 雄一郎
茨城県つくば市松代3-18-5-11205
(72) 発明者 大谷 俊明
茨城県つくば市花畑1-15-2トクヤマつくば寮

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材料

(57) 【要約】

スピンコートが可能でかつ高純度の有機エレクトロルミネッセンス素子材料を提供する。発光性有機基及び電荷輸送性有機基の少なくとも1つを有するカリックスアレーン誘導体またはカリックスレゾルシアレーン誘導体、例えば、下記式で示される4-[1-(2,2-ジフェニルピニル)ピフェニル-2-フェニルピニル]フェニル基のような発光性有機基を有したカリックスアレーン誘導体を含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子材料。



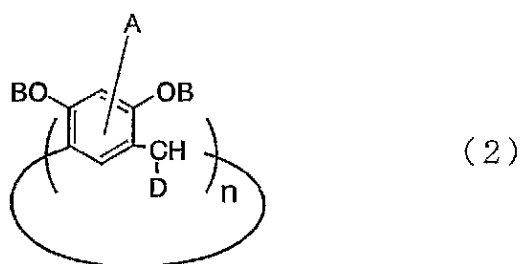
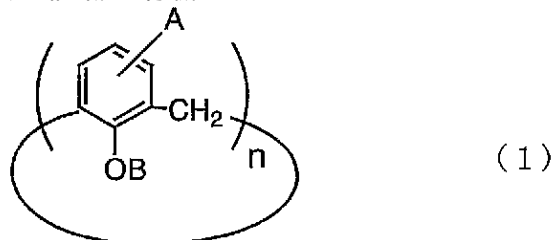
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

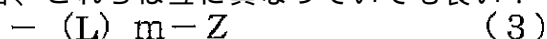
発光性有機基および電荷輸送性有機基の少なくとも1つを有するカリックスアレーン誘導体またはカリックスレゾルシアレーン誘導体を含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

【請求項 2】

発光性有機基および電荷輸送性有機基の少なくとも1つを有するカリックスアレーン誘導体またはカリックスレゾルシアレーン誘導体が、下記一般式(1)または(2)で示される化合物である請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料。



上式中、 n は3～20の整数であり、 A 、 B 、 D は、同一または異なる原子または基であって、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基または下記一般式(3)で示される基であり、複数個存在する A 、 B および D は、それぞれ異なっても良く、これらの内の少なくとも1つが一般式(3)で示す基であり、(3)式で示す基が複数個存在する場合、これらは互に異なっても良い：



(ここで、 L は2価の有機基であり、 Z は発光性有機基または電荷輸送性有機基であり、 m は0または1である)。

【請求項 3】

発光性有機基は、それを構成する少なくとも4つの不飽和結合が共役系を形成するように連結されており、発光性を有する残基を形成している請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

【請求項 4】

電荷輸送性有機基は、それを構成する少なくとも2つの不飽和結合が共役系を形成するように連結されており、電荷輸送性を有する残基を形成している請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

【請求項 5】

発光性有機基および電荷輸送性有機基が、下記i)、ii)およびiii)で示される残基からなる群より選ばれる請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料：

i) 少なくとも2つの不飽和環系(ここで、不飽和環系は、5員もしくは6員の炭化水素環もしくは環構成原子として窒素原子、酸素原子、硫黄原子またはケイ素原子を1～3個有する5員もしくは6員の複素環であり、または、これらの炭化水素環および/または複素環の2～30個が縮合していてもよく、これらの不飽和環系は置換基で置換されていてもよく、また、飽和環が縮合していてもよい)が縮合するか、または、直接結合またはアルケニレン基もしくは窒素原子を介して共役系を形成するように連結されており、また、上記の不飽和環系はポリマー主鎖の1以上の側鎖(またはペンダント基)であってもよく

、そして、カリックス誘導体分子に発光性または電荷輸送性を付与する残基；

i i) 少なくとも2つの不飽和環系（ここで、不飽和環系は、5員もしくは6員の炭化水素環もしくは環構成原子として窒素原子、酸素原子、硫黄原子またはケイ素原子を1～3個有する5員もしくは6員の複素環であり、または、これらの炭化水素環および/または複素環の2～30個が縮合していてもよく、これらの不飽和環系は置換基で置換されていてもよく、また、飽和環が縮合していてもよい）がそれぞれ配位子を形成するか、または少なくとも2つの上記不飽和環系が直接結合または-C=基もしくは窒素原子を介して共役系を形成するように連結されて配位子を形成し、さらに必要により該不飽和環系に結合した酸素原子とともに配位子を形成し、ベリリウム、アルミニウム、銅、亜鉛、ルテニウム、ユーロピウム、ロジウム、白金またはケイ素を中心金属として有する配位化合物から誘導され、カリックス誘導体分子に発光性または電荷輸送性を付与する残基；および

10

i i i) 少なくとも2つの不飽和環系（ここで、不飽和環系は、5員もしくは6員の炭化水素環もしくは環構成原子として窒素原子、酸素原子、硫黄原子またはケイ素原子を1～3個有する5員もしくは6員の複素環であり、または、これらの炭化水素環および/または複素環の2～30個が縮合していてもよく、これらの不飽和環系は置換基で置換されていてもよく、また、飽和環が縮合していてもよい）が直接結合した分子団の2個以上とイリジウムとが結合した有機金属化合物から誘導され、カリックス誘導体分子に発光性または電荷輸送性を付与する残基。

【請求項6】

発光性有機基が、ジスチリルアリーレン誘導体、スチリルアミン誘導体、イミダゾール誘導体、ナフタレン誘導体、アントラセン誘導体、ペリレン誘導体、ポリメチン系、キサントン系、クマリン系、シアニン系、キナクリドン系色素類、ベリリウム、アルミニウム、銅、亜鉛、ルテニウム、ユーロピウム、ロジウムを中心金属とした配位錯体、イリジウム等を含む有機金属化合物、テトラフェニルシクロペンタジエン、テトラフェニルプタジエン、ポリ(9,9ジアルキルフルオレン)誘導体、ポリパラフェニレン誘導体、ポリチオフェン誘導体、ポリパラフェニレンピニレン誘導体、アリーレンピニレン誘導体、ポリビニルカルバゾール誘導体、ポリ(メタ)アクリルアリールアミン誘導体およびポリシランからなる群より選ばれる化合物から誘導される残基であり、電荷輸送性有機基が、ピラゾリン誘導体、アリールアミン誘導体、スチルベン誘導体、トリフェニルジアミン誘導体、オキサジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、アントラキノジメタンもしくはその誘導体、テトラシアノアントラキノジメタンもしくはその誘導体、フルオレノン誘導体、ジフェノキノン誘導体、シロール誘導体および8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体からなる群より選ばれる化合物から誘導される残基である請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

20

30

【請求項7】

一分子中に発光性有機基および電荷輸送性有機基を共に有するカリックスアリーレン誘導体またはカリックスレゾルシアレン誘導体からなることを特徴とする請求項1記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

【請求項8】

発光性有機基を有するカリックスアリーレン誘導体またはカリックスレゾルシアレン誘導体(X)および電荷輸送性有機基を有するカリックスアリーレン誘導体またはカリックスレゾルシアレン誘導体(Y)を、(X)100重量部に対して(Y)を0.1～99.9重量部の範囲で配合した組成物を含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

40

【請求項9】

発光性有機基及び電荷輸送性有機基の少なくとも1つを有するカリックスアリーレン誘導体またはカリックスレゾルシアレン誘導体とポリビニルカルバゾールとを含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

【請求項10】

発光性有機基を有するカリックスアリーレン誘導体またはカリックスレゾルシアレン誘導体と電荷輸送性化合物とを含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子材料。

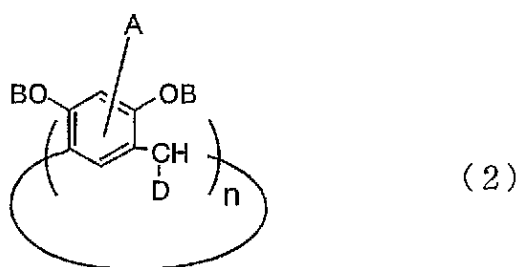
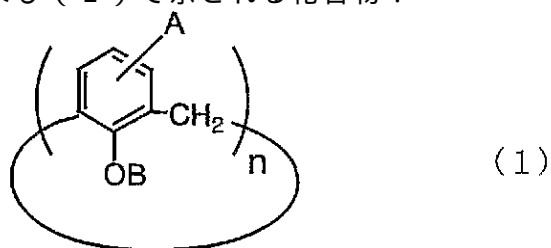
50

【請求項 1 1】

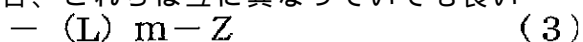
陽極および陰極の間に、クレーム 1 記載の有機エレクトロルミネッセンス素子材料を含んだ発光層または電荷輸送層が形成されてなる有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 1 2】

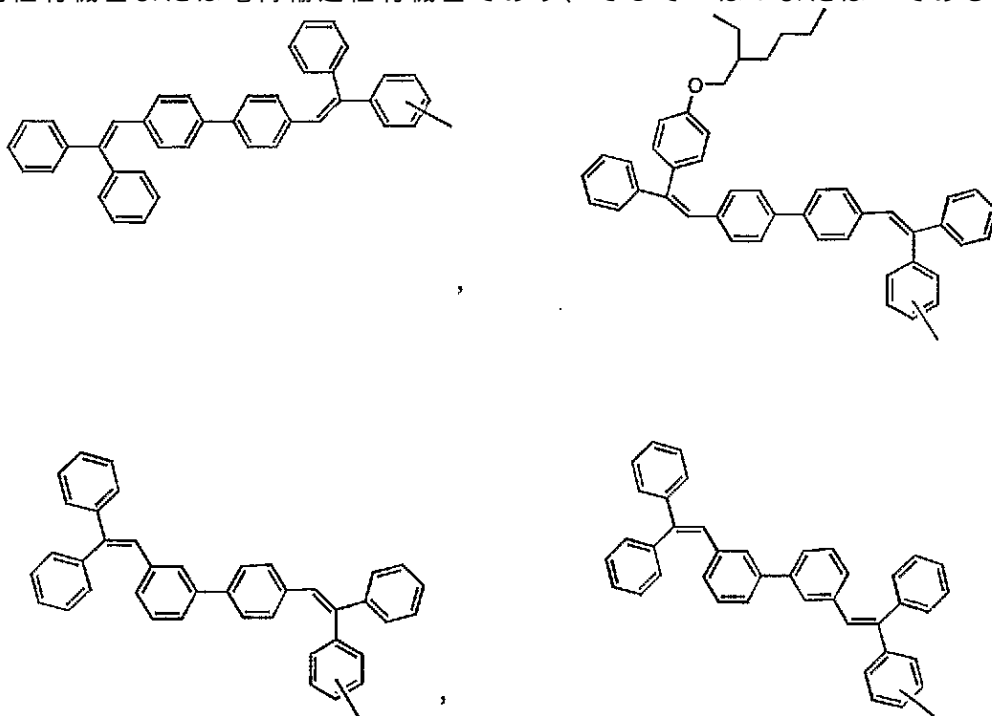
下記一般式 (1) および (2) で示される化合物：

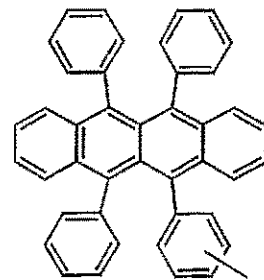
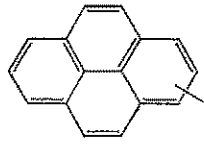
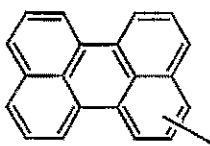
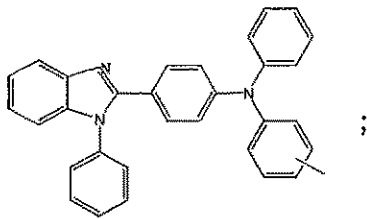
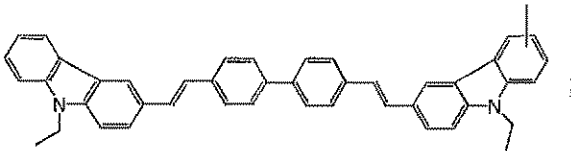
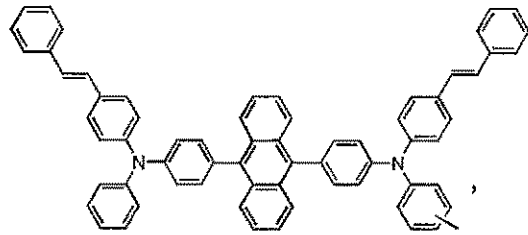
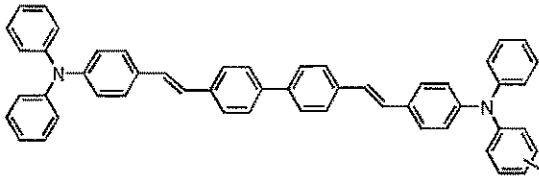
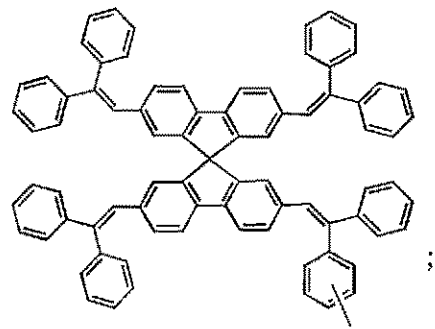
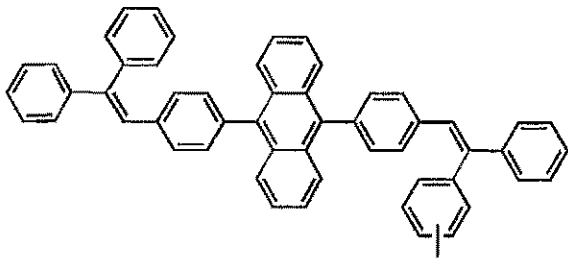


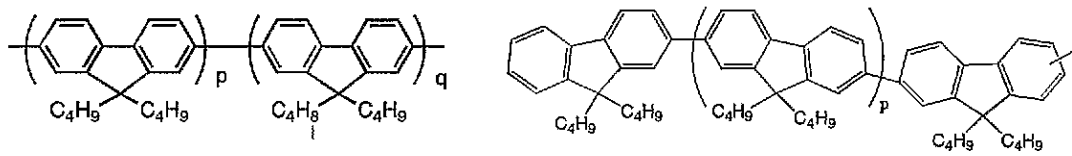
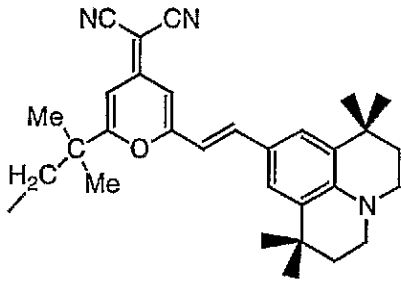
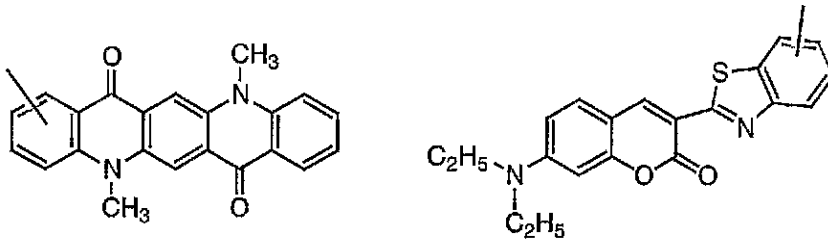
上式中、 n は 3 ~ 20 の整数であり、 A 、 B 、 D は、同一または異なる原子または基であって、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基または下記一般式 (3) で示される基であり、複数個存在する A 、 B および D は、それぞれ異なっても良く、これらの内の少なくとも 1 つが一般式 (3) で示す基であり、(3) 式で示す基が複数個存在する場合、これらは互に異なっても良い



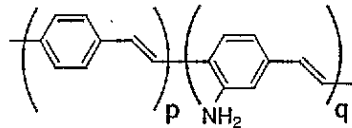
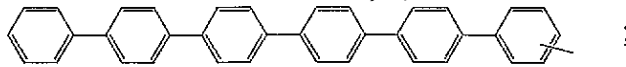
ここで、 L は 2 価の有機基であり、 Z は下記式で表される残基からなる群より選ばれる発光性有機基または電荷輸送性有機基であり、そして m は 0 または 1 である：



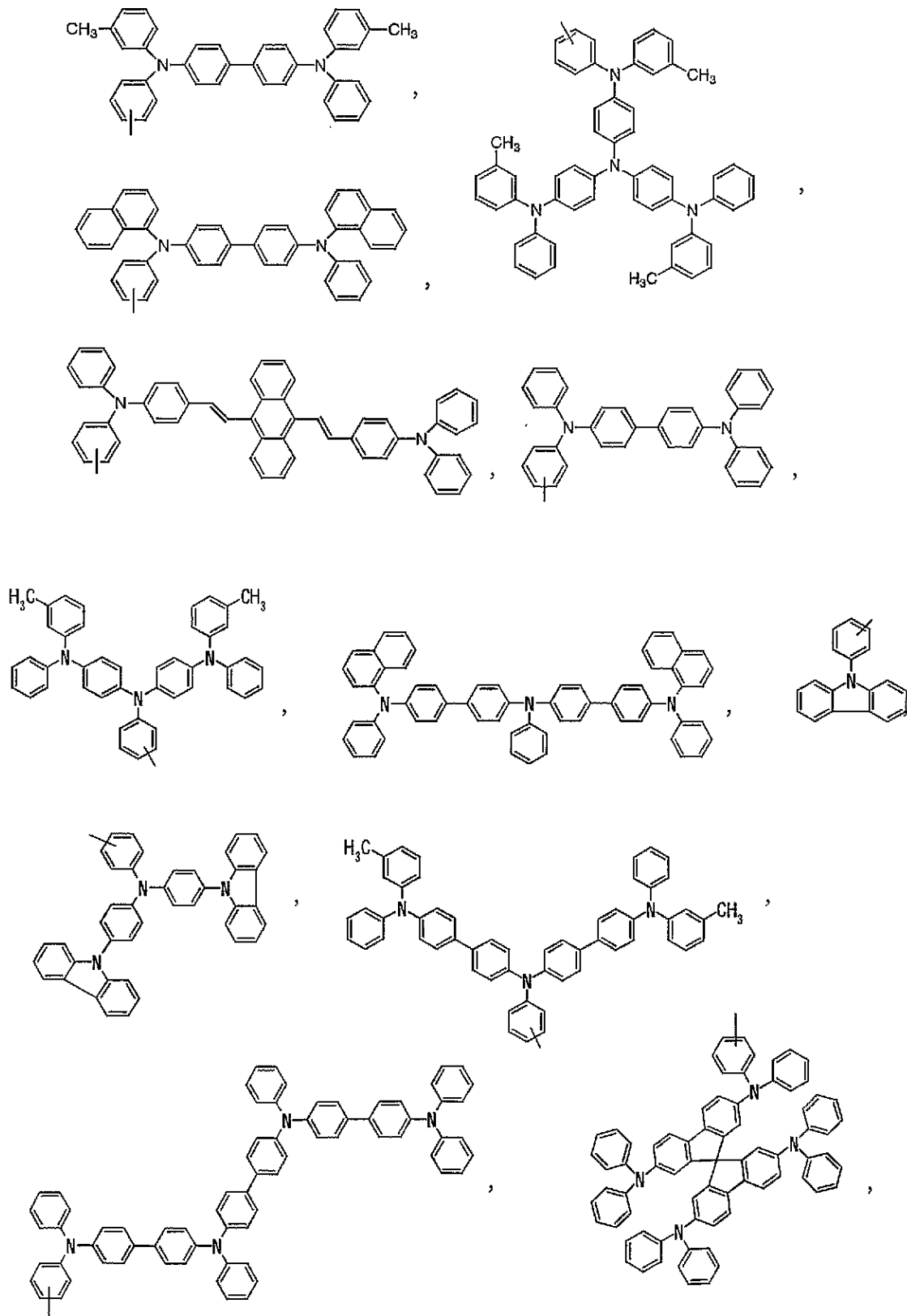


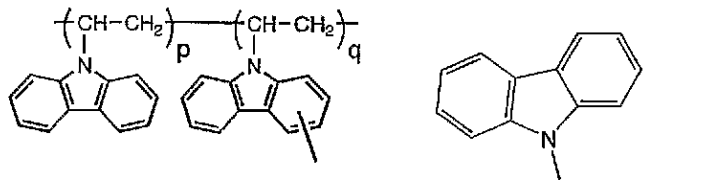
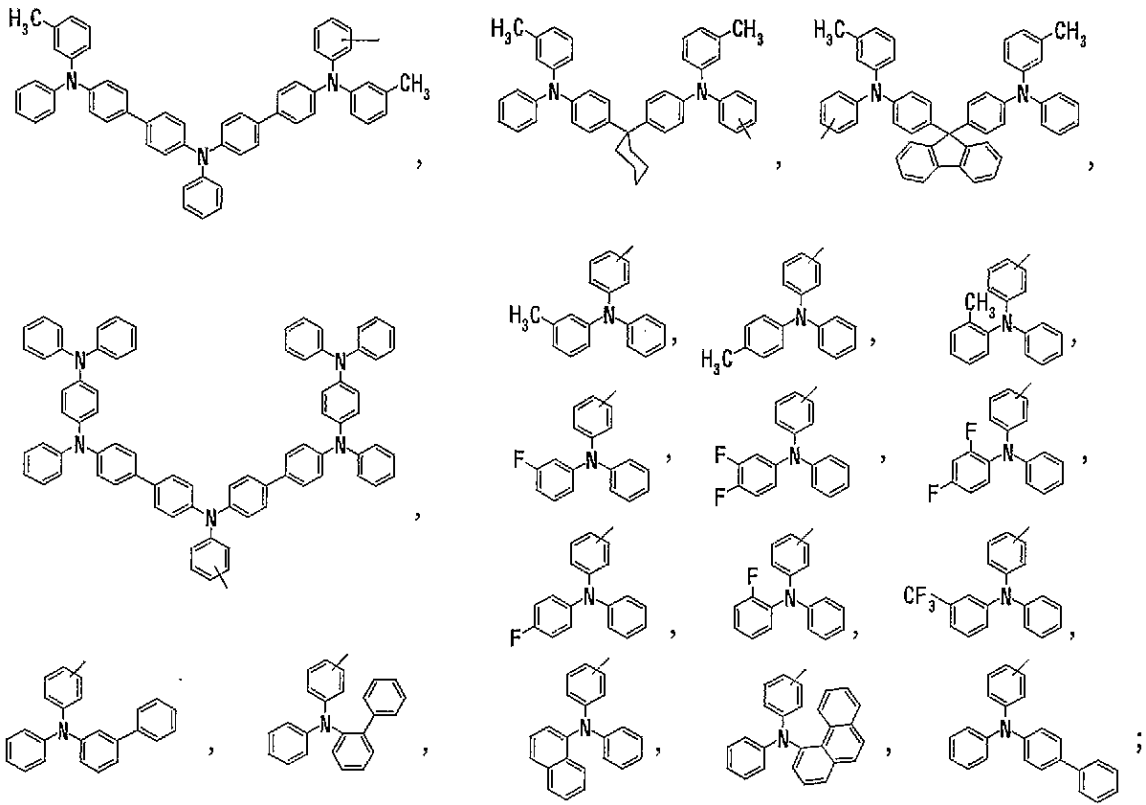


(ここで、 p および q はそれぞれ1～10の整数であり、各基の数平均分子量が200～4000の範囲の値をとるような整数である)；

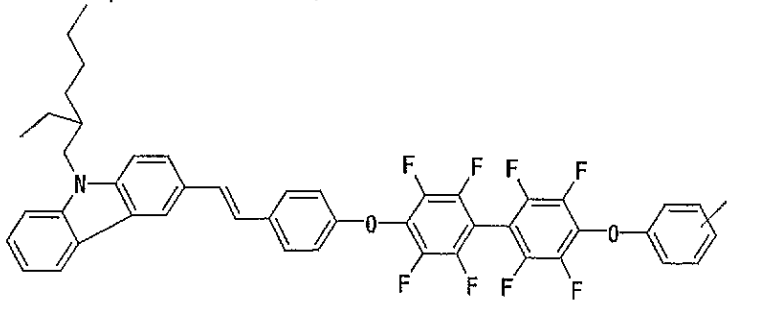


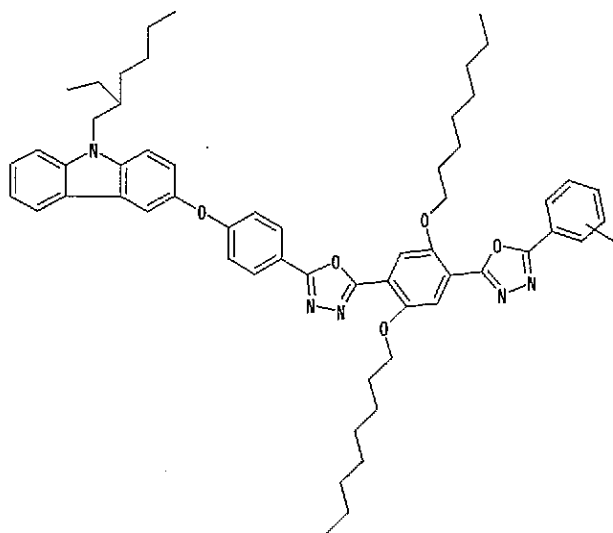
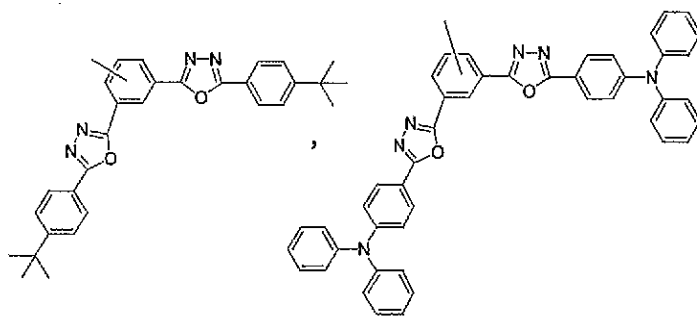
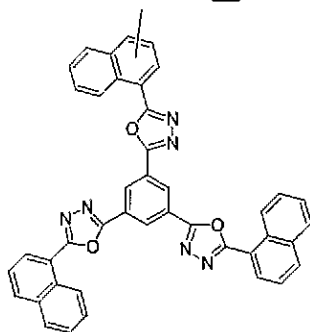
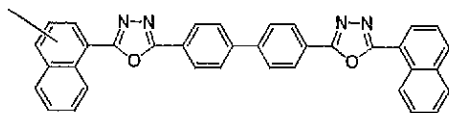
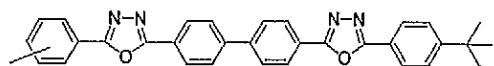
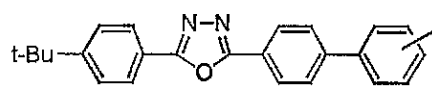
(ここで、 p および q は上記と同じ)；

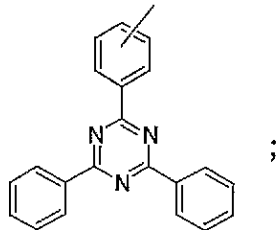
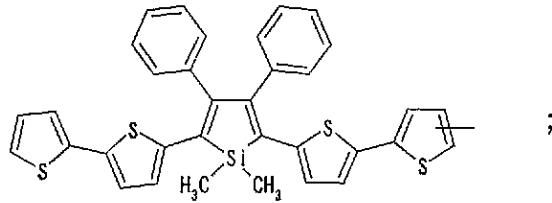
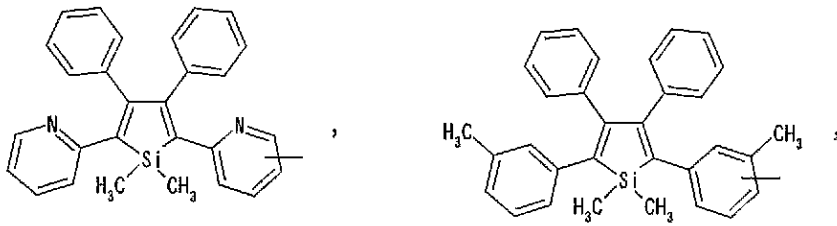
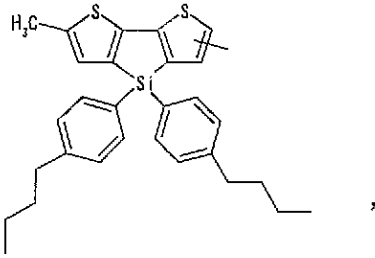
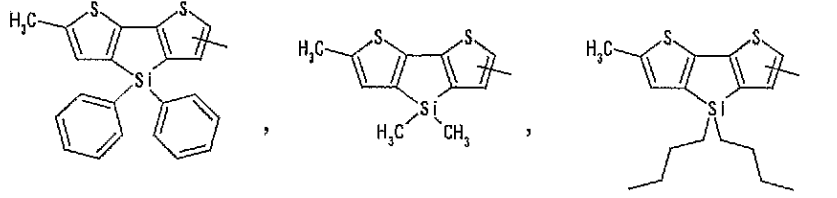
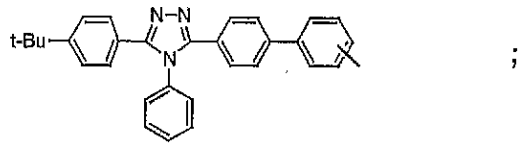


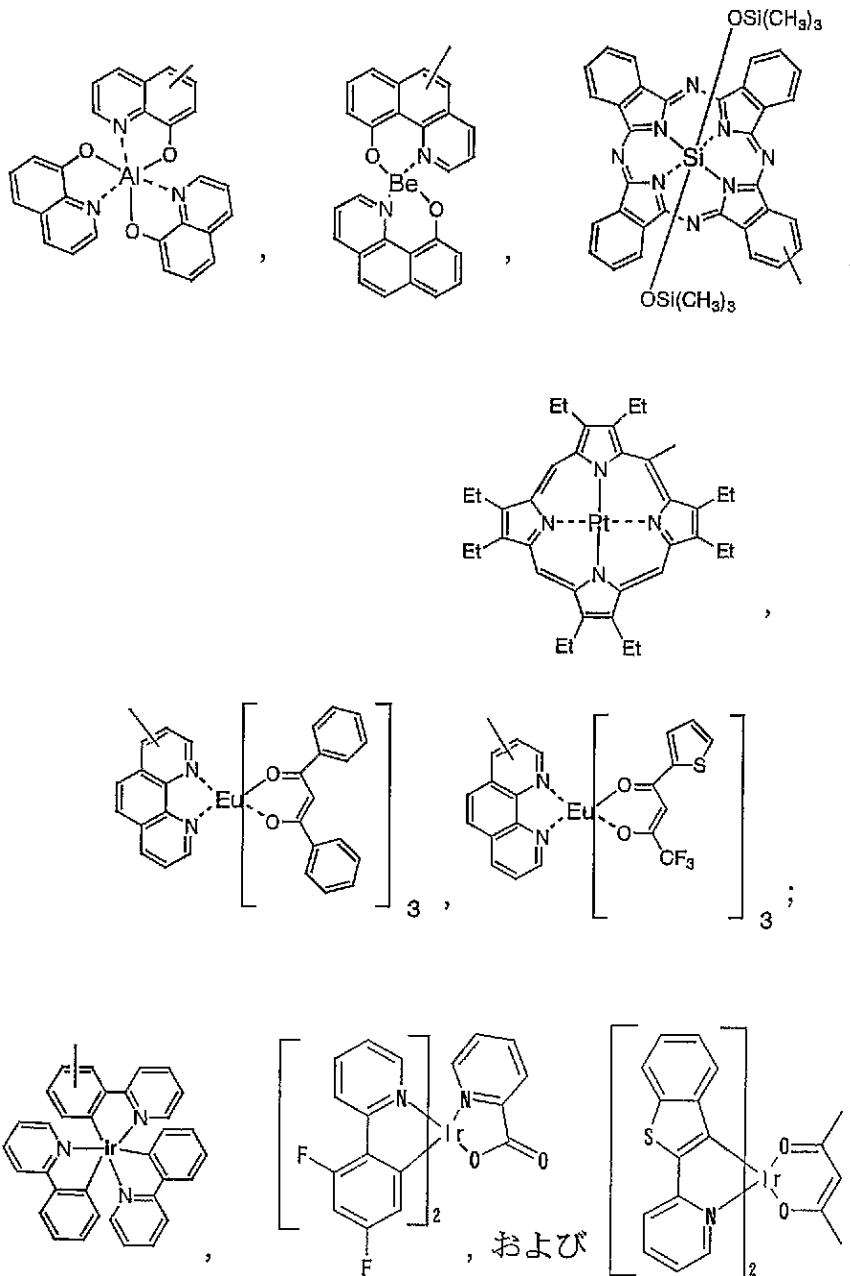


(ここで、 p および q は上記に同じ)、









【発明の詳細な説明】

技術分野

本発明は、新規な有機エレクトロルミネッセンス素子材料（以下「有機EL素子材料」とも称する）に関する。

背景技術

有機EL素子は、固体発光型の安価な大面積フルカラー表示素子としての用途が有望視され、現在、盛んに開発が行われている。一般に有機EL素子は、発光層及び該層を挟んだ一対の対向電極から構成されている。発光は、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る。更に、この電子と正孔が発光層において再結合し、エネルギー準位が伝導帯から価電子に戻る際にエネルギーを光として放出する現象である。

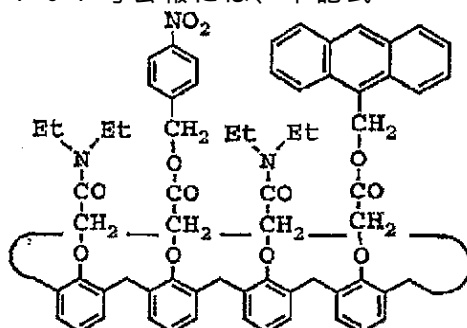
上記有機EL素子の発光層、電荷輸送層に使用される有機EL素子材料には、その用途に応じて、高輝度性、低駆動電圧、様々な色の発光などの特性を有することが要求されており、その要求に応じた材料を開発することが必要とされている。これまでも銅フタロシアン（CuPc）、スターバースト（star-burst）分子などの低分子系材料やポリ（p-フェニレンビニレン）（PPV）、ポリアニリン（PANI）等の高分子系材料が開発されている。

しかしながら、これらの材料を薄膜化してデバイスとして用いるには、幾つかの不便さや問題点がある。即ち、CuPcおよびスターバースト分子等の低分子系材料を用いて有機薄膜を作成するには真空蒸着法が用いられるが、この方法は時間とコストが掛かるという問題がある。また、真空蒸着法により作成された有機薄膜は結晶化が起こり易く、デバイスの劣化に繋がる。

一方、主に高分子系材料においてはスピコート法による薄膜化が可能であるため、短時間に大容量の薄膜化を容易且つ安価に行うことができる。また、高分子系材料を用いれば、結晶化が起こりにくいというメリットもある。しかしながら、高分子は分子量分布が大きいために、重合度により発光特性に差異が見られることがあり、個体差が比較的大きいというデメリットがある。また、PPVにおいては、それ自身が有機溶媒に不溶であるため、前駆体の薄膜を作成した後にさらに加熱を行わなければならない、重合率や脱離した塩酸等の影響が問題になっている。PANIも単独で有機溶媒に溶解しないため、カンファースルホン酸を使用しなければならない。このように、スピコート法により容易に薄膜形成することができ、かつ純度も高い有機EL素子材料は、まだ提供されるに至っていない。

10

また、特開平5-170707号公報には、下記式



で示される発光性カリックス[4]アレーン誘導体が開示されている。この化合物は、発光性原子団と消光性原子団を共に有し、且つ捕捉すべき金属イオンのための空隙を有する化合物である。この化合物の空隙に金属イオンが存在しなければ発光性原子団と消光性原子団との距離が近くなることにより発光せず、空隙に金属イオンを捕捉すれば金属イオンの存在により発光原子団と消光原子団との距離が離れるために発光することを利用し、この化合物は金属イオンの分析に用いられる。しかしながら、上記公開公報には、この化合物が有機エレクトロクロミック素子材料に用いられるか否かについては全く何も記載されていない。

30

発明の開示

従って、本発明の目的は、上述の従来技術の問題点を解決すること、すなわち、スピコートが可能でかつ高純度の有機EL素子材料を提供することにある。

本発明者らは上記の課題を解決するために鋭意検討を進めた結果、有機EL素子材料として発光体あるいは電荷輸送体の分子骨格にカリックスアレーン誘導体およびカリックスレゾルシアレーン誘導体からなる群より選ばれる化合物を結合することにより、前記目的を全て達成し得ることを見出し、本発明を提供するに至った。

40

すなわち、本発明は、発光性有機基および電荷輸送性有機基の少なくとも1つを有するカリックスアレーン誘導体またはカリックスレゾルシアレーン誘導体を含んでなる有機エレクトロルミネッセンス素子材料である。

また、本発明は、上記誘導体の中のある特定の化合物にも関する。

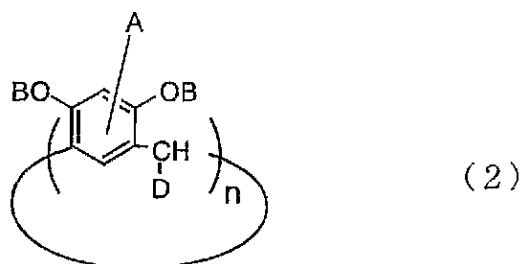
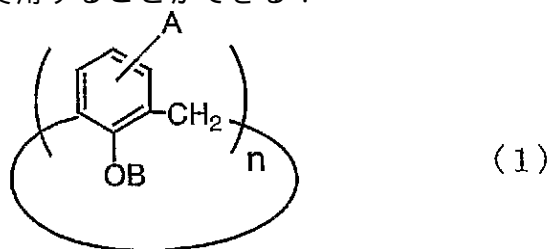
発明を実施するための最良の形態

本発明において、有機EL素子材料として使用される発光性有機基及び電荷輸送性有機基の少なくとも1つを有するカリックスアレーン誘導体またはカリックスレゾルシアレーン誘導体（以下、単にカリックス誘導体ともいう）は、有機EL素子材料として公知の発光体および電荷輸送体と、従来公知のカリックスアレーン誘導体およびカリックスレゾルシアレーン誘導体とが、2価の有機基を介して、あるいは介さず直接、共有結合で結合した

50

化合物であれば、何ら制限されず用いることができる。

このようなカリックス誘導体としては、例えば、下記に示す一般式(1)および(2)で表す化合物を好適に使用することができる：



上式中、 n は3～20の整数であり、 A 、 B 、 D 、同一または異なる原子または基であって、水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基または下記一般式(3)で示される基であり、複数個存在する A 、 B および D は、それぞれ異なっても良く、これらの内の少なくとも1つが一般式(3)で示す基であり、(3)式で示す基が複数個存在する場合、これらは互に異なっても良い

20



(ここで、 L は2価の有機基であり、 Z は発光性有機基または電荷輸送性有機基であり、 m は0または1である)。

上記式中、 A 、 B 、 D で示されるハロゲン原子としては、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子を挙げることができる。また、アルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等の炭素数1～4の基が好適であり、アリール基としては、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等の炭素数6～10の基が好適であり、アルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、ブトキシ基、2-エチルヘキシルオキシ基等の炭素数1～8の基を好適に使用することができる。

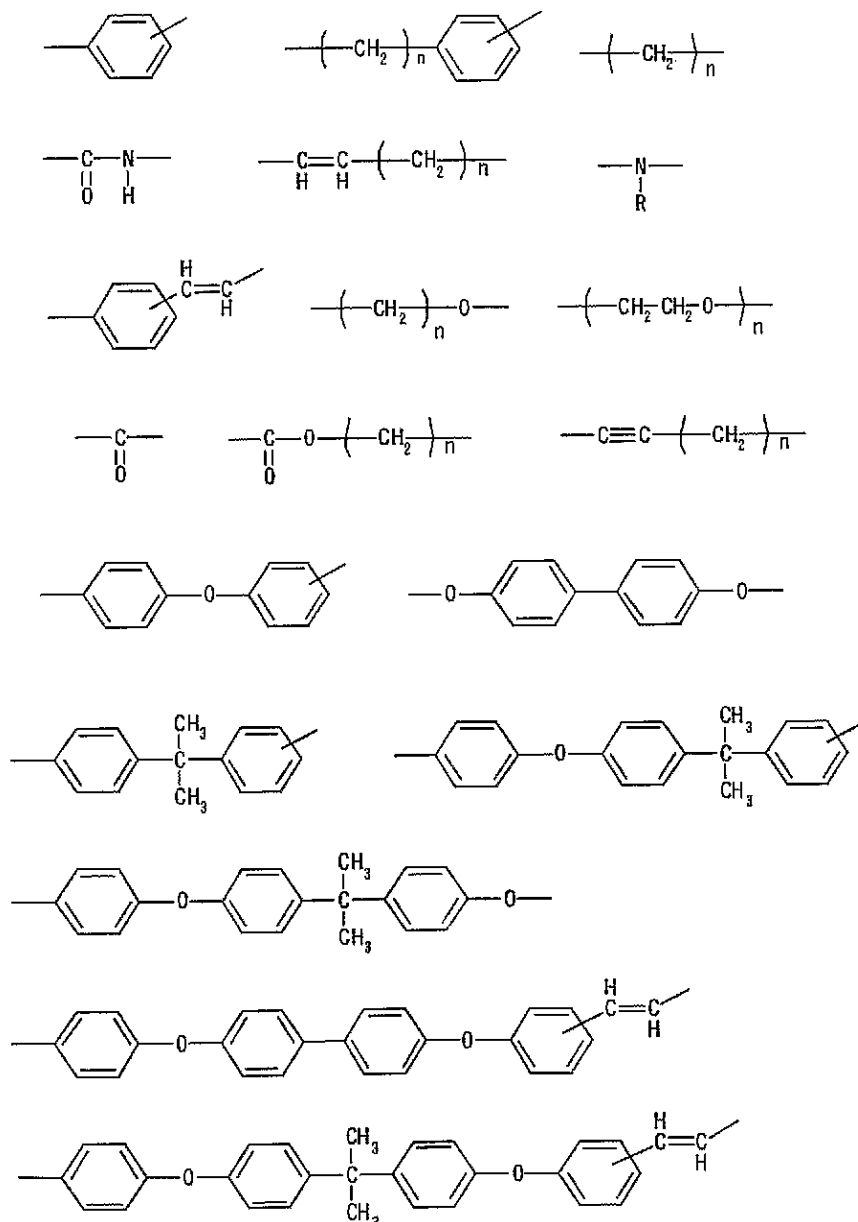
30

これら A 、 B および D が一分子中に複数個存在する場合、それぞれ同一であっても良く、また異なっても良いが、但し、これら A 、 B および D が一分子中に複数個存在する場合は、これらの内の少なくとも1つが下記式(3)で示す基である。そして、(3)式で示す基が一分子中に複数個存在する場合、これらは同一であっても良く、また異なっても良い。



上記式(3)中、 L で示される2価の有機基としては、発光性有機基または電荷輸送性有機基とカリックスアレーン誘導体またはカリックスレゾルシアレーン誘導体とを連結する基であれば何ら制限されない。このような連結しうる基として挙げることができる基には、制限されるものでないが、次の式で示される基が包含される(ただし、式中、 R は炭素数1～12のアルキル基であり、 n は0～20の整数である。)

40



さらに、上記式(3)中、Zで示される発光性有機基および電荷輸送性有機基としては、従来の有機EL素子に用いられる公知の発光体、電荷輸送体を骨格として有する残基を何ら制限なく用いることができる。発光性有機基または電荷輸送性有機基は、共に低分子有機化合物または中分子有機化合物から誘導される基である。中分子有機化合物から誘導される基の分子量は、数平均分子量で200~4000のものが精製のしやすさから好ましい。発光性有機基は、励起一重項からの蛍光発光または励起三重項からの燐光発光を示すことのできる構造を有する基である。電荷輸送性有機基は、正孔輸送能あるいは電子輸送能を示すことのできる構造を有する基であり、それぞれ正孔輸送性有機基および電子輸送性有機基に分類される。これらはそれぞれ正孔輸送体および電子輸送体から誘導される基である。なお、発光性有機基の中には電荷輸送性を示すものもあり、その場合どちらの有機基に分類されるかは、特に取り決めがあるわけではなく、さらにそれら化合物間に構造の共通性は認められない。

換言すれば、発光性有機基は、それを構成する少なくとも4つの不飽和結合が共役系を形成するように連結されており、かつ、発光性を示す構造を有する残基を形成している。また、電荷輸送性有機基は、それを構成する少なくとも2つの不飽和結合が共役系を形成するように連結されており、かつ、電荷輸送性を有する残基を形成している。なお、これらの共役系は1分子中に2つ以上が分断されて存在してもよい。ここで、発光性を有する構造とは、上述の励起一重項からの蛍光発光または励起三重項からの燐光発光を示すことのできる

できる構造を意味し、当業者であれば、必要により既知の発光性有機化合物を参照することによりその意味内容は明確であろう。なお、「4つの不飽和結合が共役系を形成する」と称する場合、例えば、ベンゼン環は3つの不飽和結合を有するものとして認識されている。

これら発光性有機基または電荷輸送性有機基の結合手の位置は、上記の共役系に悪影響を及ぼさない限り、特に限定されない。

このような発光性有機基および電荷輸送性有機基としては、下記 i)、ii) および iii) で示す残基を挙げるができる。

i) 少なくとも2つの不飽和環系(ここで、不飽和環系は、5員もしくは6員の炭化水素環もしくは環構成原子として窒素原子、酸素原子、硫黄原子またはケイ素原子を1~3個有する5員もしくは6員の複素環であり、または、これらの炭化水素環および/または複素環の2~30個が縮合していてもよく、これらの不飽和環系は置換基で置換されていてもよく、また、飽和環が縮合していてもよい。)が縮合するか、または直接結合またはアルケニレン基もしくは窒素原子(特に、窒素原子の孤立電子対電子)を介して共役系を形成するように連結されており、また、上記の不飽和環系はポリマー主鎖の1以上の側鎖(またはペンダント基)であってもよく、そして、カリックス誘導体分子に発光性または電荷輸送性を付与する残基。

10

ii) 少なくとも2つの不飽和環系(ここで、不飽和環系は、5員もしくは6員の炭化水素環もしくは環構成原子として窒素原子、酸素原子、硫黄原子またはケイ素原子を1~3個有する5員もしくは6員の複素環であり、または、これらの炭化水素環および/または複素環の2~30個が縮合していてもよく、これらの不飽和環系は置換基で置換されていてもよく、また、飽和環が縮合していてもよい。)が縮合して配位子を形成するか、または直接結合または-C=基もしくは窒素原子を介して共役系を形成するように連結されて配位子を形成し、さらに必要により該不飽和環系に結合した酸素原子とともに配位子を形成し、ベリリウム、アルミニウム、銅、亜鉛、ルテニウム、ユーロピウム、ロジウム、白金またはケイ素を中心金属として有する配位化合物から誘導され、カリックス誘導体分子に発光性または電荷輸送性を付与する残基。

20

iii) 少なくとも2つの不飽和環系(ここで、不飽和環系は、5員もしくは6員の炭化水素環もしくは環構成原子として窒素原子、酸素原子、硫黄原子またはケイ素原子を1~3個有する5員もしくは6員の複素環であり、または、これらの炭化水素環および/または複素環の2~30個が縮合していてもよく、これらの不飽和環系は置換基で置換されていてもよく、また、飽和環が縮合していてもよい。)が縮合または直接結合した分子団の2個以上とイリジウムとが結合した有機金属化合物から誘導され、カリックス誘導体分子に発光性または電荷輸送性を付与する残基。

30

上記 i) ~ iii) において、不飽和環系を構成する5員もしくは6員の炭化水素環としては、ベンゼン環を挙げることができ、環構成原子として窒素原子、酸素原子、硫黄原子またはケイ素原子を1~3個有する5員もしくは6員の複素環としては、ピロール環、フラン環、チオフェン環、ピリジン環、ピラン環、チアゾール環、トリアジン環、オキサジアゾール環等を挙げるができる。

また、上記の不飽和環系が置換されている場合の置換基としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子等のハロゲン原子；オキソ基；メチル基、エチル基、t-ブチル基等の炭素数1~8のアルキル基；メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基等の炭素数1~8のアルコキシ基；クロロメチル基、トリフロロメチル基等の炭素数1~4のハロゲン化アルキル基；アミノ基；シアノ基等を挙げるができる。これらは、上記の共役系に悪影響を及ぼさない限り、同一もしくは異なる置換基が複数個存在していてもよい。なお、「共役系に悪影響を及ぼさない」とは、例えば、相当する共役系が本来有している発光波長および強度(または輝度)を実質的に変更しないことをいう。

40

さらに、上記の不飽和環に縮合する飽和環としては、シクロヘキサン環、ピペリジン環、ピラゾリン環等の炭素数5~6の飽和炭化水素環または環構成原子として窒素原子を有する飽和複素環を挙げるができる。これらの飽和環は上記の不飽和環に2つ以上縮合し

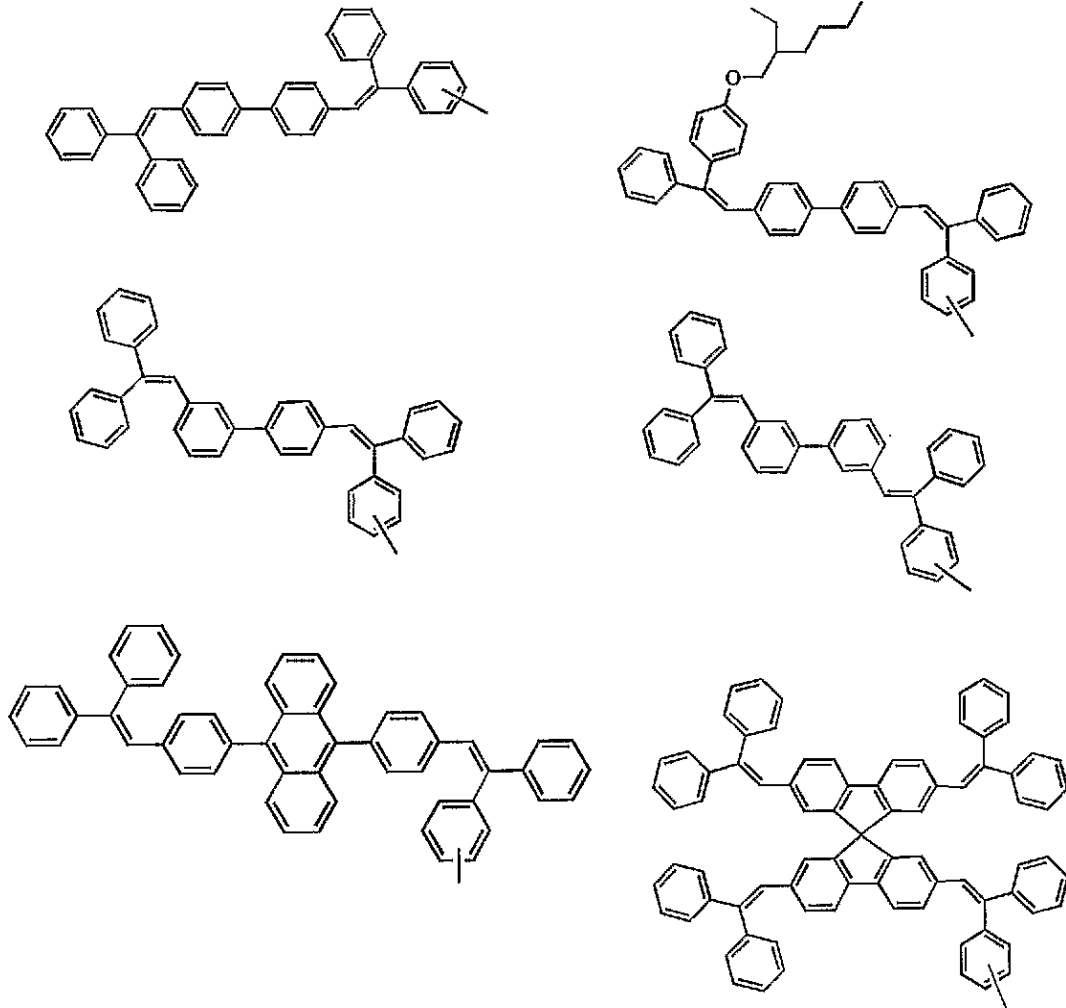
50

ていてもよい。

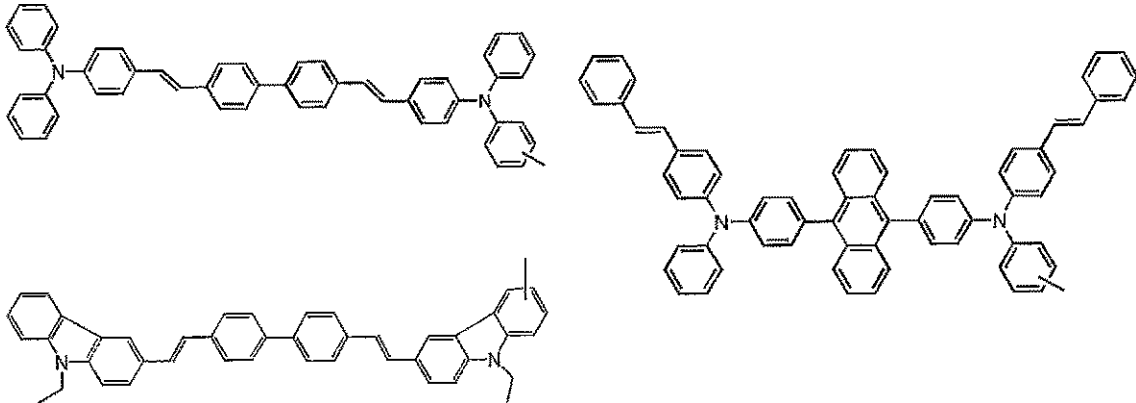
上記 i) ~ i i i) に属する残基を具体的に例示すれば次のとおりである。

a - 1) 上記 i) に属する発光性有機基：

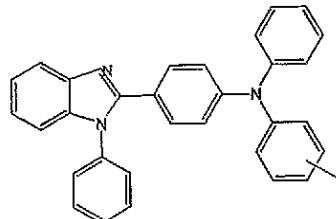
・ジスチリルアリーレン誘導体から誘導される残基



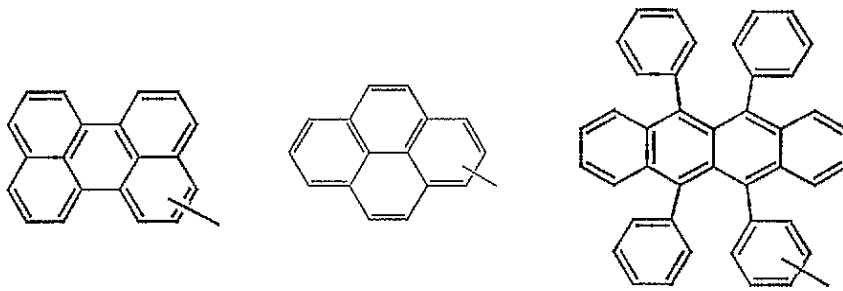
・スチリルアミン誘導体等のスチリル系誘導体から誘導される残基



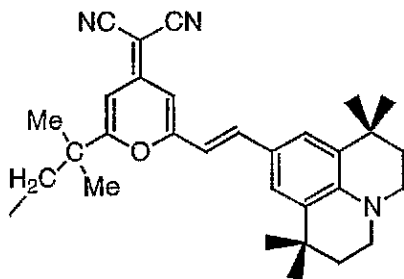
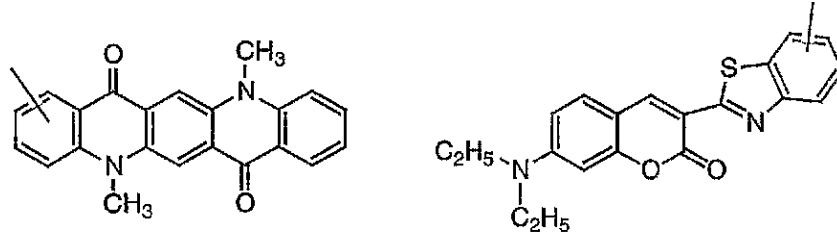
・イミダゾール誘導体等の含窒素芳香族複素環誘導体から誘導される残基



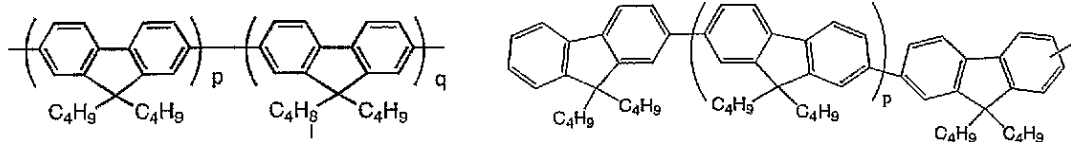
・ペリレン誘導体等の芳香族環が多縮環した炭化水素環誘導体から誘導される残基



・ポリメチン系、クマリン系、キナクリドン系などの色素類から誘導される残基



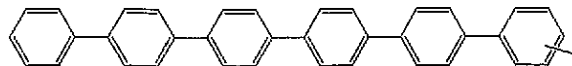
・ポリ(9,9ジアルキルフルオレン)誘導体から誘導される残基



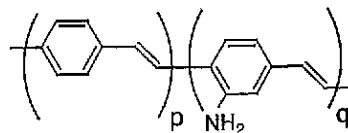
(式中、pおよびqはそれぞれ1～10の整数であり、各基の数平均分子量が200～4000の範囲の値をとるような整数である。)

30

・ポリパラフェニレン誘導体等のアリーレン誘導体の共役系中分子化合物から誘導される残基



・ポリパラフェニレンビニレン誘導体等のアリーレンビニレン誘導体の共役系中分子化合物から誘導される残基

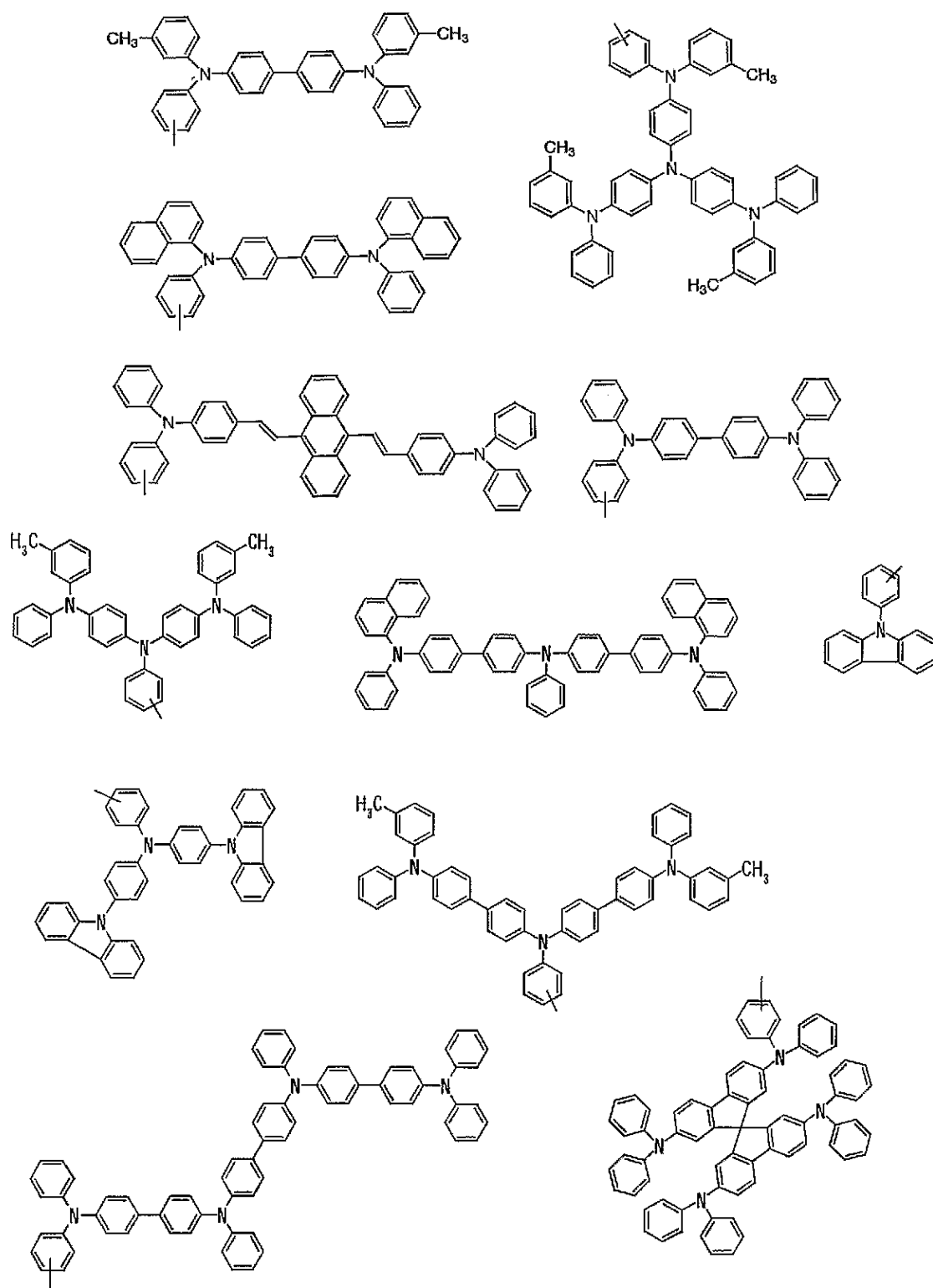


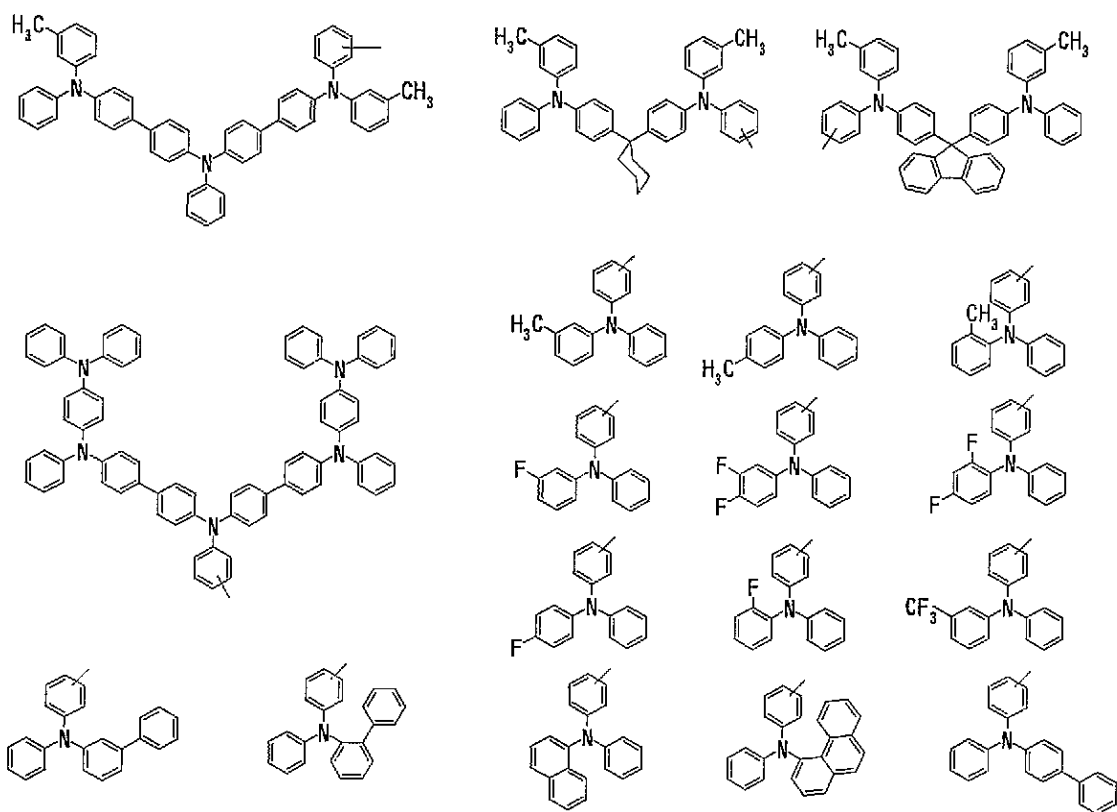
(式中、pおよびqは上記と同じ)

上記した残基のほかに、ナフタレン誘導体；アントラセン誘導体；キサントン系、シアニン系などの色素類；テトラフェニルシクロペンタジエン、テトラフェニルプタジエン等の芳香族基が多置換した誘導体；ポリチオフェン誘導体等の共役系中分子化合物；ポリシラン等の共役系中分子化合物；ポリ(メタ)アクリルアリールアミン誘導体等のペンダント型中分子化合物から誘導される残基を挙げることができる。

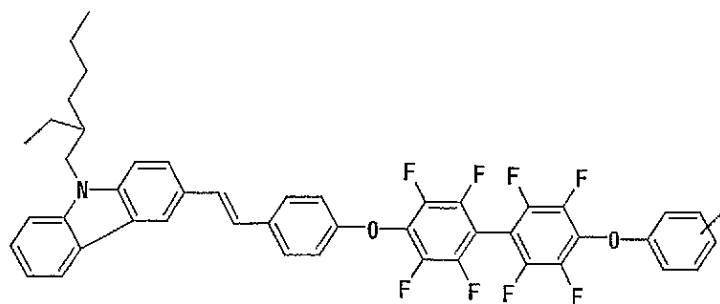
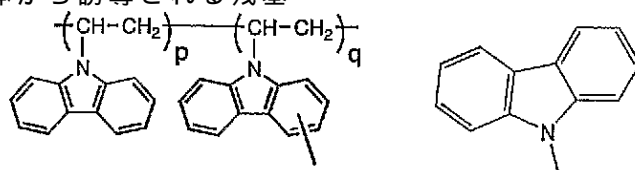
a - 2) 上記 i) に属する電荷輸送性有機基中の正孔輸送性有機基：

・アリールアミン誘導体から誘導される残基





・カルバゾール誘導体から誘導される残基

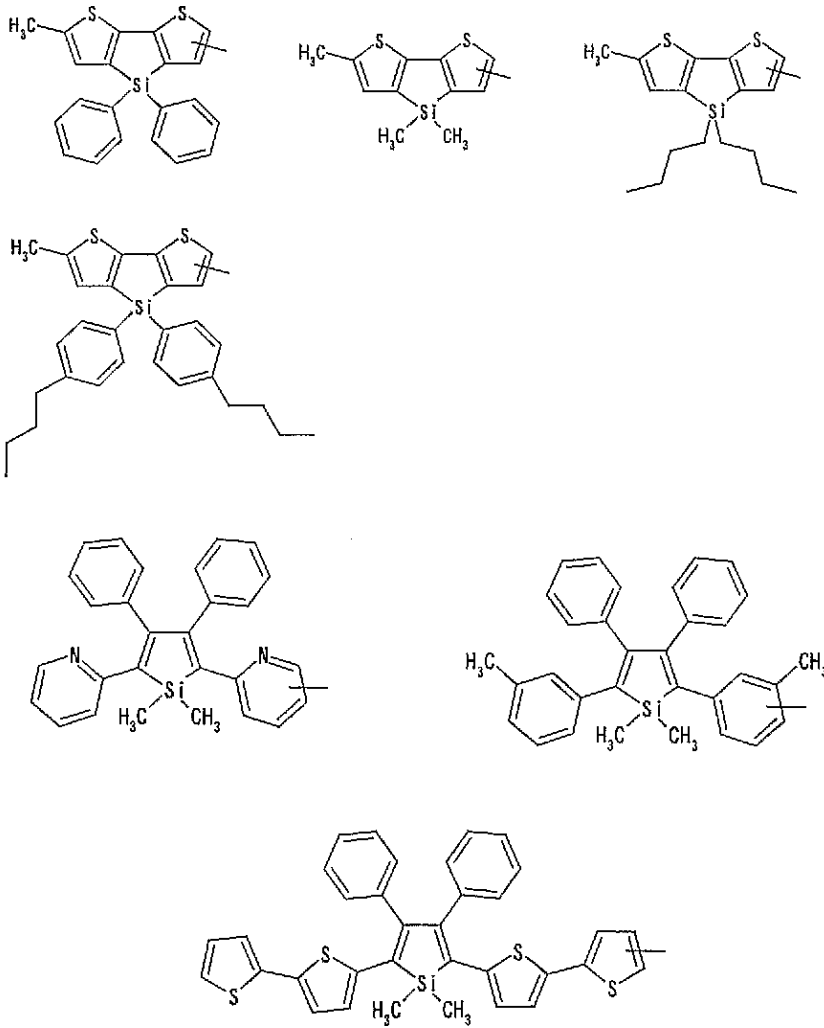


(式中、pおよびqは上記と同じ)

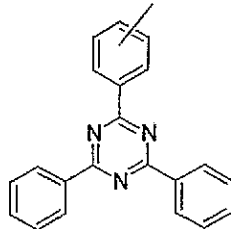
上記した残基のほかにも、ピラゾリン誘導体；スチルベン誘導体から誘導される残基を例示することができる。

a - 3) 上記 i) に属する電荷輸送性有機基中の電子輸送性有機基：

・オキサジアゾール誘導体から誘導される残基

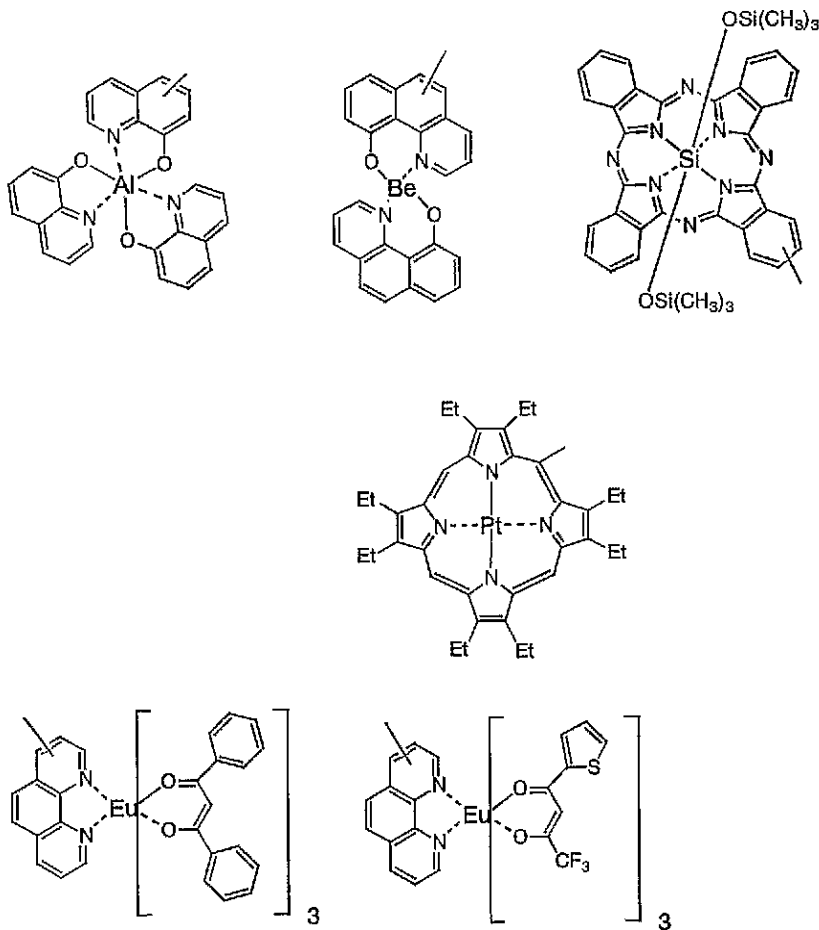


・トリアジン誘導体から誘導される残基

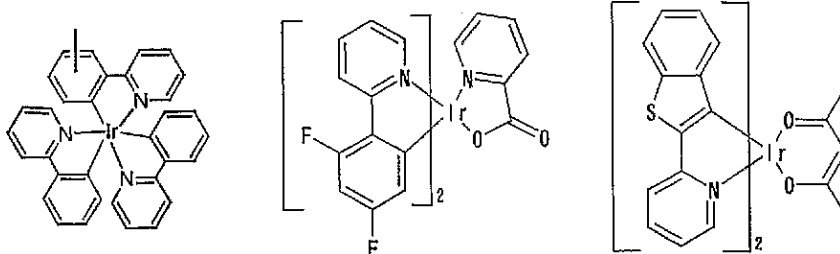


上記した残基のほかにも、アントラキノンジメタンもしくはその誘導体；テトラシアノアントラキノジメタンもしくはその誘導体；フルオレノン誘導体；ジフェノキノン誘導体から誘導される残基を例示することができる。

b) 上記 i i) に属する残基：



c) 上記 i i i) に属する残基：



これらの発光性有機基の中でも本発明において好ましい基としては、ジスチリルアレーン誘導体、スチリルアミン誘導体、イミダゾール誘導体、ナフタレン誘導体、アントラセンもしくはその誘導体、ペリレンもしくはその誘導体、および8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体、ポリ(9,9-ジアルキルフルオレン)誘導体から誘導される残基を挙げることができる。

また、電荷輸送性有機基の中でも正孔輸送性有機基としてはアールアミン誘導体が、電子輸送性有機基としてはオキサジアゾール誘導体、トリアゾール誘導体、シロール誘導体および8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体から誘導される残基が好ましい。

本発明で用いるカリックス誘導体中、カリックスアレーン構造部分は、フェノールとホルムアルデヒドの縮合により生成する環状オリゴマー、アルコキシ基を介して架橋した架橋カリックスアレーン、チアカリックスアレーンやオキサカリックスアレーンなどのヘテロカリックスアレーン、または、カリックスピロールやカリックスシロールなどの擬カリックスシクロオリゴマーを骨格に有する公知の化合物から誘導し得る残基を何ら制限なく用い得る。例えば、「カリックスアレーン(Calixarenes)」(C. D. グッチェ編、Royal Society of Chemistry、1989年)、「カリックスアレーン(Calixarenes)」(J. ヴィションら編、Kluwer Academic Publishers、1991年)、また、ペーマーの総説(An

gew. Chem. Int. Ed., Engl., 34 巻、p 713、1995 年)などに記載されている化合物から誘導し得る残基を挙げることができる。

本発明で用いるカリックス誘導体中、カリックスレゾルシアレン構造部分は、レゾルシノール誘導体とホルムアルデヒドの縮合により生成する環状オリゴマーから誘導し得る残基を何ら制限なく用い得る。

本発明で用いるカリックス誘導体において、発光性有機基又は電荷輸送性有機基それぞれが一分子中に複数個存在していてもよい。この場合、発光性有機基及び電荷輸送性有機基の種類は同一であってもよく、異なっても良い。また、本発明におけるカリックス誘導体の中でも、一分子に発光性有機基および電荷輸送性有機基を共に有するカリックス誘導体は、有機 EL 素子材料として発光輝度が高いために本発明において好適な化合物である。

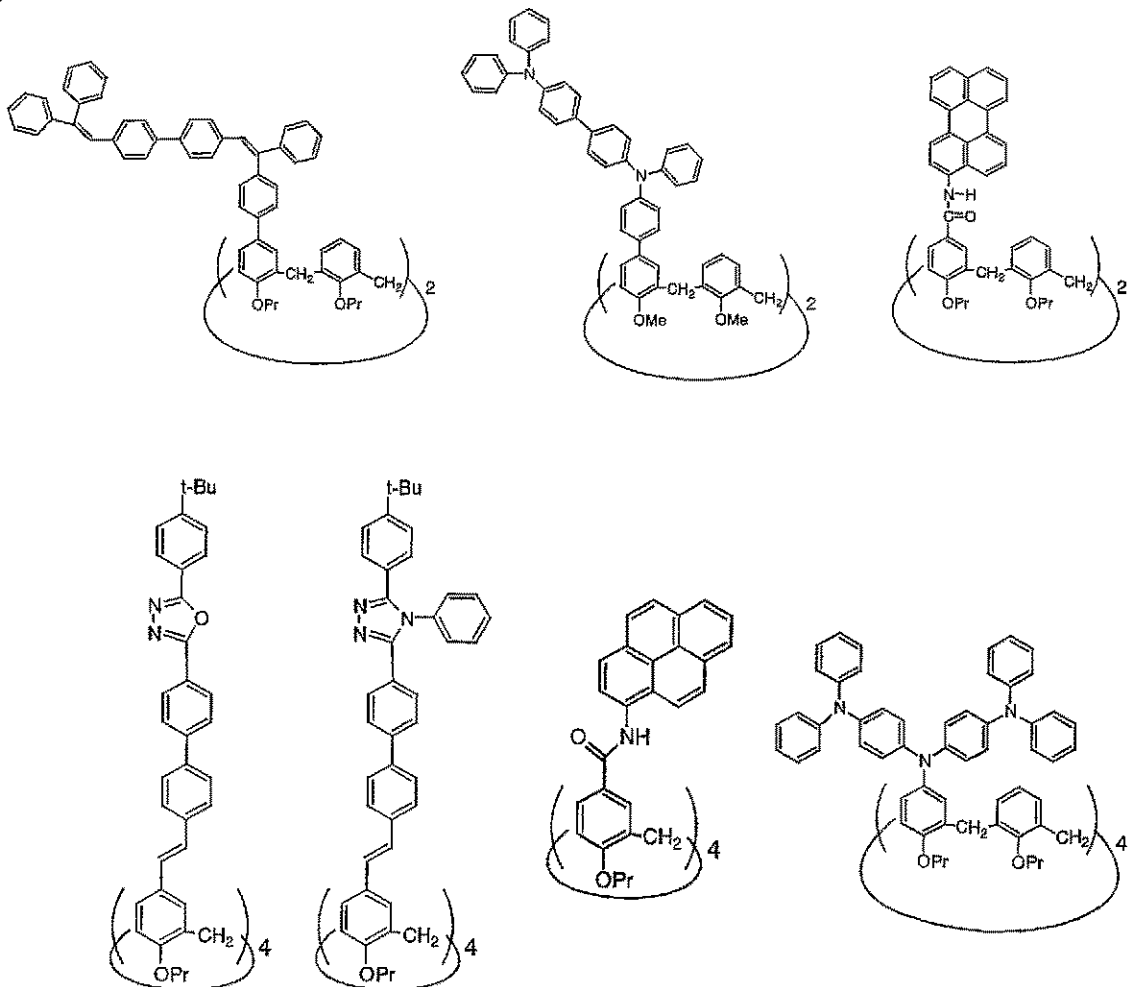
10

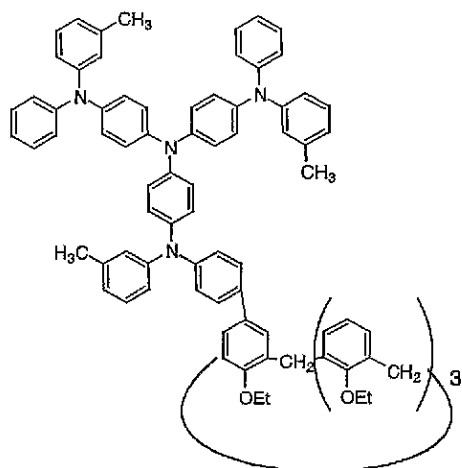
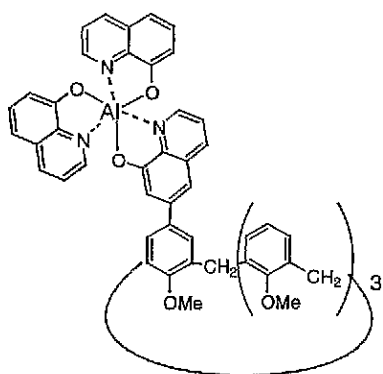
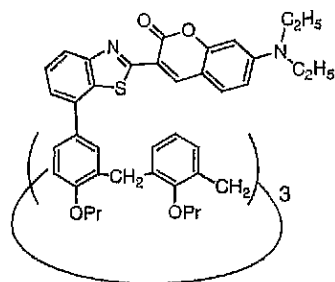
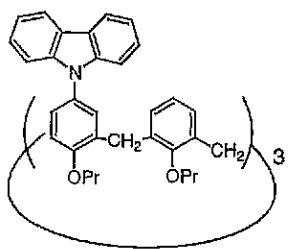
さらに、本発明においては、発光性有機基を有するカリックス誘導体 (X) と電荷輸送性有機基を有するカリックス誘導体 (Y) とを混合して有機 EL 素子材料として用いることが、より高い発光輝度を得ることができるために好適である。この場合、発光性有機基を有するカリックス誘導体 (X) と電荷輸送性有機基を有するカリックス誘導体 (Y) の配合割合は、特に制限されないが、一般には (X) 100 重量部に対して (Y) を 0.1 ~ 99.9 重量部の範囲で配合することが好ましく、さらに 1 ~ 99 重量部の範囲とすることがより好ましい。

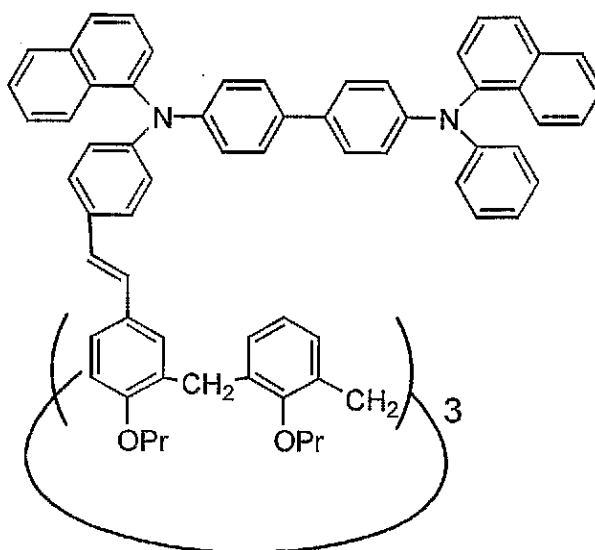
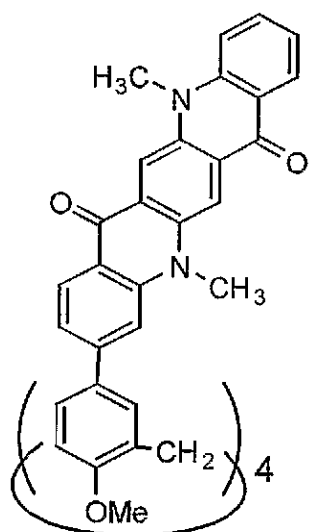
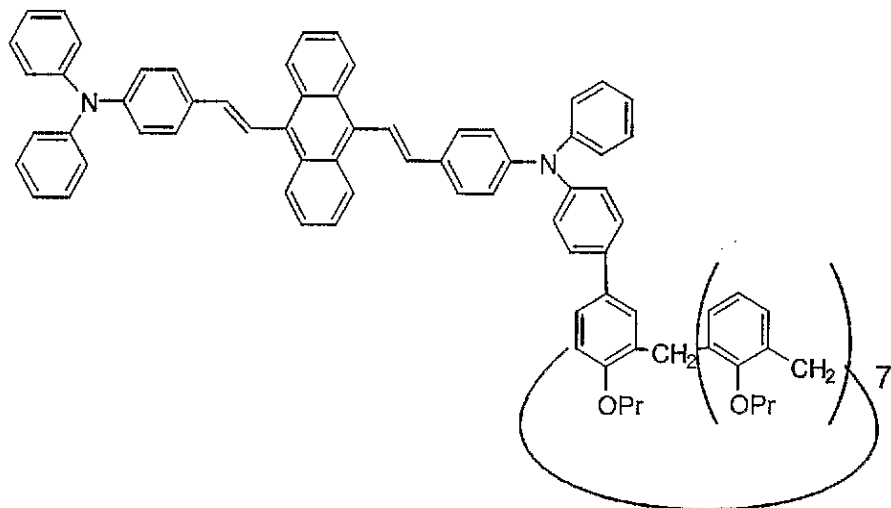
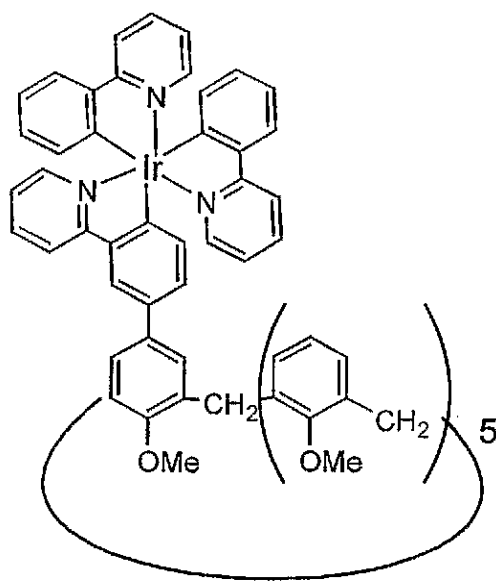
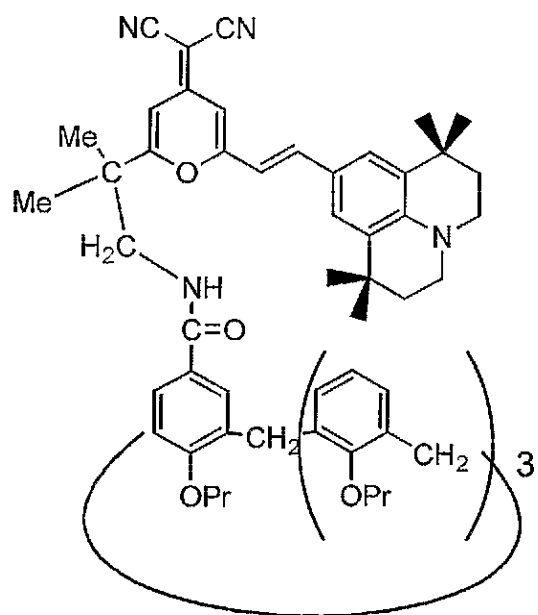
本発明において、前記した一般式 (1) および (2) で示すカリックス誘導体中、発光性有機基および電荷輸送性有機基が上記 i) および ii) で示す基である化合物は新規化合物である。

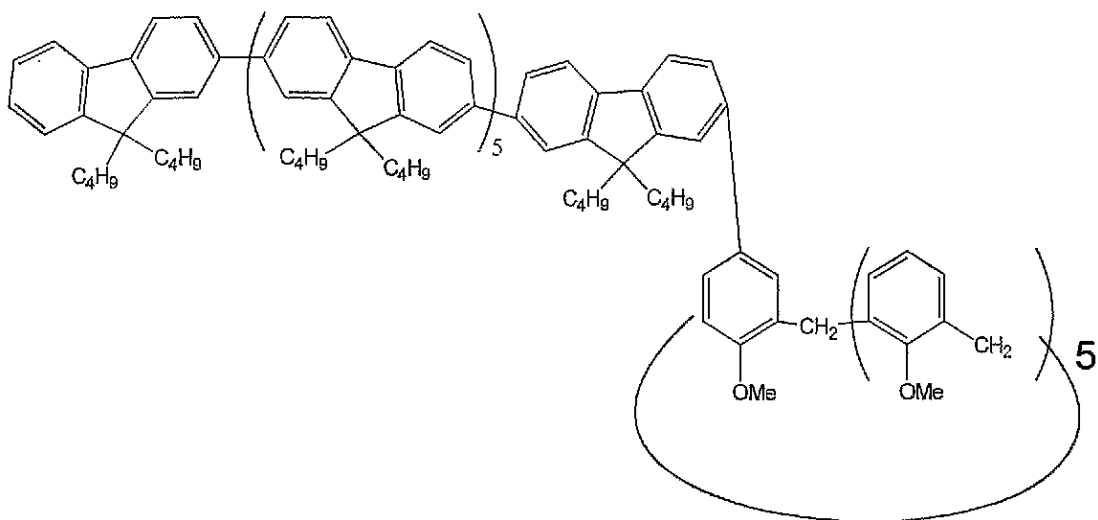
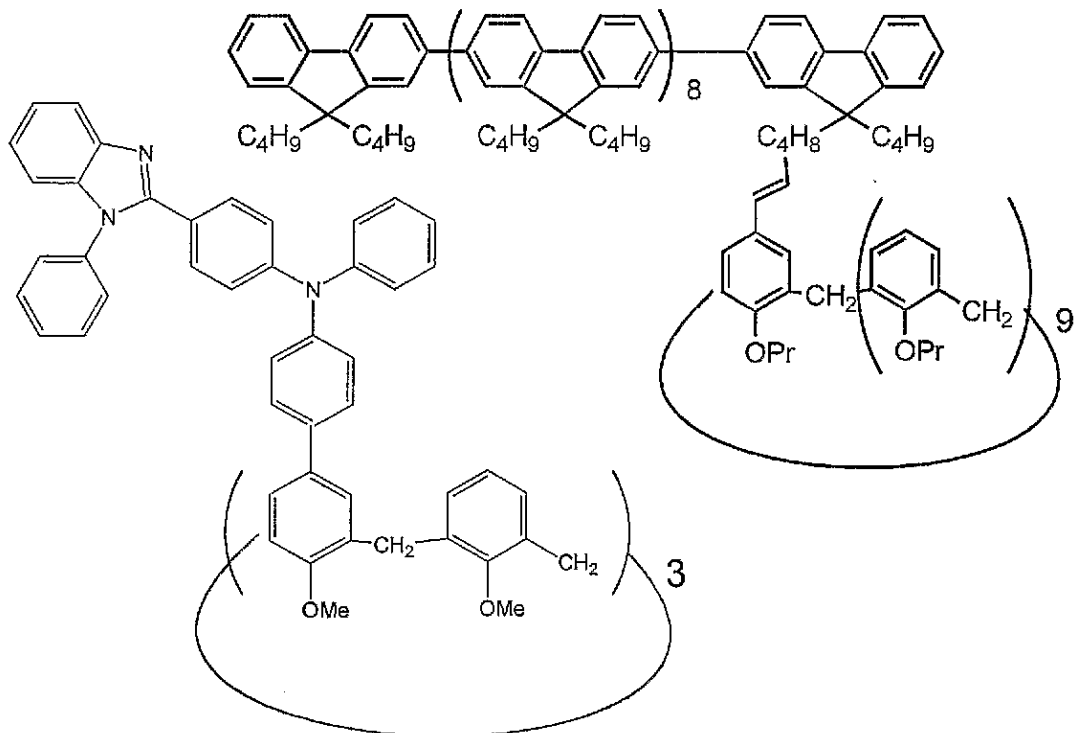
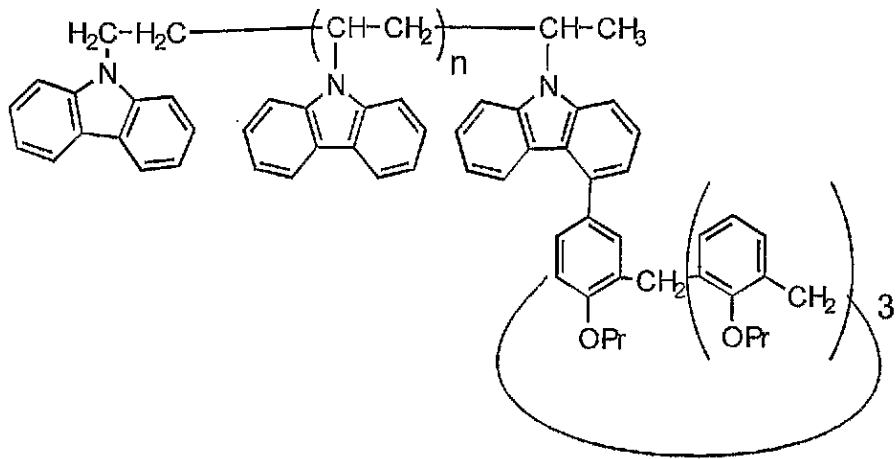
20

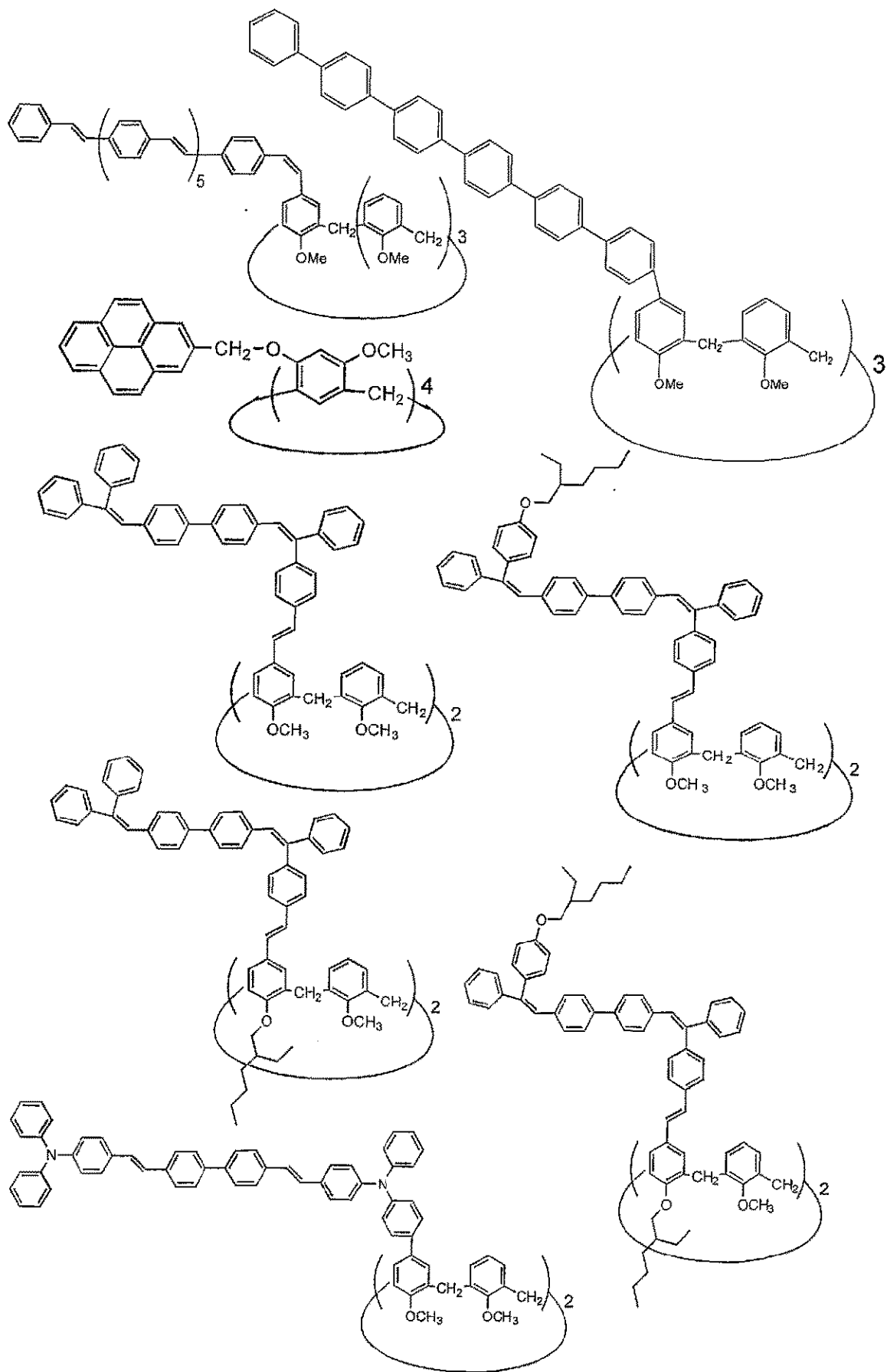
本発明において好適に用いられるカリックス誘導体を具体的に例示すれば、次のとおりである。

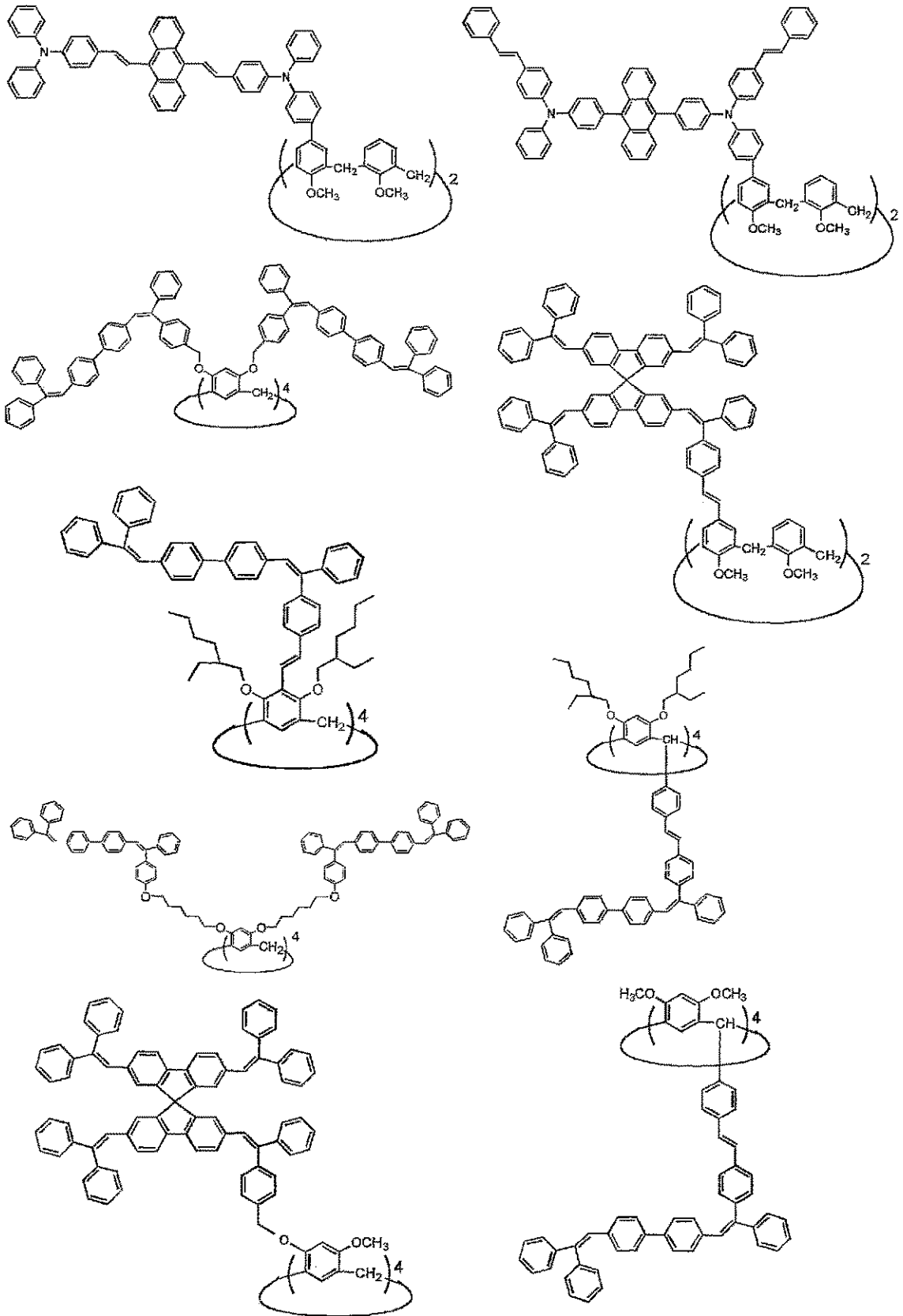


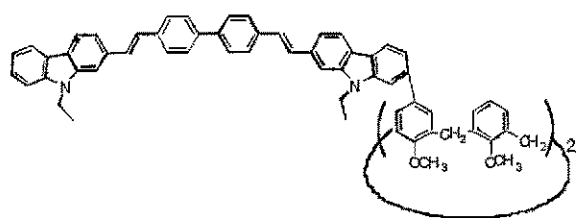
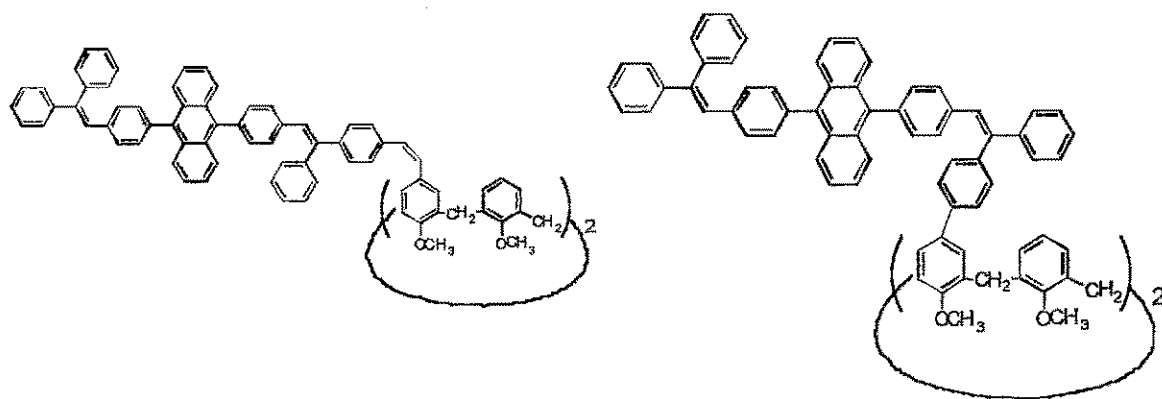
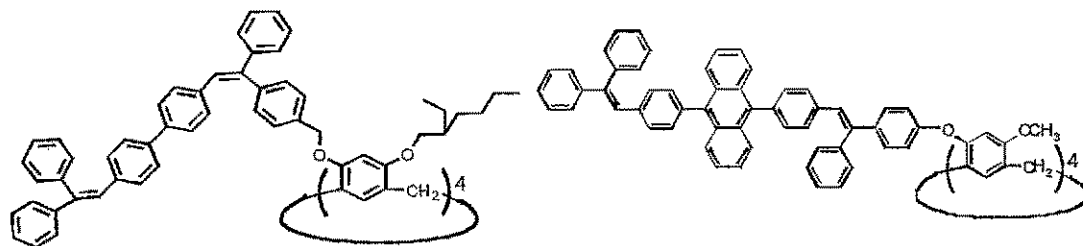
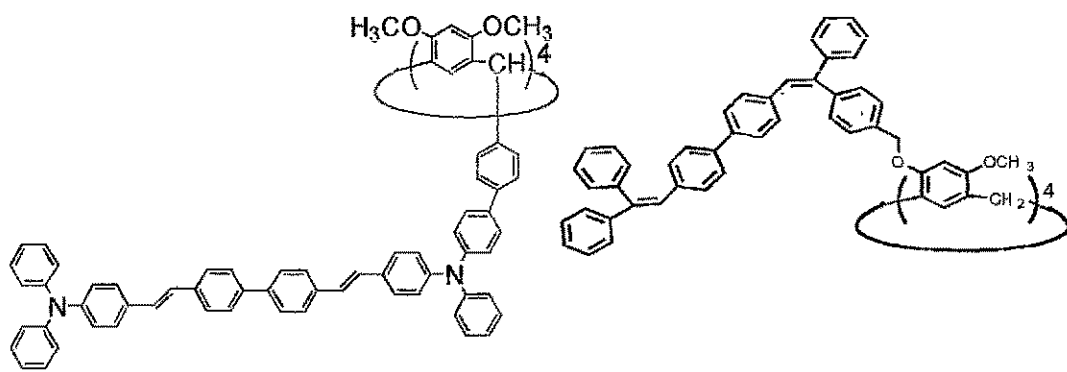


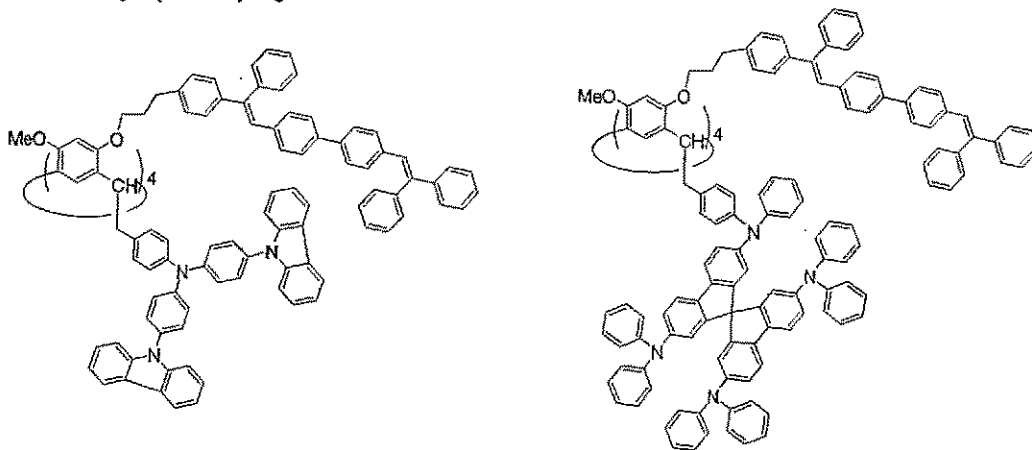
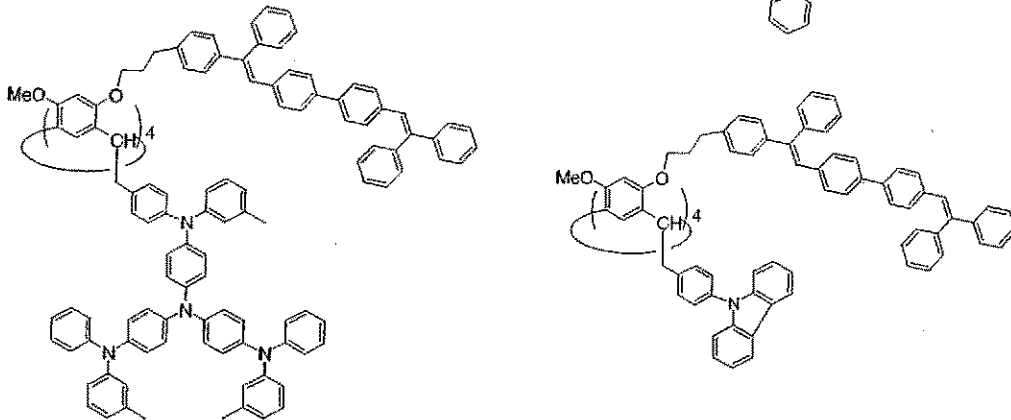
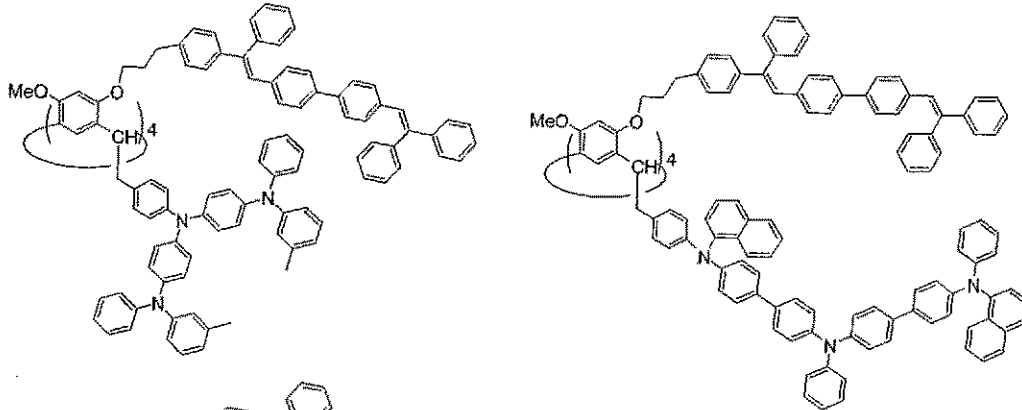
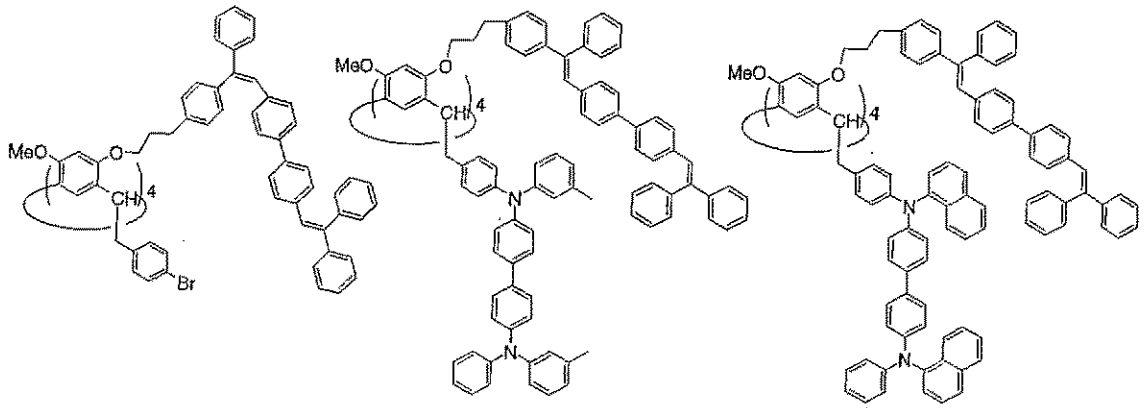


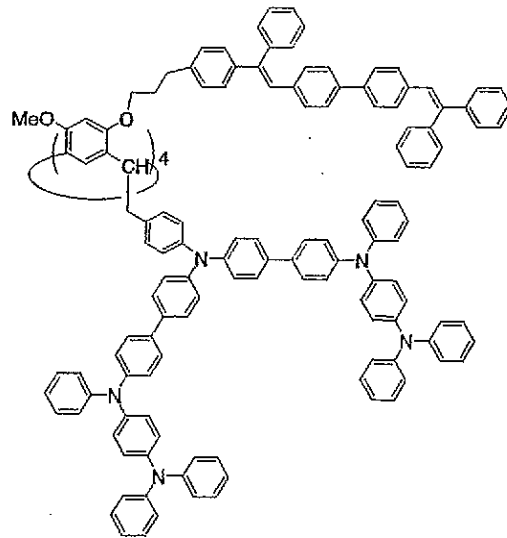
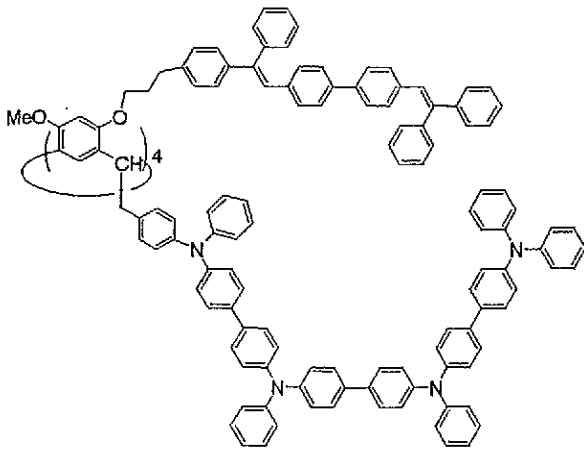
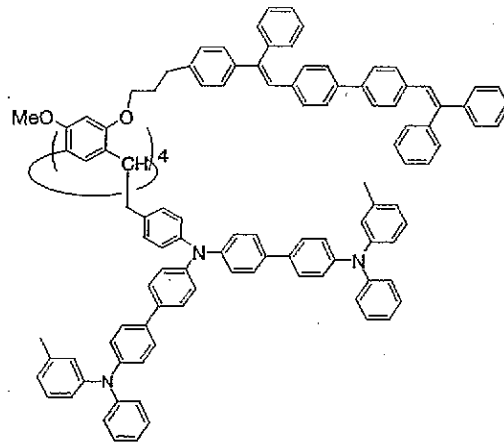
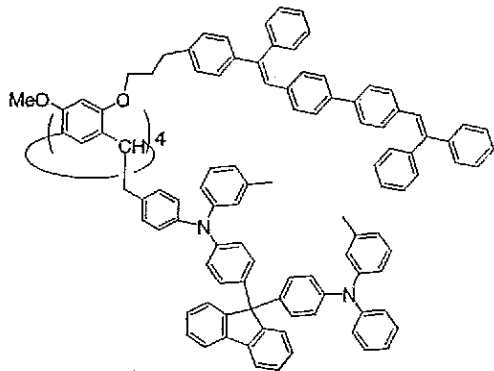
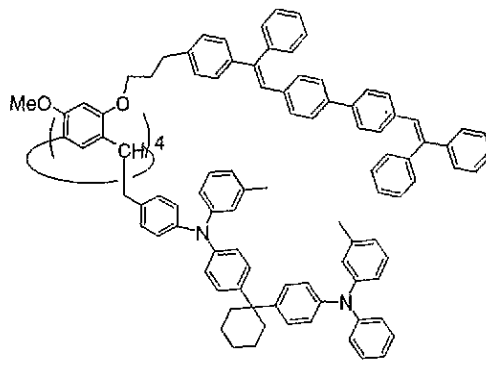
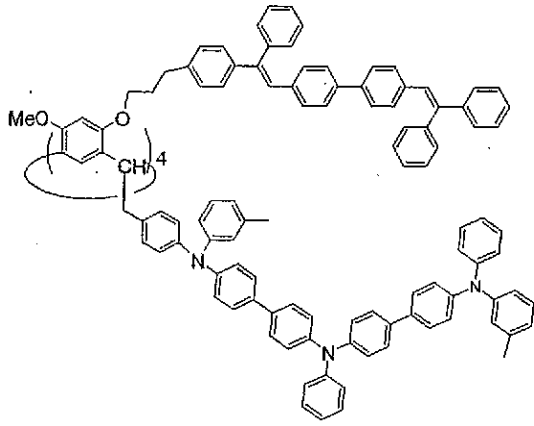


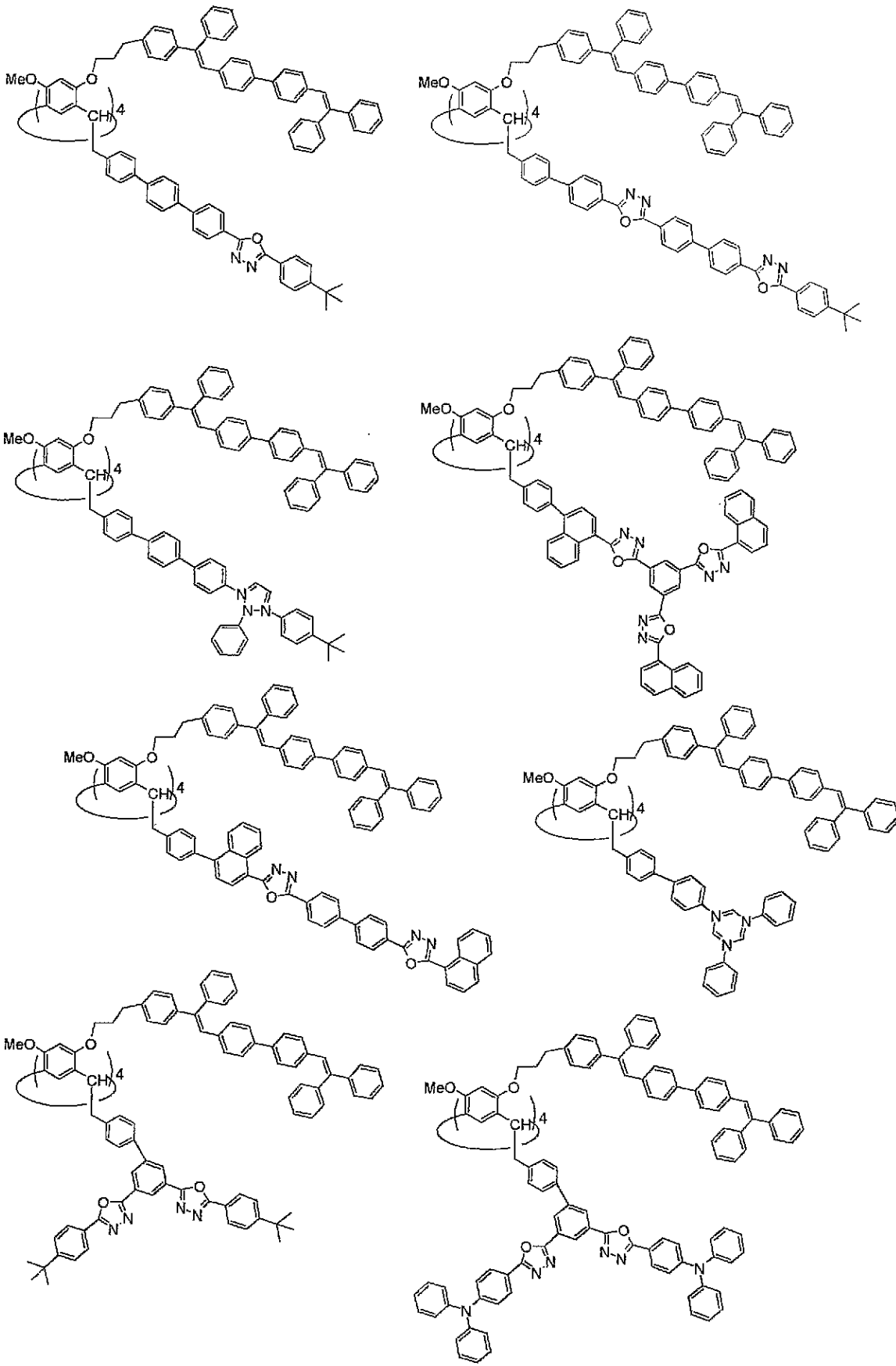


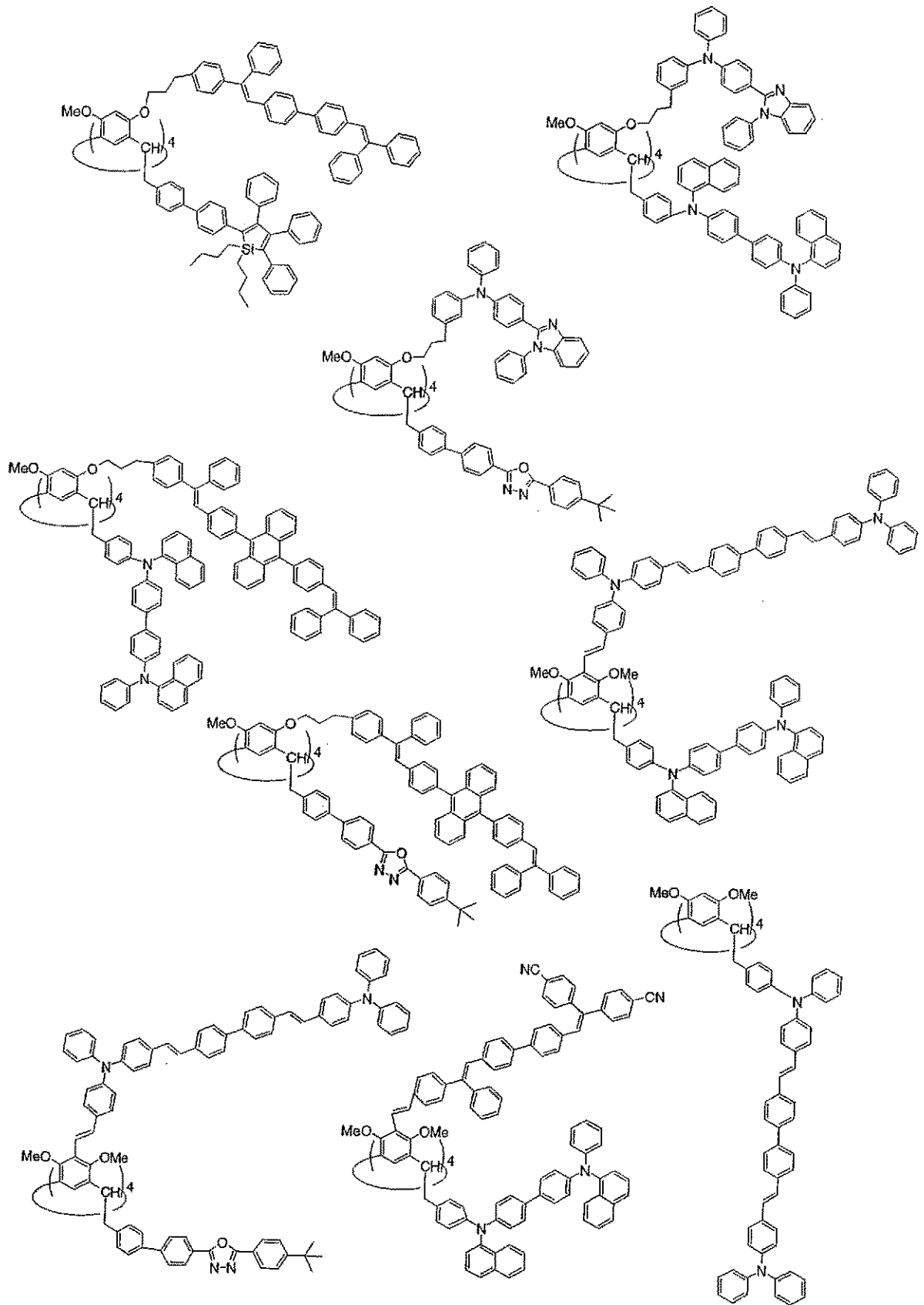


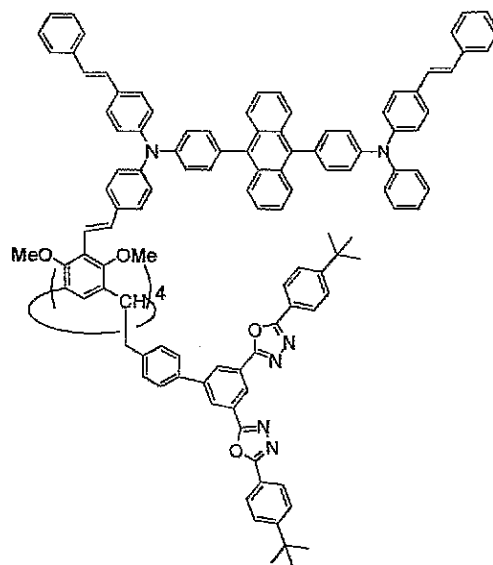
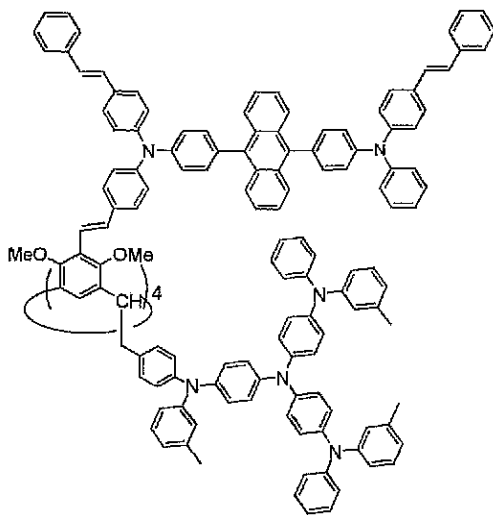
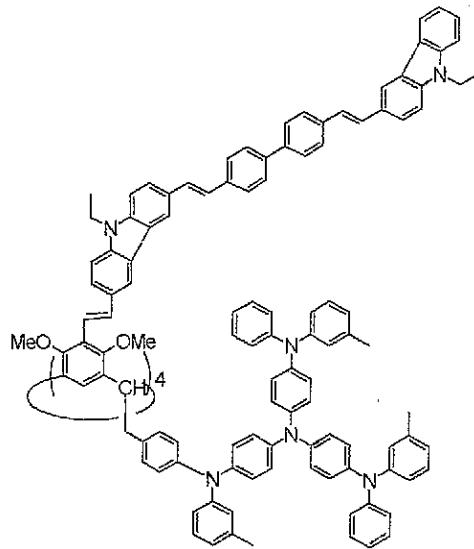
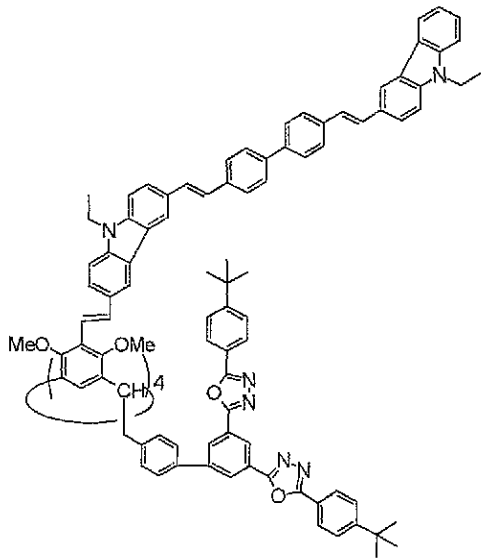
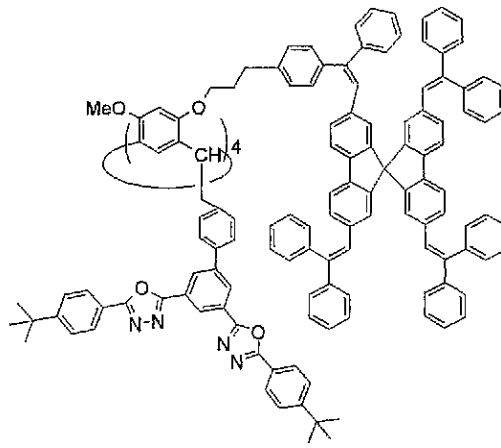
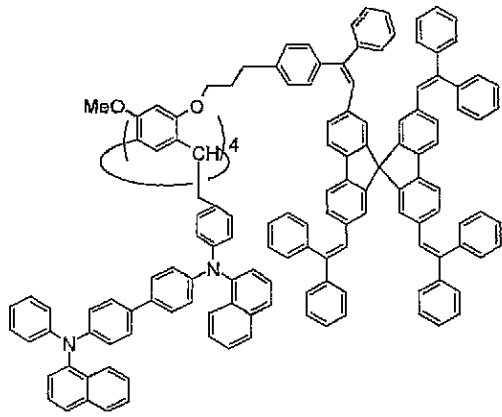


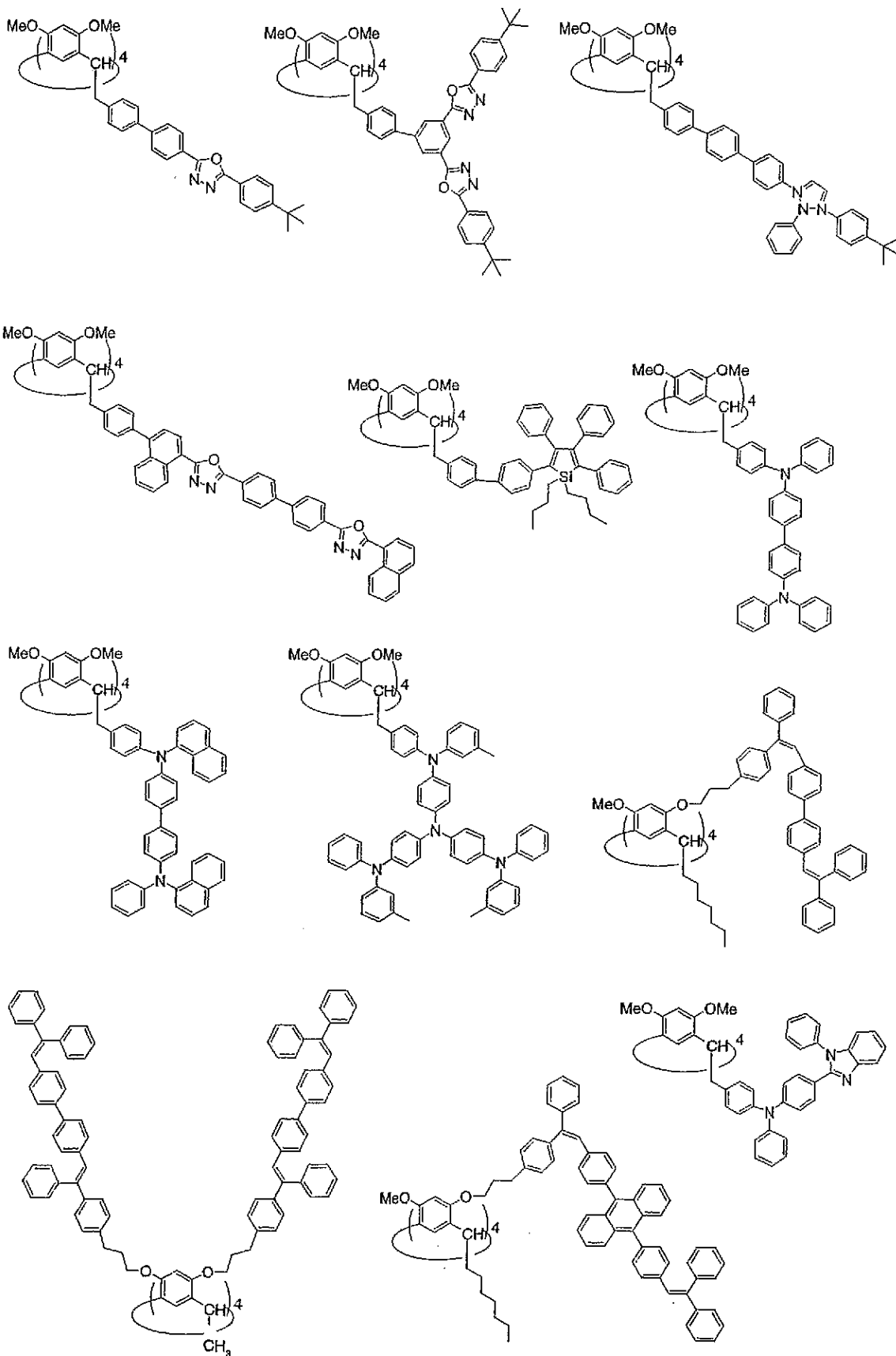












本発明で用いるカリックス誘導体は、ガラス転移温度が比較的高くて熱的安定性が高い。ガラス転移温度は変動するが、概ね100前後である。このため、カリックス誘導体を有機EL素子材料として利用したとき、駆動電圧をかけた際に発生する熱量を抑えることができる。このような熱的安定性は、カリックス誘導体が環状構造を有していることによるものであると考えられる。また、カリックス誘導体は可視領域に吸収を持たない。この

ため、カリックス誘導体を用いた有機EL素子材料は、エネルギー移動等により発光効率が低下することを有効に抑えることができる。

カリックス誘導体の製造方法は特に制限されず、通常利用される合成法を適宜組み合わせることによって製造することができる。好ましい合成法として、以下のスキームに示す合成法を例示することができる。

カリックス誘導体の合成においては、カリックスアレーン構造部分またはカリックスレゾルシアレーン構造部分と発光性有機基および電荷輸送性有機基とを結合する際に、連結基を介さず直接結合する有用な反応例としては、例えば、

(1) ハロゲン化アリールまたはトリフリルアリールとボロン酸をPd(0価)、炭酸ナトリウムの触媒存在下でカップリングさせるSuzuki Coupling反応

(2) ハロゲン化アリールと塩化亜鉛アリールをPd(0価)、Ni(0価)の触媒存在下でカップリングさせるNegishi Coupling反応

(3) ハロゲン化アリール同士をCu触媒存在下でカップリングさせるUllmann Negishi Coupling反応

(4) ハロゲン化アリールとアミノ基をPd(0価)、有機リン配位子、塩基存在下でカップリングさせる反応

等がある。

また、連結基を介して結合する反応としては、例えば、

(1) カルボン酸とアミンを反応させ、アミド結合を形成する反応

(2) クロロメチル基とアミンとの反応

(3) リンイリドとカルボニル基を反応させ二重結合を形成するWittig反応

(4) リン酸エステルとカルボニル基を反応させ、二重結合を形成する反応

(5) グリニア試薬とハロゲン化合物を反応させて、炭素-炭素結合を形成する反応

等がある。

さらに、合成したカリックス誘導体は、再結晶またはカラムクロマトグラフィーにより精製される。再結晶に用いる溶媒としては、公知の有機溶媒、それらの混合溶媒が用いられるが、好ましくはエタノール、イソプロピルアルコール、アセトン、酢酸エチル、アセトニトリル、ヘキサン、ヘプタンが使用される。

上記の製造方法によれば、カリックス誘導体は容易に精製して単離することが可能である。したがって、不純物の濃度が比較的高くて分子量分布がある通常のポリマー材料に比べると、カリックス誘導体は有機EL素子材料としての利用価値が高い。上述のように、本発明における発光性有機基を有するカリックス誘導体は発光層を形成する発光体として、また、電荷輸送性有機基を有するカリックス誘導体は電荷輸送層を形成する電荷輸送体として極めて有用である。

本発明の有機EL素子材料を用いて作成される有機EL素子の構造については、少なくとも一方が透明または半透明である一対の電極間に、本発明の有機EL素子材料を含む発光層もしくは電荷輸送層が形成されておれば特に制限されず、公知の構造を採用することができる。例えば、発光体のみからなる発光層、もしくは、発光体と電荷輸送体との混合物からなる発光層の両面に、少なくとも一方が透明または半透明の一対の電極を有する構造のもの、さらに陽極と発光層の間に正孔輸送体を含む正孔輸送層および陰極と発光層の間に電子輸送体を含む電子輸送層を積層したものを挙げることができる。

また、発光層や電荷輸送層は各層が複数の化合物からなっても良い。例えば、発光層において、一つの発光体に他の発光体を混ぜることにより、一つの発光体から他の発光体へエネルギー移動を生じさせ、他の発光体から効率よく発光させることができる。この時の混合する化合物数は特に制限はなく、一つの発光体と発光させる他の発光体とのエネルギー関係において、最適になるように化合物を組み合わせればよい。また他の発光体の濃度は一つの発光体との合計量中、0.1~50重量%の範囲で選択される。また、電荷輸送層においては、電極からの電荷注入障壁または素子の電荷注入バランスをとることを目的として、複数の化合物を混合することもできる。混合する化合物数は特に制限はなく、さらに添加濃度も前述の発光体の場合と同様に合計量中に占める割合で他の化合物を0.1~

10

20

30

40

50

50重量%の範囲で用いることができる。さらに、複数の発光体及び複数の電荷輸送体を混合した発光層とすることもできる。

また、発光層や電荷輸送層は1層であってもよく、また、複数の層を組み合わせることもできる。さらに、発光層に本発明の有機EL素子材料以外の発光体を混合使用することもでき、電荷輸送層に本発明の有機EL素子材料以外の電荷輸送体を混合使用することもできる。また、発光層および電荷輸送層は、本発明の有機EL素子材料単独で構成されていてもよく、中分子あるいは高分子化合物に分散させて構成してもよい。

本発明の有機EL素子材料と共に使用できる公知の発光体としては特に限定されないが、前述した発光性有機基に表されるような化合物、例えば、ジスチリルアリーレン誘導体、スチリルアミン誘導体、ナフタレン誘導体、アントラセンもしくはその誘導体、ペリレン
10
もしくはその誘導体、ポリメチン系、キサンテン系、クマリン系、シアニン系などの色素類、8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体、ユーロピウムあるいはイリジウムを含む三重項発光性の金属錯体、芳香族アミン、テトラフェニルシクロペンタジエンもしくはその誘導体、またはテトラフェニルプタジエンもしくはその誘導体などを用いることができる。具体的には、例えば特開昭57-51781号、同59-194393号公報に記載されているもの等、公知のものが使用可能である。

また、上記した本発明の有機EL素子材料と共に使用できる公知の電荷輸送体を例示すれば、正孔輸送体としてはピラゾリン誘導体、アリールアミン誘導体、スチルベン誘導体、トリフェニルジアミン誘導体などを挙げることができ、電子輸送体としてはオキサジアゾール誘導体、アントラキノジメタンもしくはその誘導体、テトラシアノアンスラキノジメ
20
タンもしくはその誘導体、フルオレノン誘導体、ジフェノキノン誘導体、または8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体などを挙げることができる。

これらの化合物の具体例は、特開昭63-70257号、同63-175860号公報、特開平2-135359号、同2-135361号、同2-209988号、同3-37992号、同3-152184号公報に記載されている。

上記した電荷輸送体の中でも正孔輸送体としては、トリフェニルジアミン誘導体、電子輸送体としてはオキサジアゾール誘導体、または8-ヒドロキシキノリンもしくはその誘導体の金属錯体が好ましく、特に、正孔輸送体としては、4,4'-ビス(N(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ)ピフェニルが、電子輸送体としては2-(4-tert-ブチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾール、ベンゾキノン、アントラキノ
30
ン、トリス(8-キノリノール)アルミニウムが好ましい。

これらのうち、正孔輸送体と電子輸送体のいずれか一方、または両方を同時に使用することができる。これらの各材料は一種を用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。発光層と電極の間に電荷輸送層を設ける場合、上記で説明した電荷輸送体を使用して電荷輸送層を形成すればよい。

また、電荷輸送体を発光層に混合して使用する場合、電荷輸送体の使用量は使用する化合物の種類などによっても異なるので、十分な成膜性と発光特性を阻害しない範囲でそれらを考慮して適宜決めればよい。通常、発光体に対して1~40重量%が好ましく、さらに好ましくは2~30重量%である。

本発明においては、カリックス誘導体にポリビニルカルバゾール(以下、PVKともいう)を併用することにより、発光輝度をより向上させることができるために好ましい。PVKは、市販品をそのまま使用することができる。
40

PVKを併用する場合、カリックス誘導体の発光特性とPVKの配合効果を十分に発揮させるためには、カリックス誘導体の含有率は0.1~90重量%の範囲であり、PVKの含有率は99.9~100重量%であることが好ましい。カリックス誘導体とPVKの配合割合は、発光特性及び成膜時の安定性を勘案すると、カリックス誘導体が0.5~85重量%、PVKが99.5~15重量%の範囲であることが好ましく、さらには、カリックス誘導体が1~70重量%、PVKが99~30重量%の範囲であることがより好ましい。

次に、本発明の有機EL素子材料を用いた有機EL素子の代表的な作製方法について述べ
50

る。まずは、ガラス、透明プラスチック等の透明基板の上に透明または半透明な金属酸化物あるいは金属薄膜を用いて陽極を形成する。その材料としては、導電性の金属酸化物膜、半透明の金属薄膜等が用いられる。具体的にはインジウム・スズ・オキサイド (ITO)、酸化スズ等からなる導電性ガラスを用いて作成された膜 (NES A など)、Au、Pt、Ag、Cu等が用いられる。

作製方法としては真空蒸着法、スパッタリング法、メッキ法などが用いられる。次にこの陽極上に、本発明の有機 EL 素子材料を含む発光層を形成する。形成方法としては、これら材料の溶解液、溶液または混合液を使用するスピニング法、キャスト法、ディッピング法、バーコード法、ロールコート法、グラビアコート法、フレキシ印刷法、スプレーコート法、インクジェット印刷法などの塗布法により成膜することが特に好ましい。

発光層の膜厚としては、好ましくは $1 \text{ nm} \sim 1 \text{ }\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $2 \sim 500 \text{ nm}$ である。電流密度を上げて発光効率を上げるためには $5 \sim 200 \text{ nm}$ の範囲が好ましい。なお、塗布法により薄膜化した場合には、好ましくは溶媒を除去するため、減圧下または不活性雰囲気下、好ましくは $30 \sim 300$ 、さらに好ましくは $60 \sim 200$ の温度で加熱乾燥することが望ましい。

また、電荷注入効率を向上させるために発光層と電荷輸送層とを積層する場合には、陽極の上に本発明の正孔輸送性を示す電荷輸送層を上述と同様の製膜方法で形成するかあるいは公知の正孔輸送体を公知の方法で形成し、その後本発明の有機 EL 素子材料の発光層を上述した製膜方法で形成し、その上に本発明の電子輸送性を示す電荷輸送層を上述と同様の製膜方法で形成するかあるいは公知の電子輸送体を公知の方法で形成する。

公知の電荷輸送体の成膜方法としては、特に限定されないが、粉末状態からの真空蒸着法、または溶液に溶かした後のスピニング法、キャスト法、ディッピング法、バーコード法、ロールコート法などの塗布法を使用できる。

電荷輸送層の厚さについては、少なくともピンホールが発生しないような厚さが必要であるが、あまり厚いと素子の抵抗が増加し、高い駆動電圧が必要となり好ましくない。したがって、電荷輸送層の厚さは、好ましくは $1 \text{ nm} \sim 1 \text{ }\mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $2 \text{ nm} \sim 500 \text{ nm}$ 、特に好ましくは $5 \text{ nm} \sim 200 \text{ nm}$ である。

次いで、陰極を設ける。この電極は電子注入陰極となる。その材料としては、特に限定されないが、イオン化エネルギーの小さい材料が好ましい。例えば、Al、In、Mg、Ca、Li、Mg - Ag 合金、In - Ag 合金、Mg - In 合金、Mg - Al 合金、Mg - Li 合金、Al - Li 合金、Al - Ca 合金、グラファイト薄膜等が用いられる。陰極の作製方法としては真空蒸着法、スパッタリング法等が用いられる。

実施例

以下に具体例を掲げて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの例に限定されるものではない。

< 発光性基または電荷輸送性基を有する EL 素子材料の合成 >

製造例 1

ジプロモ (テトラプロポキシ) カリックス [4] アレーンと 4 - [2 - (4 - ボロン酸フェニル) - 2 - フェニルビニル] - 4' - (2, 2 - ジフェニルビニル) ビフェニルをテトラキストリフェニルホスフィン Pd (0 価)、炭酸ナトリウムの存在下、ジメトキシエタン / EtOH 混合溶媒中で反応させ目的物 (CA 1) を得た (収率 5%)。分子量分析 (LC - MS) により $M + 1610$ を確認した。表 1 に結果を示した。さらに元素分析 (表 29) および ^1H - 核磁気共鳴スペクトル (^1H - NMR) 測定を行い、化合物の構造を確認した。図 1 に ^1H - NMR のチャートを示した。

製造例 2 ~ 19

表 1 ~ 10 に示した原料を用いた他は製造例 1 と同様の方法で CA 2 ~ CA 19 を合成した。結果を表 1 ~ 10 および表 29、表 30 に示した。

製造例 20

表 11 に示した電荷輸送体とテトラホルミル (テトラプロポキシ) カリックス [4] アレ

10

20

30

40

50

ーンをテトラヒドロフラン中、*t*-ブトキシカリウムの存在下で反応させ、目的物(CA20)を得た(収率22%)。結果を表11および表30に示した。

製造例21~36

表11~19に示した原料を用いた他は実施例9と同様にして有機EL素子材料CA21~CA36を合成した。結果を表11~19、表30および表31に示した。

製造例37

トリプロモ(ヘキサプロポキシ)カリックス[6]アレーンとカルバゾールをニトロベンゼン中、銅触媒と反応させ、目的物(CA37)を得た(収率19%)。結果を表20および表31に示した。

製造例38

表20に示した原料を用いた他は製造例37と同様にして有機EL素子材料CA38を合成した。結果を表20および表31に示した。

製造例39

表21に示した電荷輸送体と(ジヒドロキシ-ジプロポキシ)カリックス[4]アレーンをジメチルフォルムアミド中でNaHと共に反応させることにより、目的物(CA39)を得た(収率10%)。結果を表21および表31に示した。

製造例40

表21に示した原料を用いた他は製造例39と同様にして有機EL素子材料CA40を合成した。結果を表21および表31に示した。

製造例41

表22に示した発光体とレゾルシ[4]アレーンをNaH存在下、テトラヒドロフラン(THF)中で反応させ、目的物(CA41)を得た(収率1%)。分子量の確認にTOF-MASSを用い、M+4568を得た。結果を表22および表31に示した。

製造例42~46

表22~24に示した発光体とレゾルシアレーンに代えた以外は、製造例41と同様に行った。結果を表22~24および表31に示した。

製造例47

表25に示した発光体とモノクロロカルボニル(オクタプロポキシ)カリックス[7]アレーンをクロロホルム中で反応させることにより目的物を得た(収率35%)。結果を表25および表31に示した。

製造例48

表26に示したカリックスレゾルシアレーン誘導体とN,N,N'-トリフェニル4,4'-ベンジジンとを、酢酸パラジウム、トリス(*t*-ブチル)ホスフィン及びナトリウム-*t*-ブトキシド存在下、キシレン溶媒中で反応を行い、CA48を得た(収率21%)。結果を表26および表31に示した。

製造例49~52

表26~28に示す原料を用いた以外は製造例48と同様に行い、CA49~52を得た。結果を表26~28および表31に示した。

10

20

30

表1

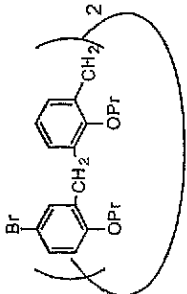
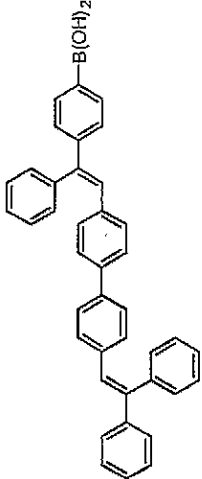
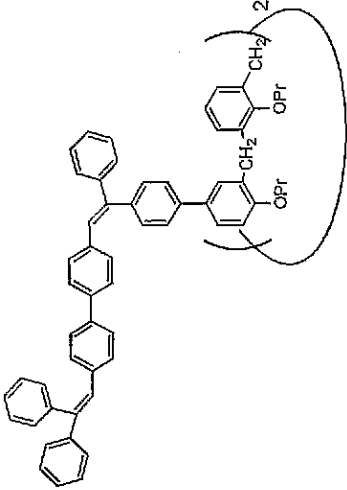
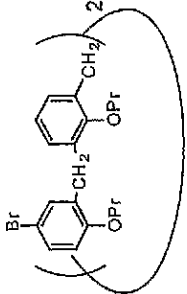
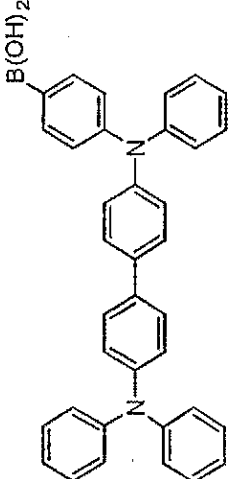
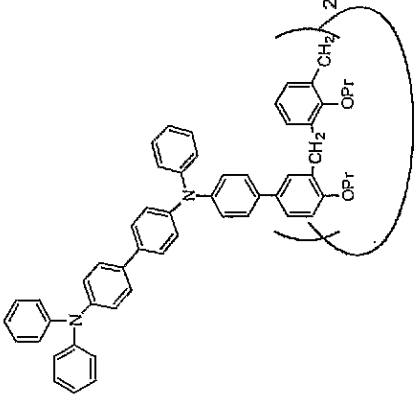
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスアレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率 (%)	LC-MS
CA1				5	1610
CA2				4	1566

表2

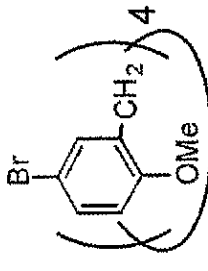
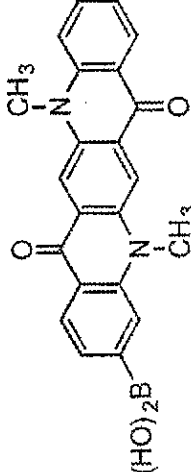
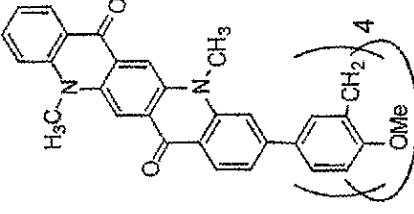
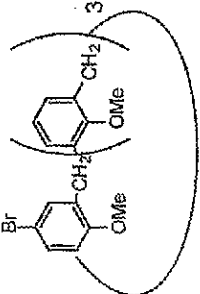
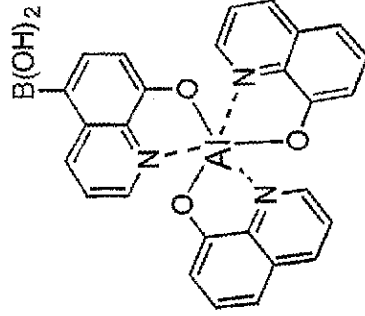
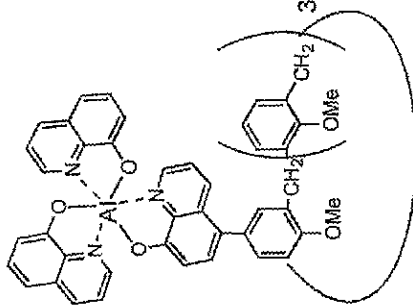
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率 (%)	LC-MS
CA3				4	1834
CA4				8	938

表3

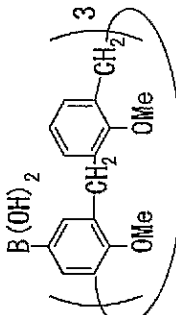
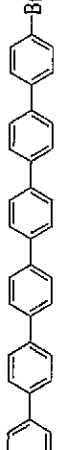
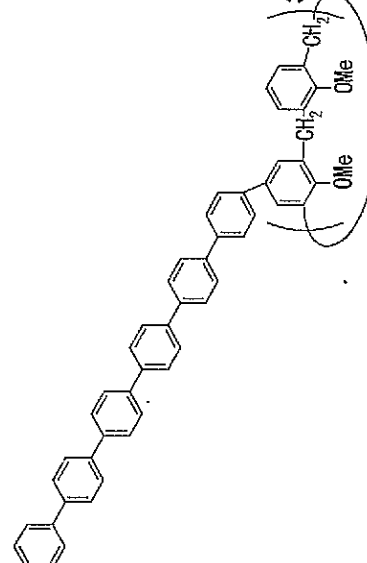
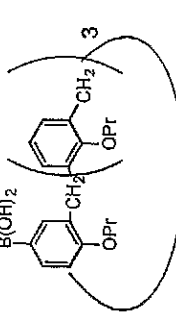
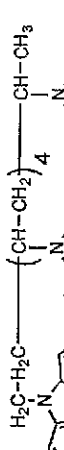
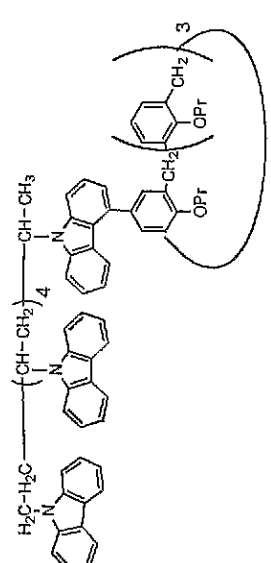
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシ アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率 (%)	LC-MS
CA5				4	2091
CA6				8	1752

表4

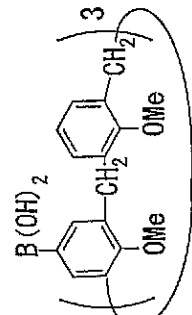
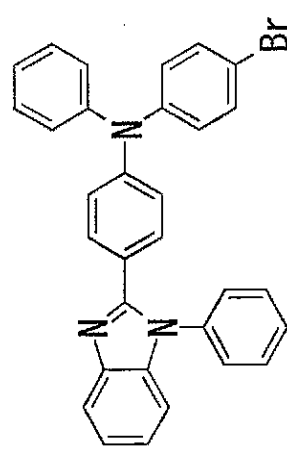
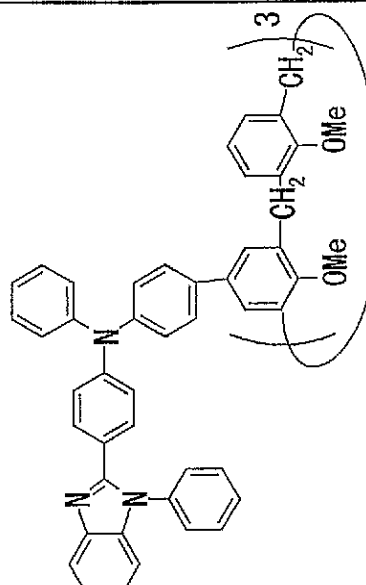
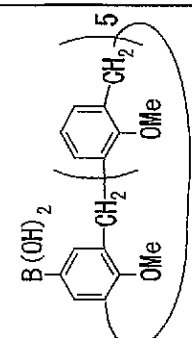
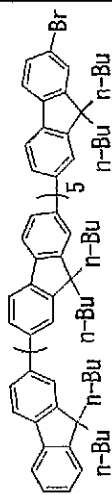
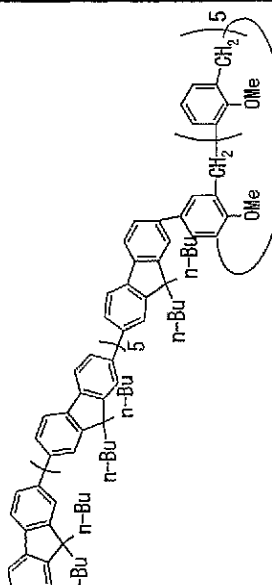
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率 (%)	LC-MS
CA7				3	2027
CA8				4	2643

表5

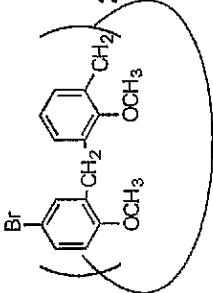
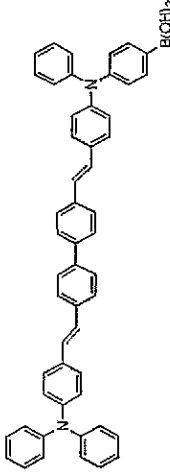
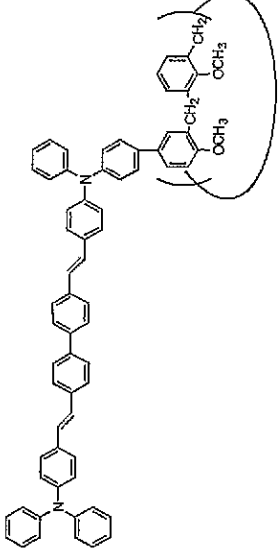
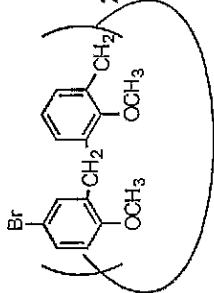
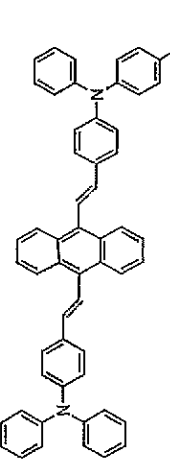
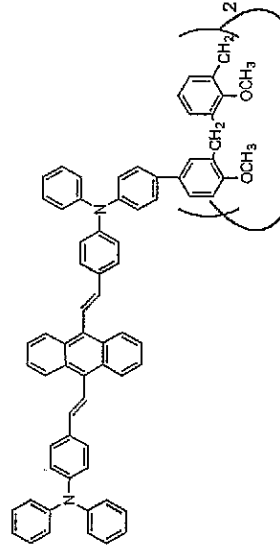
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA9				2	1862
CA10				3	1910

表6

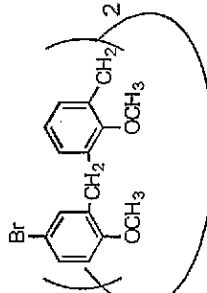
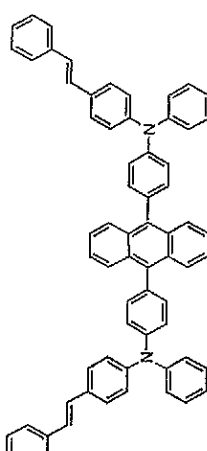
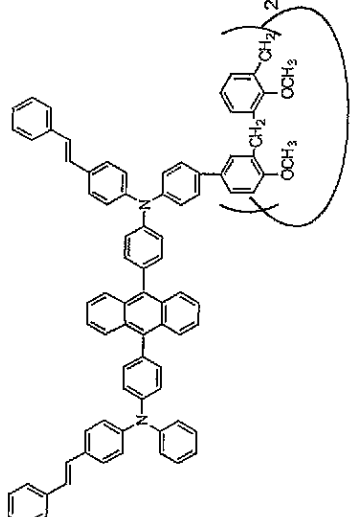
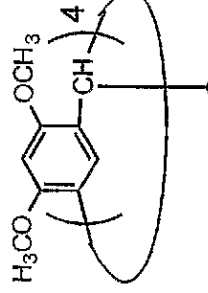
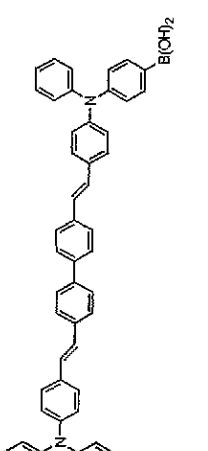
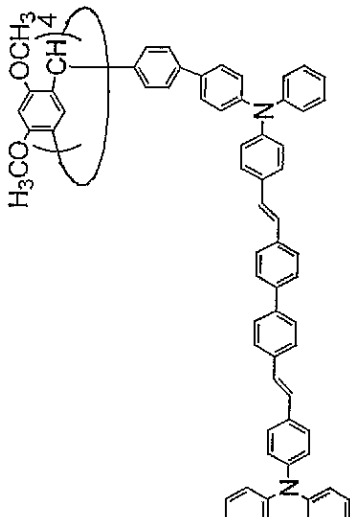
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシ アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA11				2	2215
CA12				3	3669

表7

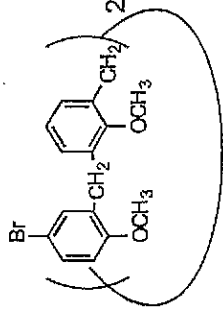
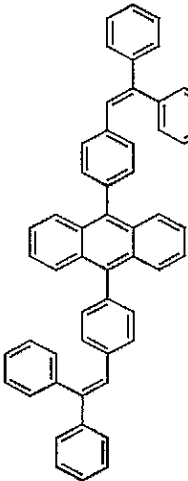
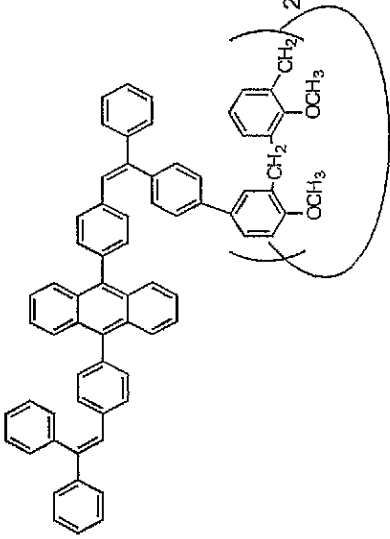
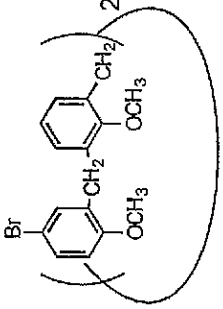
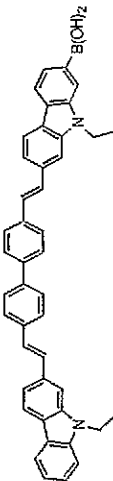
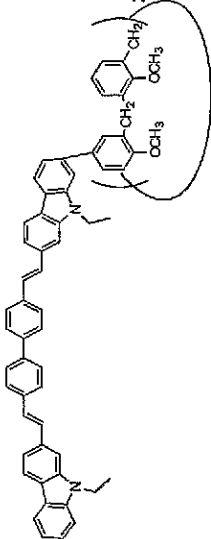
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスアレーン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA13				3	1850
CA14				2	1662

表8

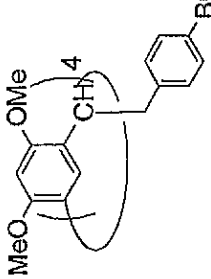
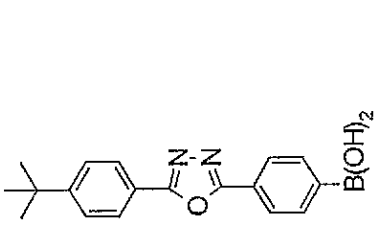
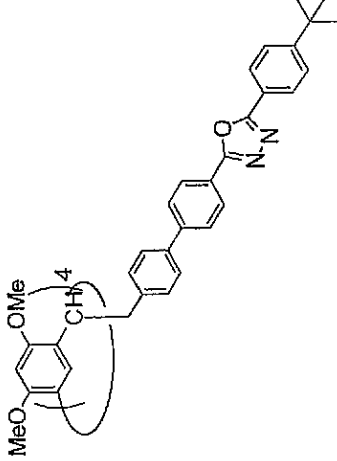
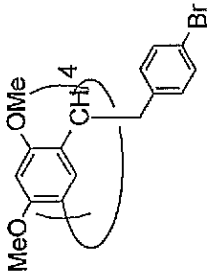
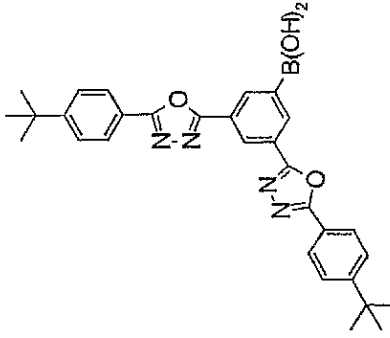
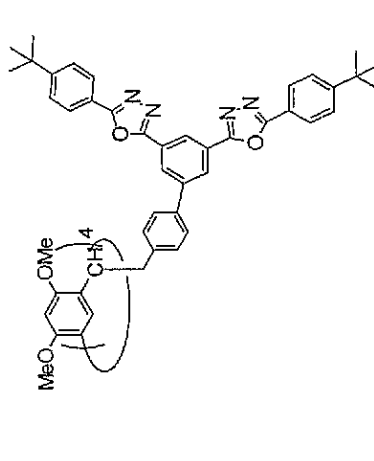
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスアレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA15				10	2067
CA16				7	2868

表9

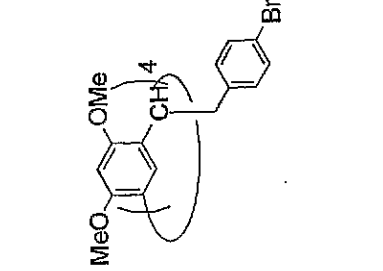
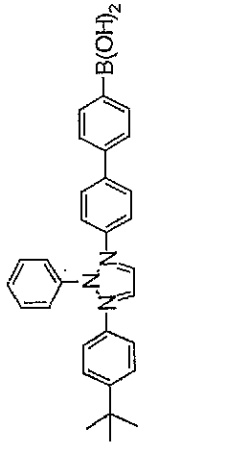
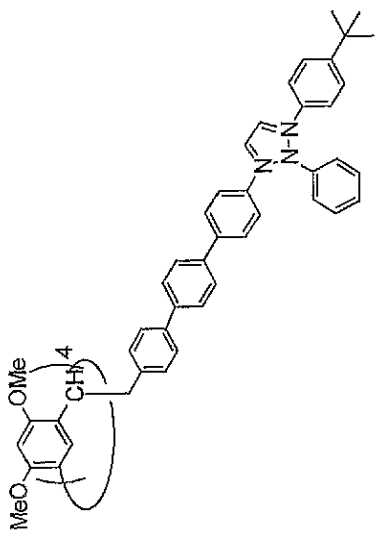
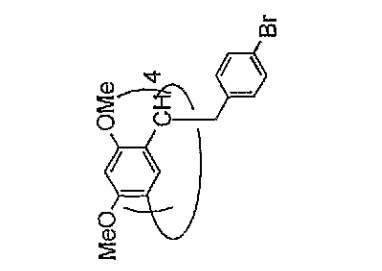
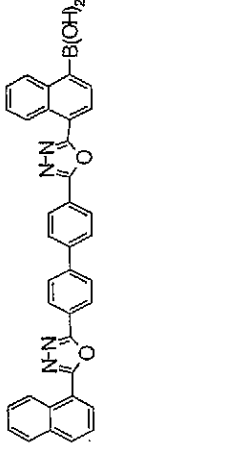
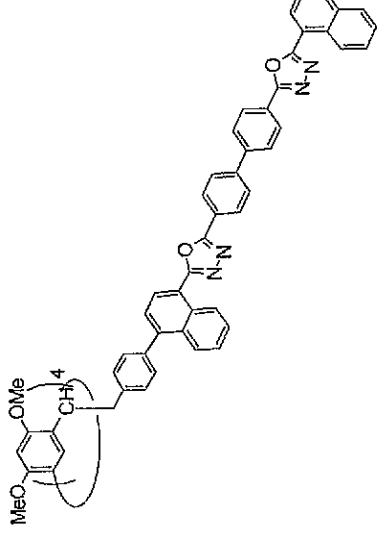
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシ アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA17				5	2679
CA18				7	3124

表10

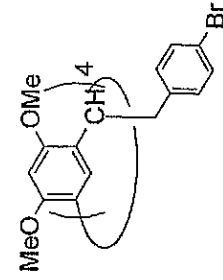
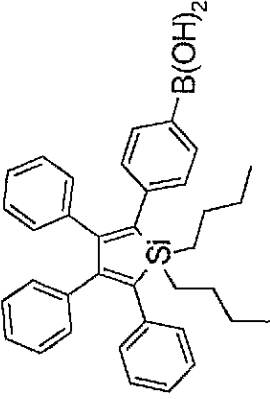
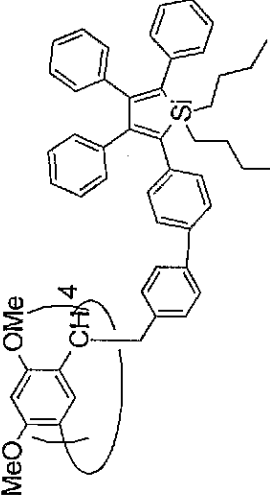
有機 EL 材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA19				5	2948

表11

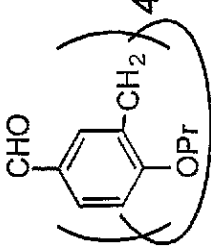
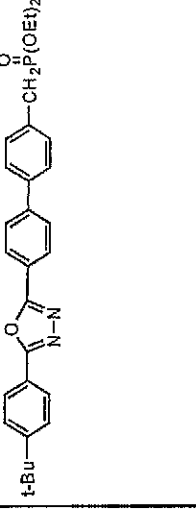
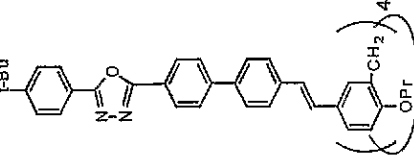
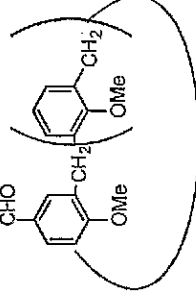
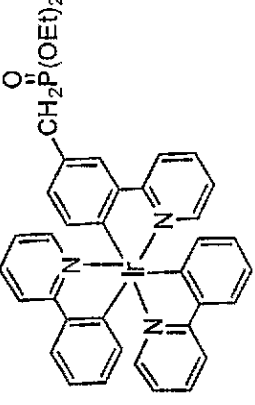
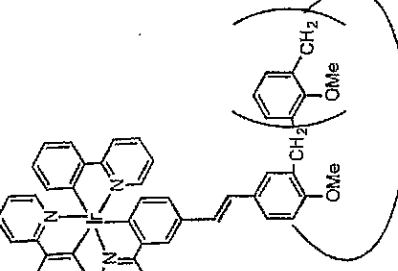
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスアレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA20				22	2107
CA21				5	1400

表12

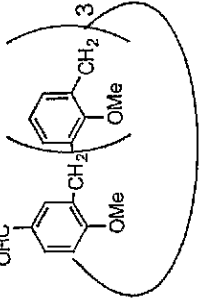
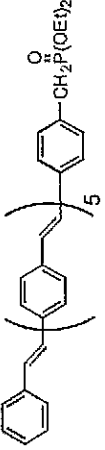
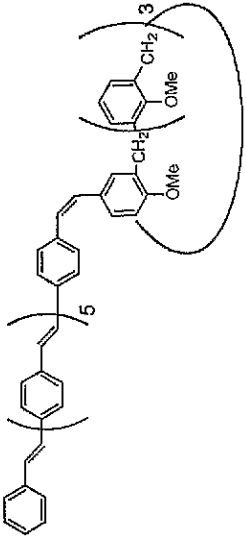
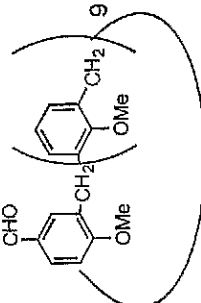
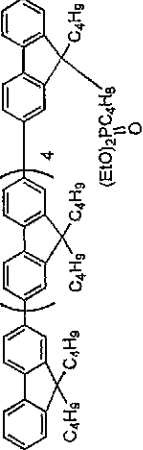
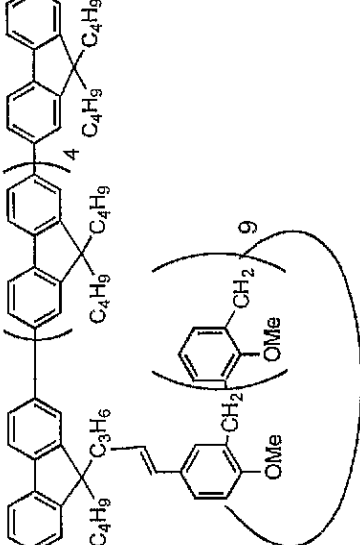
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率 (%)	LC-MS
CA22				5	1196
CA23				7	2872

表13

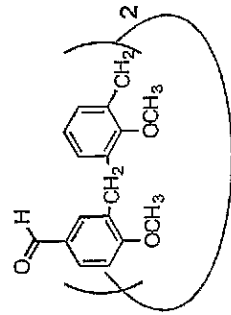
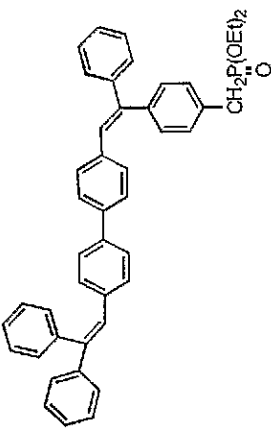
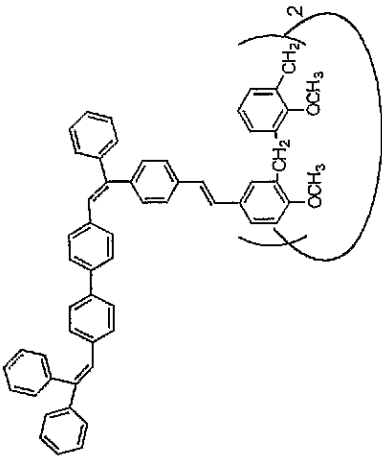
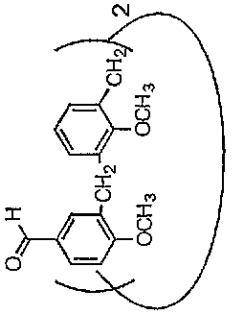
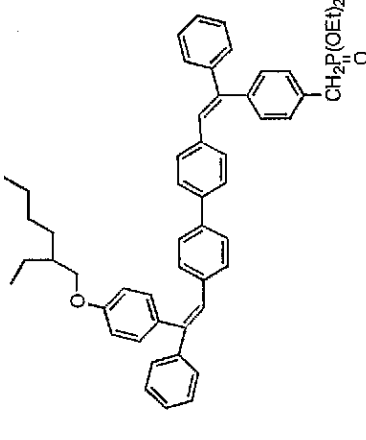
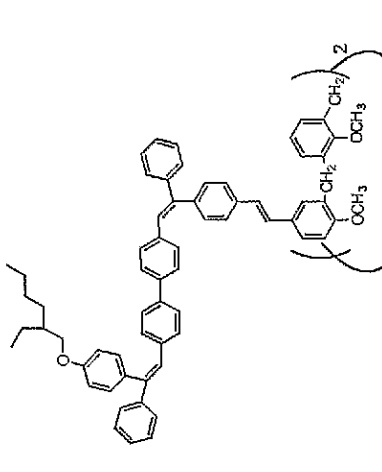
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスアレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA24				10	1550
CA25				5	1806

表 14

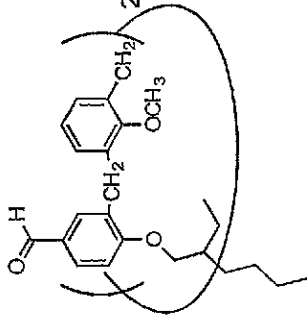
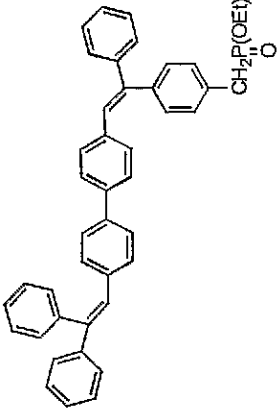
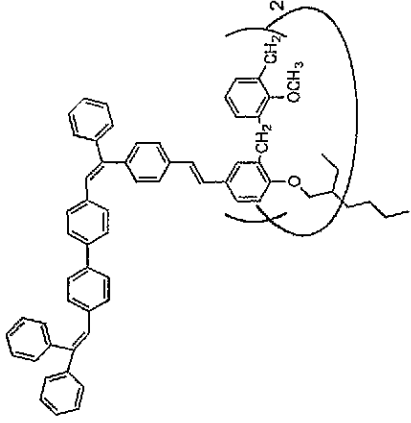
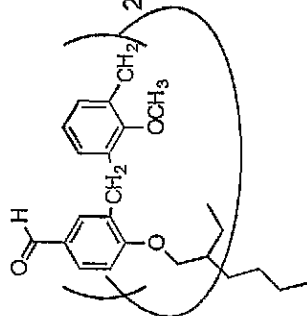
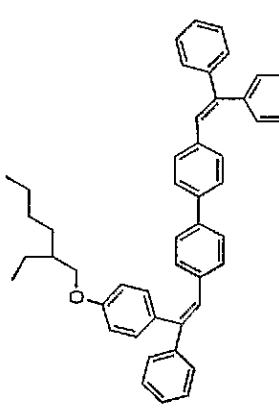
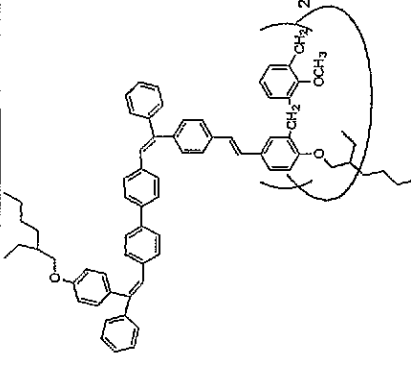
有機 EL 材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスアレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA26				3	1746
CA27				3	2003

表15

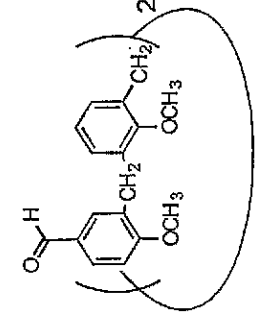
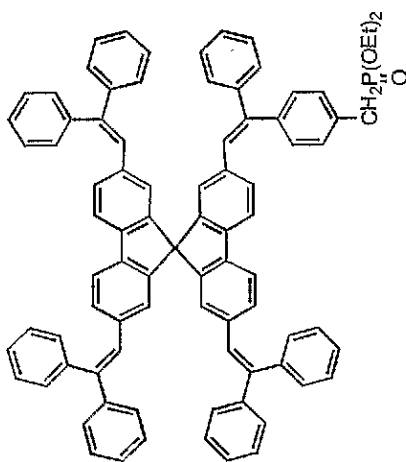
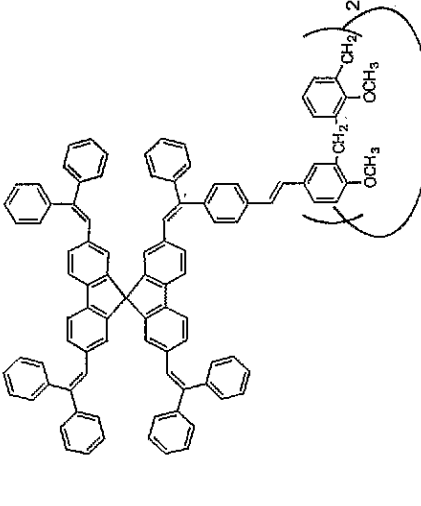
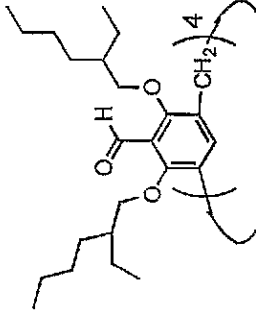
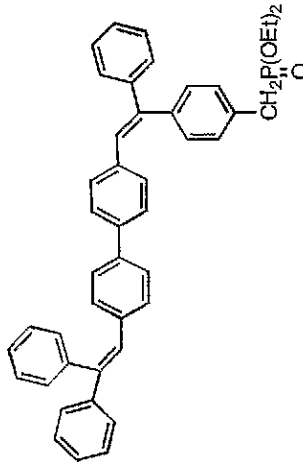
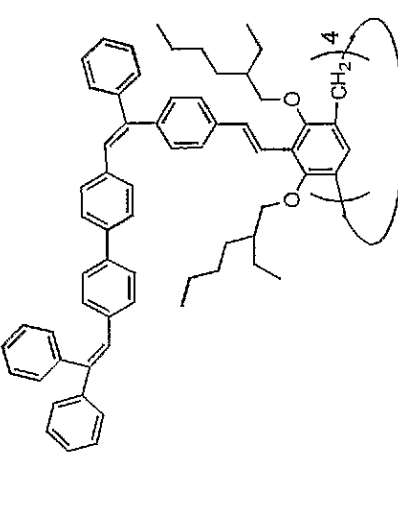
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA28				1	2589
CA29				2	3529

表16

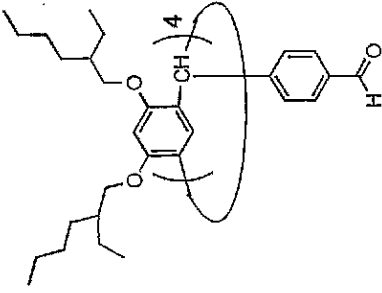
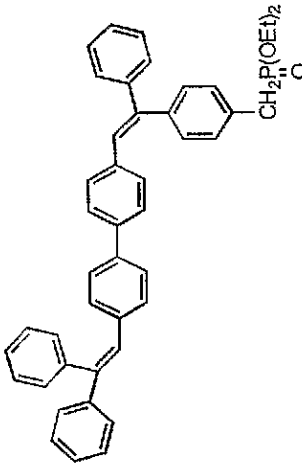
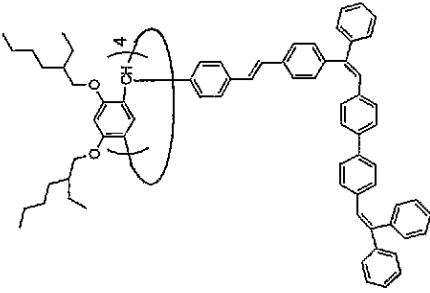
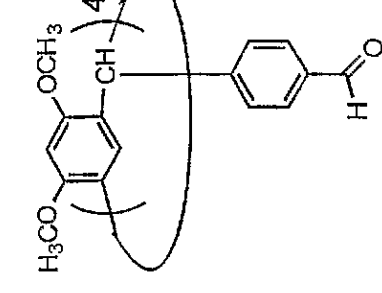
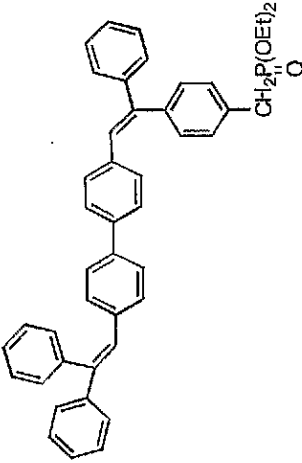
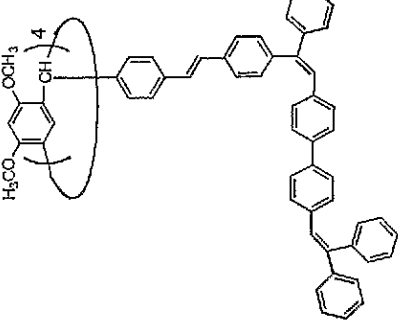
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシ アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA30				3	3833
CA31				3	3048

表17

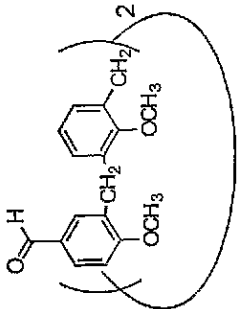
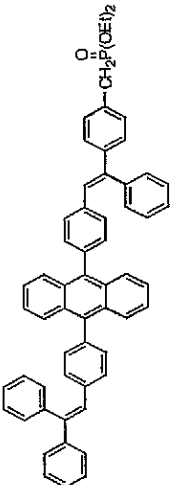
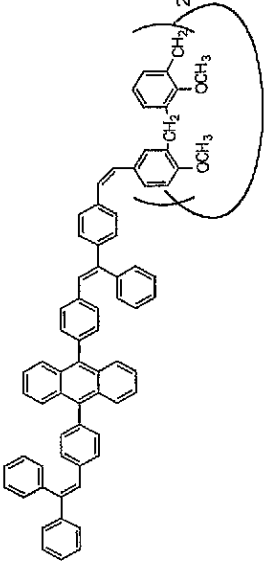
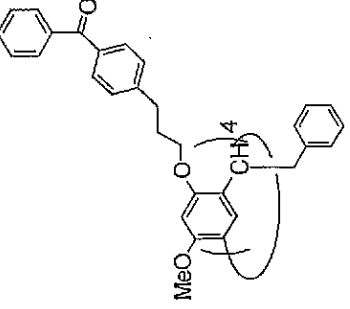
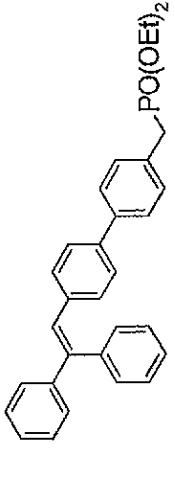
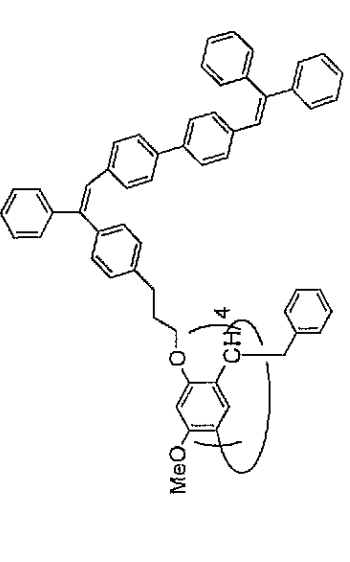
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスアレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA32				2	1904
CA33				50	3112

表18

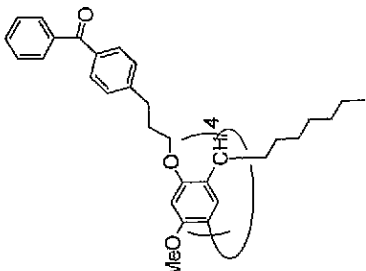
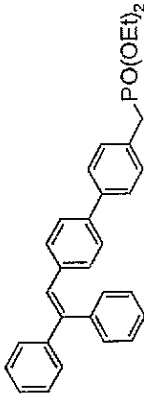
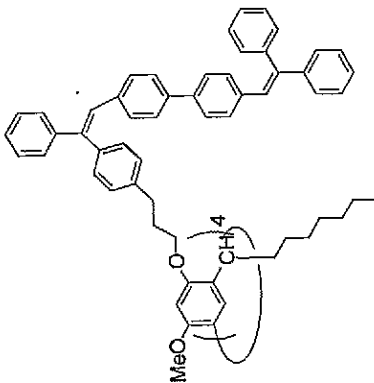
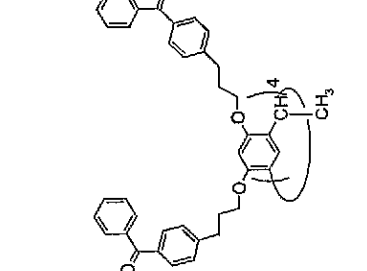
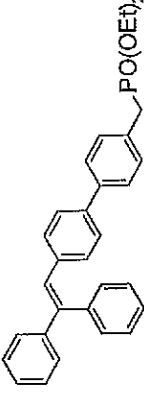
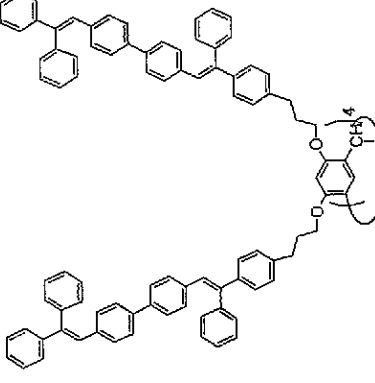
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックススレスゾルシ アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA34				45	3178
CA35				5	4946

表19

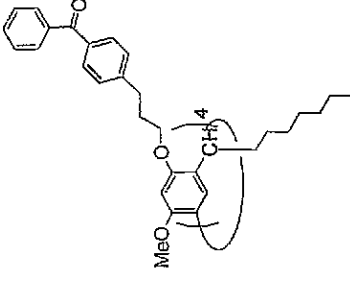
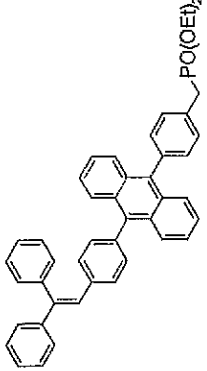
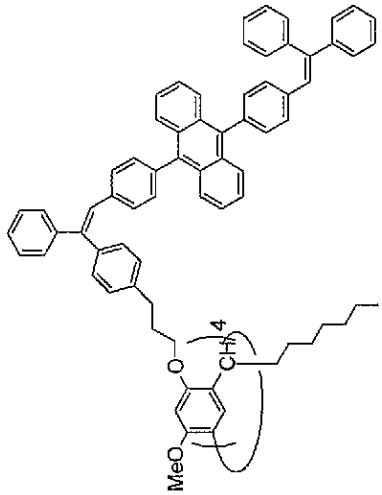
有機 EL 材料	カリックスアレン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA36				22	3842

表20

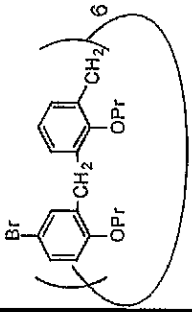
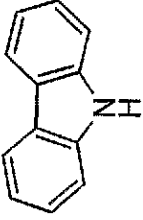
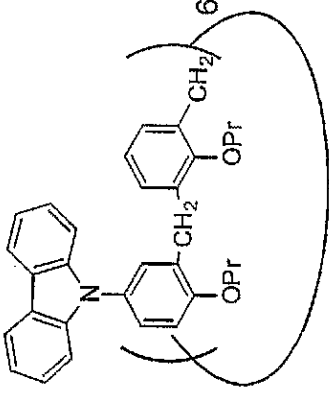
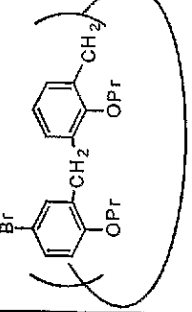
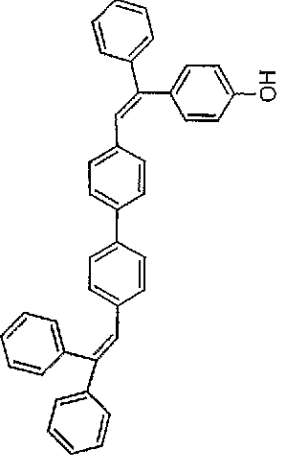
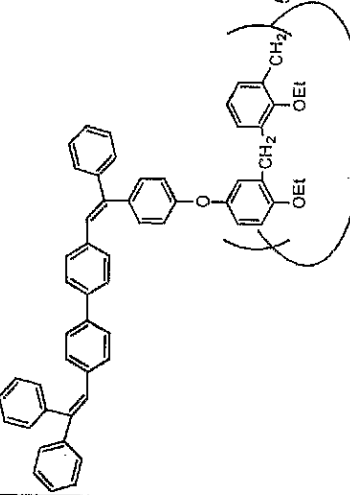
有機 EL 材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシ アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率 (%)	LC-MS
CA37				19	2842
CA38				7	3965

表21

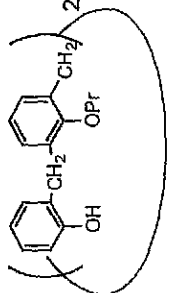
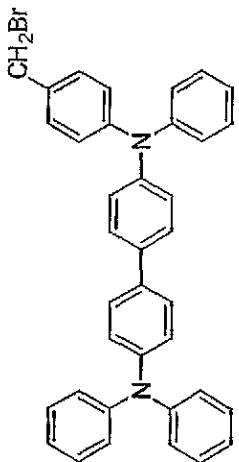
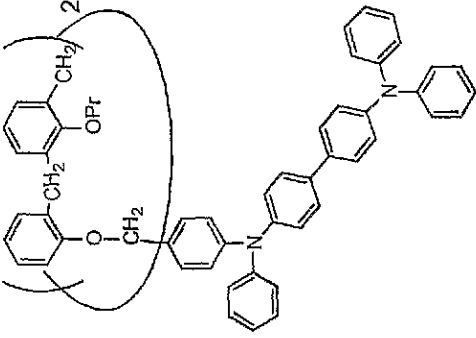
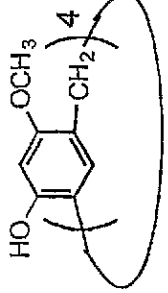
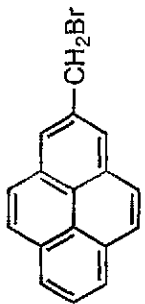
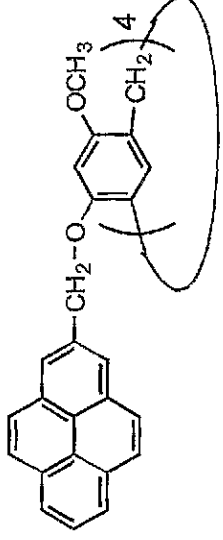
有機 EL 材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシ アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA39				10	1510
CA40				3	1402

表22

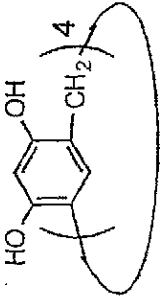
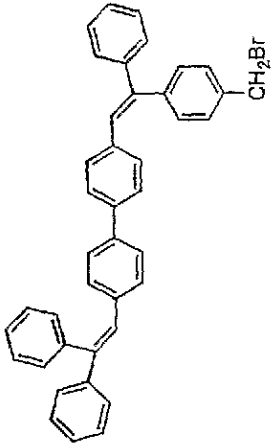
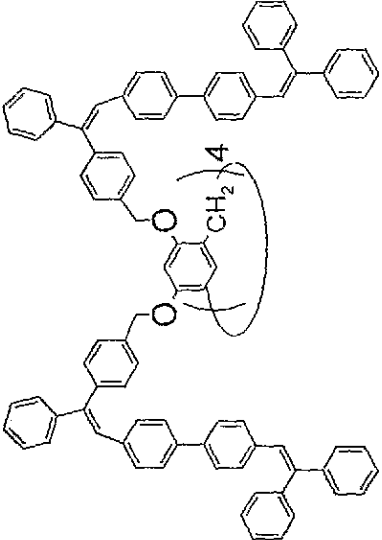
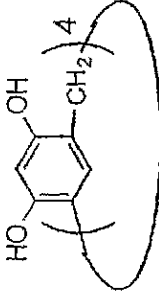
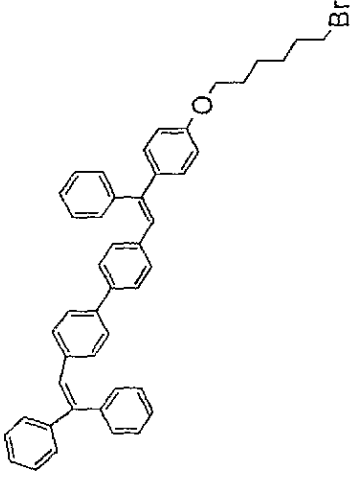
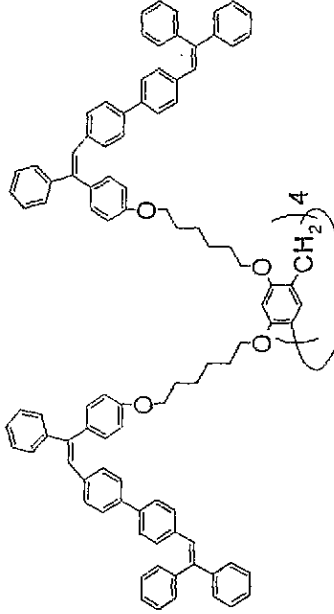
有機 EL 材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレソルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA41				1	4670
CA42				1	5359

表23

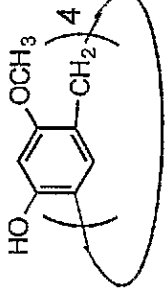
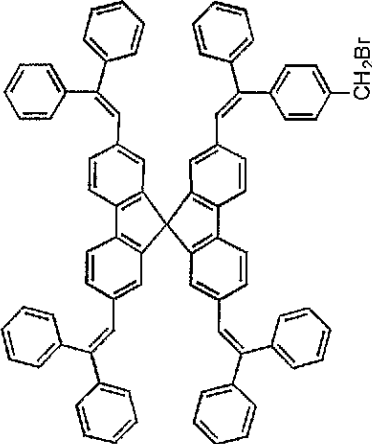
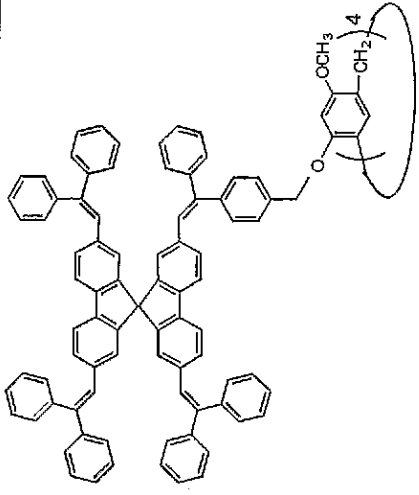
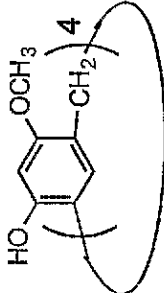
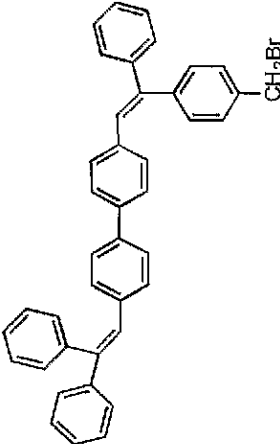
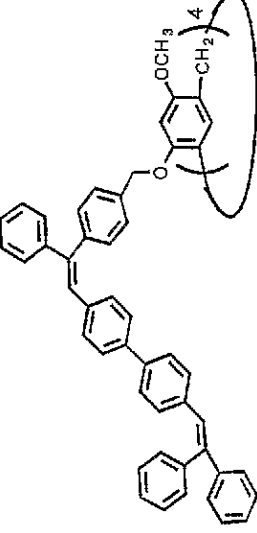
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA43				2	4714
CA44				3	2639

表24

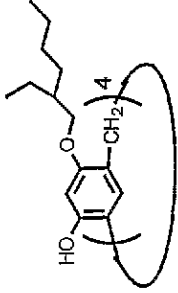
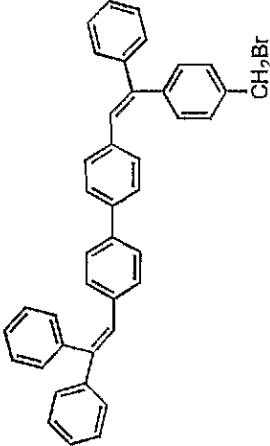
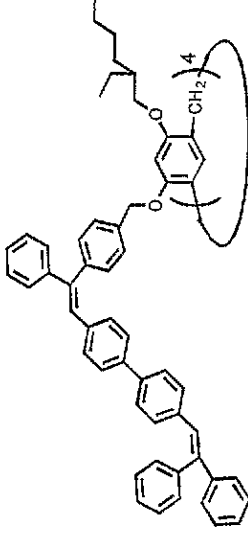
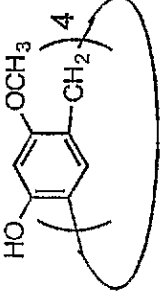
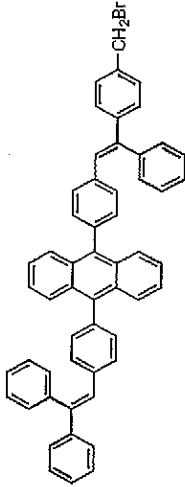
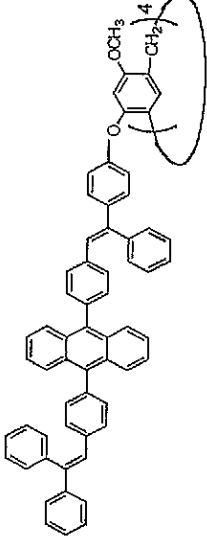
有機EL材料	カリックスアレン誘導体 又はカリックスレソルシン アレン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA45				2	3032
CA46				5	3284

表25

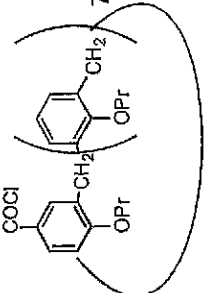
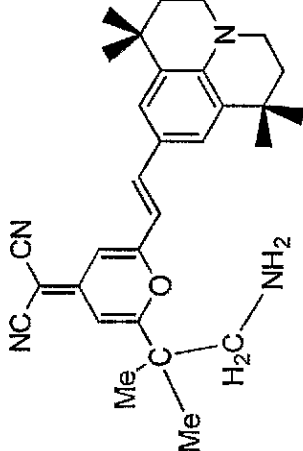
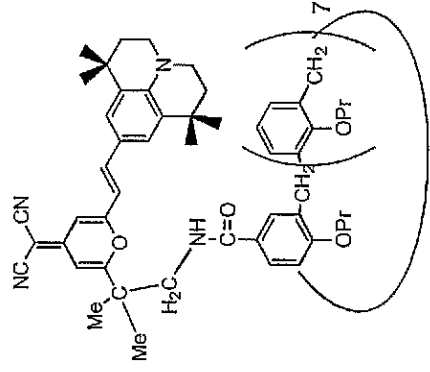
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA47				35	1690

表26

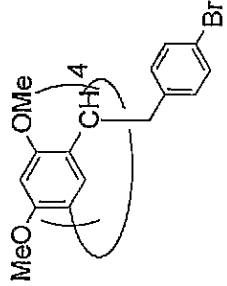
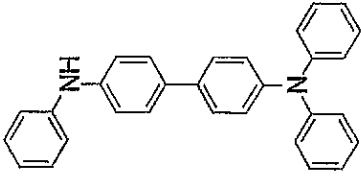
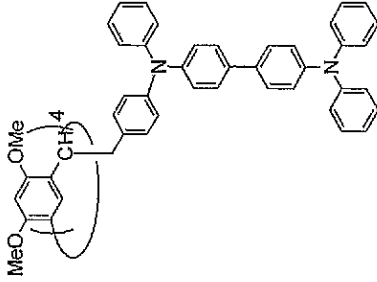
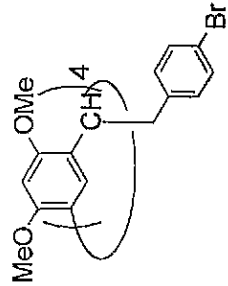
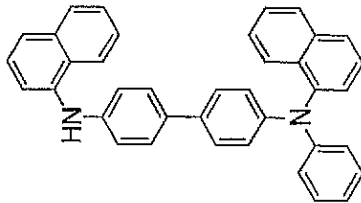
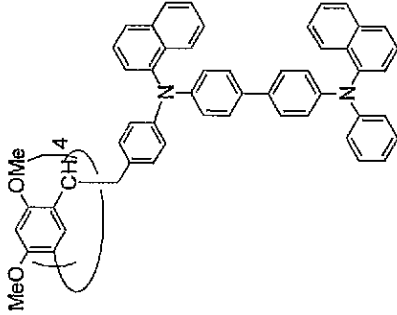
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスアレーン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA48				21	2601
CA49				16	3001

表27

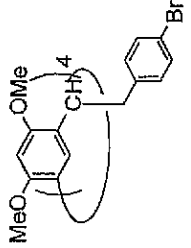
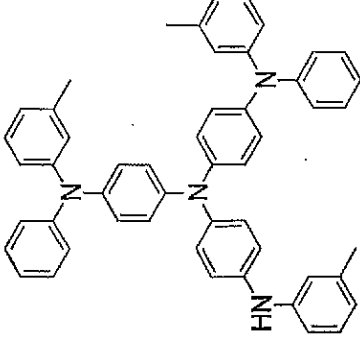
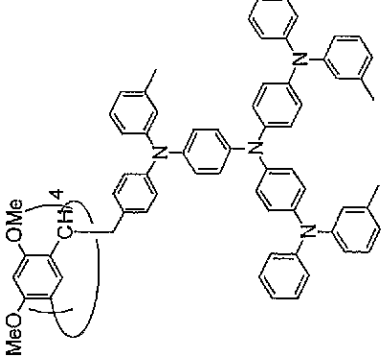
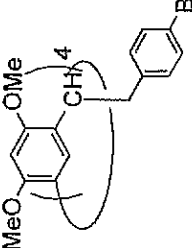
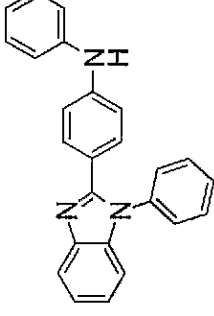
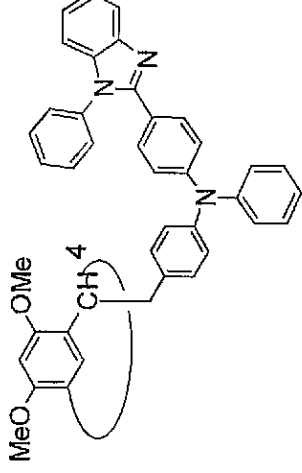
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA50				8	3802
CA51				13	2517

表28

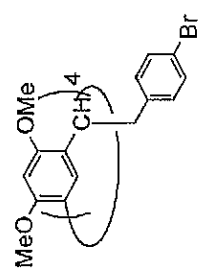
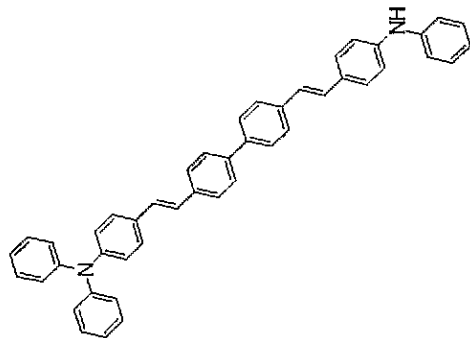
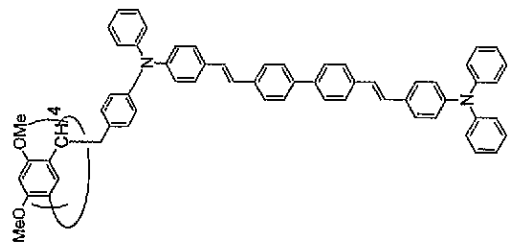
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体または電荷輸送体	生成物	収率(%)	MS
CA52	 <p>Chemical structure of a calixarene derivative with two methoxy groups and a bromophenyl substituent.</p>	 <p>Chemical structure of a charge transport material consisting of a diphenylamine group connected to a chain of four phenyl rings via three trans-vinyl linkages, ending in an aniline group.</p>	 <p>Chemical structure of the product, which is a calixarene derivative with two methoxy groups and a long chain of four phenyl rings connected by three trans-vinyl linkages, terminated by a diphenylamine group.</p>	8	3418

表29

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
CA1	89.53	6.49		4.02		89.52	6.51		3.97		δ 6.0~9.0(68H) δ 3.0~5.0(16H) δ 0.5~2.5(20H)
CA2	85.94	6.40	3.62	4.11		85.90	6.44	3.58	4.09		δ 6.0~9.0(64H) δ 3.0~5.0(16H) δ 0.5~2.5(20H)
CA3	78.55	4.85	6.13	10.47		78.59	4.83	6.11	10.47		δ 6.0~9.0(44H) δ 2.5~5.0(44H)
CA4	75.60	5.10	4.49	11.97	Al : 2.91	75.55	5.16	4.48	11.94	Al : 2.88	δ 6.0~9.0(24H) δ 2.5~5.0(24H)
CA5	89.60	5.81		4.59		89.62	5.79		4.59		δ 6.0~9.0(90H) δ 3.0~5.0(30H)
CA6	85.00	6.58	4.78	3.64		84.99	6.56	4.80	3.65		δ 6.0~9.0(69H) δ 3.0~5.0(15H) δ 0.5~2.5(30H)
CA7	83.52	5.50	6.20	4.78		83.53	5.52	6.22	4.73		δ 6.0~9.0(81H) δ 3.0~5.0(30H)
CA8	88.30	8.10		3.60		88.19	8.20		3.61		δ 6.0~9.0(72H) δ 3.0~5.0(18H) δ 1.0~3.0(126H)
CA9	87.68	5.88	3.08	3.36		87.71	5.84	3.01	3.44		δ 6.0~9.0(88H) δ 3.0~5.0(20H)
CA10	88.00	5.63	2.98	3.39		88.02	5.70	2.93	3.35		δ 6.0~9.0(88H) δ 3.0~5.0(20H)
CA11	89.01	5.66	2.48	2.85		88.94	5.64	2.53	2.89		δ 6.0~9.0(104H) δ 3.0~5.0(20H)
CA12	87.74	5.70	3.11	3.45		87.74	5.71	3.05	3.49		δ 6.0~9.0(180H) δ 3.0~5.0(28H)
CA13	90.93	5.67		3.40		90.88	5.66		3.46		δ 6.0~9.0(84H) δ 3.0~5.0(20H)
CA14	86.70	6.12	3.33	3.85		86.72	6.06	3.37	3.85		δ 6.0~9.0(66H) δ 3.0~5.0(28H) δ 0.5~2.5(6H)
CA15	79.00	6.22	5.46	9.31		79.04	6.24	5.42	9.29		δ 6.0~9.0(56H) δ 3.0~5.0(28H) δ 0.5~3.0(44H)
CA16	77.07	6.20	7.83	8.91		77.07	6.19	7.82	8.93		δ 6.0~9.0(68H) δ 3.0~5.0(28H) δ 0.5~3.0(80H)
CA17	82.01	6.30	7.08	5.45		81.19	6.30	7.10	5.41		δ 6.0~9.0(76H) δ 3.0~5.0(28H) δ 0.5~3.0(44H)

表30

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
GA18	79.96	4.65	7.20	8.19		79.98	4.65	7.17	8.20		δ 6.0~9.0(108H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2~3.0(8H)
GA19	84.77	7.13		4.33	Si:3.77	84.74	7.11		4.34	Si:3.81	δ 6.0~9.0(100H) δ 3.0~5.0(28H) δ 0~3.0(80H)
GA20	82.07	6.50	5.30	6.15		82.10	6.51	5.32	6.08		δ 6.0~9.0(56H) δ 5.0~6.0(8H) δ 3.0~5.0(16H) δ 0.5~2.5(56H)
GA21	71.25	5.18	3.01	6.88	Ir: 13.78	71.22	5.18	3.00	6.86	Ir: 13.73	δ 6.0~9.0(44H) δ 5.0~6.0(2H) δ 3.0~5.0(8H) δ 0.5~2.5(18H)
GA22	88.46	6.17		5.37		88.41	6.24		5.35		δ 6.0~9.0(54H) δ 3.0~5.0(20H)
GA23	86.60	7.79		4.21		86.57	7.86		5.57		δ 6.0~9.0(93H) δ 3.0~5.0(26H) δ 0.5~2.5(105H)
GA24	89.88	5.96		4.16		89.89	5.98		4.13		δ 6.0~9.0(72H) δ 3.0~5.0(20H)
GA25	87.76	6.88		5.36		87.77	6.92		5.31		δ 6.0~9.0(70H) δ 3.0~5.0(24H) δ 0.5~2.5(30H)
GA26	90.00	6.87		3.13		89.41	6.93		3.66		δ 6.0~9.0(72H) δ 3.0~5.0(18H) δ 0.5~2.5(30H)
GA27	87.44	7.79		4.77		87.56	7.65		4.79		δ 6.0~9.0(70H) δ 3.0~5.0(22H) δ 0.5~2.5(60H)
GA28	91.80	5.74		2.46		91.85	5.68		2.47		δ 6.0~9.0(126H) δ 3.0~5.0(20H)
GA29	88.50	7.89		3.61		88.49	7.88		3.63		δ 6.0~9.0(132H) δ 3.0~5.0(24H) δ 1.0~3.0(120H)
GA30	89.20	7.48		3.32		88.98	7.68		3.34		δ 6.0~9.0(152H) δ 3.0~5.0(20H) δ 1.0~2.5(120H)
GA31	89.93	5.81		4.26		89.95	5.95		4.20		δ 6.0~9.0(156H) δ 3.0~5.0(24H)
GA32	90.89	5.62		3.49		90.82	5.82		3.36		δ 6.0~9.0(90H) δ 3.0~5.0(20H)
GA33	89.72	6.17		4.11		89.54	6.35		4.11		δ 6.0~9.0(148H) δ 3.0~5.0(24H) δ 1~3.0(24H)
GA34	88.71	7.18		4.11		88.73	7.19		4.08		δ 6.0~9.0(124H) δ 3.0~5.0(24H) δ 0.5~3.0(76H)

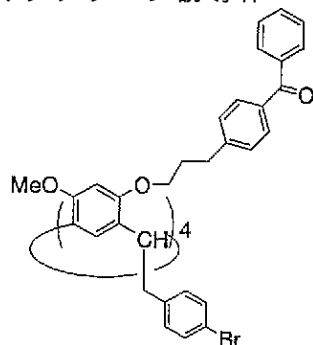
表31

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
CA35	91.25	6.19		2.56		91.22	6.19		2.59		δ 6.0~9.0(240H) δ 3.0~5.0(20H) δ 0.5~3.0(44H)
CA36	89.99	6.72		3.29		89.96	6.71		3.33		δ 6.0~9.0(156H) δ 3.0~5.0(24H) δ 0.5~3.0(76H)
CA37	83.66	6.63	2.98	6.73		83.69	6.60	2.96	6.75		δ 6.0~9.0(132H) δ 3.0~5.0(24H) δ 2.0~3.0(30H)
CA38	87.88	6.03		6.15		87.85	6.10		6.05		δ 6.0~9.0(170H) δ 3.0~5.0(40H) δ 2.0~3.0(30H)
CA39	85.88	6.11	3.68	4.19		85.91	6.14	3.71	4.23		δ 6.0~9.0(66H) δ 3.0~5.0(16H) δ 0.5~2.5(10H)
CA40	85.76	5.10		9.14		85.69	5.18		9.13		δ 6.0~9.0(44H) δ 3.0~5.5(28H)
CA41	91.54	5.69		2.77		91.56	5.70		2.74		δ 6.0~9.0(240H) δ 3.0~5.0(24H)
CA42	88.74	6.48		4.78		88.75	6.47		4.78		δ 6.0~9.0(256H) δ 3.0~5.0(24H) δ 0.5~2.5(64H)
CA43	91.86	5.41		2.73		91.73	5.56		2.71		δ 6.0~9.0(232H) δ 3.0~5.0(28H)
CA44	89.40	5.77		4.83		89.19	5.96		4.85		δ 6.0~9.0(128H) δ 3.0~5.0(28H)
CA45	88.92	6.90		4.18		88.73	7.05		4.22		δ 6.0~9.0(128H) δ 3.0~5.0(24H) δ 0.5~2.5(60H)
CA46	90.66	5.42		3.92		90.70	5.40		3.90		δ 6.0~9.0(156H) δ 3.0~5.0(20H)
CA47	78.90	8.33	3.34	9.43		78.87	8.35	3.31	9.47		δ 6.0~9.0(39H) δ 3.0~5.0(37H) δ 0.5~2.5(64H)
CA48	84.88	5.88	4.28	4.96		84.89	5.89	4.30	4.92		δ 6.0~9.0(116H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(8H)
CA49	86.37	5.66	3.74	4.23		86.37	5.64	3.73	4.26		δ 6.0~9.0(132H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(8H)
CA50	84.63	6.15	5.90	3.32		84.60	6.15	5.89	3.36		δ 6.0~9.0(160H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(44H)
CA51	82.00	6.25	6.63	5.12		82.01	6.24	6.67	5.08		δ 6.0~9.0(96H) δ 3.0~5.0(28H) δ 0.5~3.0(8H)
CA52	87.11	5.88	3.30	3.71		87.09	5.89	3.28	3.74		δ 6.0~9.0(164H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(8H)

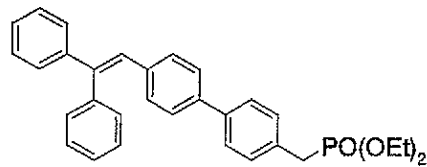
< 発光性中間体の合成 >

製造例 5 3

下記に示したカリックスレゾルシアレン誘導体

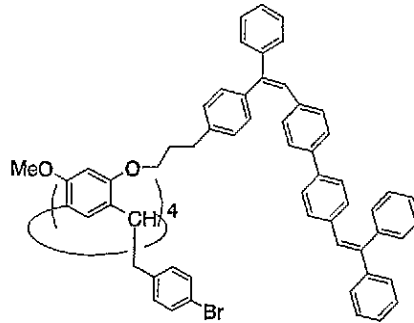


及び下記式で示されるリン酸エステル誘導体



とを *t*-ブトキシカリウム存在下、THF 溶媒中で反応させ、下記式で得られる発光性中間体 (CA53) を得た (収率 50%)。分子量分析 (TOF-MASS) により、 $M + 3424$ を確認した。 $^1\text{H-NMR}$ より 6.0 ~ 9.0 ppm に芳香族炭化水素に由来する 140 H、3.0 ~ 5.0 ppm にアルコキシ基及びレゾルシアレン環を構成するメチレンプロトンとして 24 H、1.0 ~ 3.0 ppm にベンジル及びアルキレン基に由来する 24 H が確認された。よって、本反応により得られた発光性中間体は表 3 2 で示される化合物であることを確認した。結果を表 3 2 および表 3 6 に示した。

10



製造例 5 4 ~ 5 9

表 3 2 ~ 3 5 で示す原料を用いた以外は、製造例 5 3 と同様の方法で CA 5 4 ~ CA 5 9 の発光性中間体を得た。結果を表 3 2 ~ 3 5 および表 3 6 に示した。

製造例 6 0

表 3 5 に示すカリックスレゾルシアレン誘導体とベンゾイミダゾール誘導体とを、銅粉末存在下、ニトロベンゼン溶媒中で反応させ、発光性中間体 CA 6 0 を得た (収率 8%)。結果を表 3 5 および表 3 6 に示した。

表32

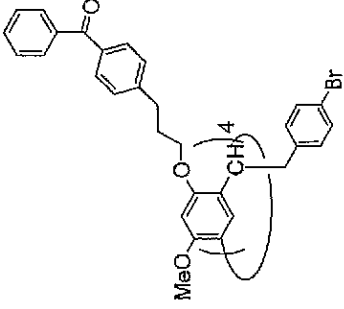
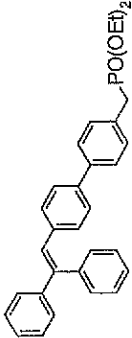
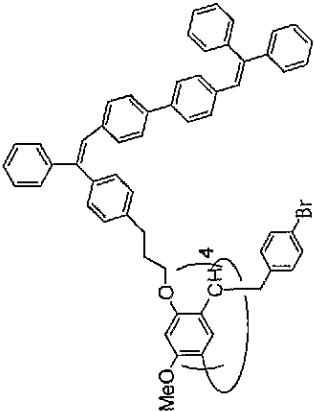
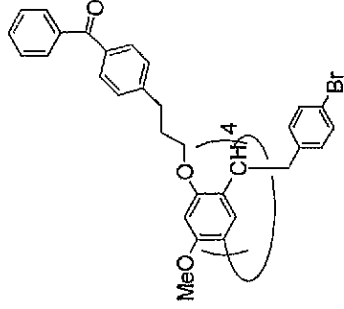
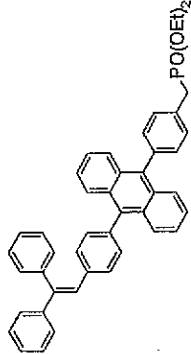
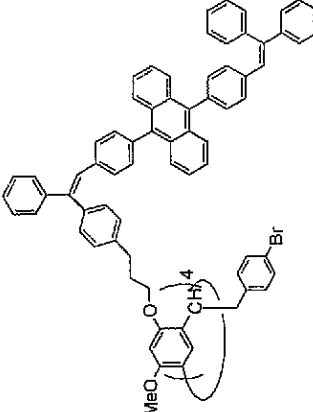
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体又は電荷輸送体	発光性中間体	収率 (%)	MS
CA53				50	3424
CA54				25	4129

表33

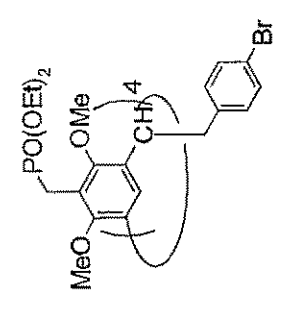
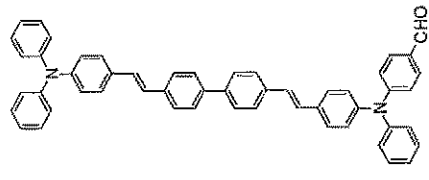
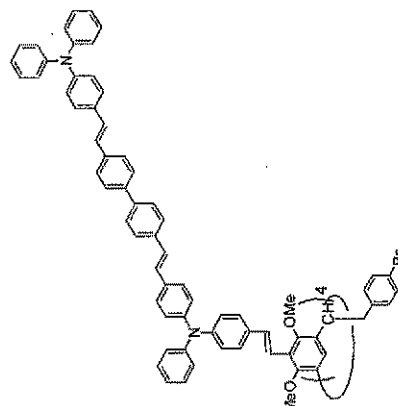
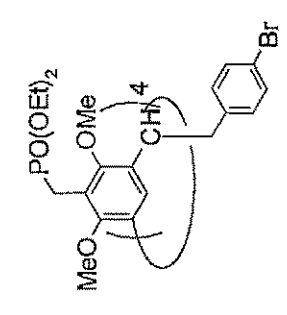
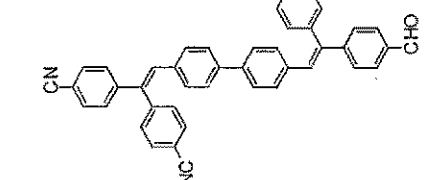
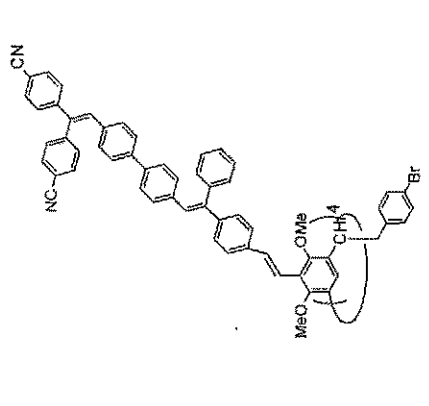
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックスレゾルシン アレーン誘導体	発光体又は電荷輸送体	発光性中間体	収率 (%)	MS
CA55				18	4144
CA56				9	3616

表34

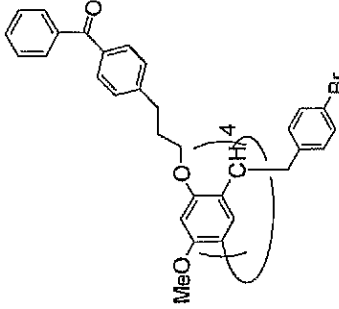
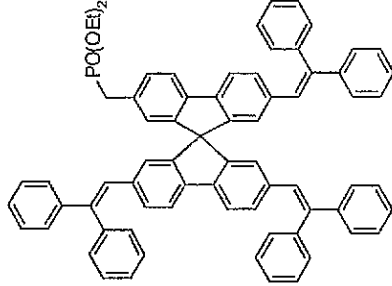
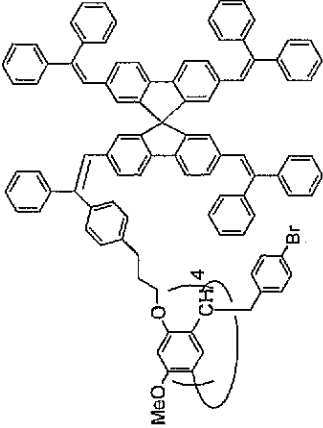
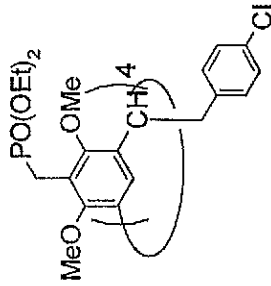
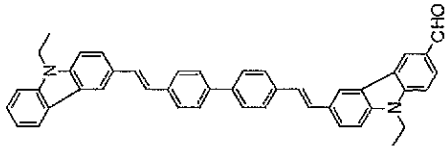
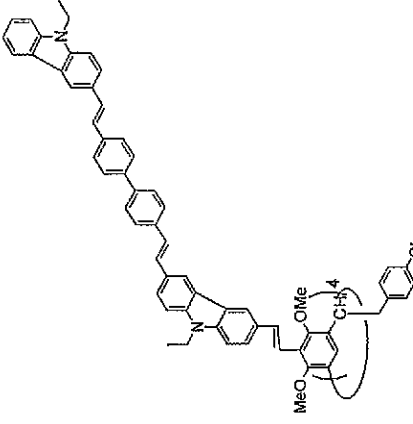
有機EL材料	カリックスアレーン誘導体 又はカリックススレンソリン アレーン誘導体	発光体又は電荷輸送体	発光性中間体	収率 (%)	MS
CA57				7	5498
CA58				10	3566

表35

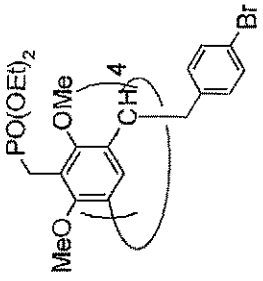
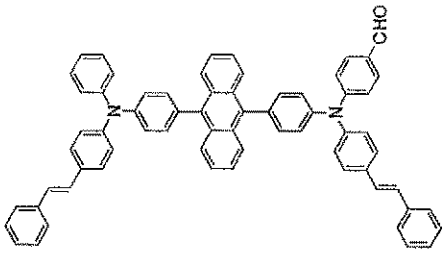
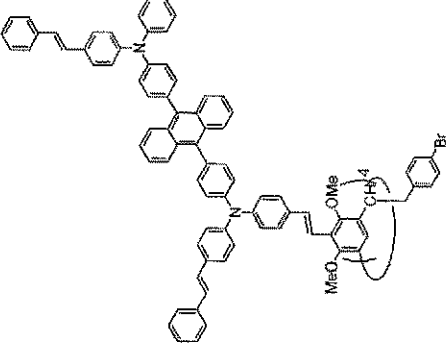
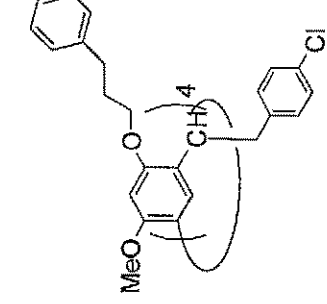
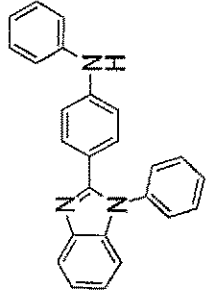
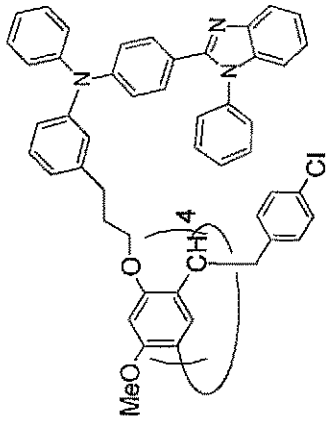
有機 EL 材料	カリックスアレン誘導体 又はカリックスレゾリン アレン誘導体	発光体又は電荷輸送体	発光性中間体	収率 (%)	MS
CA59				9	4849
CA60				8	2953

表36

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
CA53	81.40	5.52		3.70	Br:9.38	81.39	5.53		3.74	Br:9.34	δ 6.0~9.0(140H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)
CA54	83.77	5.37		3.08	Br:7.78	83.79	5.37		3.10	Br:7.74	δ 6.0~9.0(172H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~2.5(16H)
CA55	81.17	5.36	2.66	3.06	Br:7.83	81.15	5.35	2.70	3.09	Br:7.71	δ 6.0~9.0(184H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(8H)
CA56	79.70	4.80	3.11	3.52	Br:8.83	79.73	4.79	3.10	3.54	Br:8.84	δ 6.0~9.0(136H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(8H)
CA57	86.51	5.36		2.36	Br:5.77	86.51	5.35		2.33	Br:5.81	δ 6.0~9.0(244H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0.5~2.5(16H)
CA58	83.55	5.76	3.16	3.60	Cl:3.94	83.53	5.77	3.13	3.59	Cl:3.98	δ 6.0~9.0(128H) δ 3.0~5.0(44H) δ 1~2.5(32H)
CA69	83.22	5.25	2.33	2.61	Br:6.59	83.22	5.24	2.31	2.64	Br:6.59	δ 6.0~9.0(216H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(8H)
CA60	79.72	5.48	5.70	4.28	Cl:4.81	79.71	5.46	5.69	4.34	Cl:4.80	δ 6.0~9.0(112H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~2.5(16H)

< 発光基と電荷輸送基を有するEL素子材料の合成 >

製造例 6 1

製造例 5 3 で得られた CA 5 3 と N, N, N' - トリフェニル 4, 4' - ベンジジンとを、酢酸パラジウム、トリス(t-ブチル)ホスフィン及びナトリウム-t-ブトキシド存在下、キシレン溶媒中で反応を行い、目的物 CA 6 1 を得た(収率 2 4 %)。分子量分析(TOF-MASS)により、M+4834を確認した。

さらに元素分析および¹H-核磁気共鳴スペクトル(¹H-NMR)測定を行い、化合物の構造を確認した。結果を表 3 7 および表 6 0 に示した。

製造例 6 2 ~ 8 0

表 3 7 ~ 4 6 で示した電荷輸送体を用いた以外は、製造例 6 1 と同様の方法で CA 6 2 ~ CA 8 0 を合成した。結果を表 3 7 ~ 4 6 及び表 6 0、表 6 1 に示した。

製造例 8 1

製造例 5 3 で得られた CA 5 3 と、6-(5-(4-t-ブチルフェニル)-1,2,4-オキサジアゾール-2-イル)フェニル硼酸とを、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(0価)、炭酸ナトリウム存在下、1,2-ジメトキシエタン(DME)及びエタノールの混合溶媒中で反応を行い、CA 8 1 を得た(収率 8 %)。分子量分析(TOF-MASS)を用い、Mw+4518を得た。結果を表 4 7 および表 6 1 に示した。

製造例 8 2 ~ 8 9

表 4 7 ~ 5 1 で示す原料を用いた以外は、製造例 8 1 と同様に行い、CA 8 2 ~ 8 9 を得た。結果を表 4 7 ~ 5 1 および表 6 1 に示した。

製造例 9 0、9 2、9 4、9 6、9 7、9 9、1 0 1

表 5 2 ~ 5 8 で示す原料を用いた以外は製造例 6 1 と同様に行い、CA 9 0、9 2、9 4、9 6、9 7、9 9、1 0 1 を得た。結果を表 5 2 ~ 5 8 および表 6 2 に示した。

製造例 9 1、9 3、9 5、9 8、1 0 0、1 0 2

表 5 2 ~ 5 8 で示す原料を用いた以外は製造例 8 1 と同様に行い、C A 9 1、9 3、9 5、9 8、1 0 0、1 0 2 を得た。結果を表 5 2 ~ 5 8 および表 6 2 に示した。

製造例 1 0 3

製造例 5 3 で得られた C A 5 3 をテトラヒドロフランに溶解し、M g と反応させグリニア試薬を調整した。ここに表 5 9 に示した電荷輸送体のプロモジチエノシロール誘導体および(1, 2 - ビス(ジフェニルホスフィノ)エタン)ニッケル(II)ジクロリドを添加して、6 5 で反応を行い、C A 1 0 3 を得た(収率 3%)。分子量分析(T O F - M A S S)を用い、M w + 4 9 8 4 を得た。結果を表 5 9 および表 6 2 に示した。

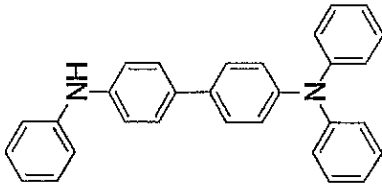
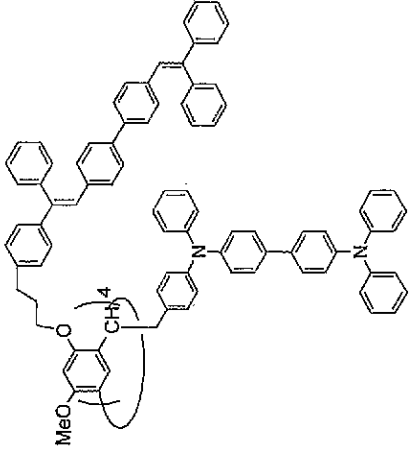
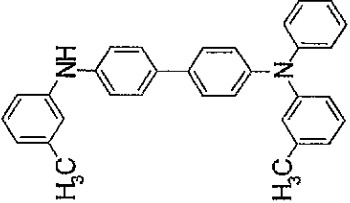
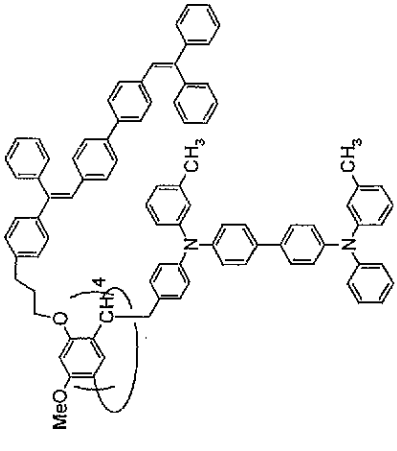
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA61	CA53			24	4750
CA62	CA53			22	4862

表 37

表38

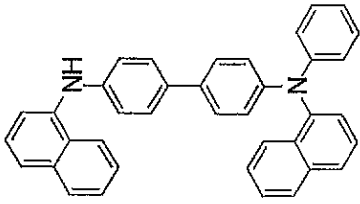
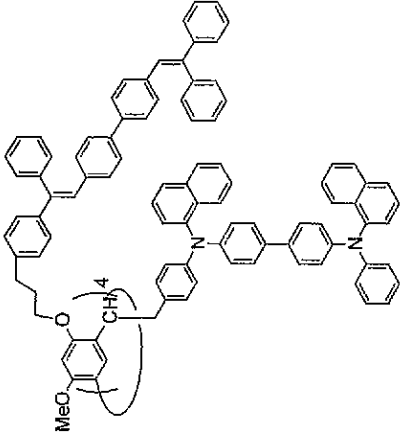
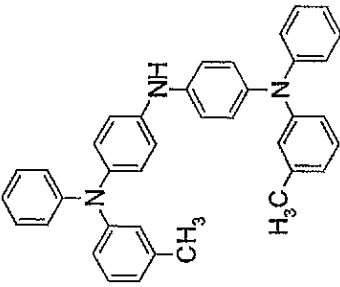
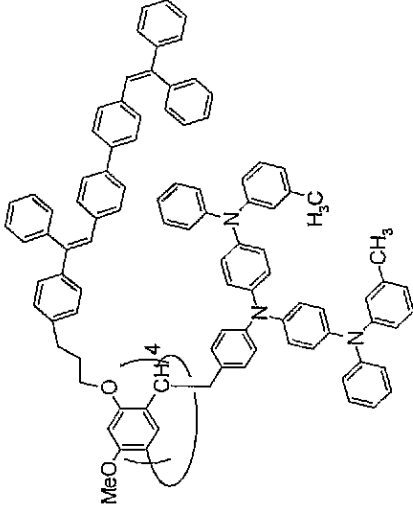
有機EL材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA63	CA53			22	5151
CA64	CA53			18	5227

表39

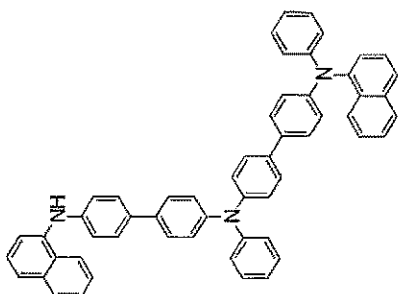
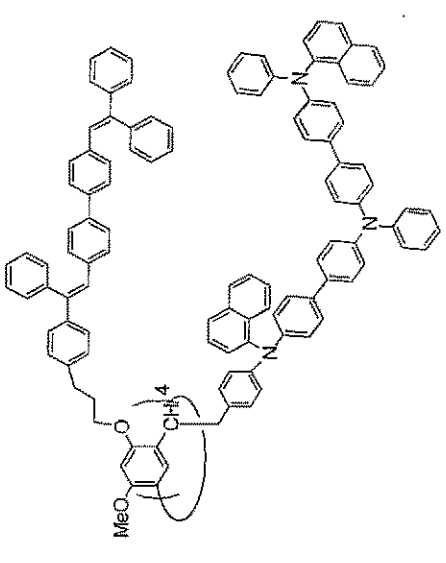
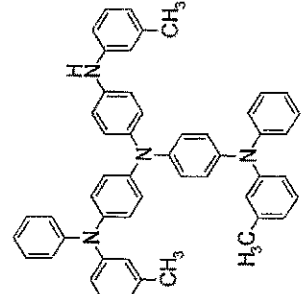
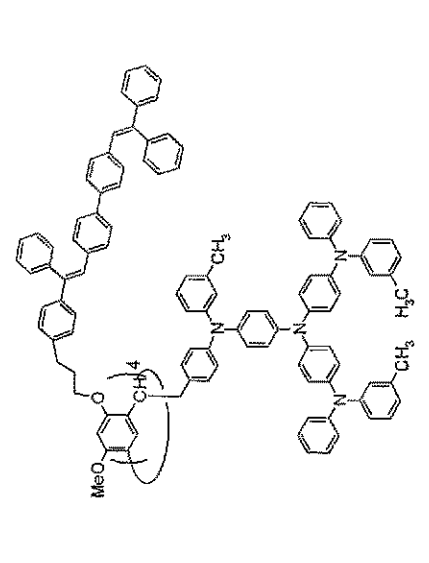
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA65	CA53			9	6124
CA66	CA53			8	5952

表40

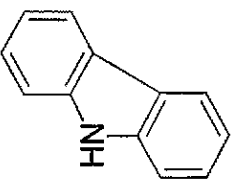
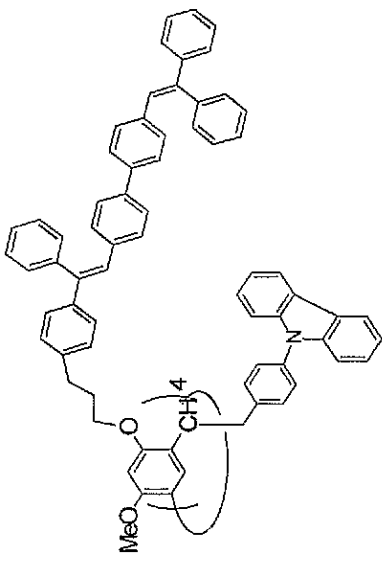
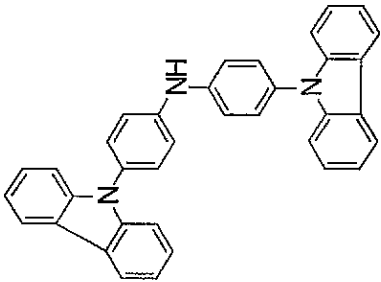
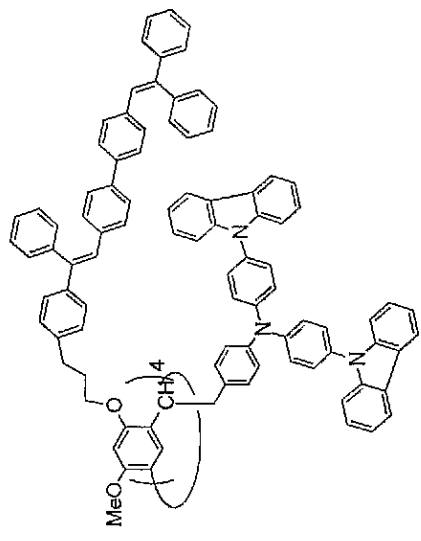
有機EL材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA67	CA53			25	3769
CA68	CA53			13	5098

表41

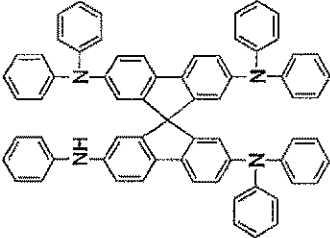
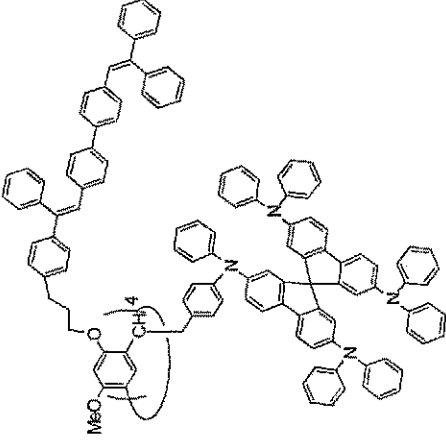
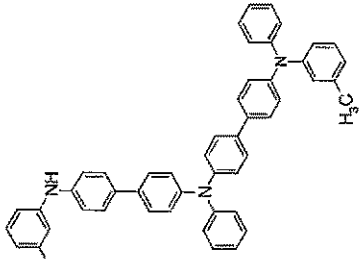
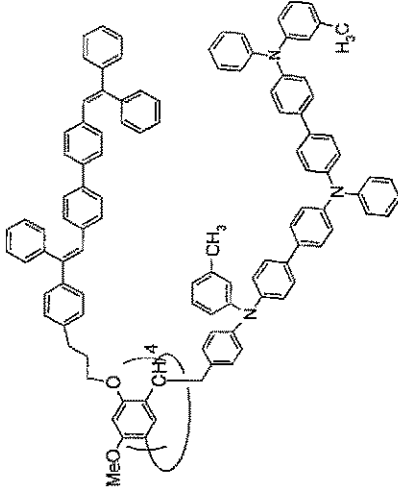
有機EL材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA69	CA53			5	6737
CA70	CA53			11	5836

表42

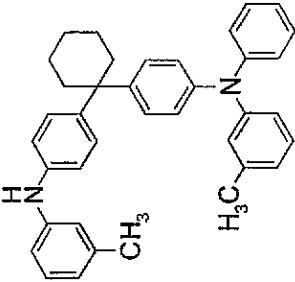
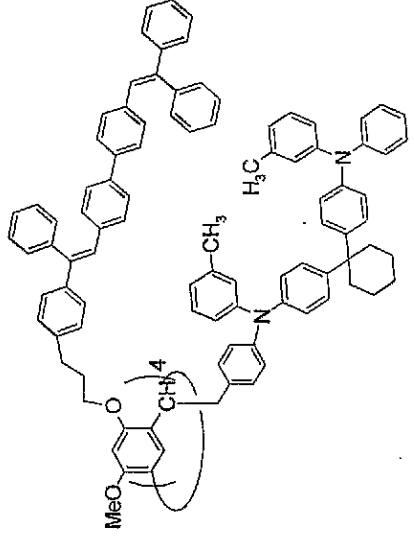
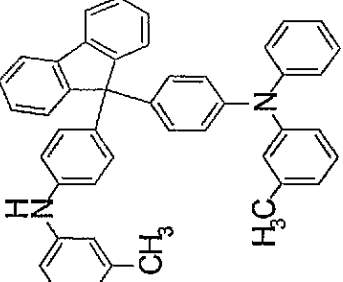
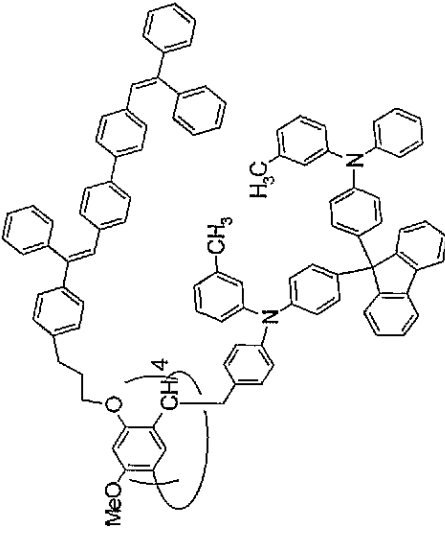
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA71	CA53			12	5191
CA72	CA53			7	5519

表43

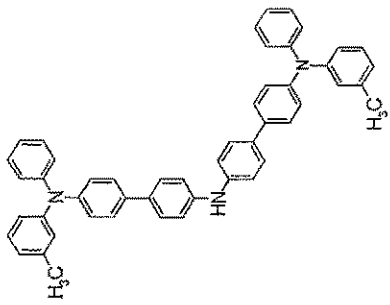
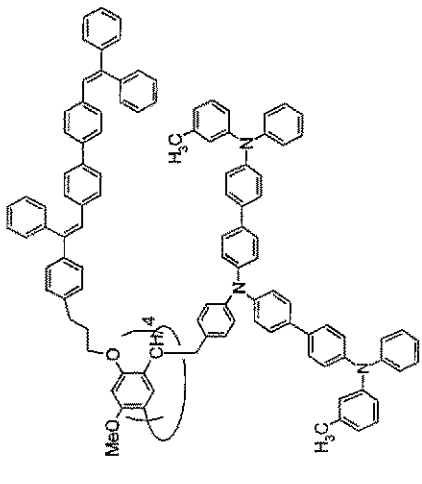
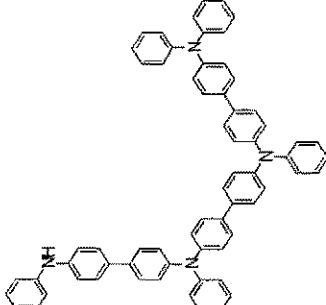
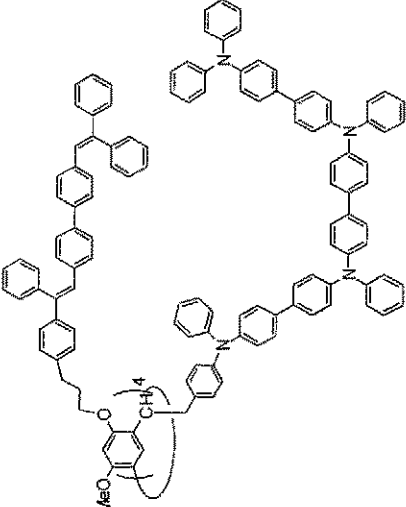
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA73	CA53			8	5836
CA74	CA53			5	6697

表44

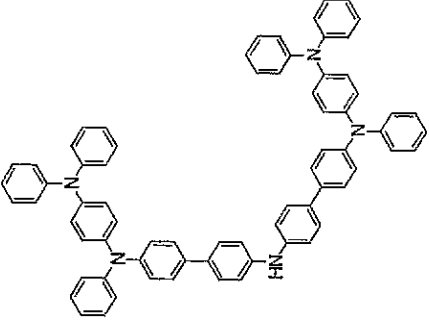
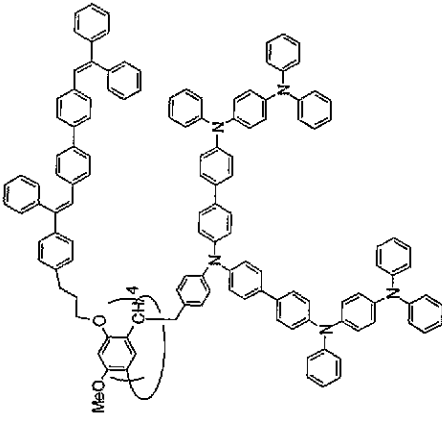
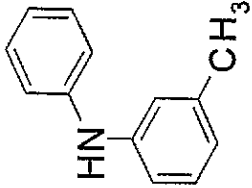
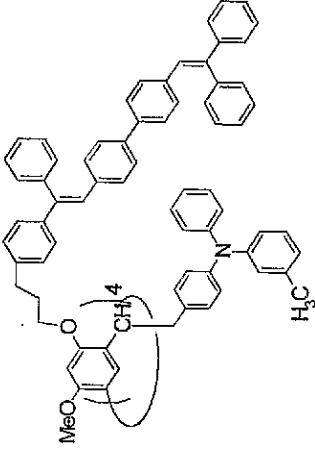
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA75	CA53			7	7061
CA76	CA53			5	3833

表47

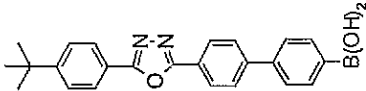
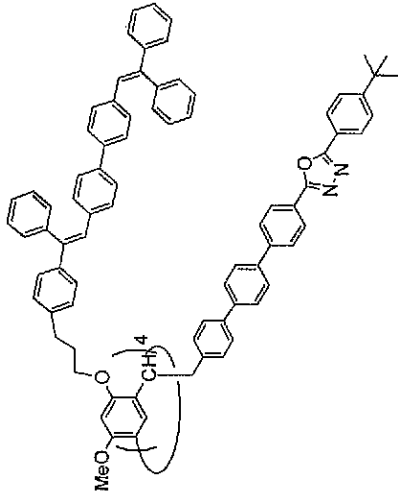
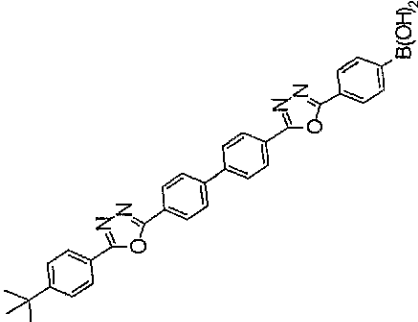
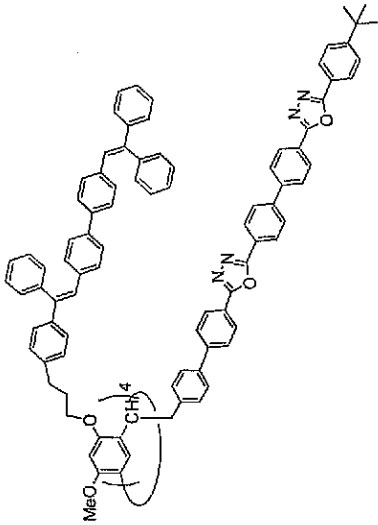
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA81	CA53			8	4518
CA82	CA53			6	5094

表48

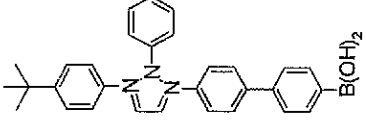
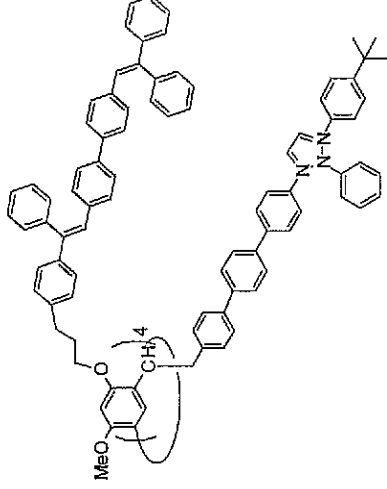
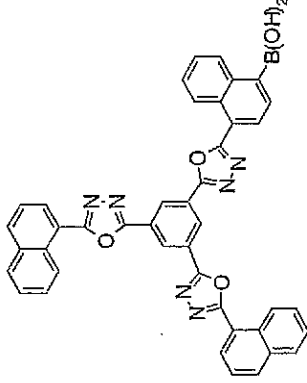
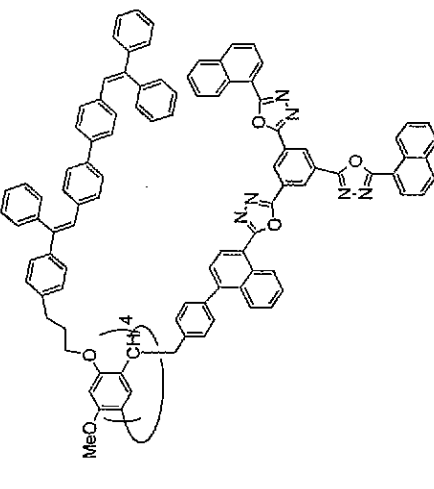
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA83	CA53			5	4826
CA84	CA53			5	5743

表49

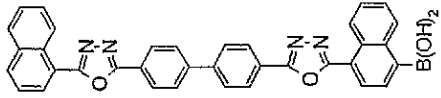
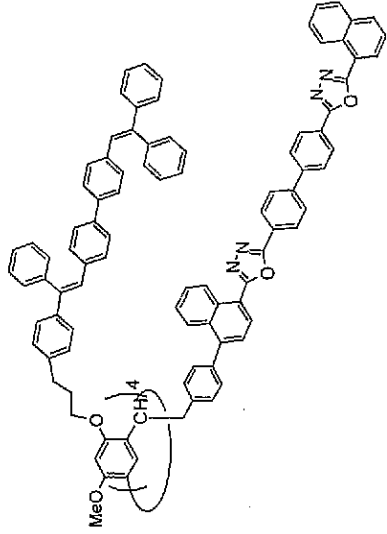
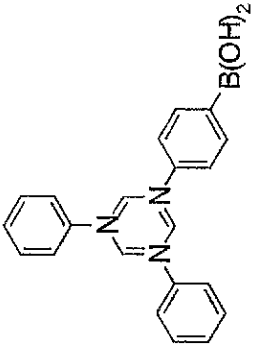
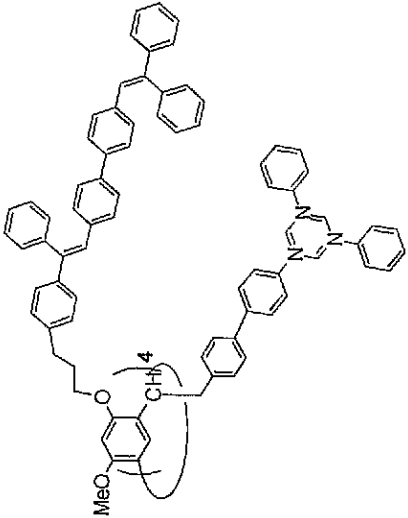
有機EL材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA85	CA53			6	5270
CA86	CA53			5	4337

表50

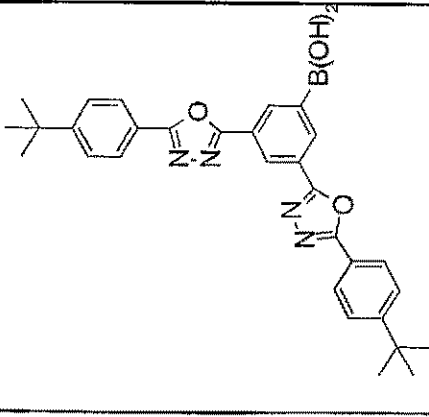
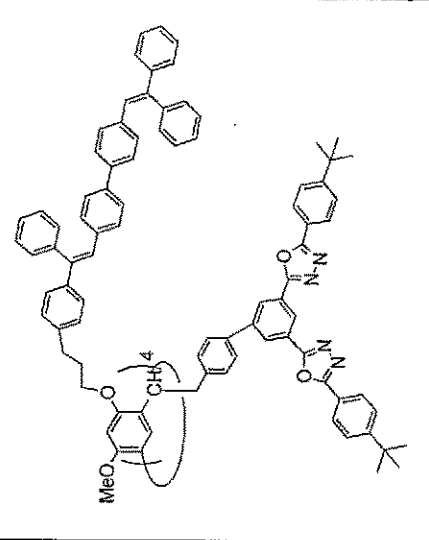
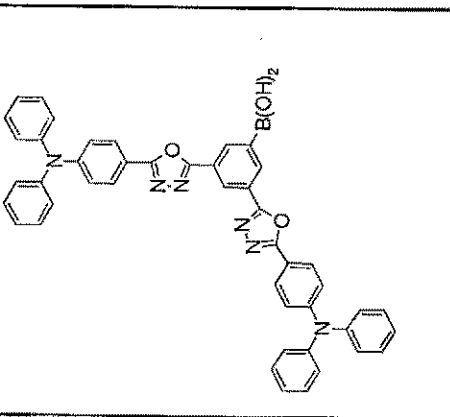
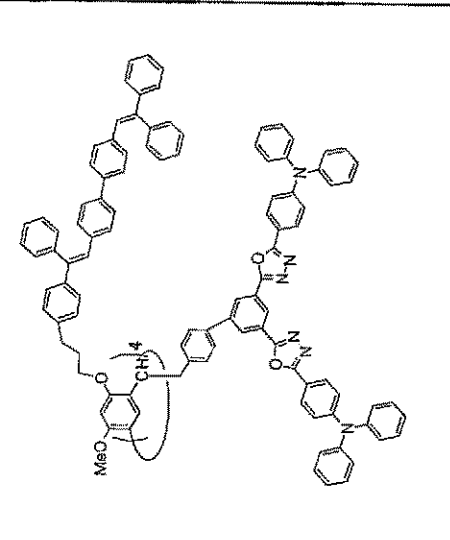
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA87	CA53			7	5014
CA88	CA53			4	5903

表51

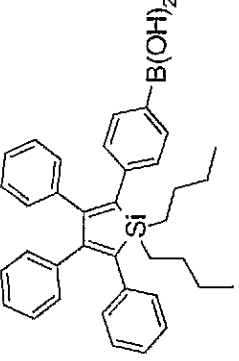
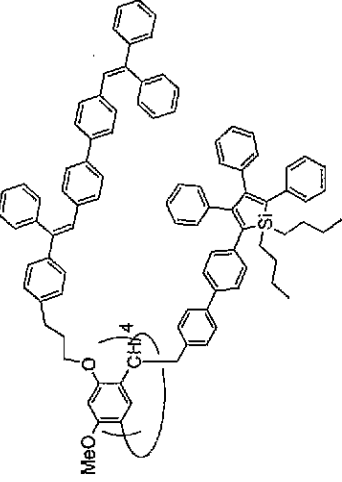
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA89	CA53			2	5095

表52

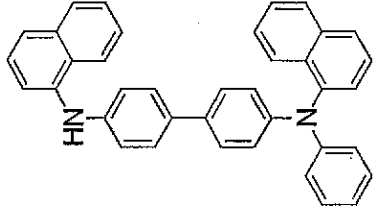
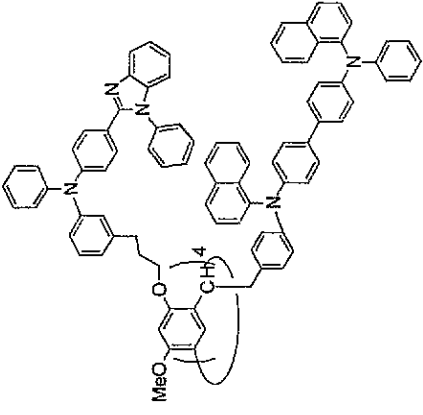
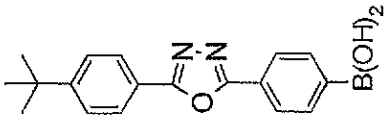
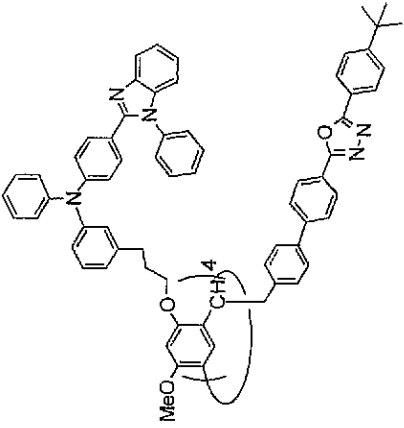
有機EL材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA90	CA60			9	4858
CA91	CA60			5	3921

表53

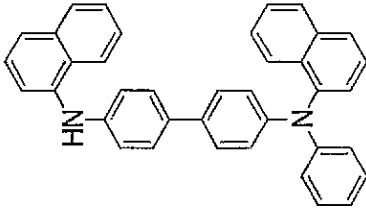
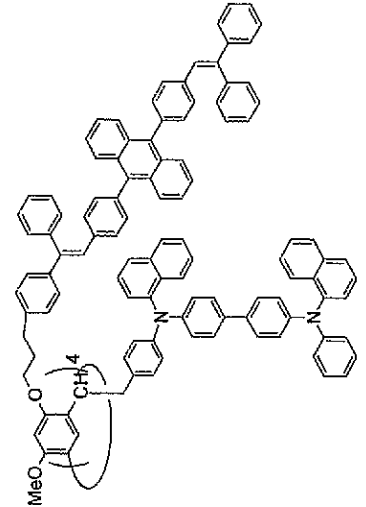
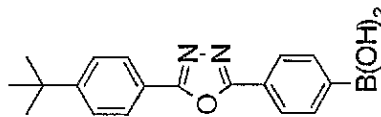
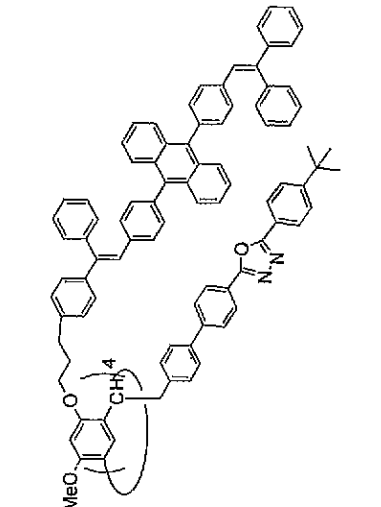
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA92	CA54			12	5855
CA93	CA54			6	4918

表54

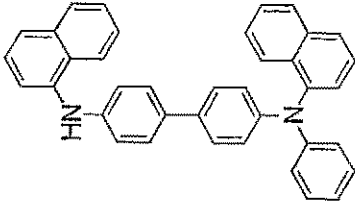
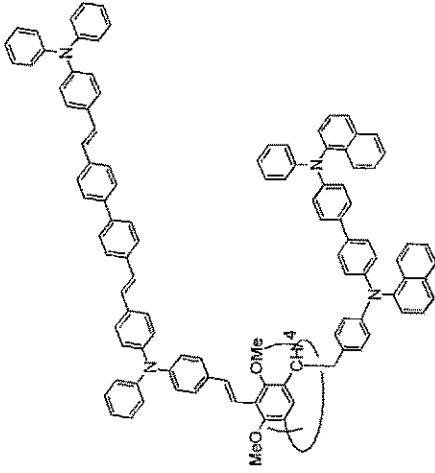
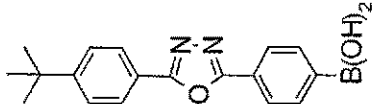
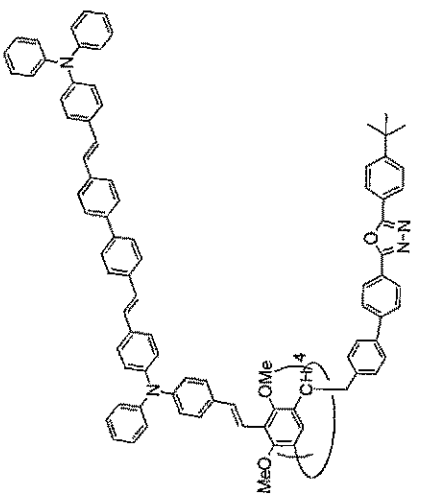
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA94	CA55			12	5871
CA95	CA55			5	4934

表55

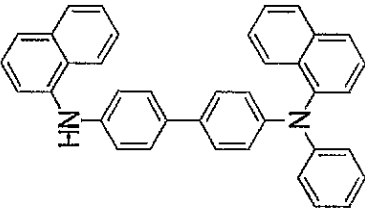
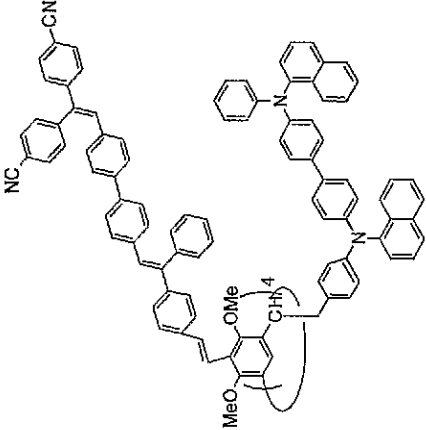
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA96	CA56			5	5343

表56

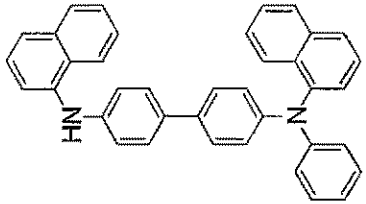
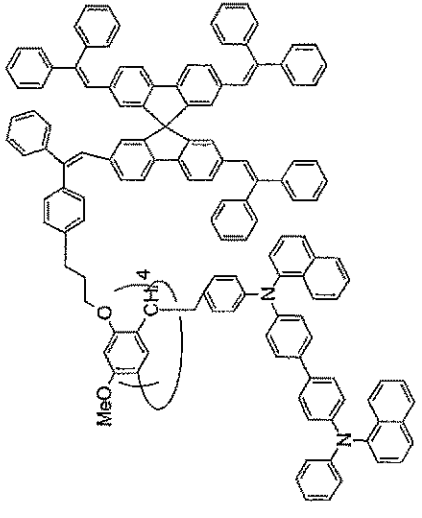
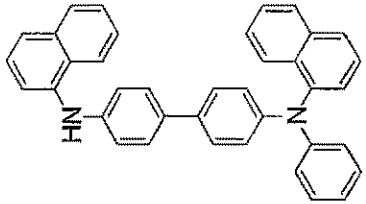
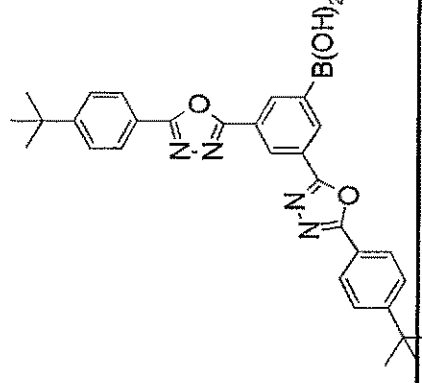
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA97	CA57			17	7225
CA98	CA57			4	7089

表57

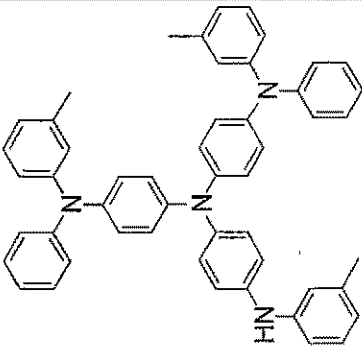
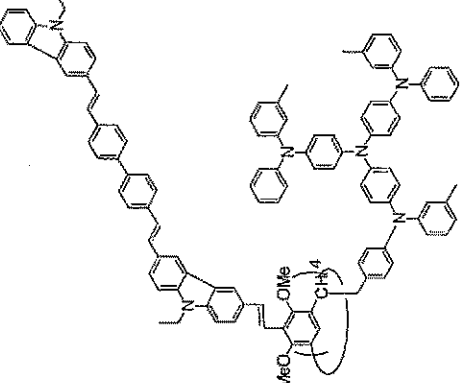
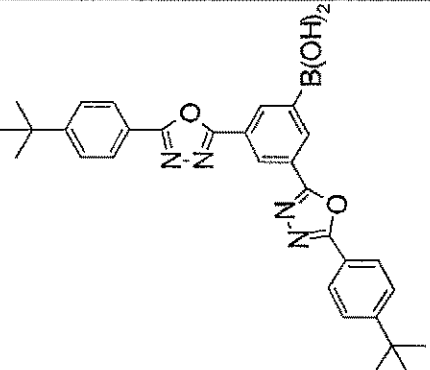
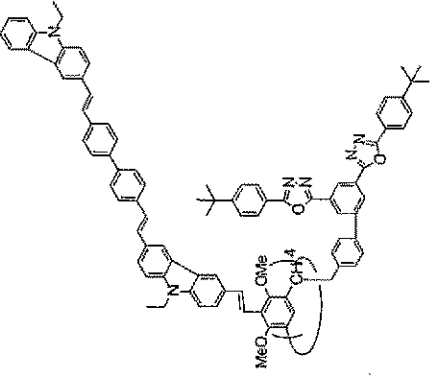
有機EL材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA99	CA58			14	6272
CA100	CA58			6	5335

表58

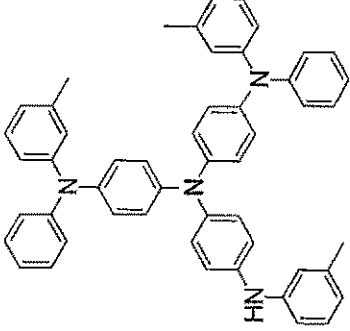
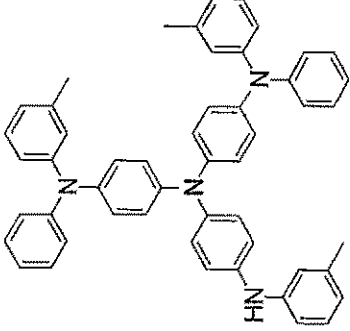
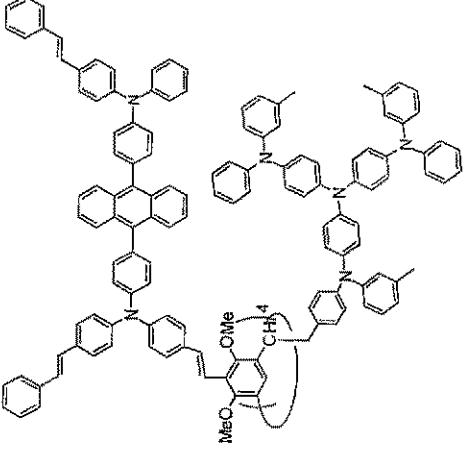
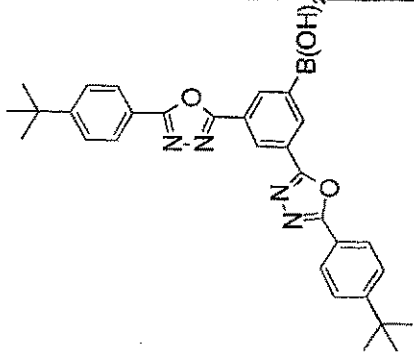
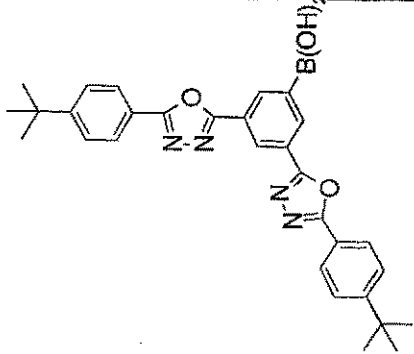
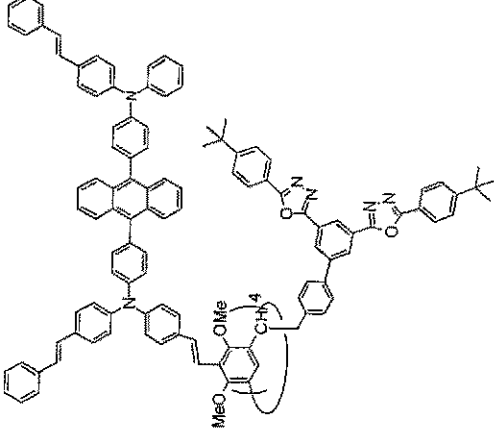
有機EL材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA101	CA59 			11	7377
CA102	CA59 			6	6440

表59

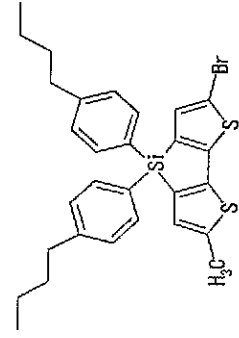
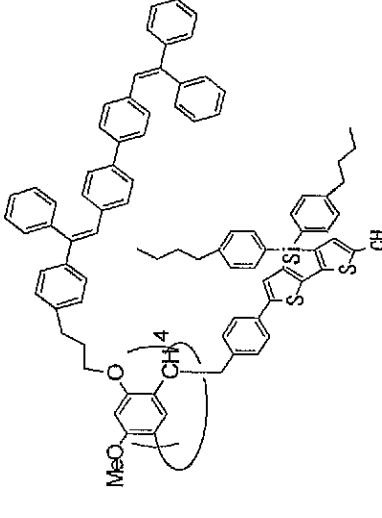
有機 EL 材料	発光性中間体	電荷輸送体	生成物	収率 (%)	MS
CA103	CA53			3	4991

表60

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
CA61	88.98	5.94	2.38	2.70		89.01	5.94	2.36	2.69		δ 6.0~9.0(232H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)
CA62	88.93	6.13	2.28	2.66		88.93	6.14	2.30	2.63		δ 6.0~9.0(224H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(40H)
CA63	89.54	5.78	2.16	2.53		89.54	5.79	2.18	2.49		δ 6.0~9.0(248H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)
CA64	88.24	6.10	3.21	2.45		88.24	6.09	3.22	2.45		δ 6.0~9.0(244H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(40H)
CA65	89.44	5.75	2.76	2.05		89.44	5.73	2.74	2.09		δ 6.0~9.0(300H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)
CA66	87.96	6.09	3.79	2.17		87.96	6.10	3.77	2.15		δ 6.0~9.0(276H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(52H)
CA67	89.25	5.88	1.47	3.40		89.23	5.88	1.49	3.40		δ 6.0~9.0(172H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)
CA68	88.56	5.60	3.35	2.49		88.58	5.61	3.30	2.51		δ 6.0~9.0(236H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)
CA69	89.14	5.64	3.30	1.93		89.15	5.63	3.32	1.90		δ 6.0~9.0(328H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)
CA70	88.91	6.00	2.86	2.23		88.92	6.01	2.88	2.19		δ 6.0~9.0(276H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(40H)
CA71	88.86	6.50	2.19	2.45		88.85	6.52	2.16	2.47		δ 6.0~9.0(224H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(80H)
CA72	89.65	6.00	2.00	2.35		89.66	5.99	2.03	2.32		δ 6.0~9.0(256H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(40H)
CA73	88.94	6.00	2.86	2.20		88.92	6.01	2.88	2.19		δ 6.0~9.0(276H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(40H)
CA74	88.95	5.77	3.32	1.96		88.96	5.78	3.35	1.91		δ 6.0~9.0(336H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)
CA75	88.46	5.77	4.00	1.77		88.45	5.77	3.97	1.81		δ 6.0~9.0(356H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1~3.0(16H)

表61

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
CA76	89.00	6.15	1.49	3.36		88.99	6.21	1.46	3.34		δ 6.0~9.0(176H) δ 3.0~5.0(24H) δ 1~3.0(36H)
CA77	87.44	5.81	1.45	3.37	F: 1.93	87.37	5.87	1.46	3.33	F: 1.97	δ 6.0~9.0(176H) δ 3.0~5.0(24H) δ 1~3.0(24H)
CA78	87.44	5.81	1.45	3.37	F: 1.93	87.37	5.87	1.46	3.33	F: 1.97	δ 6.0~9.0(176H) δ 3.0~5.0(24H) δ 1~3.0(24H)
CA79	85.85	5.60	1.46	3.23	F: 3.86	85.77	5.66	1.43	3.26	F: 3.88	δ 6.0~9.0(172H) δ 3.0~5.0(24H) δ 1~3.0(24H)
CA80	84.32	5.50	1.44	3.21	F: 5.53	84.27	5.54	1.38	3.17	F: 5.64	δ 6.0~9.0(176H) δ 3.0~5.0(24H) δ 1~3.0(24H)
CA81	87.18	6.06	2.47	4.30		87.20	6.07	2.48	4.25		δ 6.0~9.0(188H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0.5~3.0(52H)
CA82	84.89	5.71	4.37	5.03		84.87	5.70	4.40	5.03		δ 6.0~9.0(204H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0.5~3.0(52H)
CA83	87.63	6.22	3.49	2.66		87.60	6.27	3.48	2.65		δ 6.0~9.0(216H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0.5~3.0(52H)
CA84	83.66	4.92	5.88	5.53		83.66	4.91	5.85	5.58		δ 6.0~9.0(232H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1.0~3.0(16H)
CA85	85.70	5.20	4.21	4.89		85.69	5.20	4.25	4.86		δ 6.0~9.0(224H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1.0~3.0(16H)
CA86	87.52	5.68	3.90	2.90		87.50	5.67	3.88	2.95		δ 6.0~9.0(196H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1.0~3.0(16H)
CA87	84.30	6.10	4.45	5.15		84.31	6.11	4.47	5.11		δ 6.0~9.0(184H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0.5~3.0(88H)
CA88	84.65	5.33	5.70	4.32		84.64	5.33	5.69	4.34		δ 6.0~9.0(264H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1.0~3.0(16H)
CA89	84.62	6.64	2.49		Si:2.25	88.64	6.65	2.51		Si:2.20	δ 6.0~9.0(216H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0~3.0(88H)

表62

有機EL材料	元素分析値(%)										1H-NMRスペクトル (ppm)
	実験値					計算値					
	C	H	N	O	その他	C	H	N	O	その他	
CA90	86.00	5.55	5.59	2.65		86.04	5.56	5.57	2.63		δ 6.0~9.0(220H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1.0~3.0(16H)
CA91	82.11	5.86	7.16	4.87		82.10	5.86	7.14	4.90		δ 6.0~9.0(144H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0.5~3.0(52H)
CA92	90.24	5.65	1.89	2.22		90.25	5.65	1.91	2.19		δ 6.0~9.0(280H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1.0~3.0(16H)
CA93	87.94	5.91	2.28	3.87		87.92	5.90	2.28	3.90		δ 6.0~9.0(204H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0.5~3.0(52H)
CA94	88.40	5.64	3.80	2.16		88.37	5.63	3.82	2.18		δ 6.0~9.0(292H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(8H)
CA95	85.67	5.90	4.56	3.87		85.69	5.88	4.54	3.89		δ 6.0~9.0(216H) δ 3.0~5.0(28H) δ 0.5~3.0(44H)
CA96	88.16	5.30	4.14	2.40		88.13	5.28	4.19	2.40		δ 6.0~9.0(244H) δ 3.0~5.0(28H) δ 2.0~3.0(8H)
CA97	91.09	5.60	1.53	1.78		91.10	5.58	1.55	1.77		δ 6.0~9.0(352H) δ 3.0~5.0(32H) δ 1.0~3.0(16H)
CA98	87.44	5.80	3.13	3.63		87.43	5.80	3.16	3.61		δ 6.0~9.0(288H) δ 3.0~5.0(32H) δ 0.5~3.0(96H)
CA99	86.60	6.04	5.34	2.02		86.56	6.04	5.36	2.04		δ 6.0~9.0(264H) δ 3.0~5.0(44H) δ 1.0~3.0(68H)
CA100	82.88	6.06	6.27	4.79		82.85	6.05	6.30	4.80		δ 6.0~9.0(172H) δ 3.0~5.0(44H) δ 0.5~3.0(104H)
CA101	87.90	5.80	4.57	1.73		87.92	5.79	4.56	1.73		δ 6.0~9.0(352H) δ 3.0~5.0(28H) δ 1.0~3.0(44H)
CA102	85.08	5.77	5.23	3.93		85.04	5.76	5.22	3.98		δ 6.0~9.0(260H) δ 3.0~5.0(28H) δ 0.5~3.0(80H)
CA103	83.82	6.22		2.56	S: 5.17 Si: 2.23	83.74	6.31		2.56	S: 5.14 Si: 2.25	δ 5.5~9.0(176H) δ 3.0~5.0(24H) δ 0.5~3.0(112H)

実施例 1

< 製膜特性 >

製造例 1 で得られた有機 EL 素子材料を、クロロホルムに溶解し 1 重量%クロロホルム溶液とした。この溶液約 2 g を M I K A S A 製スピンコーター 1 H - D X 2 を用いて、厚さ 2 mm のガラス表面に、回転数 4 0 r . p . m で 1 0 秒 5 0 0 r . p . m で 2 秒 2 0 0 0 r . p . m で 4 5 秒の条件でスピンコートした。さらにこのスピンコートされたガラスを 8 0 ° にて加熱し溶媒を除去して薄膜を形成した。

形成された薄膜を光学顕微鏡を用いて観察したが結晶は確認されなかった。さらに X 線回折法にてこの薄膜の結晶性を評価したが、結晶反射は得られなかった。

以上から、実施例 1 の化合物を薄膜化したものはアモルファス性を示し良好な製膜性を与えることがわかった。同様にして製造例 2 ~ 1 0 3 の化合物の製膜性を評価したところ、いずれも良好なアモルファス性を示す薄膜が得られた。

実施例 2

< 蛍光発光特性 >

実施例 1 で得られた C A 1 のスピンコートした薄膜について、3 5 0 n m に主極大を有する紫外線を照射したところ、青色の蛍光を確認した。それを分光光度計 (瞬間マルチチャンネルフォトディテクター M C P D 1 0 0 0 : 大塚電子製) を用いて測定したところ、4 6 0 n m に発光極大を示すスペクトルが得られた。

< E L 発光特性 - 1 >

2.5 mm × 20 mm × 0.8 mm のガラス基板上に I T O 膜を 150 nm の厚さで製膜したものを透明支持基盤とした。この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、前述した C A 1 の 1 重量% クロロホルム溶液約 2 g を M I K A S A 製スピンコーター 1 H - D X 2 を用いて、厚さ 2 mm のガラス表面に、回転数 40 r . p . m で 10 秒 500 r . p . m で 2 秒 2000 r . p . m で 45 秒の条件でスピンコートした。さらに 80 ° にて窒素雰囲気下で加熱し溶媒を除去して薄膜を形成した。

その上に、ホールブロック層として B C P (2 , 9 - ジメチル - 4 , 7 - ジフェニル - 1 , 10 フェナントリン) を 20 nm、電子輸送層として トリス (8 - キノリノール) アルミニウム 50 nm を、U L V A C 製 (E B V - 6 D A) の蒸着装置を用いて 0.1 nm / 秒の蒸着速度で蒸着した。最後に、その上に陰極として、アグネシウム : 銀 = 10 : 1 を 100 nm 蒸着し、有機 E L 素子を作成した。蒸着のときの真空度は、すべて 1×10^{-5} Torr 以下であった。この素子に 12 V の電圧を印加し、分光光度計 (瞬間マルチチャンネルフォトディテクター M C P D 1000 : 大塚電子製) を用いて蛍光発光を測定したところ、470 nm に最大発光波長を有する青色の蛍光が観察された。

実施例 3

< E L 発光特性 - 2 >

製造例 24 で得られた C A 24 を 1 重量% および N , N ' - ビス (3 - メチルフェニル) - N , N ' - ジフェニル - [1 , 1 ' - ビフェニル] - 4 , 4 ' - ジアミンを 0.5 重量% の濃度でクロロベンゼンに溶解させコート溶液を調整した。25 mm × 10 mm × 0.7 mm のガラス基板上に I T O 膜を 150 nm の厚さで製膜したものを透明支持基盤とし、この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、上記で調整したコート溶液約 0.4 g を M I K A S A 製スピンコーター 1 H - D 7 を用いて、ガラス基板表面に回転数 1500 r p m で 60 秒間スピンコートした。この基板を窒素雰囲気下で 100 ° に加熱して溶媒を除去し、薄膜を形成した。更に、アルバック製真空蒸着装置 E B V - 6 D A を用い、陰極としてカルシウムを 40 nm、次いでアルミニウムを 60 nm 蒸着し有機 E L 素子を作成した。蒸着のときの真空度は、 1×10^{-6} Torr 以下であった。この素子に直流電圧を印加したところ、12.5 V において発光輝度 $600 \text{ cd} / \text{m}^2$ の青色の面発光を得た。この発光を分光光度計 (瞬間マルチチャンネルフォトディテクター M C P D 1000 : 大塚電子製) を用いて測定したところ、最大発光波長は 460 nm であった。結果を表 63 に示した。

実施例 4 ~ 36

表 63 に示した有機 E L 材料に代えた以外は、実施例 3 と同様にして E L 特性を評価した。結果を表 63 に示した。

表63

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
3	CA24	460	600
4	CA1	470	500
5	CA3	530	200
6	CA4	520	300
7	CA5	420	450
8	CA7	450	530
9	CA8	480	500
10	CA9	460	500
11	CA10	460	600
12	CA11	455	650
13	CA12	460	530
14	CA13	450	600
15	CA14	460	340
16	CA21	530	150
17	CA22	500	370
18	CA23	475	480
19	CA25	465	650
20	CA26	460	600
21	CA27	470	700
22	CA28	460	750
23	CA29	462	720
24	CA30	460	650
25	CA31	460	600
26	CA32	460	550
27	CA33	460	800
28	CA38	475	580
29	CA40	430	100
30	CA41	460	700
31	CA42	460	600
32	CA43	460	700
33	CA44	460	600
34	CA45	460	630
35	CA46	455	600
36	CA47	650	220

実施例 37

< E L 発光特性 - 3 >

製造例 61 で得られた CA61 を 1 重量% の濃度でキシレンに溶解させコート溶液を調整した。25 mm × 10 mm × 0.7 mm のガラス基板上に ITO 膜を 150 nm の厚さで製膜したものを透明支持基盤とし、この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、上記で調整したコート溶液約 0.4 g を MIKASA 製スピンコーター 1H-D7 を用いて、ガラス基板表面に回転数 1500 rpm で 60 秒間スピンコートした。この基板を窒素雰囲気下で 100 に加熱して溶媒を除去し、薄膜を形成した。更に、アルバック製真空蒸着装置 EBV-6DA を用い、陰極としてカルシウムを 40 nm、次いでアルミニウムを 60 nm 蒸着し有機 EL 素子を作成した。蒸着のときの真空度は、 1×10^{-6} Torr 以下であった。

この素子に直流電圧を印加したところ、12.5 V において発光輝度 800 cd/m² の青色の面発光を得た。この発光を分光光度計（瞬間マルチチャンネルフォトディテクター MCPD1000：大塚電子製）を用いて測定したところ、最大発光波長は 460 nm であった。結果を表 64 に示した。

実施例 38 ~ 84

表 64 に示した有機 EL 材料に代えた以外は、実施例 37 と同様にして EL 特性を評価した。結果を表 64 に示した。

表64

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
37	CA61	460	800
38	CA62	460	700
39	CA63	460	900
40	CA64	460	750
41	CA65	460	800
42	CA66	460	830
43	CA67	460	900
44	CA68	460	680
45	CA69	460	900
46	CA70	460	870
47	CA71	460	800
48	CA72	460	850
49	CA73	460	900
50	CA74	460	750
51	CA75	460	800
52	CA76	460	810
53	CA77	460	900
54	CA78	460	930
55	CA79	460	880
56	CA80	460	920
57	CA81	460	850
58	CA82	460	900
59	CA83	460	800
60	CA84	460	850
61	CA85	460	900
62	CA86	460	800
63	CA87	460	760
64	CA88	460	800
65	CA89	455	800
66	CA90	460	750
67	CA91	460	800
68	CA92	455	800
69	CA93	455	850
70	CA94	475	650
71	CA95	475	700
72	CA96	560	900
73	CA97	480	950
74	CA98	480	660
75	CA99	470	670
76	CA100	470	900
77	CA101	475	900
78	CA102	475	700
79	CA103	460	900
80	CA34	460	600
81	CA35	460	680
82	CA36	455	630
83	CA51	460	550
84	CA52	475	600

実施例 8 5

CA61とCA81との混合物(重量比50/50)を1重量%の濃度でキシレンに溶解させコート溶液を調整した。25mm×10mm×0.7mmのガラス基板上にITO膜を150nmの厚さで製膜したものを透明支持基盤とし、この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、上記で調整したコート溶液約0.4gをMIKASA製スピンコーター1H-D7を用いて、ガラス基板表面に回転数1500rpmで60秒間スピンコートした。この基板を窒素雰囲気下で100℃に加熱して溶媒を除去し、薄膜を形成した。更に、アル

バック製真空蒸着装置EBV-6DAを用い、陰極としてカルシウムを40nm、次いでアルミニウムを60nm蒸着し有機EL素子を作成した。蒸着のときの真空度は、 1×10^{-6} Torr以下であった。この素子に直流電圧を印加したところ、12.5Vにおいて発光輝度 1800 cd/m^2 の青色の面発光を得た。この発光を分光光度計（瞬間マルチチャンネルフォトディテクターMCPD1000：大塚電子製）を用いて測定したところ、最大発光波長は460nmであった。結果を表65に示した。

実施例86～125

表65に示す組成比で各有機EL材料を混合した以外は、実施例85と同様にしてEL特性を評価した。結果を表65に示した。

表65

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
85	CA61/CA81(50/50)	460	1800
86	CA61/CA81(25/75)	460	1600
87	CA61/CA82(50/50)	460	1900
88	CA61/CA83(50/50)	460	2000
89	CA61/CA85(50/50)	460	1850
90	CA61/CA86(50/50)	460	2100
91	CA61/CA89(50/50)	460	1900
92	CA62/CA81(50/50)	460	2100
93	CA63/CA81(50/50)	460	1860
94	CA64/CA81(50/50)	460	1900
95	CA65/CA81(50/50)	460	2100
96	CA66/CA81(50/50)	460	1650
97	CA70/CA81(50/50)	460	1500
98	CA71/CA81(50/50)	460	1700
99	CA72/CA81(50/50)	460	1900
100	CA73/CA81(50/50)	460	2000
101	CA90/CA91(50/50)	455	1500
102	CA92/CA93(50/50)	455	2000
103	CA94/CA95(50/50)	475	1500
104	CA97/CA98(50/50)	480	2200
105	CA99/CA100(50/50)	470	1900
106	CA101/CA102(50/50)	475	2100
107	CA61/CA15(50/50)	460	1500
108	CA61/CA16(50/50)	460	1450
109	CA61/CA17(50/50)	460	1380
110	CA61/CA24(50/50)	460	1550
111	CA61/CA19(50/50)	460	1400
112	CA61/CA34(30/70)	460	1300
113	CA61/CA35(30/70)	460	1350
114	CA92/CA36(30/70)	455	1500
115	CA34/CA15(25/75)	460	1150
116	CA34/CA16(25/75)	460	1050
117	CA34/CA19(25/75)	460	1150
118	CA52/CA15(25/75)	460	880
119	CA34/CA48(80/20)	460	900
120	CA34/CA49(80/20)	460	920
121	CA34/CA50(80/20)	460	1000
122	CA61/CA24(30/70)	460	3000
123	CA63/CA24(30/70)	460	2800
124	CA65/CA24(30/70)	460	3300
125	CA68/CA24(30/70)	460	3100

実施例126～147

表66に示す組成比で各有機EL材料を混合した以外は、実施例85と同様にしてEL特性を評価した。結果を表66に示した。

表66

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
126	CA61/CA34/CA81(20/40/40)	460	1950
127	CA61/CA34/CA87(20/40/40)	460	2100
128	CA61/CA34/CA15(25/55/20)	460	1950
129	CA61/CA35/CA16(25/55/20)	460	2050
130	CA63/CA34/CA18(25/55/20)	460	1950
131	CA65/CA34/CA15(25/55/20)	460	2250
132	CA68/CA34/CA15(25/55/20)	460	2310
133	CA71/CA34/CA18(25/55/20)	460	2000
134	CA71/CA34/CA19(25/55/20)	460	1900
135	CA92/CA36/CA93(15/45/40)	455	2100
136	CA92/CA36/CA15(25/55/20)	455	2250
137	CA92/CA36/CA19(25/55/20)	460	2370
138	CA61/CA24/CA15(25/55/20)	460	2500
139	CA63/CA24/CA19(25/55/20)	460	2600
140	CA68/CA24/CA19(25/55/20)	460	1300
141	CA34/CA15/CA50(70/10/20)	460	1100
142	CA34/CA16/CA50(70/10/20)	460	1050
143	CA101/CA15/CA19(70/10/20)	460	1100
144	CA52/CA15/CA48(70/10/20)	460	1150
145	CA36/CA15/CA49(70/10/20)	455	1150
146	CA51/CA15/CA49(70/10/20)	460	950
147	CA52/CA15/CA49(70/10/20)	475	890

実施例 1 4 8

< E L 発光特性 - 4 >

2.5 mm × 20 mm × 0.8 mm のガラス基板上に I T O 膜を 150 nm の厚さで製膜したものを透明支持基盤とした。この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、前述した C A 2 の 1 重量%クロロホルム溶液約 2 g を M I K A S A 製スピンコーター 1 H - D X 2 を用いて、厚さ 2 mm のガラス表面に回転数 40 r . p . m で 10 秒 500 r . p . m で 2 秒 2000 r . p . m で 45 秒の条件でスピンコートした。さらに 80 ° にて窒素雰囲気下で加熱し溶媒を除去して薄膜を形成した。その上に発光層および電子輸送層としてトリリス(8-キノリノール)アルミニウム 60 nm を、U L V A C 製 (E B V - 6 D A) の蒸着装置を用いて 0.1 nm / 秒の蒸着速度で蒸着した。最後に、その上に陰極として、マグネシウム : 銀 = 10 : 1 を 170 nm 蒸着し、有機 E L 素子を作成した。蒸着のときの真空度は、すべて 1×10^{-5} Torr 以下であった。この素子に直流電圧を印加したところ、12 V において発光輝度 400 cd / m² の緑色の面発光を得た。この発光を分光光度計 (瞬間マルチチャンネルフォトディテクター M C P D 1000 : 大塚電子製) を用いて測定したところ、最大発光波長は 520 nm であった。結果を表 67 に示した。

実施例 1 4 9 ~ 1 5 1、比較例 1

表 67 に示した有機 E L 材料に代えた以外は、実施例 1 4 8 と同様にして E L 特性を評価した。結果を表 67 に示した。

表67

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
148	CA2	520	400
149	CA6	520	300
150	CA37	520	100
151	CA39	520	450
比較例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
1	—	520	50

本発明の有機 E L 素子材料は、スピンコートが可能であり容易に成膜できる。また、本発明によれば、有機 E L 素子材料を容易に高純度で得ることができる。したがって、本発明

の有機EL素子材料は、有機EL素子を構成する発光体および電荷輸送体として極めて有用である。

実施例152

< EL発光特性 - 5 >

製造例24で得られたCA24を0.5重量%、PVKを2重量%の濃度でクロロベンゼンに溶解させコート溶液を調整した。25mm×10mm×0.7mmのガラス基板上にITO膜を150nmの厚さで製膜したものを透明支持基盤とし、この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、上記で調整したコート溶液約0.4gをMIKASA製スピコートー1H-D7を用いて、ガラス基板表面に回転数1500rpmで60秒間スピコートした。この基板を窒素雰囲気下で100℃に加熱して溶媒を除去し、薄膜を形成した。このとき、形成された有機薄膜中のCA24の含有率は20重量%である。更に、アルバック製真空蒸着装置EBV-6DAを用い、陰極としてカルシウムを40nm、次いでアルミニウムを60nm蒸着し有機EL素子を作成した。蒸着のときの真空度は、 1×10^{-6} Torr以下であった。この素子に直流電圧を印加したところ、12.5Vにおいて発光輝度5700cd/m²の青色の面発光を得た。この発光を分光光度計（瞬間マルチチャンネルフォトディテクターMCPD1000：大塚電子製）を用いて測定したところ、最大発光波長は460nmであった。

10

実施例153

実施例152において、CA24の濃度を0.04重量%とした以外は実施例152と同様にして素子を作製した。このとき、形成された有機薄膜中のCA24の含有率は2重量%である。この素子に直流電圧を印加したところ12.5Vにおいて発光輝度2400cd/m²の青色の面発光を得た。また、発光の最大発光波長は460nmであった。

20

実施例154

実施例152において、CA24の濃度を1.5重量%、PVKの濃度を1.5重量%とした以外は実施例152と同様にして素子を作製した。このとき、形成された有機薄膜中のCA24の含有率は50重量%である。この素子に直流電圧を印加したところ12.5Vにおいて発光輝度4400cd/m²の青色の面発光を得た。また、発光の最大発光波長は460nmであった。

実施例155

実施例152において、CA24の濃度を2.8重量%、PVKの濃度を0.7重量%とした以外は実施例152と同様にして素子を作製した。このとき、形成された有機薄膜中のCA24の含有率は80重量%である。この素子に直流電圧を印加したところ12.5Vにおいて発光輝度1800cd/m²の青色の面発光を得た。また、発光の最大発光波長は460nmであった。

30

実施例156～187

実施例152で用いたCA24の代わりに表68に示した化合物を用いた以外は実施例152と同様にして素子を作製した。この素子に12.5Vの直流電圧を印加した結果を表68に示した。

表68

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
156	CA1	470	5500
157	CA3	530	2200
158	CA4	520	2300
159	CA5	420	2450
160	CA7	450	3530
161	CA8	480	4500
162	CA9	460	4500
163	CA10	460	3600
164	CA11	455	3650
165	CA12	460	3530
166	CA13	450	5600
167	CA14	460	3340
168	CA21	530	2400
169	CA22	500	2370
170	CA23	475	2500
171	CA25	465	5700
172	CA26	460	5600
173	CA27	470	5800
174	CA28	460	5750
175	CA29	462	5700
176	CA30	460	5650
177	CA31	460	5600
178	CA32	460	5550
179	CA38	475	4800
180	CA40	430	1100
181	CA41	460	5700
182	CA42	460	5600
183	CA43	460	5700
184	CA44	460	5600
185	CA45	460	5630
186	CA46	455	5600
187	CA47	650	1220

実施例188～193

CA24を2.7重量%及び表69に示した電荷輸送体を0.3重量%の濃度でクロロベンゼンに溶解させコート溶液を調整した。以後は実施例152と同様にして素子を作製した。この素子に12.5Vの直流電圧を印加した結果を表69に示した。

表 6 9

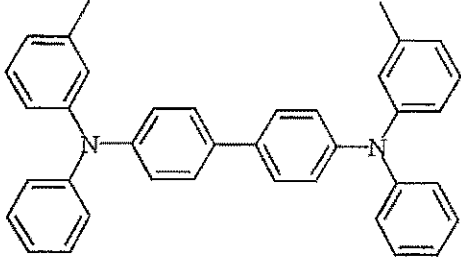
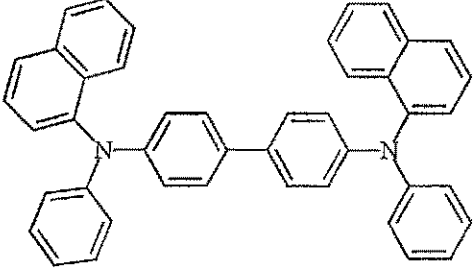
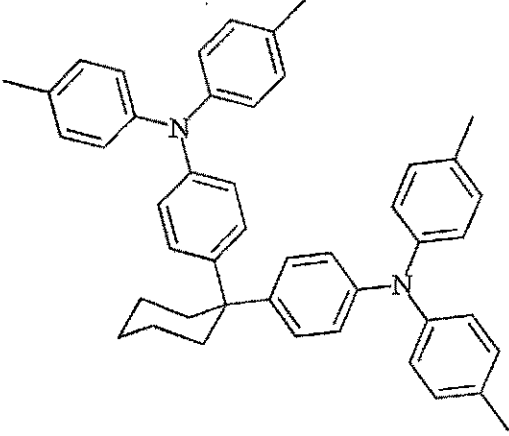
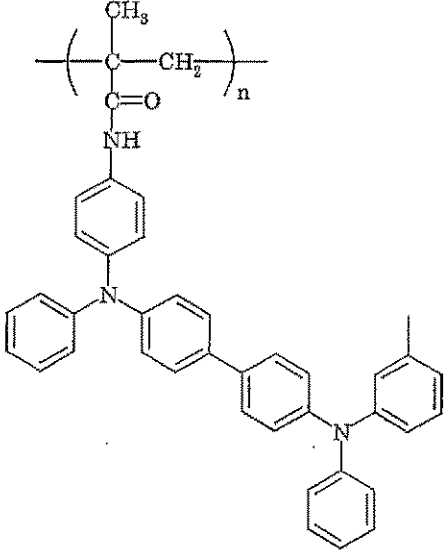
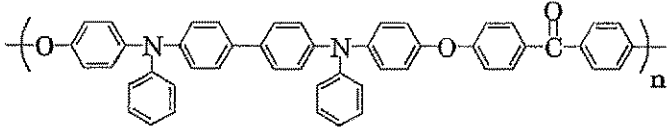
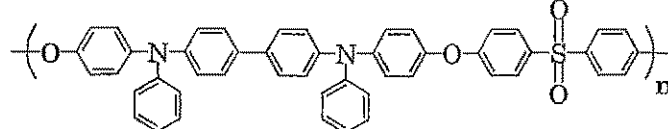
実施例No.	電荷輸送体	最大発 光波長 (nm)	発光輝度 (Cd/m ²)
188		460	1400
189		460	1450
190		460	1570

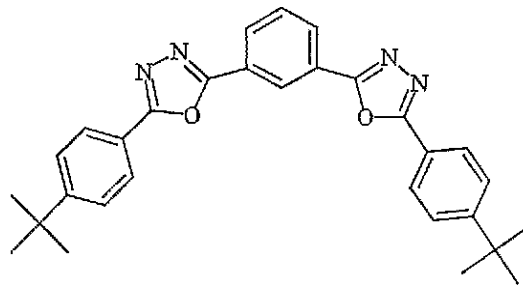
表 6 9 続き

実施例No.	電荷輸送体	最大発 光波長 (nm)	発光輝度 (Cd/m ²)
191		460	1620
192		460	1100
193		460	1210

実施例 1 9 4

< E L 発光特性 - 6 >

製造例 6 1 で得られた C A 6 1 を 3 . 2 重量% 及び下記式で示されるオキサジアゾール誘導体



を 0 . 8 重量% の濃度でキシレンに溶解させコート溶液を調整した。2 5 mm x 1 0 mm x 0 . 7 mm のガラス基板上に I T O 膜を 1 5 0 nm の厚さで製膜したものを透明支持基

盤とした。この透明支持基盤をエッチング、洗浄後、ポリエチレンジオキシチオフェン (PEDT) とポリスチレンスルホン酸 (PSS) の 1.56% 水溶液であるバイトロン P (商品名: バイエル社製) を MIKASA 製スピンコーター 1H-D7 を用いて回転数 1000 rpm で 60 秒間スピンコートした。この基板をホットプレート用い 200 で 1 時間加熱した。この基板上に上記で調整したコート溶液約 0.4 g を回転数 4000 rpm で 30 秒間スピンコートし、窒素雰囲気下で 100 に加熱して溶媒を除去し、薄膜を形成した。更に、アルバック製真空蒸着装置 EBV-6DA を用い、陰極としてカルシウムを 40 nm、次いでアルミニウムを 80 nm 蒸着し有機 EL 素子を作成した。蒸着のときの真空度は、 1×10^{-6} Torr 以下であった。この素子に直流電圧を印加したところ、8 V において発光輝度 900 cd/m^2 の青色の面発光を得た。この発光を分光光度計 (瞬間マルチチャンネルフォトディテクター MCPD1000: 大塚電子製) を用いて測定したところ、最大発光波長は 460 nm であった。

実施例 195 ~ 215

実施例 194 で用いた CA61 の代わりに、製造例 62 ~ 75 及び製造例 90、92、94、96、97、99、101 で合成した表 70 に示した化合物を用いた以外は実施例 194 と同様にして素子を作製した。この素子に 8 V の直流電圧を印加した結果を表 70 に示した。

表 70

実施例No	有機EL材料	最大発光波長 (nm)	発光輝度 (cd/m ²)
195	CA62	460	910
196	CA63	460	1170
197	CA64	460	970
198	CA65	460	1040
199	CA66	460	1070
200	CA67	460	940
201	CA68	460	800
202	CA69	460	1170
203	CA70	460	1130
204	CA71	460	1100
205	CA72	460	1100
206	CA73	460	1120
207	CA74	460	970
208	CA75	460	1010
209	CA90	460	900
210	CA92	455	1000
211	CA94	475	850
212	CA96	560	1150
213	CA97	480	1230
214	CA99	470	870
215	CA101	475	1100

実施例 216

製造例 81 で得られた CA81 を 0.9 重量% 及びポリビニルカルバゾールを 2.1 重量% の濃度でクロロベンゼンに溶解させコート溶液を調整した。以後は実施例 194 と同様にして素子を作製した。この素子に 8 V の直流電圧を印加した結果を表 71 に示した。

実施例 217 ~ 229

実施例 216 において CA81 の代わりに、製造例 82 ~ 89 及び製造例 93、95、9

8、100、102で合成した表71に示した化合物を用いた以外は実施例216と同様にして素子を作製した。この素子に8Vの直流電圧を印加した結果を表71に示した。

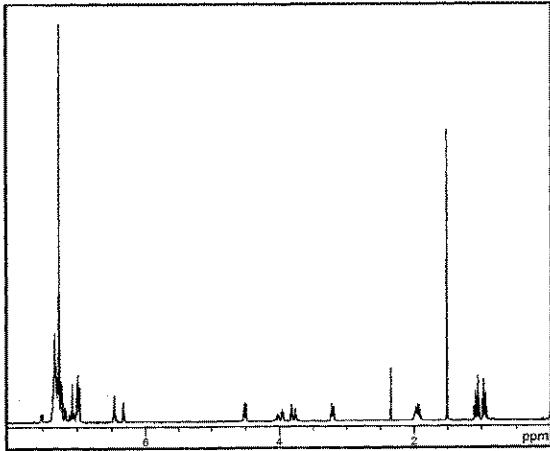
表71

実施例No	有機EL材料	最大発光波長(nm)	発光輝度(cd/m ²)
216	CA81	460	960
217	CA82	460	1020
218	CA83	460	910
219	CA84	460	960
220	CA85	460	1010
221	CA86	460	910
222	CA87	460	860
223	CA88	460	900
224	CA89	455	880
225	CA93	455	980
226	CA95	475	750
227	CA98	480	750
228	CA100	470	950
229	CA102	475	720

【図面の簡単な説明】

図1は、製造例1で得られた有機エレクトロルミネッセンス素子材料に含めることのできる本発明に従うカリックスアレーン誘導体の¹H-核磁気共鳴スペクトラムである。

【図 1】
Fig. 1



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/12821

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER	
Int.Cl ¹ C09K11/06, H05B33/14, H05B33/22, C07C43/215, C07C43/21, C07C43/285, C07C211/54, C07C211/61, C07C217/80, C07F7/08, C07F7/10, C07D209/86, C07D471/04, C07D471/06 C07D271/10, According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC	
B. FIELDS SEARCHED	
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl ¹ C09K11/06, H05B33/14, H05B33/22, C07C43/215, C07C43/21, C07C43/285, C07C211/54, C07C211/61, C07C217/80, C07F7/08, C07F7/10, C07D209/86, C07D471/04, C07D471/06 C07D271/10,	
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched	
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) CA (STN), REGISTRY (STN)	
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages
A	WO 01/66667 A1 (Cosmo Research Institute), 13 September, 2001 (13.09.01), Claims; Par. Nos. [0001] to [0005] (Family: none)
A	JP 5-323632 A (Mitsubishi Kasei Corp.), 07 December, 1993 (07.12.93), Claims (Family: none)
A	JP 2001-278888 A (Director General of National Institute of Advanced Industrial Science and Technology), 10 October, 2001 (10.10.01), Claims (Family: none)
	Relevant to claim No.
	1-11
	1-11
	12
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.	
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "Z" document member of the same patent family
Date of the actual completion of the international search 12 March, 2003 (12.03.03)	Date of mailing of the international search report 25 March, 2003 (25.03.03)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/12821

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP 339826 A2 (IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES PLC), 02 November, 1989 (02.11.89), & JP 1-313489 A & US 5021592 A & IL 89990 D & NO 891709 A & FI 891977 A & DK 202889 A & PT 90374 A & IL 89990 A	12
A	US 5935752 A (MINOLTA Co., Ltd.), 10 August, 1999 (10.08.99), & JP 10-161348 A	12
A	EP 628805 A1 (AVL MEDICAL INSTRUMENTS AG), 14 December, 1994 (14.12.94), & JP 7-72084 A & AT 112993 A & DE 59400672 C & US 5464587 A	12

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/12821

Continuation of A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
(International Patent Classification (IPC))Int.Cl⁷ C07D251/24, C07D413/14, C07D235/18, C07D213/16, C07D215/30,
C08G61/02(According to International Patent Classification (IPC) or to both
national classification and IPC)Continuation of B. FIELDS SEARCHED

Minimum Documentation Searched (International Patent Classification (IPC))

Int.Cl⁷ C07D251/24, C07D413/14, C07D235/18, C07D213/16, C07D215/30,
C08G61/02Minimum documentation searched (classification system followed by
classification symbols)

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JPO2/12821
<p>A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl⁷ C09K11/06, H05B33/14, H05B33/22, C07C43/215, C07C43/21, C07C43/285, C07C211/54, C07C211/61, C07C217/80, C07F7/08, C07F7/10, C07D209/86, C07D471/04, C07D471/06, C07D271/10, C07D251/24, C07D413/14, C07D235/18, C07D213/16, C07D215/30, C08G61/02</p>		
<p>B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl⁷ C09K11/06, H05B33/14, H05B33/22, C07C43/215, C07C43/21, C07C43/285, C07C211/54, C07C211/61, C07C217/80, C07F7/08, C07F7/10, C07D209/86, C07D471/04, C07D471/06, C07D271/10, C07D251/24, C07D413/14, C07D235/18, C07D213/16, C07D215/30, C08G61/02</p>		
<p>最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの</p>		
<p>国際調査で使った電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) CA (STN), REGISTRY (STN)</p>		
<p>C. 関連すると認められる文献</p>		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	WO 01/66667 A1 (株式会社コスモ総合研究所) 2001.09.13、特許請求の範囲と【0001】～【0005】欄 (ファミリーなし)	1-11
A	JP 5-323632 A (三菱化成株式会社) 1993.12.07、特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-11
A	JP 2001-278888 A (経済産業省産業技術総合研究所) 2001.10.10、特許請求の範囲 (ファミリーなし)	12
<p><input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。</p>		
<p>* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 の日後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献</p>		
<p>国際調査を完了した日 12.03.03</p>		<p>国際調査報告の発送日 25.03.03</p>
<p>国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号</p>		<p>特許庁審査官 (権限のある職員) 渡辺 陽子 電話番号 03-3581-1101 内線 3483</p>

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JPO2/12821
C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	EP 339826 A2 (IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES PLC) 1989. 11. 02 & JP 1-313489 A & US 5021592 A & IL 89990 D & NO 891709 A & FI 891977 A & DK 202889 A & PT 90374 A & IL 89990 A	12
A	US 5935752 A (MINOLTA Co., Ltd.) 1999. 08. 10 & JP 10-161348 A	12
A	EP 628805 A1 (AVL MEDICAL INSTRUMENTS AG) 1994. 12. 14 & JP 7-72084 A & AT 112993 A & DE 59400672 C & US 5464587 A	12

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

F I

C 0 9 K	11/06	6 4 5
C 0 9 K	11/06	6 5 0
C 0 9 K	11/06	6 5 5
C 0 9 K	11/06	6 6 0
C 0 9 K	11/06	6 8 0
H 0 5 B	33/14	B

(81)指定国 AP(GH,GM,KE,LS,MW,MZ,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT, BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,IE,IT,LU,MC,NL,PT,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ, GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE, ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,N O,NZ,OM,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(注) この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。

专利名称(译)	有机电致发光元件材料		
公开(公告)号	JPWO2003050201A1	公开(公告)日	2005-04-21
申请号	JP2003551223	申请日	2002-12-06
申请(专利权)人(译)	德山公司		
[标]发明人	百田潤二 川端雄一郎 大谷俊明		
发明人	百田 潤二 川端 雄一郎 大谷 俊明		
IPC分类号	C09K11/06 C08G61/02 H05B33/14		
CPC分类号	C09K11/06 C08G61/02		
FI分类号	C09K11/06.610 C09K11/06.615 C09K11/06.620 C09K11/06.625 C09K11/06.640 C09K11/06.645 C09K11/06.650 C09K11/06.655 C09K11/06.660 C09K11/06.680 H05B33/14.B		
优先权	2001378448 2001-12-12 JP 2002120827 2002-04-23 JP 2002208112 2002-07-17 JP		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供一种有机电致发光元件材料，其可旋涂并具有高纯度。具有发光有机基团和电荷输送有机基团中的至少一种的杯芳烃衍生物或杯型resorsiane衍生物，例如4-[1-(2,2-二苯基乙烯基)联苯-2-有机电致发光元件材料，其包含具有发光有机基团如苯基乙烯基]苯基的杯芳烃衍生物。

