

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-76519

(P2016-76519A)

(43) 公開日 平成28年5月12日 (2016.5.12)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H01L 51/50 (2006.01)	H05B 33/22 D	3K107
C09K 11/06 (2006.01)	H05B 33/14 B	4C063
C07D 405/14 (2006.01)	C09K 11/06 690	
C07D 405/10 (2006.01)	C07D 405/14	
C07D 403/10 (2006.01)	C07D 405/10	
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 21 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2014-204209 (P2014-204209)
 (22) 出願日 平成26年10月2日 (2014.10.2)

(71) 出願人 512187343
 三星ディスプレイ株式会社
 Samsung Display Co., Ltd.
 大韓民国京畿道龍仁市器興区三星路1
 (74) 代理人 110000408
 特許業務法人高橋・林アンドパートナーズ
 (72) 発明者 坂本 直也
 神奈川県横浜市鶴見区菅沢町2-7 株式会社サムスン日本研究所内
 Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 CC04 CC06 DD59
 DD68 DD71 DD78
 4C063 AA01 AA03 BB02 BB06 CC39
 CC76 DD08 DD39 EE10

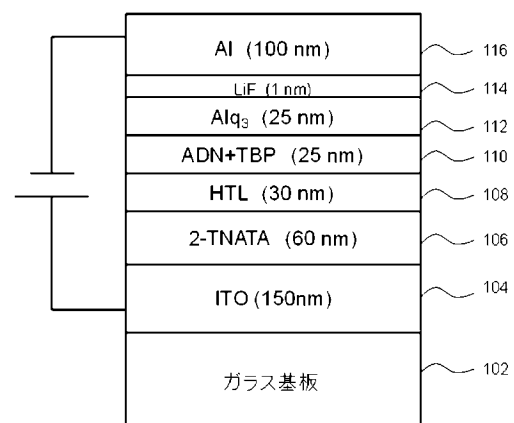
(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子を提供する。

【解決手段】 オルトターフェニルを介して三級アミンを連結した化合物を、発光層と陽極との間に配置される積層膜の一つの膜中に含ませるか、発光層のホスト材料として用いる。

【選択図】 図1

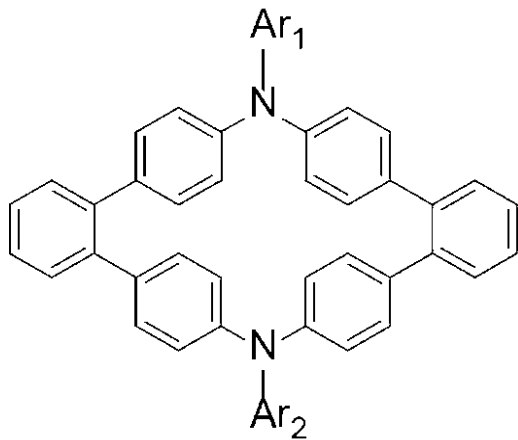


【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記一般式（１）で表されることを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

【化 1】



(1)

10

20

[式（１）中、 Ar_1 及び Ar_2 は、それぞれ独立に置換若しくは無置換のアリール基、又は置換若しくは無置換のヘテロアリール基である。]

【請求項 2】

請求項 1 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を発光層と陽極との間に配置される積層膜の一つの膜中に含むことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を発光層に含むことを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。特に、青色発光領域において高い発光効率を示す有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、画像表示装置として、有機エレクトロルミネッセンス表示装置（Organic Electroluminescence Display：有機 EL 表示装置）の開発が盛んになってきている。有機 EL 表示装置は、液晶表示装置等とは異なり、陽極及び陰極から注入された正孔及び電子を発光層において再結合させることにより、発光層における有機化合物を含む発光材料を発光させて表示を実現するいわゆる自発光型の表示装置である。

40

【0003】

有機エレクトロルミネッセンス素子（有機 EL 素子）としては、例えば、陽極、陽極上に配置された正孔輸送層、正孔輸送層上に配置された発光層、発光層上に配置された電子輸送層及び電子輸送層上に配置された陰極から構成された有機エレクトロルミネッセンス素子が知られている。陽極からは正孔が注入され、注入された正孔は正孔輸送層を移動して発

50

光層に注入される。一方、陰極からは電子が注入され、注入された電子は電子輸送層を移動して発光層に注入される。発光層に注入された正孔と電子とが再結合することにより、発光層内で励起子が生成される。有機エレクトロルミネッセンス素子は、その励起子の輻射失活によって発生する光を利用して発光する。尚、有機エレクトロルミネッセンス素子は、以上に述べた構成に限定されず、種々の変更が可能である。

【0004】

有機エレクトロルミネッセンス素子を表示装置に応用するにあたり、有機エレクトロルミネッセンス素子の高発光効率化が求められている。特に、青色発光領域においては、赤色発光領域及び緑色発光領域に比べて、有機エレクトロルミネッセンス素子の発光効率は十分なものとは言い難い。有機エレクトロルミネッセンス素子の高発光効率化を実現するために、正孔輸送層の定常化、安定化などが検討されている。正孔輸送層に用いられる正孔輸送材料としては、芳香族アミン系化合物が知られており、例えば、特許文献1には、パラフェニレンジアミン誘導体が正孔輸送材料として提案されている。しかし、パラフェニレンジアミン誘導体はHOMO準位が高く、特許文献1に記載された材料を用いた有機エレクトロルミネッセンス素子も十分な発光効率を得られない。また、特許文献2及び3には、環状の3級アミン誘導体が提案されている。しかし、これらのアミン誘導体はアミン同士が共役する構造であり、HOMO準位が高くなり、十分な発光効率を得られない。

10

【0005】

したがって、現在では一層、発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子が望まれている。特に、赤色発光領域及び緑色発光領域に比べて、青色発光領域では、有機エレクトロルミネッセンス素子の発光効率が低いため、発光効率の向上が求められている。有機エレクトロルミネッセンス素子の更なる高効率化を実現するためには、新たな材料の開発が必要である。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】国際公開第95/009147号

【特許文献2】国際公開第2002/173488号

【特許文献3】国際公開第2007/214364号

【発明の概要】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、上述の問題を解決するものであって、発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子を提供することを目的とする。

【0008】

特に、本発明は、青色発光領域において、発光層又は発光層と陽極との間に配置される積層膜の一つの膜に用いる発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子を提供することを目的とする。

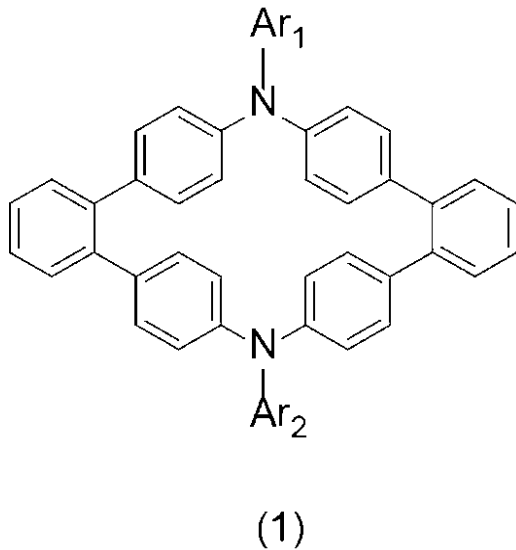
【課題を解決するための手段】

40

【0009】

本発明の一実施形態によると、下記一般式(1)で表される有機エレクトロルミネッセンス素子用材料が提供される。

【化 1】



10

式（１）中、 Ar_1 及び Ar_2 は、それぞれ独立に置換若しくは無置換のアリール基、又は置換若しくは無置換のヘテロアリール基である。

20

【００１０】

本発明の一実施形態に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、オルトターフェニルを介して三級アミンを連結しているため、アミン間の共役がなく、適切なHOMO準位を実現することができる。また、環状構造を有することにより、熱耐性が向上し、材料自身の分解を抑制することができる。さらに、エネルギーギャップが大きいため、燐光ホスト材料や燐光発光層の近接層に用いられる正孔輸送材料に用いることによって、高い発光効率を実現することができる。特に、青色領域での顕著な効果を得ることができる。

【００１１】

また、本発明の一実施形態によると、前記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を発光層と陽極との間に配置される積層膜の一つの膜中に含む有機エレクトロルミネッセンス素子が提供される。

30

【００１２】

本発明の一実施形態に係る有機エレクトロルミネッセンス素子は、発光層と陽極との間に配置される積層膜の一つの膜にオルトターフェニル骨格を有する環状ジアミン誘導体を用いることにより、エネルギーギャップが大きくなり、高い発光効率を実現することができる。特に、青色領域での顕著な効果を得ることができる。

【００１３】

また、本発明の一実施形態によると、前記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を発光層に含む有機エレクトロルミネッセンス素子が提供される。

【００１４】

本発明の一実施形態に係る有機エレクトロルミネッセンス素子は、発光層にオルトターフェニル骨格を有する環状ジアミン誘導体を用いることにより、エネルギーギャップが大きくなり、高い発光効率を実現することができる。特に、青色領域での顕著な効果を得ることができる。

40

【発明の効果】

【００１５】

本発明によると、発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子を提供することができる。特に、本発明によると、青色発光領域において、発光層又は発光層と陽極との間に配置される積層膜の一つの膜に用いる発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有

50

機エレクトロルミネッセンス素子を提供することができる。本発明は、オルトターフェニルを介して三級アミンを連結しているため、アミン間の共役がなく、適切なHOMO準位を実現することができる。また、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、環状構造を有することにより、熱耐性が向上し、材料自身の分解を抑制することができる。さらに、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、エネルギーギャップが大きいため、燐光ホスト材料や燐光発光層の近接層に用いられる正孔輸送材料に用いることによって、発光効率が高い有機エレクトロルミネッセンス素子を実現することができる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

10

【図1】本発明の一実施形態に係る有機エレクトロルミネッセンス素子100を示す模式図である。

【発明を実施するための形態】

【0017】

上述の問題を解決すべく鋭意検討した結果、本発明者らは、オルトターフェニル骨格を有する環状ジアミン誘導体を用いることにより、エネルギーギャップが大きくなり、有機エレクトロルミネッセンス素子の高発光効率化を実現することができることを見出した。

【0018】

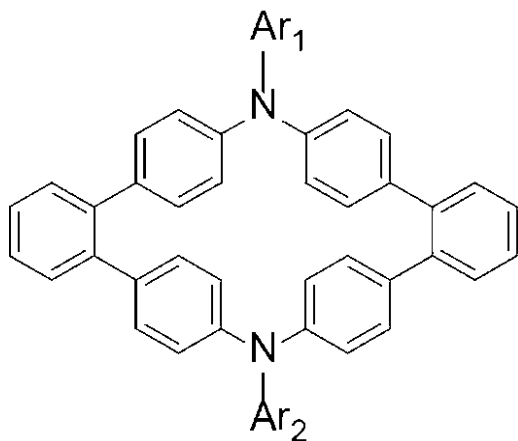
以下、図面を参照して本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子について説明する。但し、本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料及びそれを用いた有機エレクトロルミネッセンス素子は多くの異なる態様で実施することが可能であり、以下に示す実施の形態の記載内容に限定して解釈されるものではない。なお、本実施の形態で参照する図面において、同一部分又は同様な機能を有する部分には同一の符号を付し、その繰り返しの説明は省略する。

20

【0019】

本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、下記一般式(1)で示されるオルトターフェニルを介して2つの三級アミンを連結した環状ジアミン誘導体を含む。

【化2】



30

(1)

40

【0020】

式(1)中、 Ar_1 及び Ar_2 は、それぞれ独立に置換若しくは無置換のアリール基、又は置換若しくは無置換のヘテロアリール基である。したがって、 Ar_1 と Ar_2 は、同じであってもよく、異なってもよい。

【0021】

50

ここで、 Ar_1 及び Ar_2 に用いる置換若しくは無置換のアリール基としては、環形成炭素数6以上30以下の置換若しくは無置換のアリール基が好ましく、フェニル基、ナフチル基、アントラセニル基、フェナントリル基、ビフェニル基、ターフェニル基、クォーターフェニル基、キンクフェニル基、セキシフェニル基、フルオレニル基、トリフェニレン基、ビフェニレン基、ピレニル基、ベンゾフルオランテニル基、クリセニル基等を例示することができるが、これらに限定されるものではない。

【0022】

Ar_1 及び Ar_2 に用いるに用いる置換若しくは無置換のヘテロアリール基としては、環形成炭素数3以上30以下のヘテロアリール基が好ましく、ベンゾチアゾリル基、チオフェニル基、チエノチオフェニル基、ベンゾチオフェニル基、ベンゾフリル基、ジベンゾチオフェニル基、ジベンゾフリル基、N-アリールカルバゾリル基、N-ヘテロアリールカルバゾリル基、N-アルキルカルバゾリル基、フェノキサジル基、フェノチアジル基、ピリジル基、ピリミジル基、トリアジル基、キノリニル基、キノキサリル基等を例示することができるが、これらに限定されるものではない。

10

【0023】

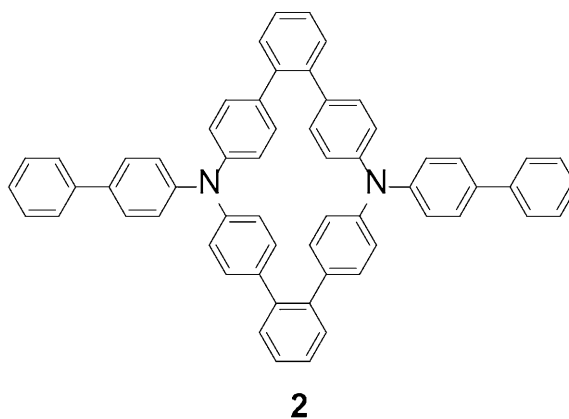
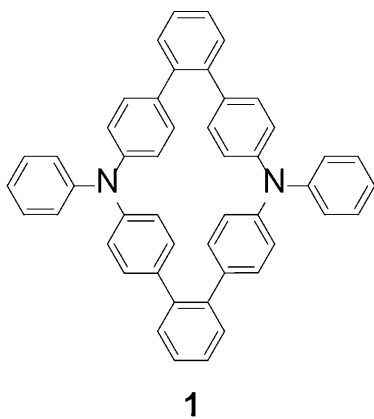
本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、オルトターフェニルを介して2つの三級アミンを連結しているため、アミン間の共役がなく、適切なHOMO準位を実現することができる。また、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、環状構造を有することにより、熱耐性が向上し、材料自身の分解を抑制することができる。さらに、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、エネルギーギャップが大きい

20

【0024】

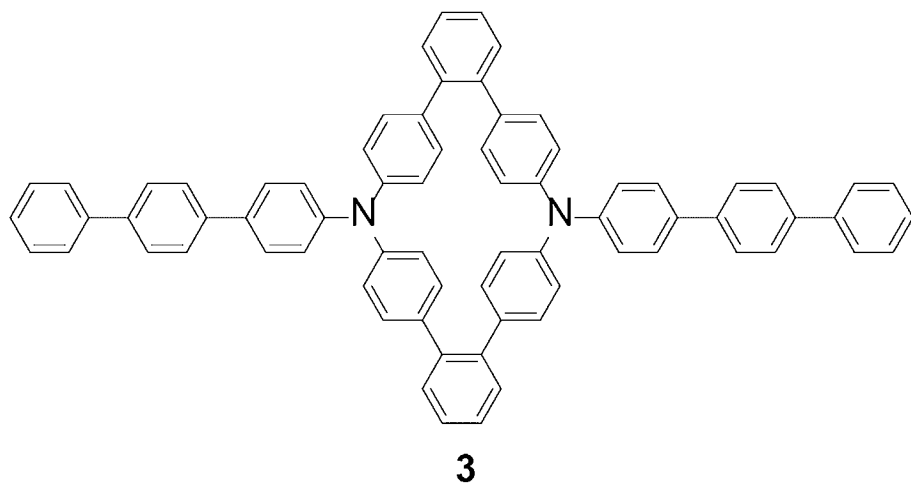
本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、一例として、以下の構造式により示された物質である。

【化3】

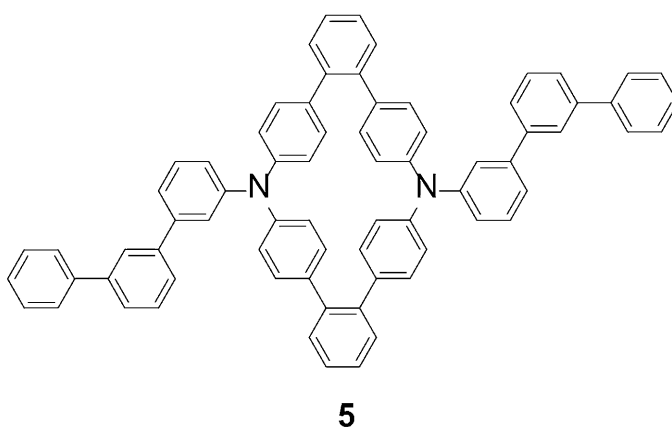
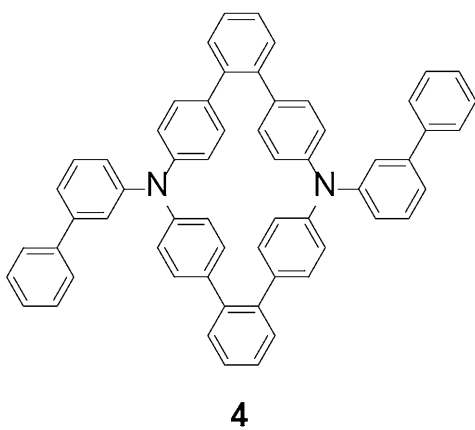


30

40



10



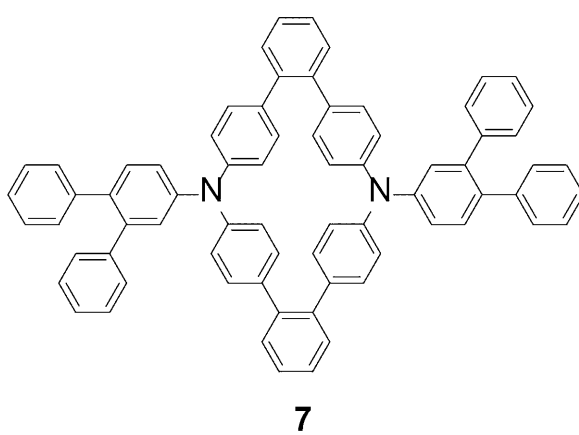
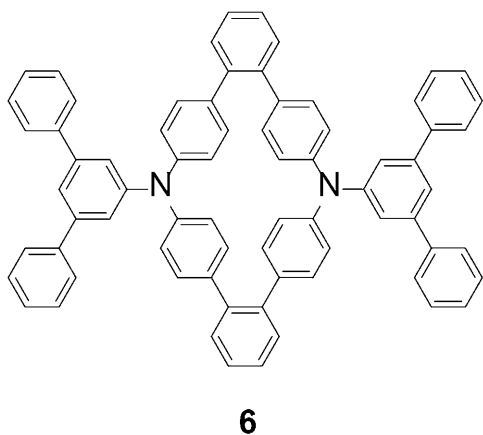
20

【0025】

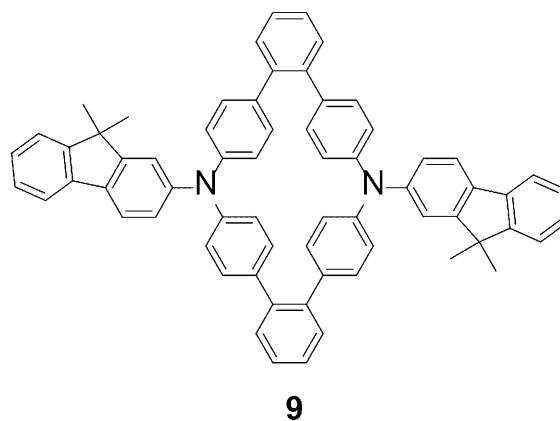
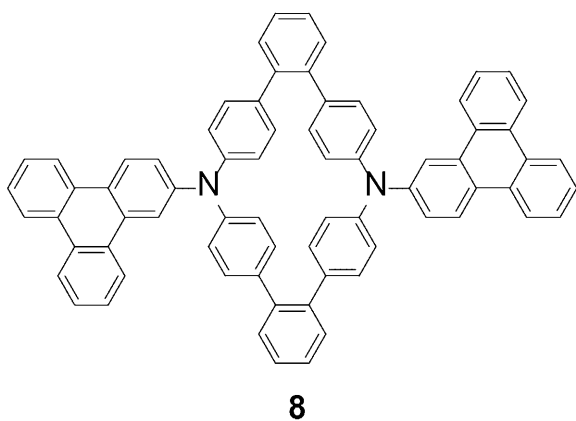
本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、一例として、以下の構造式により示された物質である。

30

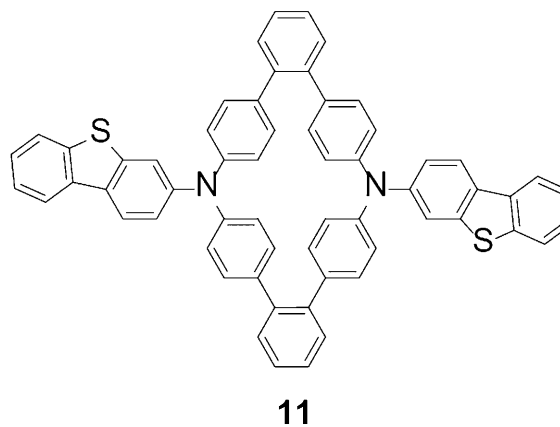
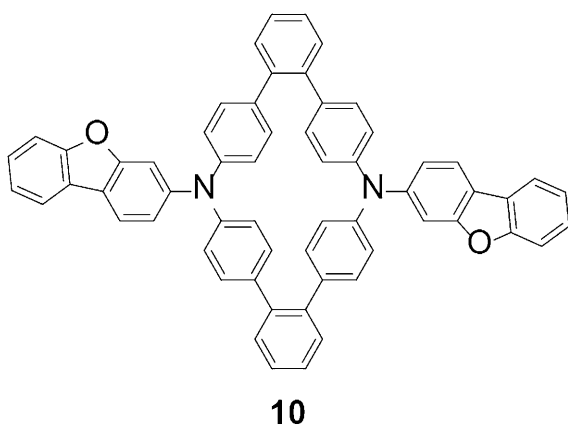
【化4】



40



10



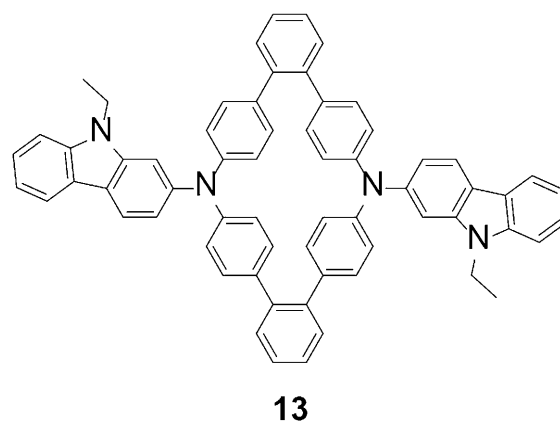
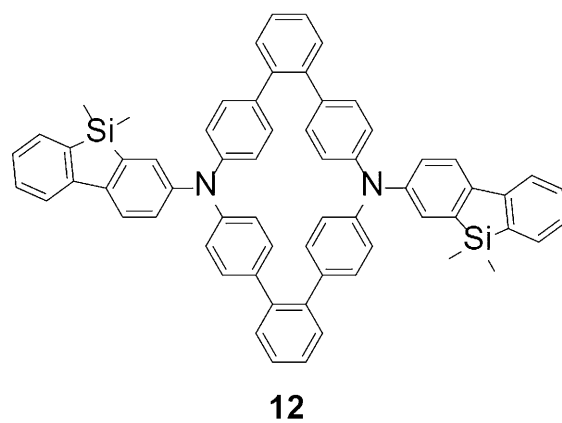
20

【0026】

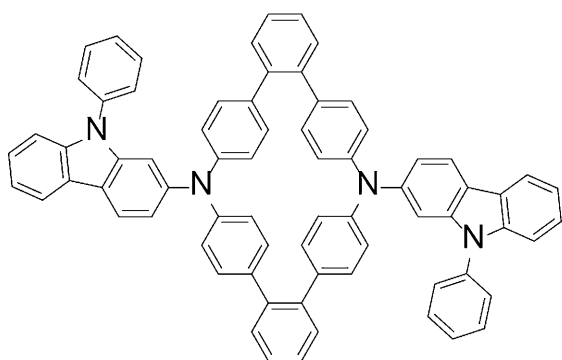
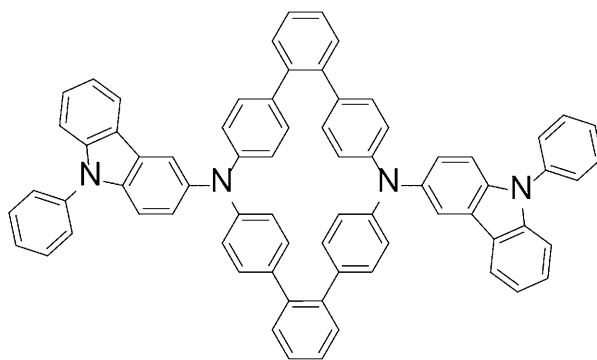
本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、一例として、以下の構造式により示された物質である。

30

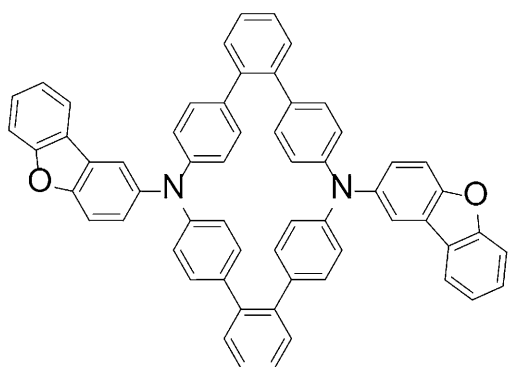
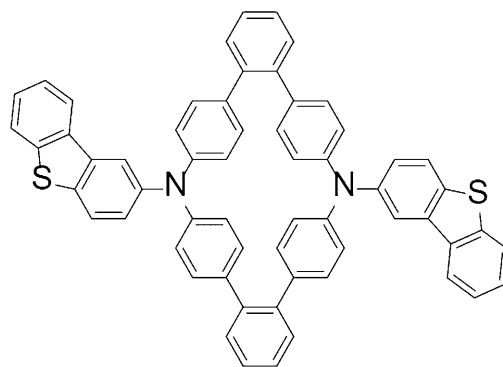
【化5】



40

**14****15**

10

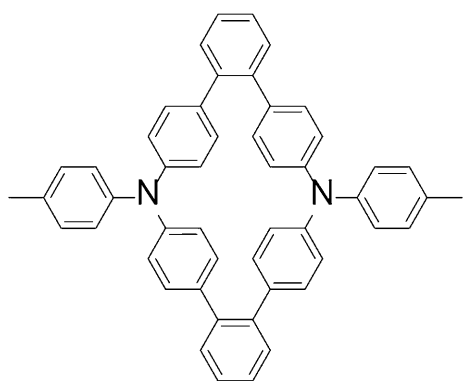
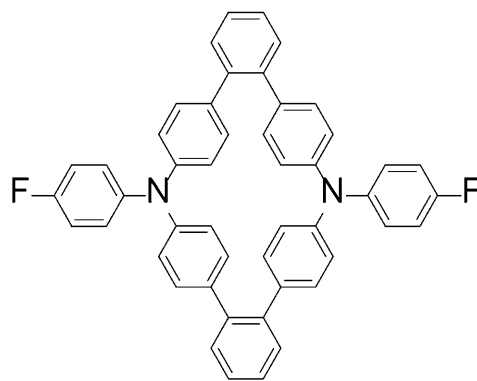
**16****17**

20

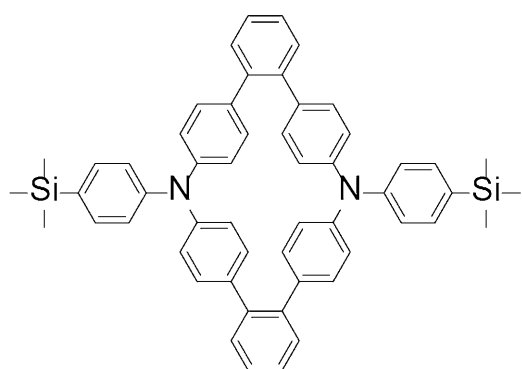
【 0 0 2 7 】

本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、一例として、以下の構造式により示された物質である。

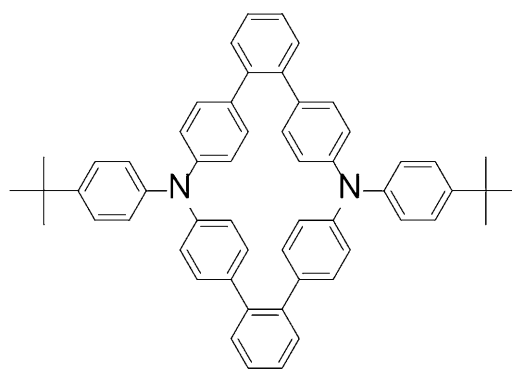
30

【化 6】**18****19**

40

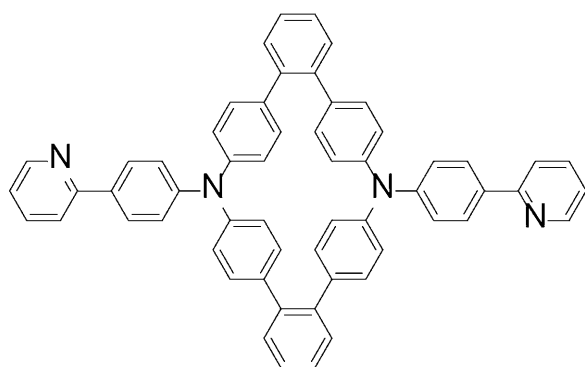


20

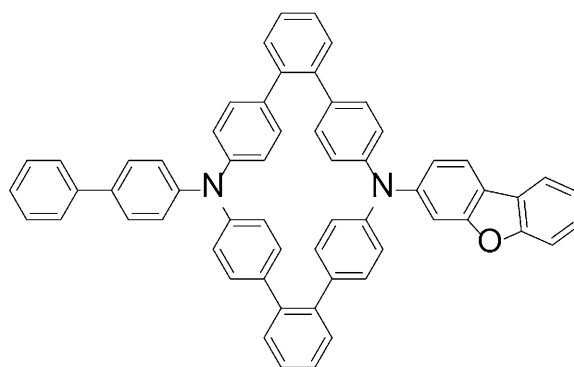


21

10



22



23

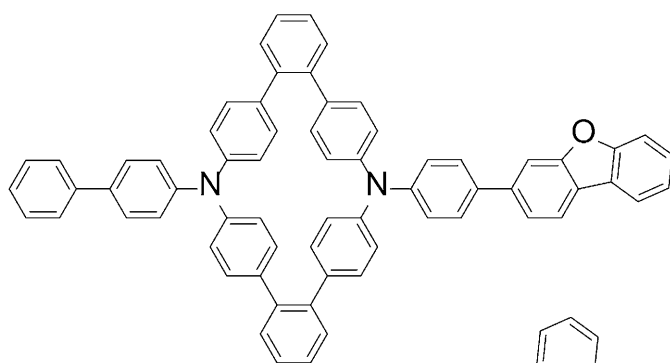
20

【0028】

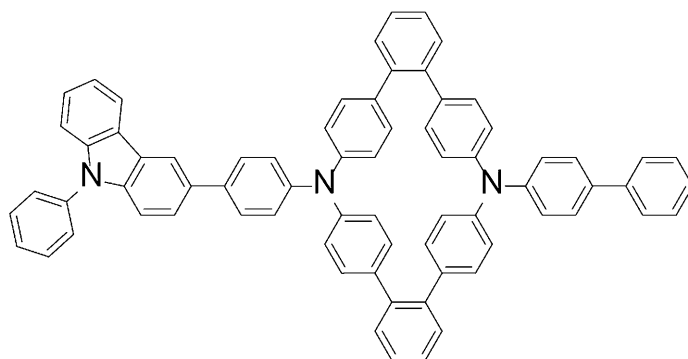
本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、一例として、以下の構造式により示された物質である。

30

【化7】



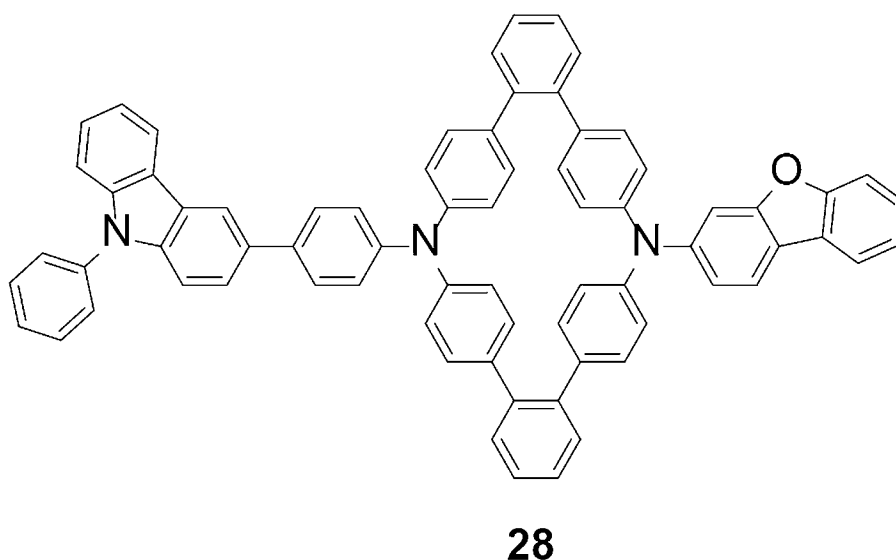
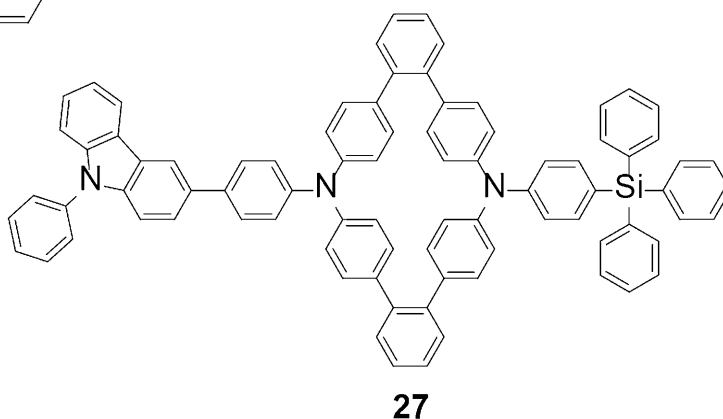
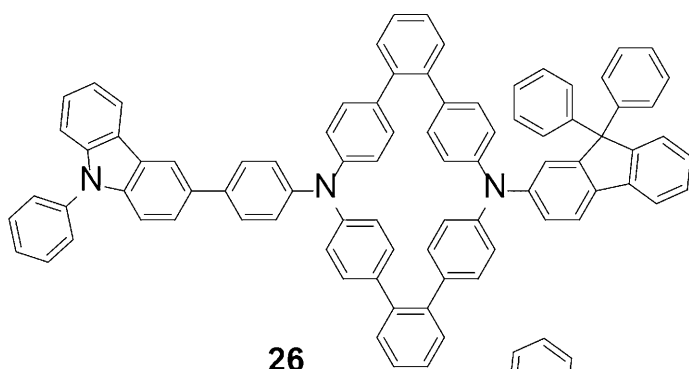
24



25

40

50



【0029】

本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、有機エレクトロルミネッセンス素子の発光層に好適に用いることができる。また、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、発光層と陽極との間に配置された積層膜の何れか一層に用いることができる。HOMO準位が低い本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を用いることにより、キャリア輸送性が向上するとともに、ジアミンであることで正孔移動度が向上し、有機エレクトロルミネッセンス素子の高効率化を実現することができる。なお、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は青色領域にも対応可能な広いエネルギーギャップを有しているため、緑色～赤色領域への適用も可能である。

【0030】

(有機エレクトロルミネッセンス素子)

本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を用いた有機エレクトロルミネッセンス素子について説明する。図1は、本発明の一実施形態に係る有機エレクトロルミネ

ッセンス素子 100 を示す模式図である。有機エレクトロルミネッセンス素子 100 は、例えば、基板 102、陽極 104、正孔注入層 106、正孔輸送層 108、発光層 110、電子輸送層 112、電子注入層 114 及び陰極 116 を備える。一実施形態において、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、有機エレクトロルミネッセンス素子の発光層に用いることができる。また、一実施形態において、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、発光層と陽極との間に配置された積層膜の何れか一層に用いることができる。

【0031】

例えば、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を正孔輸送層 108 に用いる場合について説明する。基板 102 は、例えば、透明ガラス基板や、シリコン等から成る半導体基板、樹脂等のフレキシブルな基板であってもよい。陽極 104 は、基板 102 上に配置され、酸化インジウムスズ (ITO) やインジウム亜鉛酸化物 (IZO) 等を用いて形成することができる。正孔注入層 106 は、陽極 104 上に配置され、例えば、4,4', 4''-Tris[2-naphthyl(phenyl)amino]triphenylamine (2-TNATA)、N,N,N',N'-Tetrakis(3-methylphenyl)-3,3'-dimethylbenzidine (HMTDP) 等を含む。正孔輸送層 108 は、正孔注入層 106 上に配置され、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を用いて形成される。発光層 110 は、正孔輸送層 108 上に配置され、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を用いて形成される。また、例えば、9,10-Di(2-naphthyl)anthracene (ADN) を含むホスト材料に 2,5,8,11-Tetra-t-butylperylene (TBP) をドーピングして形成することもできる。電子輸送層 112 は、発光層 110 上に配置され、例えば、Tris(8-hydroxyquinolino)aluminium (Alq3) を含む材料により形成される。電子注入層 114 は、電子輸送層 112 上に配置され、例えば、フッ化リチウム (LiF) を含む材料により形成される。陰極 116 は、電子注入層 114 上に配置され、Al 等の金属や酸化インジウムスズ (ITO) やインジウム亜鉛酸化物 (IZO) 等の透明材料により形成される。上記薄膜は、真空蒸着、スパッタ、各種塗布など材料に応じた適切な成膜方法を選択することにより、形成することができる。

【0032】

本実施形態に係る有機エレクトロルミネッセンス素子 100 においては、上述した本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を用いることにより、高発光効率化を実現可能な正孔輸送層が形成される。なお、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、TFT を用いたアクティブマトリクス有機 EL 発光装置にも適用することができる。

【0033】

また、本実施形態に係る有機エレクトロルミネッセンス素子 100 においては、上述した本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を発光層、又は発光層と陽極との間に配置された積層膜の何れか一層に用いることにより、有機エレクトロルミネッセンス素子の高発光効率化を実現することができる。

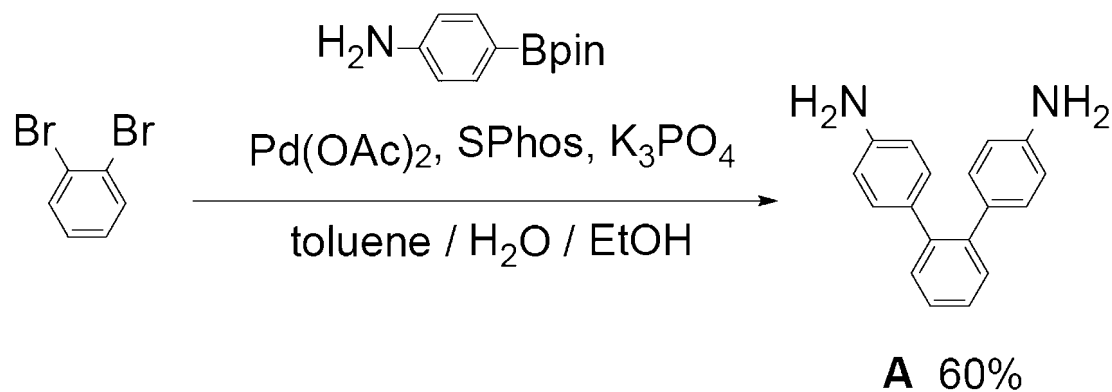
【実施例】

【0034】

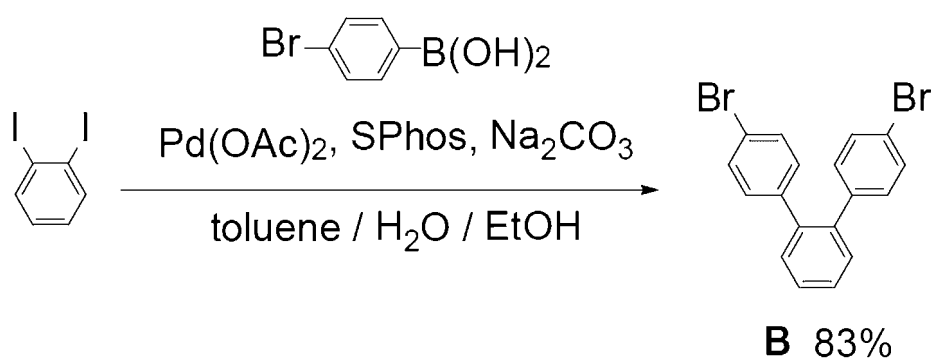
(製造方法)

上述した本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、例えば、以下のよう合成することができる。

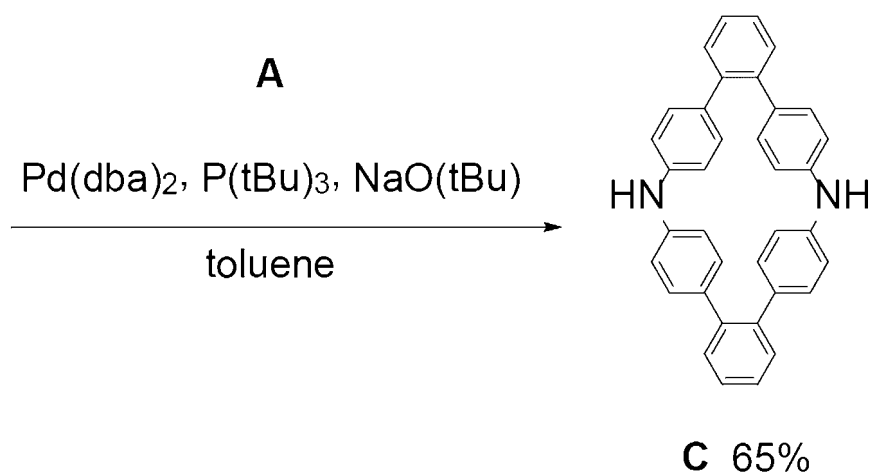
【化 8】



10



20



30

40

【0035】

(化合物 A の合成)

アルゴン雰囲気下、1 L の三つ口フラスコに、1, 2-ジブロモベンゼン 10.0 g、4-(4, 4, 5, 5-テトラメチル-1, 3, 2-ジオキサボロラン-2-イル) アニリン 18.6 g、酢酸パラジウム 0.95 g、2-ジシクロヘキシルホスフィノー 2', 6'-ジメトキシビフェニル 3.48 g、リン酸三カリウム 36.0 g を 400 mL のトルエン/水/エタノール (10:1:1) 混合溶媒中、100℃で24時間攪拌した。水を加えて有機層を分取し溶媒留去した。得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン) で精製し、白色固体の化合物 A を 6.62 g (収率 60

50

%) 得た。F A B-M S 測定により測定された目的物の分子量は 260 であり、化学式は $C_{18}H_{16}N_2$ と推定され、目的物が化合物 A であることが確認された。

【0036】

(化合物 B の合成)

アルゴン雰囲気下、1 L の三つ口フラスコに、1, 2-ジヨードベンゼン 10.0 g、4-ブロモフェニルボロン酸 12.2 g、酢酸パラジウム 0.68 g、2-ジシクロヘキシルホスフィノ-2', 6'-ジメトキシビフェニル 2.49 g、炭酸ナトリウム 12.9 g を 400 mL のトルエン/水/エタノール (10:1:1) 混合溶媒中、100℃ で 24 時間撹拌した。水を加えて有機層を分取し溶媒留去した。得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (トルエン/ヘキサン) で精製し、白色固体の化合物 B を 9.76 g (収率 83%) 得た。F A B-M S 測定により測定された目的物の分子量は 387 であり、化学式は $C_{18}H_{12}Br_2$ と推定され、目的物が化合物 B であることが確認された。

【0037】

(化合物 C の合成)

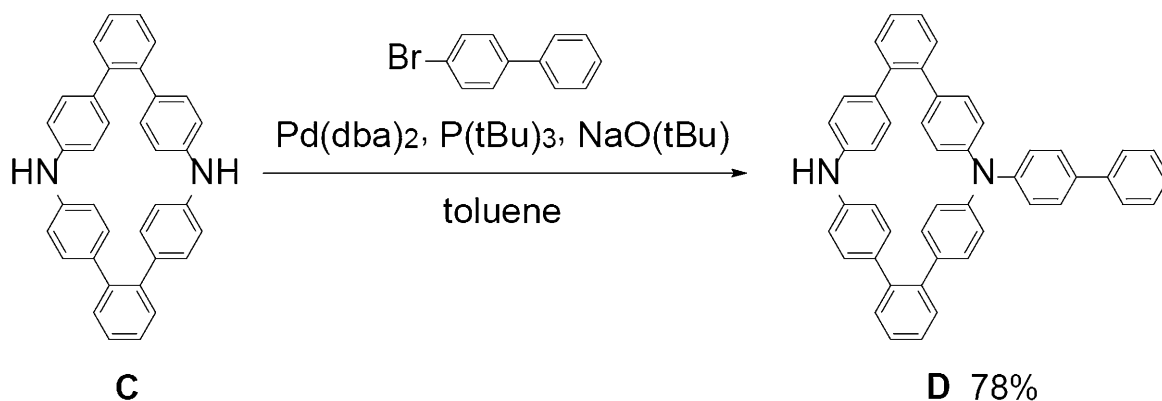
アルゴン雰囲気下、500 mL の三つ口フラスコに、化合物 A 5.00 g と化合物 B 7.45 g、ビス (ジベンジリデンアセトン) パラジウム (0) 0.55 g、トリ-tert-ブチルホスフィン 0.77 g、ナトリウム tert-ブトキシド 2.77 g を加えて、200 mL のトルエン溶媒中で 8 時間加熱還流した。空冷後、水を加えて有機層を分取し溶媒留去した。得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (トルエン) で精製し、白色固体の化合物 C を 6.07 g (収率 65%) 得た。F A B-M S 測定により測定された目的物の分子量は 486 であり、化学式は $C_{36}H_{26}N_2$ と推定され、目的物が化合物 C であることが確認された。

【0038】

(化合物 D の合成)

得られた化合物 C を出発材料として、化合物 D を合成した。

【化 9】



【0039】

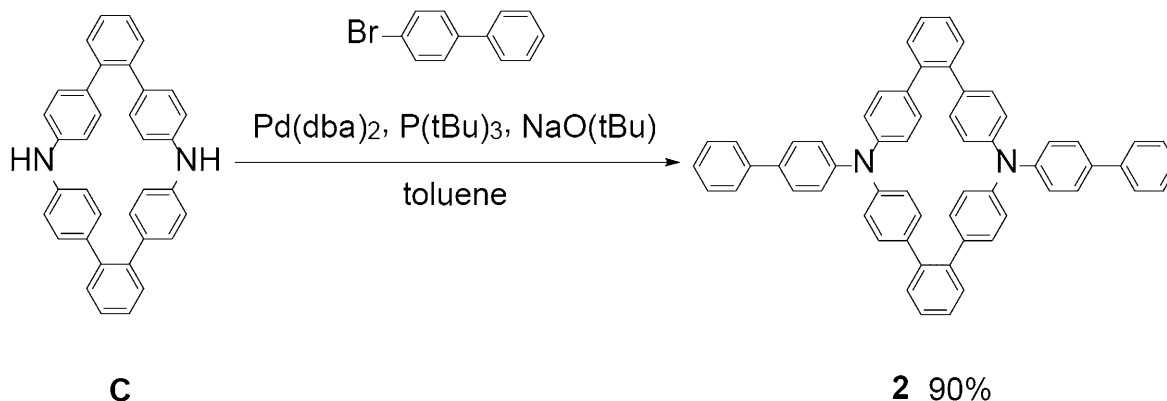
アルゴン雰囲気下、200 mL の三つ口フラスコに、化合物 C 2.00 g、4-ブロモビフェニル 0.96 g、ビス (ジベンジリデンアセトン) パラジウム (0) 0.12 g、トリ-tert-ブチルホスフィン 0.17 g、ナトリウム tert-ブトキシド 0.59 g を加え、40 mL のトルエン溶媒中で 4 時間加熱還流した。空冷後、水を加えて有機層を分取し溶媒留去した。得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (トルエン/ヘキサン) で精製し、白色固体の化合物 D を 2.05 g (収率 78%) 得た。F A B-M S 測定により測定された目的物の分子量は 638 であり、化学式は $C_{48}H_{34}N_2$ と推定され、目的物が化合物 D であることが確認された。

【0040】

(化合物2の合成)

化合物Cを出発材料として、化合物2を合成した。

【化10】



10

【0041】

アルゴン雰囲気下、100 mLの三つ口フラスコに、化合物C 1.00 g、4-ブロモビフェニル 0.96 g、ビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウム(0) 0.06 g、トリ-tert-ブチルホスフィン 0.16 g、ナトリウムtert-ブトキシド 0.30 gを加えて、30 mLのトルエン溶媒中で6時間加熱還流した。空冷後、水を加えて有機層を分取し溶媒留去した。得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィ(トルエン/ヘキサン)で精製し、白色固体の化合物2を1.46 g(収率90%)得た。

20

【0042】

^1H NMR(300 MHz, DMSO- d_6)測定で測定された目的物のケミカルシフト値は、7.75–7.34(m, 18H), 7.23(d, J =8.3 Hz, 4H), 7.02(d, J =8.2 Hz, 8H), 6.75(d, J =8.3 Hz, 4H), 6.64(d, J =8.2 Hz, 8H)であった。また、FAB-MS測定により測定された目的物の分子量は790であり、化学式は $\text{C}_{60}\text{H}_{42}\text{N}_2$ と推定され、目的物が化合物2であることが確認された。

30

【0043】

(化合物10の合成)

化合物2と同様に、化合物Cを出発材料として、化合物10を合成した。4-ブロモビフェニルの代わりに3-ブロモジベンゾフランを用いることで、化合物10を合成した。FAB-MS測定により測定された目的物の分子量は818であり、化学式は $\text{C}_{60}\text{H}_{38}\text{N}_2\text{O}_2$ と推定され、目的物が化合物10であることが確認された。

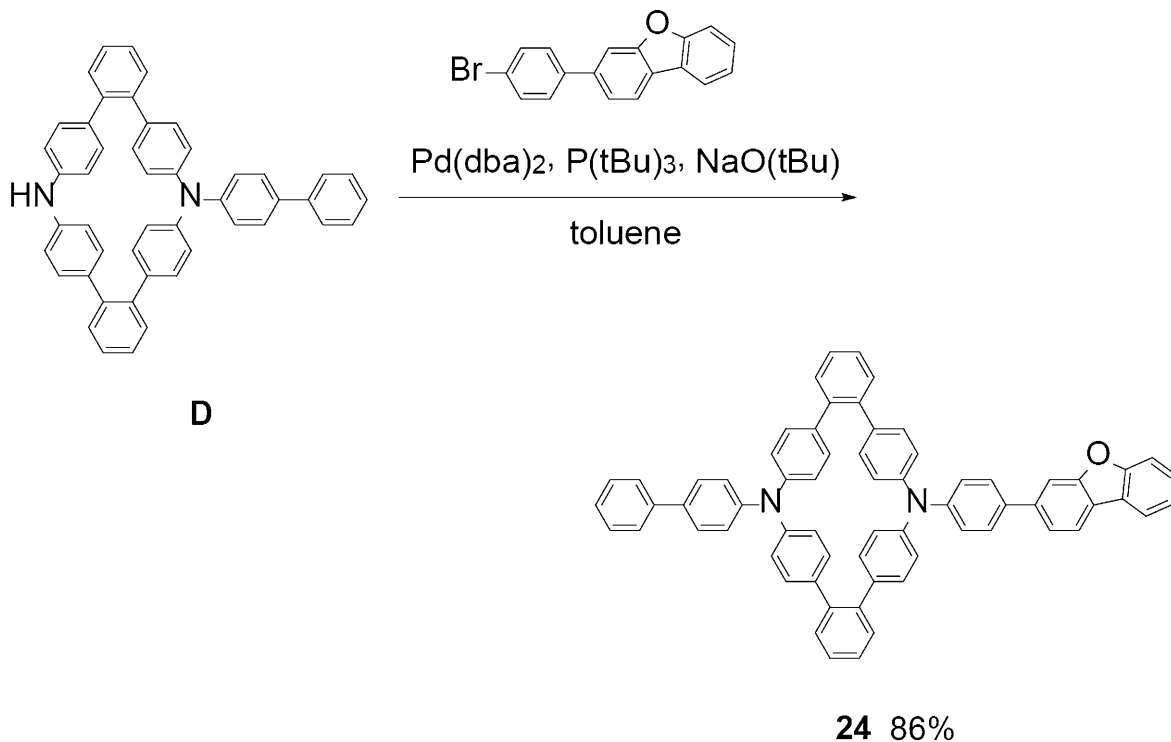
【0044】

(化合物24の合成)

化合物Dを出発材料として、化合物24を合成した。

40

【化 1 1】



10

20

【0045】

アルゴン雰囲気下、100 mL の三口フラスコに、化合物 D 1.00 g、3-(4-ブロモフェニル)ジベンゾフラン 0.51 g、ビス(ジベンジリデンアセトン)パラジウム(0) 0.05 g、トリ-tert-ブチルホスフィン 0.06 g、ナトリウム tert-ブトキシド 0.23 g を加えて、30 mL のトルエン溶媒中で6時間加熱還流した。空冷後、水を加えて有機層を分取し溶媒留去した。得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィ(トルエン/ヘキサン)で精製し、白色固体の化合物 24 を 1.19 g (収率 86%) 得た。FAB-MS 測定により測定された目的物の分子量は 880 であり、化学式は $C_{66}H_{44}N_2O$ と推定され、目的物が化合物 24 であることが確認された。

30

【0046】

(化合物 25 の合成)

化合物 24 と同様に、化合物 D を出発材料として、化合物 25 を合成した。3-(4-ブロモフェニル)ジベンゾフランの代わりに 2-(4-ブロモフェニル)-9-フェニルカルバゾールを用いることで、化合物 25 を合成した。FAB-MS 測定により測定された目的物の分子量は 955 であり、化学式は $C_{72}H_{49}N_3$ と推定され、目的物が化合物 25 であることが確認された。

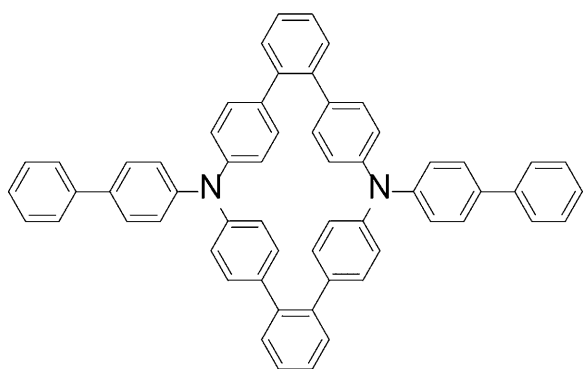
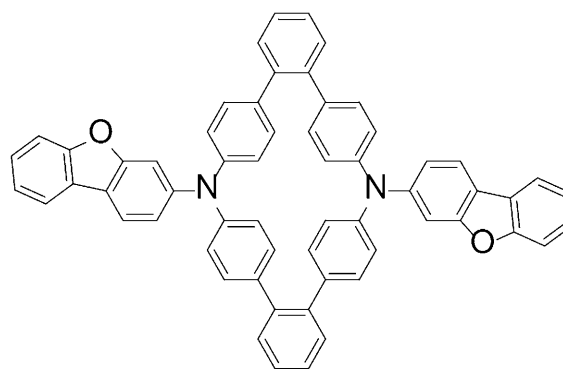
40

【0047】

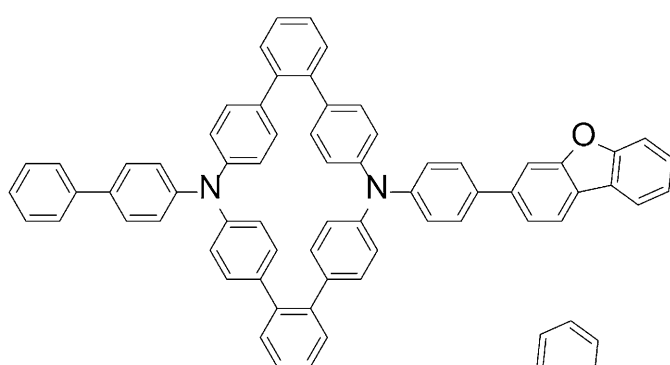
(HOMO 準位の測定)

上述した実施例化合物 2、10、24 及び 25、及び比較例化合物 C1 及び C2 について、HOMO 準位を測定した。

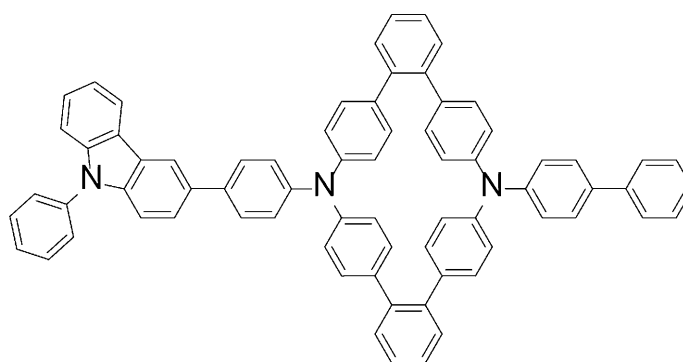
【化 1 2】

**2****10**

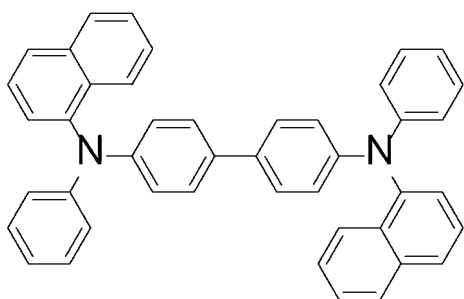
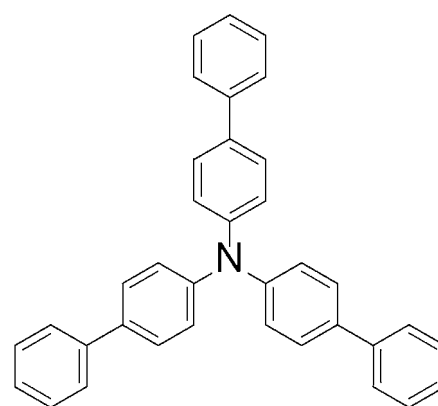
10

**24**

20

**25**

30

**C1****C2**

40

【 0 0 4 8】

50

HOMO準位の測定は、大気中光電子分光装置AC-3（理研計器株式会社製）を用いて行った。HOMO準位の測定結果を表1に示す。

【表1】

化合物	HOMO
	(eV)
実施例化合物2	-5.82
実施例化合物10	-5.76
実施例化合物24	-5.80
実施例化合物25	-5.74
比較例化合物C1	-5.54
比較例化合物C2	-5.75

10

20

【0049】

上述した実施例化合物2、10、24及び25を正孔輸送材料として用いて、上述した製造方法により、実施例1～5の有機エレクトロルミネッセンス素子を形成した。また、比較例化合物C1及びC2を用いて、比較例1及び2の有機エレクトロルミネッセンス素子を形成した。

30

【0050】

本実施例においては、基板102には透明ガラス基板を用い、150nmの膜厚のITOで陽極104を形成し、60nmの膜厚の2-TNATAで正孔注入層106を形成し、実施例及び比較例の化合物を用いて30nmの膜厚の正孔輸送層108を形成し、ADNにTBPを3%ドープした25nmの膜厚の発光層110を形成し、25nmの膜厚のAlq3で電子輸送層112を形成し、1nmの膜厚のLiFで電子注入層114を形成し、100nmの膜厚のAlで陰極116を形成した。

【0051】

作成した有機エレクトロルミネッセンス素子について、電圧及び発光効率を評価した。なお、作製した有機EL素子の発光特性の評価には、浜松ホトニクス製C9920-11輝度配向特性測定装置を用い、電流密度を10 mA/cm²として評価した。

40

【表 2】

素子作成例	HTL	電流密度	電圧	発光効率
		(mA/cm ²)	(V)	(cd/A)
実施例1	実施例化合物2	10	7.4	7.0
実施例2	実施例化合物10	10	7.3	7.3
実施例3	実施例化合物24	10	7.1	7.5
実施例4	実施例化合物25	10	7.2	7.1
比較例1	比較例化合物C1	10	8.1	5.3
比較例2	比較例化合物C2	10	7.5	5.2

10

【0052】

表2の結果から、実施例1～4は比較例1に比して低電圧化、高発光効率化することが明らかとなった。これは、表1に示したように、実施例1～4は比較例1に比してHOMO準位が低いため、キャリア輸送性が向上したためであると考えられる。また、実施例1～4は比較例2に比して高発光効率化した。これは、ジアミンを有することにより、正孔移動度が向上したためであると考えられる。

20

【0053】

以上のように青色領域において、本発明に係る有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、有機エレクトロルミネッセンス素子の高効発光率化を達成することができることが明らかとなった。本発明における有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は青色領域にも対応可能な広いエネルギーギャップを有しているため、緑色～赤色領域への適用も可能である。

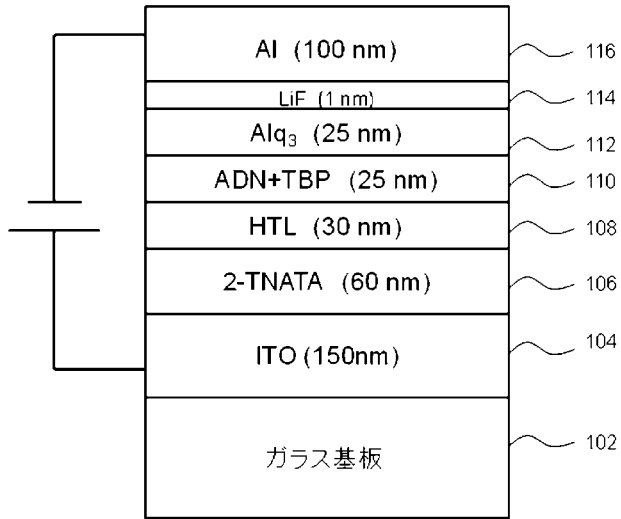
30

【符号の説明】

【0054】

100 有機EL素子、102 基板、104 陽極、106 正孔注入層、108 正孔輸送層、110 発光層、112 電子輸送層、114 電子注入層、116 陰極

【図 1】



100

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

C 0 7 D 245/04 (2006.01)

F I

C 0 7 D 403/10

C 0 7 D 245/04

テーマコード (参考)

专利名称(译)	用于有机电致发光器件的材料和使用其的有机电致发光器件		
公开(公告)号	JP2016076519A	公开(公告)日	2016-05-12
申请号	JP2014204209	申请日	2014-10-02
[标]申请(专利权)人(译)	三星显示有限公司		
申请(专利权)人(译)	三星显示器的股票会社		
[标]发明人	坂本直也		
发明人	坂本 直也		
IPC分类号	H01L51/50 C09K11/06 C07D405/14 C07D405/10 C07D403/10 C07D245/04		
CPC分类号	H01L51/0061 C07D245/04 C07D401/14 C07D403/04 C07D403/14 C07D405/04 C07D405/14 C07D409/14 C07F7/0812 C07F7/0816 H01L51/0059 H01L51/0072 H01L51/0073 H01L51/0081 H01L51/0094 H01L51/5056		
FI分类号	H05B33/22.D H05B33/14.B C09K11/06.690 C07D405/14 C07D405/10 C07D403/10 C07D245/04		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC04 3K107/CC06 3K107/DD59 3K107/DD68 3K107/DD71 3K107/DD78 4C063/AA01 4C063/AA03 4C063/BB02 4C063/BB06 4C063/CC39 4C063/CC76 4C063/DD08 4C063/DD39 4C063/EE10		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)	(21) 出願番号 (22) 出願日	特願2014-204209 (P2014-204209) 平成26年10月2日 (2014.10.2)	(71) 出願人 512187343 三星ディスプレイ株式会社 Samsung Display Co., Ltd. 大韓民国京畿道龍仁市器興区三星路1 (74) 代理人 110000408 特許業務法人高橋・林アンドパートナーズ (72) 発明者 坂本 直也 神奈川県横浜市鶴見区香沢町2-7 株式会社サムスン日本研究所内 Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 CC04 CC06 DD59 DD68 DD71 DD78 4C063 AA01 AA03 BB02 BB06 CC39 CC76 DD08 DD39 EE10
-------	-----------------------	--	---