

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2011-503894

(P2011-503894A)

(43) 公表日 平成23年1月27日(2011.1.27)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
H01L 51/50	(2006.01)	H05B 33/14	B	3K107
C09K 11/06	(2006.01)	C09K 11/06	610	4H006
C07C 15/27	(2006.01)	C07C 15/27		

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 41 頁)

(21) 出願番号	特願2010-533948 (P2010-533948)	(71) 出願人	508223435 グラセル・ディスプレイ・インコーポレー テッド 大韓民国, ソウル・133-833, ソン ドン・グァ, ソンスー・2ガー・3ドン・2 84-25, サムヤン・テクノ・タウン・ フィフス・フロア
(86) (22) 出願日	平成19年11月19日(2007.11.19)	(74) 代理人	110000589 特許業務法人センダ国際特許事務所
(85) 翻訳文提出日	平成22年6月25日(2010.6.25)	(72) 発明者	キム, ソン・ミン 大韓民国, ソウル・157-886, カン ソー・グァ, ファゴク・8・ドン, サーレム ・ハウス・102
(86) 国際出願番号	PCT/KR2007/005804		
(87) 国際公開番号	W02009/066803		
(87) 国際公開日	平成21年5月28日(2009.5.28)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高効率の有機電界発光化合物およびこれを使用しているディスプレイ素子

(57) 【要約】

本発明はフルオレニル基を含む有機電界発光化合物、およびこれを使用するディスプレイ素子、より具体的には有機電界発光化合物に関する。本発明の有機電界発光化合物は、従来のホスト物質と比較してアップグレードされた優れたEL特性によって特徴づけられる。

【代表図】なし

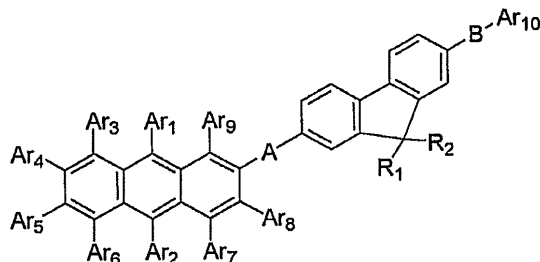
【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記式 1 で表される有機電界発光化合物：

【化 1】

式1



10

(式中、A および B は互いに独立に化学結合または $C_6 - C_{30}$ アリーレンであり；

Ar_1 および Ar_2 は互いに独立に $C_6 - C_{30}$ アリールであり；

$Ar_3 \sim Ar_9$ は互いに独立に H、 $C_1 - C_{20}$ の直鎖もしくは分岐鎖のアルキルもしくはアルコキシ、 $C_6 - C_{30}$ のアリールもしくはヘテロアリール、またはハロゲンであり；

R_1 および R_2 は互いに独立に H、 $C_1 - C_{20}$ の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、または $C_6 - C_{30}$ アリールであり、 R_1 と R_2 とがアルキレンもしくは縮合環アルキレンによってスピロ環を形成することができ；

Ar_{10} は H、 $C_1 - C_{20}$ の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、 $C_6 - C_{30}$ アリール、またはハロゲンであり；

20

前記アリーレン、アリール、ヘテロアリール、アルキルおよびアルコキシには、 $C_1 - C_{20}$ の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、ジアリールアミノまたはハロゲンが置換してよい。

【請求項 2】

Ar_{10} が、 $C_1 - C_{20}$ の直鎖または分岐鎖アルキル、フェニル、ナフチル、フルオレニル、ジアリールアミノおよびハロゲンからなる群から選択される 1 種以上の基の置換を有するもしくは有しない、フェニル、ナフチル、アントリル、またはフルオレニルである、請求項 1 に記載の有機電界発光化合物。

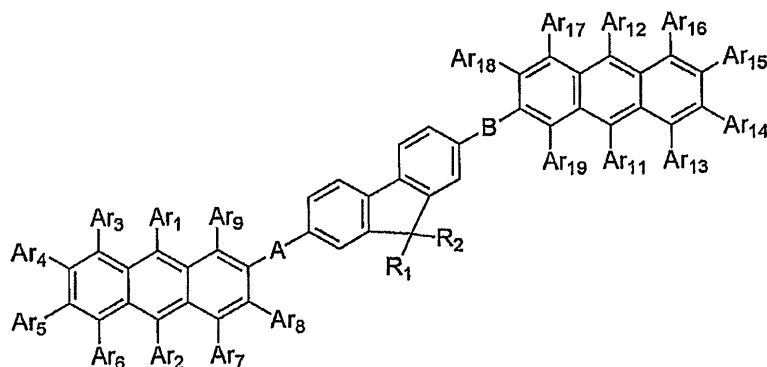
【請求項 3】

30

下記式 2 で表される、請求項 1 に記載の有機電界発光化合物：

【化 2】

式2



40

(式中、 $Ar_1 \sim Ar_9$ は式 1 において定義されるのと同じであり；

Ar_{10} および Ar_{11} は互いに独立に $C_6 - C_{30}$ アリールであり；

$Ar_{12} \sim Ar_{19}$ は互いに独立に H、 $C_1 - C_{20}$ の直鎖もしくは分岐鎖のアルキルもしくはアルコキシ、 $C_6 - C_{30}$ のアリールもしくはヘテロアリール、またはハロゲンであり；

前記アリール、ヘテロアリールおよびアルキルには、 $C_1 - C_{20}$ の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、アリール、ジアリールアミノまたはハロゲンが置換してよい。

【請求項 4】

50

R_1 および R_2 が互いに独立に、水素、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、ペンチル、ヘキシル、エチルヘキシル、ヘプチル、オクチル、イソオクチル、ノニル、デシル、ドデシル、ヘキサデシル、シクロペンチル、シクロヘキシル、フェニル、トリル、ピフェニル、ベンジル、ナフチル、アントリル、およびフルオレニルからなる群から選択される、請求項 1 に記載の有機電界発光化合物。

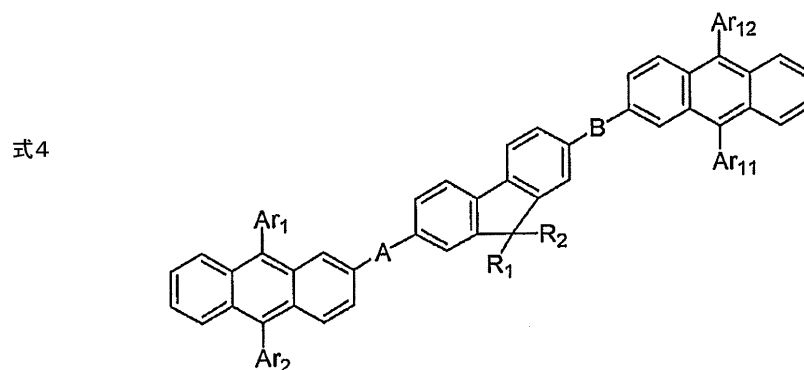
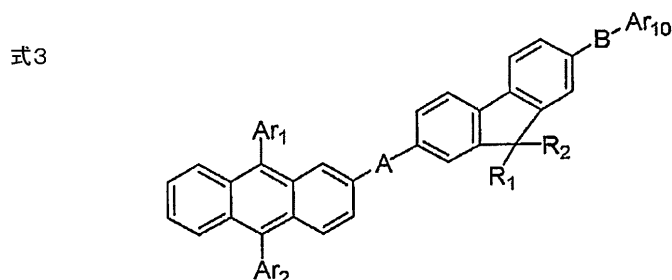
【請求項 5】

Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_{11} および Ar_{12} が、互いに独立に、フェニル、トリル、ピフェニル、ベンジル、ナフチル、アントリル、およびフルオレニルからなる群から選択される、請求項 3 に記載の有機電界発光化合物。

【請求項 6】

下記式 3 または式 4 のいずれかで表される、請求項 1 に記載の有機電界発光化合物：

【化 3】



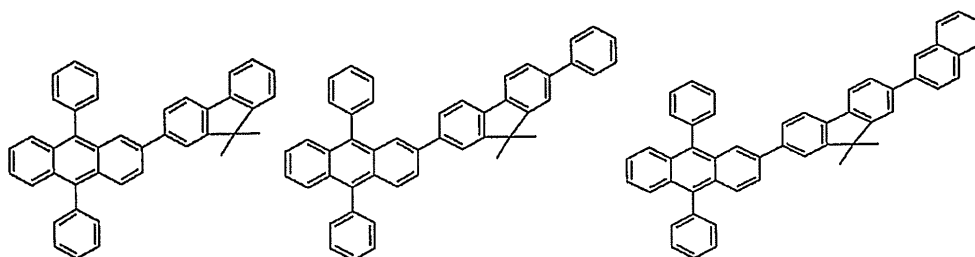
(式 3 および式 4 において、A および B は互いに独立に化学結合、または 1, 4 - フェニレン、1, 3 - フェニレン、1, 4 - ナフチレン、1, 5 - ナフチレンもしくは 2, 6 - ナフチレンであり；

Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_{11} および Ar_{12} は互いに独立にフェニル、4 - トリル、3 - トリル、2 - トリル、2 - ピフェニル、3 - ピフェニル、4 - ピフェニル、(3, 5 - ジフェニル)フェニル、9, 9 - ジメチル - フルオレン - 2 - イル、9, 9 - ジフェニル - フルオレン - 2 - イル、(9, 9 - (4 - メチルフェニル) - フルオレン - 2 - イル、1 - ナフチル、2 - ナフチル、1 - アントリル、2 - アントリル、3 - アントリルおよび 2 - スピロフルオレニルからなる群から選択される)。

【請求項 7】

下記式で表される化合物から選択される、請求項 6 に記載の有機電界発光化合物：

【化 4】



10

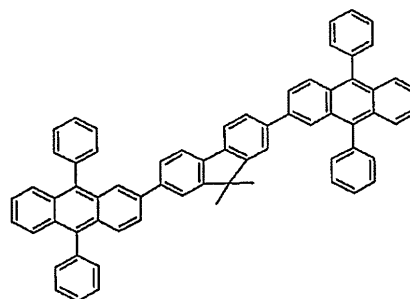
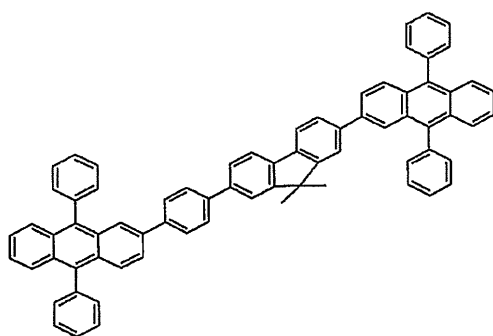
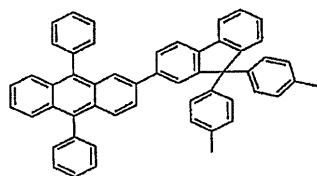
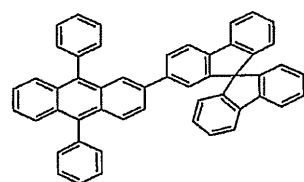
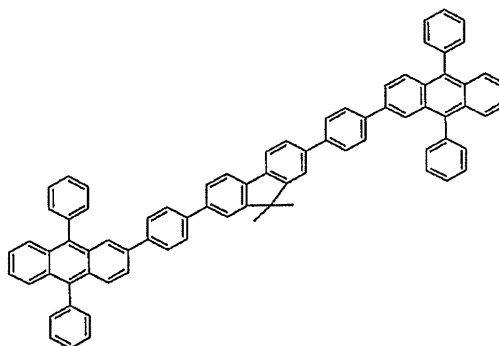
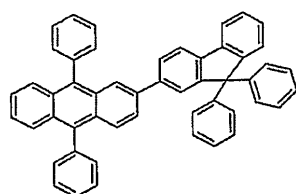
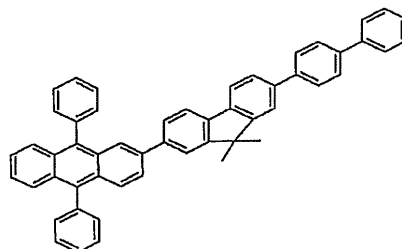
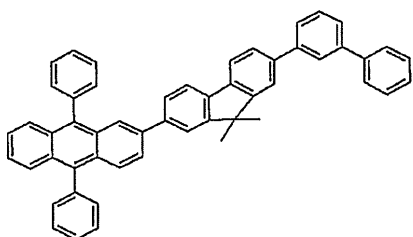
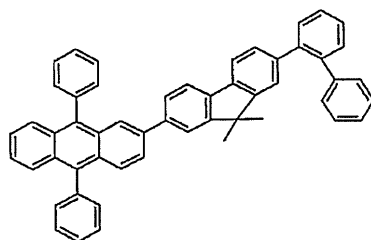
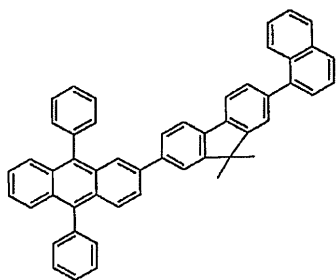
20

30

40

50

【化 5】



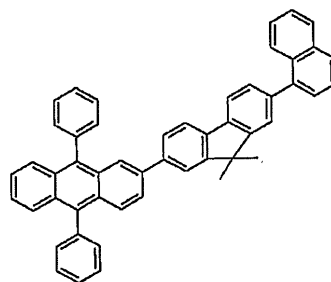
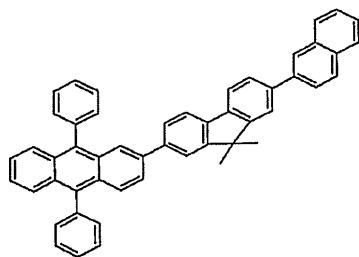
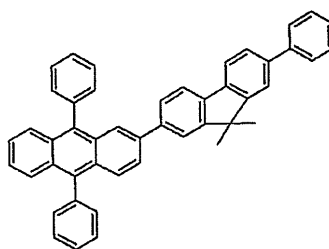
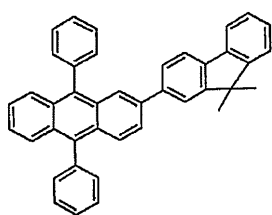
10

20

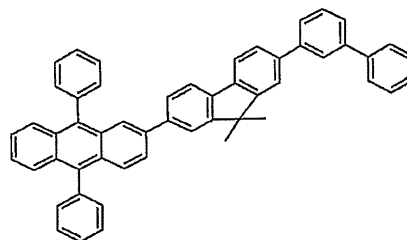
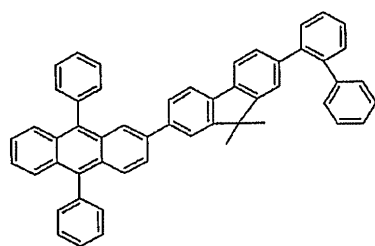
30

40

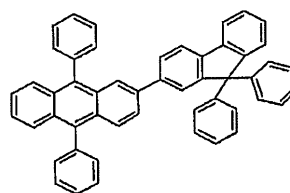
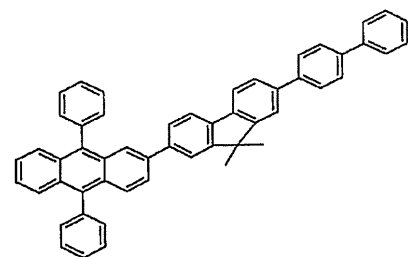
【化 6】



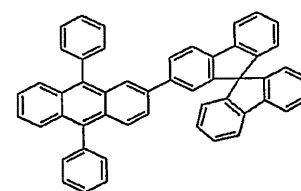
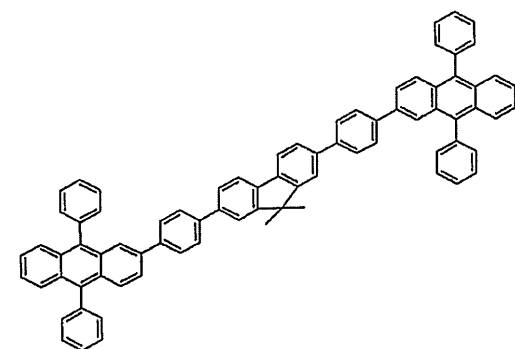
10



20

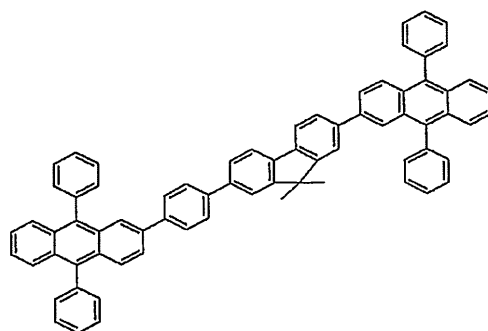
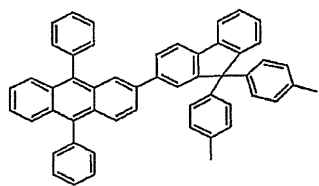


30

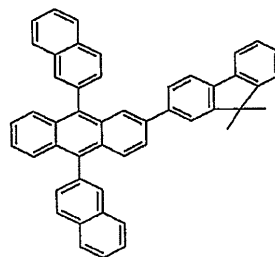
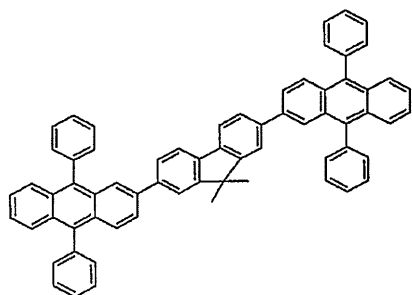


40

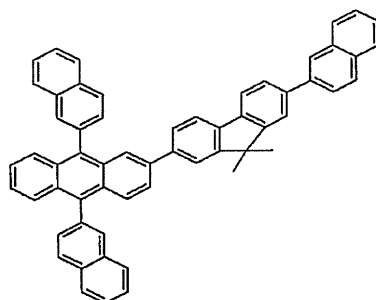
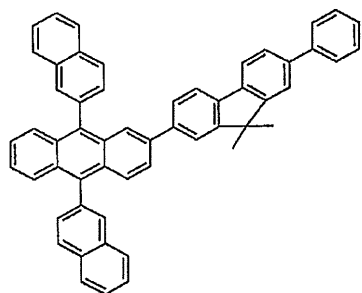
【化 7】



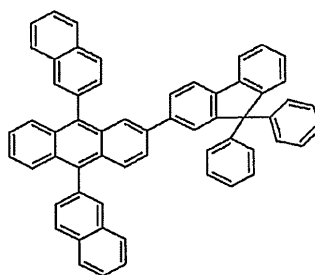
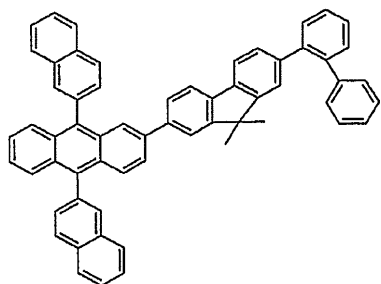
10



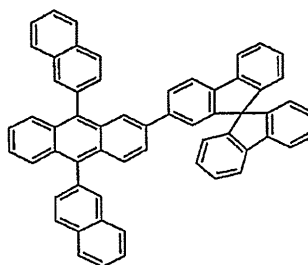
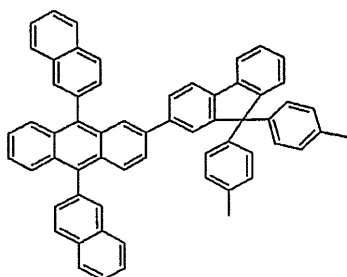
20



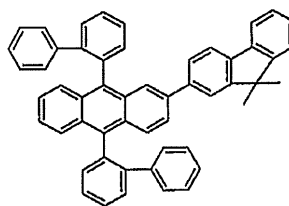
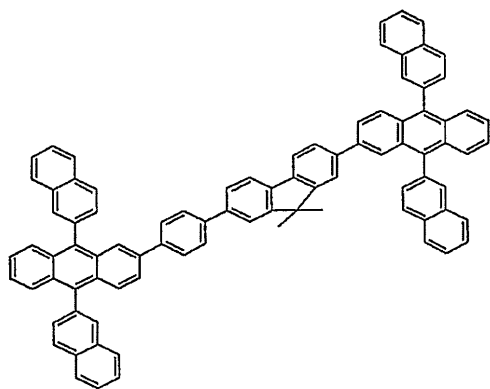
30



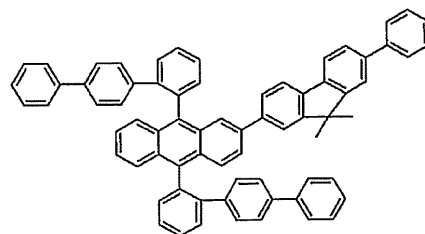
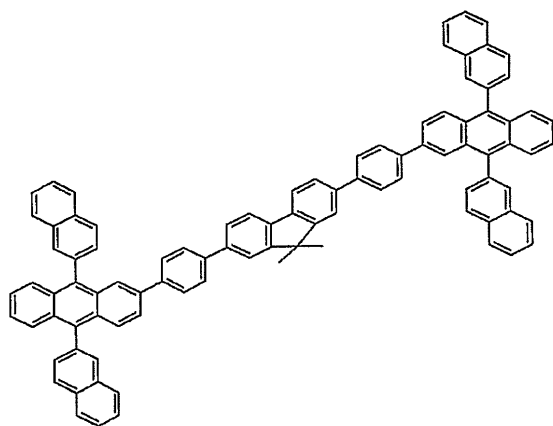
40



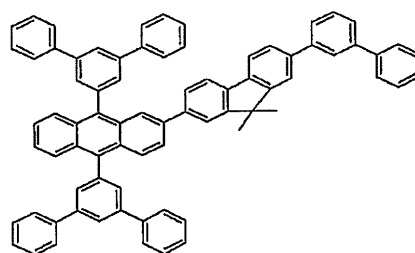
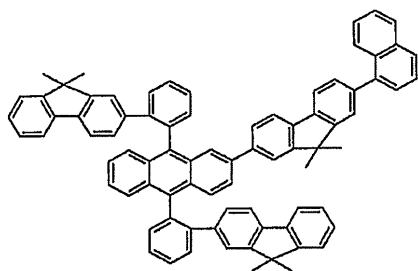
【化 8】



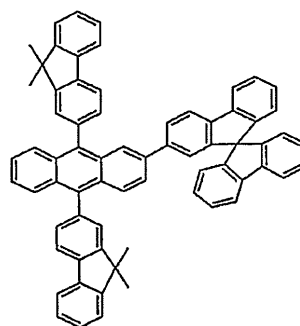
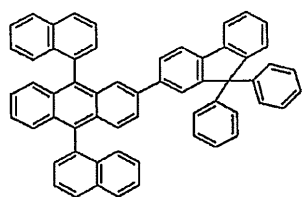
10



20

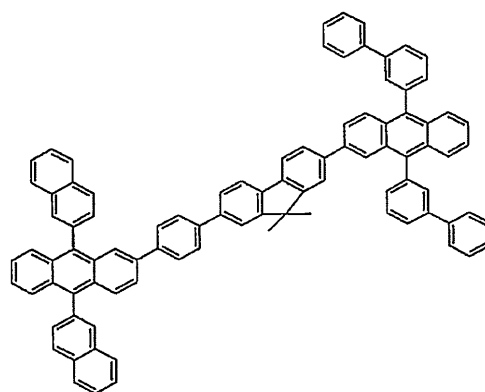
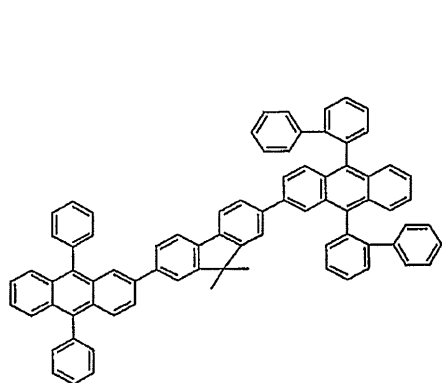


30

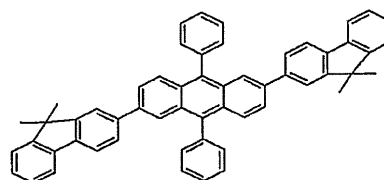
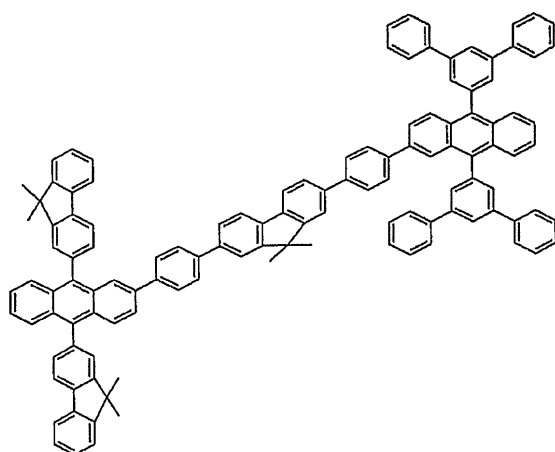


40

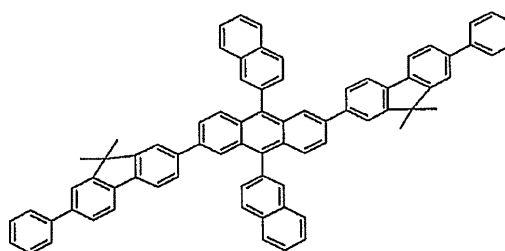
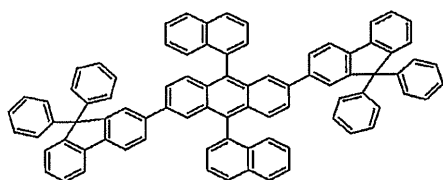
【化 9】



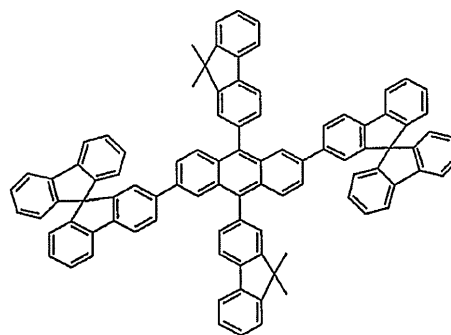
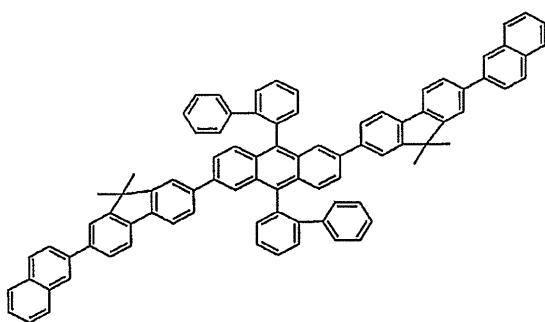
10



20



30



40

【請求項 8】

請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の有機電界発光化合物を含む有機発光ディスプレイ素子。

【請求項 9】

陰極と陽極との間に、請求項 1 ～ 7 のいずれか 1 項に記載の有機電界発光化合物を含む、有機発光ディスプレイ素子。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

50

本発明は新規な有機電界発光化合物 (organic electroluminescent compounds)、その製造方法およびこれを使用しているディスプレイ素子 (display device) に関するものである。

【背景技術】

【0002】

平板ディスプレイの一つである有機発光ダイオード (organic light-emitting diode; OLED) は自体発光型であるため、LCDと比較して視野角およびコントラストに優れ、バックライトが必要ではなく、単純化されたプロセスで製造されうる。その結果、低い電力で、軽量薄型ディスプレイ素子が製造されることができ、よって、研究者はこれに焦点を合わせてきた。OLEDパネルの性能は、有機電界発光化合物の特性に依存する。よって、発光材料に対する研究が活発に行われてきた。

10

【0003】

発光材料はその機能に従って、大きく2つのグループ；ホスト材料とドーパント材料とに分けられる。優れたEL特性のために好適な構造のディスプレイ素子を製造するには、ホスト材料がドーパント材料でドーパされて発光層を生じさせる。高効率かつ長寿命の有機ELディスプレイ素子を開発することが至急の課題であり、中/大型OLEDパネルに必要とされるEL考慮すると、特に、既存の発光材料に比べて改良された特性の優れたホスト材料を開発することが強く要求されている。よって、最も重要な課題の一つは、確かに、優れたホスト材料を開発することである。

20

【0004】

このために、高純度かつ真空蒸着に必要とされる分子量を有することが、エネルギーおよび/または固体溶媒キャリアとして機能するホスト材料として好ましい。さらに、ホスト材料が、ガラス転移温度と熱分解温度が高くて熱的安定性を確保し、かつ同時に、長寿命化のための高い電気化学的安定性を有することも必要とされる。非晶質の薄層を生じさせるために、ホスト材料は、隣接する他の層および材料との良好な接着力を有しなければならない反面、層間移動を回避しなければならない。

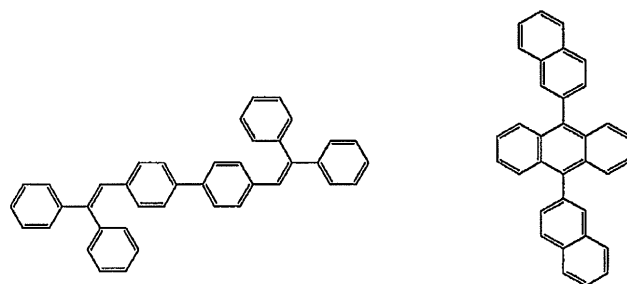
【0005】

今までのところ、多くのホスト材料が報告されており、最も代表的なホスト材料は、出光興産株式会社によるジフェニルビニル - ビフェニル (DPVBi) およびコダックカンパニーによるジナフチル - アントラセン (DNA) である。しかし、これらの材料は、その効率、寿命および色純度において改良されることを依然として必要としている。

30

【0006】

【化1】



DPVBi

DNA

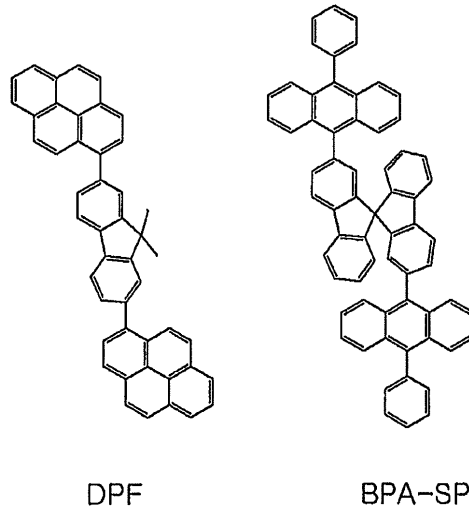
40

【0007】

高効率、長寿命のホスト材料の開発のための試みとして、下記構造のジ - ビレニルフルオレン (DPF) およびビス - フェニルアントラセン - スピロフルオレン (BPA - SP) が発表されたが、これらは発光効率、寿命および色純度について我々の期待を満足させることができなかった。

【0008】

【化 2】



10

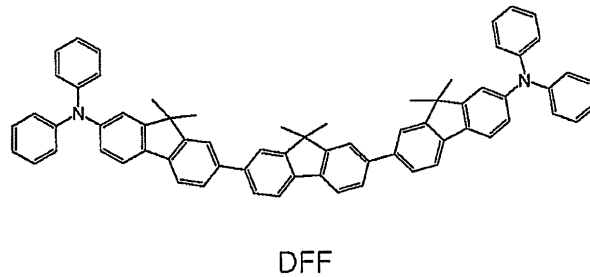
【0009】

例えば、キヤノン株式会社によって発表されたDPFの場合（サイトウ，A．ら、Digest of tech. papers - SID 2004, 35, 686；米国特許出願公開第2005236977号）には、それは、最適のドーピング条件下で3.9%の外部量子効率と優れたEL特性（0.15、0.14）を示すが、これは依然として商用化を満足させるものではない。また、BPA-SP（Shen, W. J. ら、Chemistry of Materials, 2004, 16, 930；米国特許出願公開第2002122900号）は2.67 cd/Aの発光効率と比較的優れた色度座標（0.15、0.11）を示すが、これも依然として商用化を満足させるものではない。

20

【0010】

【化 3】



30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0011】

【特許文献1】米国特許出願公開第2005236977号明細書

【特許文献2】米国特許出願公開第2002122900号明細書

【非特許文献】

40

【0012】

【非特許文献1】サイトウ，A．ら、Digest of tech. papers - SID 2004, 35, 686

【非特許文献2】Shen, W. J. ら、Chemistry of Materials, 2004, 16, 930

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

本発明の目的は、既存のホスト材料と比較して改良された発光効率および色度座標を有する優れた構造の有機電界発光化合物を提供することであり、かつ前記有機電界発光化合

50

物を含むディスプレイ素子を提供することである。

【課題を解決するための手段】

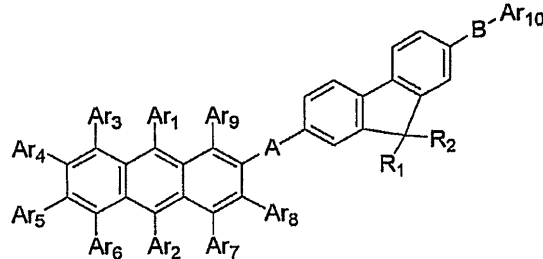
【0014】

以下に、本発明が詳細に記載される。

本発明は下記式1で表される有機電界発光化合物、およびこの化合物を発光材料として使用している有機発光ダイオード(OLED)に関するものである。本発明の有機電界発光化合物は、発光層だけでなく、別の層としても使用される。

【化4】

式1



前記式中、AおよびBは互いに独立に化学結合またはC₆-C₃₀アリーレンであり；Ar₁およびAr₂は互いに独立にC₆-C₃₀アリールであり；Ar₃~Ar₉は互いに独立にH、C₁-C₂₀の直鎖もしくは分岐鎖のアルキルもしくはアルコキシ、C₆-C₃₀のアリールもしくはヘテロアリール、またはハロゲンであり；R₁およびR₂は互いに独立にH、C₁-C₂₀の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、またはC₆-C₃₀アリールであるか、またはR₁とR₂とがアルキレンもしくは縮合環アルキレンによってスピロ環を形成することができ；Ar₁₀はH、C₁-C₂₀の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、C₆-C₃₀アリールまたはハロゲンであり；前記アリーレン、アリール、ヘテロアリール、アルキルおよびアルコキシには、C₁-C₂₀の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、ジアリールアミノまたはハロゲンが置換してよい。

【0015】

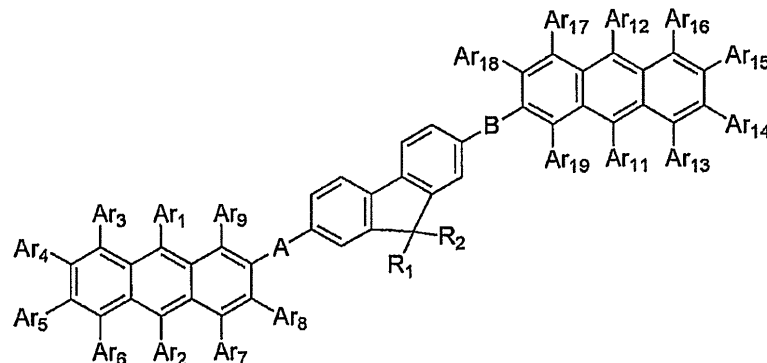
本発明の有機電界発光化合物において、Ar₁₀は具体的にはフェニル、ナフチル、アントリル、またはフルオレニルであり、前記Ar₁₀はC₁-C₂₀の直鎖または分岐鎖アルキル、フェニル、ナフチル、フルオレニル、ジアリールアミノおよびハロゲンからなる群から選択される1種以上で置換されうる。

【0016】

また、本発明の有機発光化合物はAr₁₀がアントリルを含む下記式2で表される化合物を含む。

【化5】

式2



前記式中、Ar₁~Ar₉は式1における定義と同じであり；Ar₁₁およびAr₁₂は互いに独立にC₆-C₃₀アリールであり；Ar₁₃~Ar₁₉は互いに独立にH、C₁-C₂₀の直鎖もしくは分岐鎖のアルキルもしくはアルコキシ、C₆-C₃₀のアリールもしくはヘテロアリール、またはハロゲンであり；前記アリール、ヘテロアリールおよびアルキルはC₁-C₂₀の直鎖もしくは分岐鎖アルキル、アリール、ジアリールアミノまたはハロゲンで置換されうる。

【 0 0 1 7 】

上記式 1 および式 2 において、 R_1 および R_2 はそれぞれ、水素、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、ペンチル、ヘキシル、エチルヘキシル、ヘプチル、オクチル、イソオクチル、ノニル、デシル、ドデシル、ヘキサデシル、シクロペンチル、シクロヘキシル、フェニル、トリル、ビフェニル、ベンジル、ナフチル、アントリル、およびフルオレニルからなる群から選択され、 Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_{11} および Ar_{12} には、互いに独立にフェニル、トリル、ビフェニル、ベンジル、ナフチル、アントリル、およびフルオレニルが挙げられる。

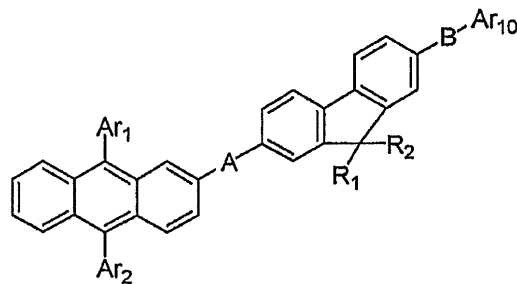
【 0 0 1 8 】

本発明による有機電界発光化合物には、下記式 3 および式 4 で表される化合物が挙げら

10

【 化 6 】

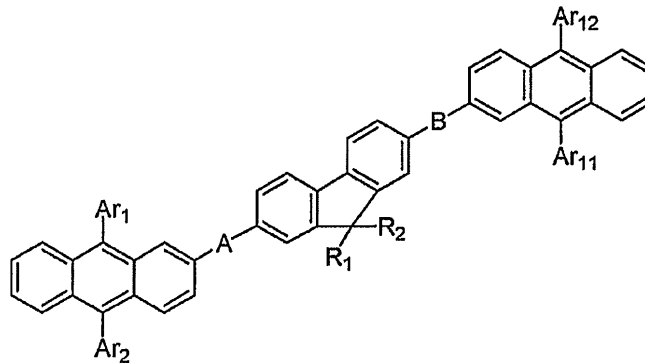
式3



20

【 化 7 】

式4



30

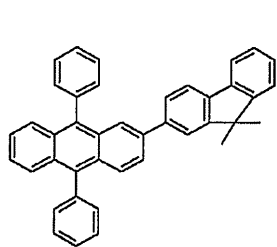
式 3 および式 4 において、 A および B は互いに独立に化学結合または 1, 4 - フェニレン、1, 3 - フェニレン、1, 4 - ナフチレン、1, 5 - ナフチレンもしくは 2, 6 - ナフチレンであり； Ar_1 、 Ar_2 、 Ar_{11} および Ar_{12} は互いに独立にフェニル、4 - トリル、3 - トリル、2 - トリル、2 - ビフェニル、3 - ビフェニル、4 - ビフェニル、(3, 5 - ジフェニル)フェニル、9, 9 - ジメチル - フルオレン - 2 - イル、9, 9 - ジフェニル - フルオレン - 2 - イル、(9, 9 - (4 - メチルフェニル) - フルオレン - 2 - イル、1 - ナフチル、2 - ナフチル、1 - アントリル、2 - アントリル、3 - アントリルおよび 2 - スピロフルオレニルからなる群から選択される。

【 0 0 1 9 】

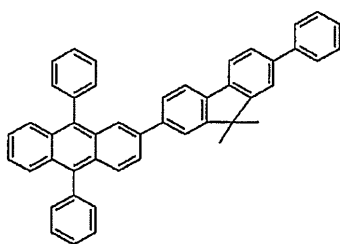
40

本発明による有機電界発光化合物は下記式で表されうるが、これらの式は本発明の範囲を限定するものではない。

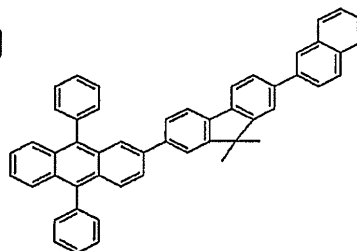
【化 8】



101



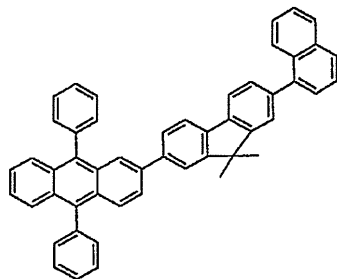
102



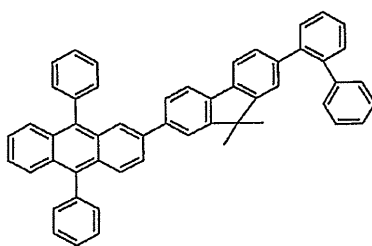
103

10

【化 9】

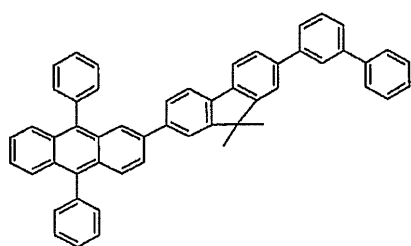


104

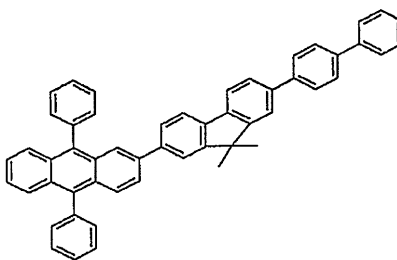


105

20

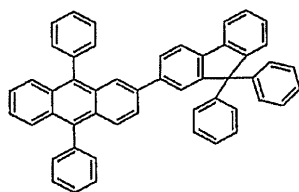


106

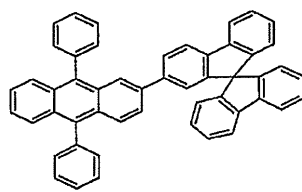


107

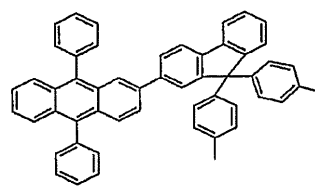
30



108

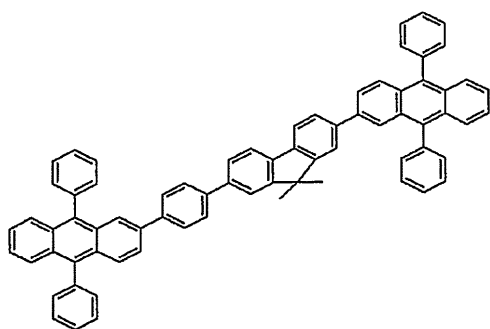


109

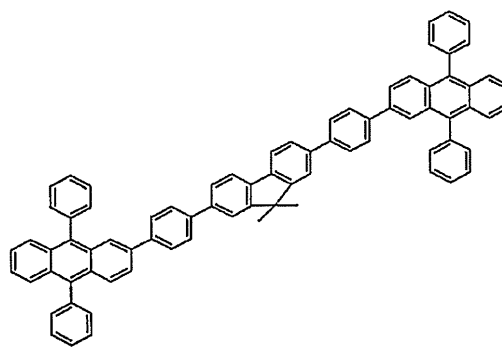


110

40

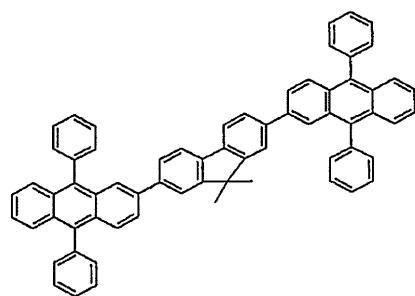


111

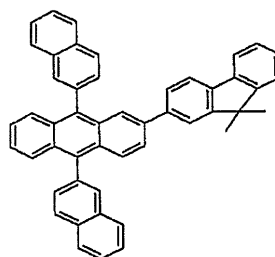


112

【化 1 0】

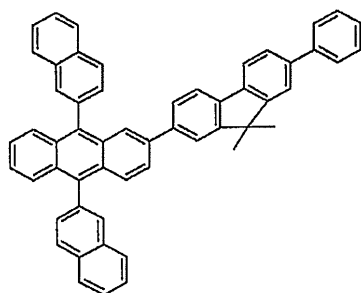


113

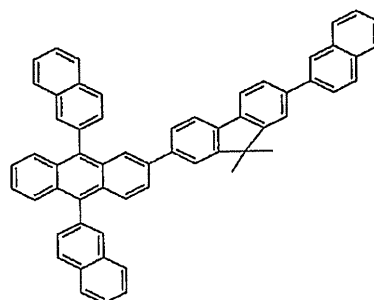


201

10

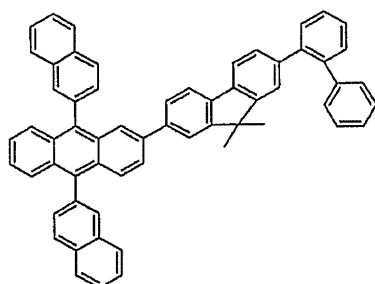


202

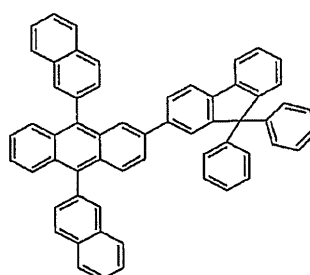


203

20

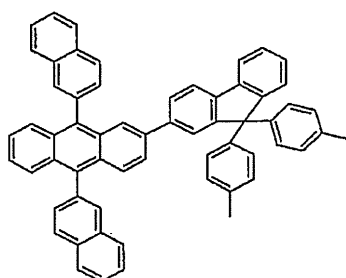


204

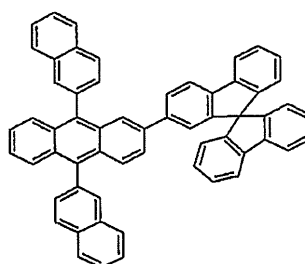


205

30



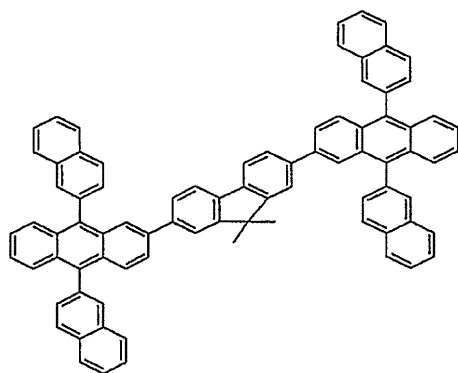
206



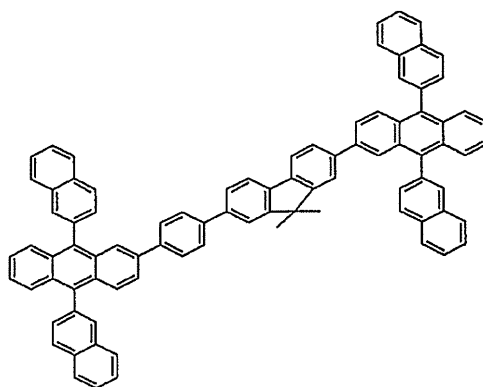
207

40

【化 1 1】

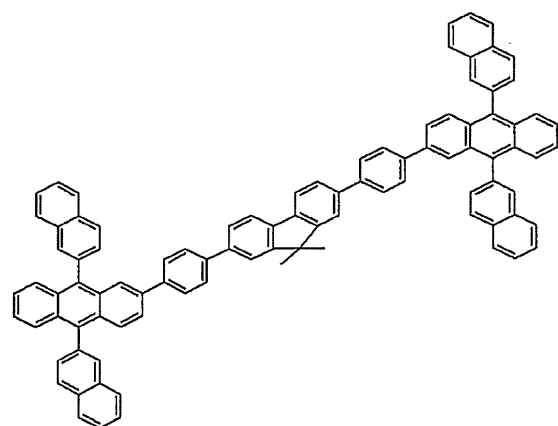


208

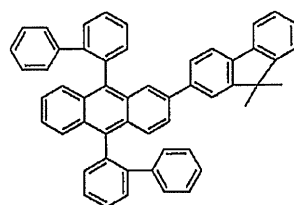


209

10

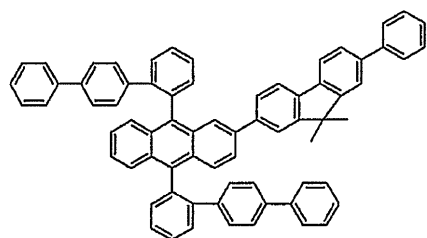


210

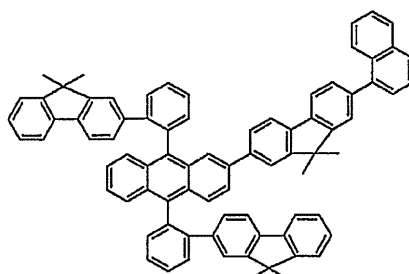


301

20



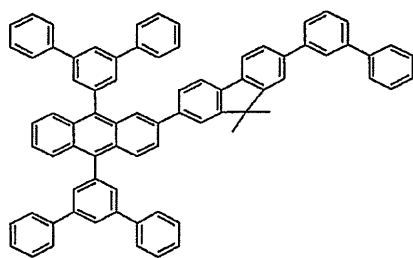
302



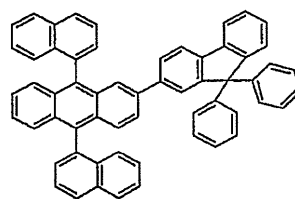
303

30

【化 1 2】

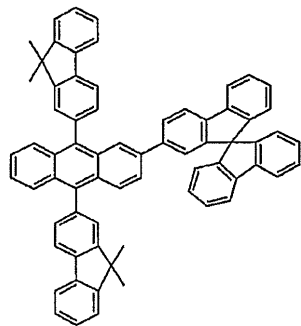


304

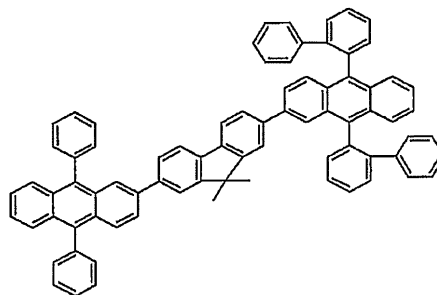


305

10

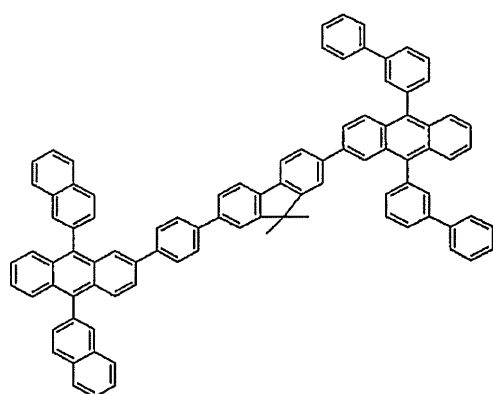


306



307

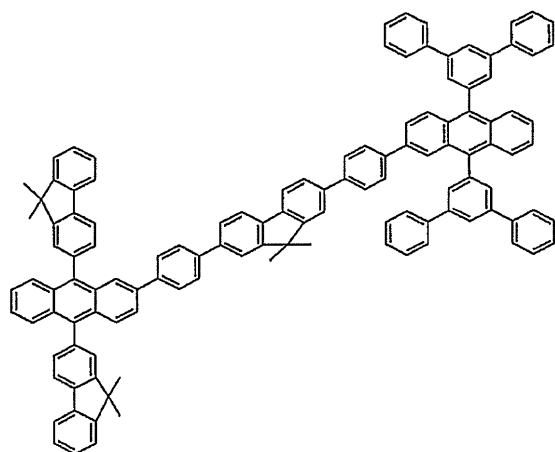
20



308

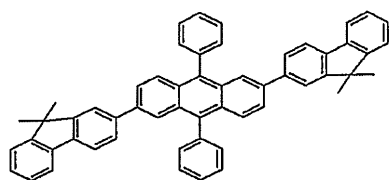
30

【化 1 3】

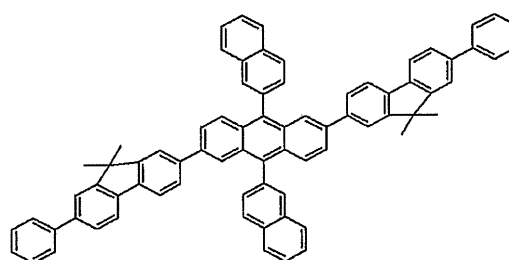


309

10

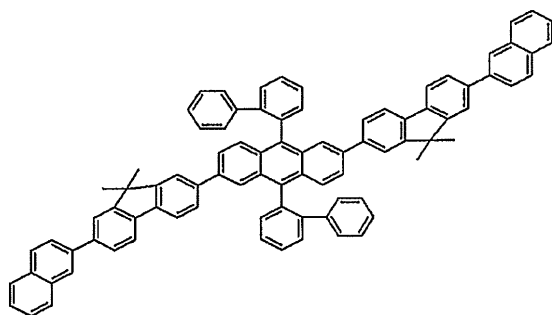


401

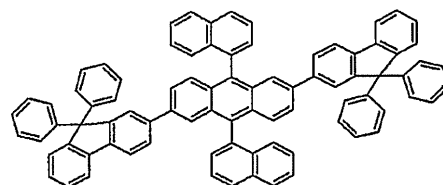


402

20



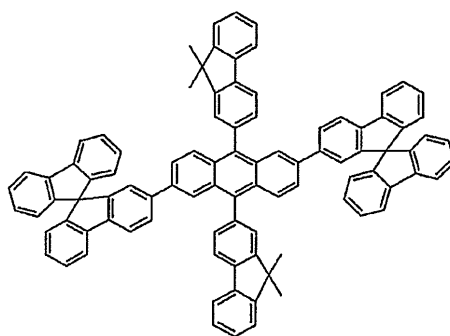
403



404

30

【化 1 4】



405

40

【発明を実施するための形態】

【0020】

下記実施例および比較例に示されるような、実際のかつ目下の好ましい本発明の実施形

50

態は例示である。

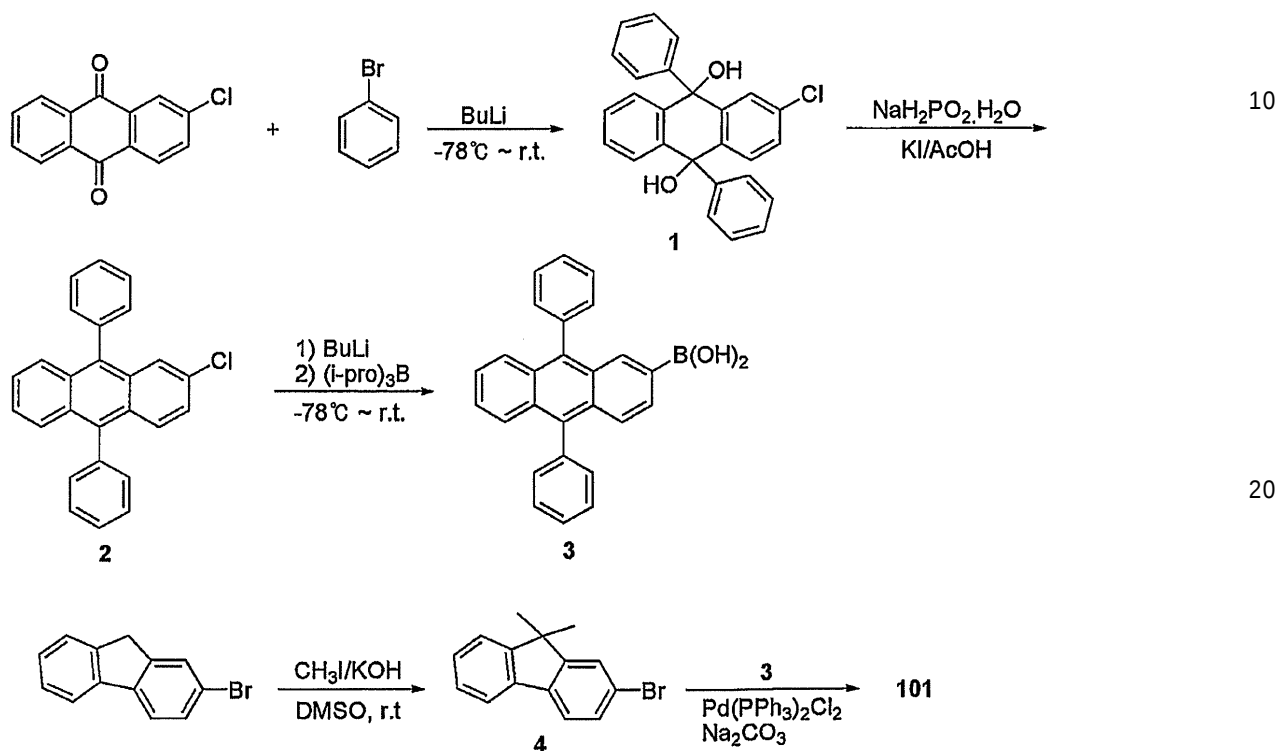
しかし、本開示の考慮において、当業者は本発明の意図および範囲内で変更および改良をすることができることが認識される。

【実施例】

【0021】

合成例1：化合物101の製造

【化15】



【0022】

ブロモベンゼン（388 g、2.47 mol）にテトラヒドロフラン（3.5 L、0.3 M）を入れて、室温で10分間攪拌して完全に溶かし、-72 に温度を低めた後、n-ブチルリチウム（n-ヘキサン中1.6 M）（1.7 L、2.68 mol）を徐々に滴加する。1時間後、2-クロロアントラキノ（250 g、1.03 mol）を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら24時間攪拌する。10% HCl 溶液1 Lを加えて2時間攪拌した後、減圧濾過する。有機層を分離し蒸発させて褐色透明なオイルの1化合物（226 g、55%）を得た。

^1H NMR（200 MHz, CDCl_3 ）： δ （ppm）= 7.17 - 7.20（m, 14H），7.31（d, 2H），7.35（s, 1H）

MS / FAB：398.61（found），398.88（calculated）

【0023】

化合物1（226 g、0.56 mol）ヨウ化カリウム（376 g、2.27 mol）、リン酸ナトリウム水和物（480 g、0.45 mol）、アセト酸（1.9 L、0.3 M）を入れて環流攪拌する。18時間後室温で冷却してから減圧濾過する。減圧濾過の後に得た個体に少量の炭酸カリウム、ジクロロメタン、蒸留水を加えて中性を製造し、2時間攪拌の後、有機層を分離し蒸発させて暗い黄色い固体の化合物2（97.2 g、47%）を得た。

^1H NMR（200 MHz, CDCl_3 ）： δ （ppm）= 7.23（t, 2H），7.31 - 7.32（m, 6H），7.34（d, 1H），7.49（d, 4H），7.65（d, 2H），7.68（d, 2H）

30

40

50

^1H), 7.70 (s, 1 H)

MS / FAB : 364.95 (実測値), 364.86 (計算値)

【0024】

化合物2 (97.2 g、0.27 mol)、テトラヒドロフラン (0.89 L、0.3 M) を入れて室温で10分間攪拌して完全に溶かし、-72 に温度を低めた後、n-ブチルリチウム (n-ヘキサン中1.6 M) (0.216 L、0.35 mol) を徐々に滴加する。1時間後、トリイソプロピルボレート (80.2 g、0.43 mol) を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら24時間攪拌する。10% HCl 溶液0.5 Lを加えて2時間攪拌した後、減圧濾過する。有機層を分離し蒸発させてヘキサンとメタノールを用いて再結晶して杏色の固体である化合物3 (36.9 g、37%) を得た。

10

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.21 (t, 2H), 7.28 (d, 1H), 7.30 - 7.32 (m, 6H), 7.48 (d, 4H), 7.65 (d, 2H), 7.70 (d, 1H), 7.72 (s, 1H)

MS / FAB : 374.58 (実測値), 374.23 (計算値)

【0025】

2-ブロモフルオレン (20 g、82 mmol)、ヨードメタン (35 g、0.25 mol)、水酸化カリウム (13.8 g、0.25 mol)、ジメチルスルホキシド (0.16 L、0.5 M) を入れて室温で攪拌する。24時間後、10% 塩酸0.2 Lを加えてから10分攪拌し、減圧濾過する。得られた個体をヘキサンとメタノールを使用して再結晶して黄色い固体の化合物4 (14.75 g、54%) を得た。

20

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.65 (s, 6H), 7.25 (t, 1H), 7.30 (t, 1H), 7.52 - 53 (d, 2H), 7.71 - 73 (d, 2H), 7.81 (s, 1H)

MS / FAB : 272.09 (実測値), 273.16 (計算値)

【0026】

化合物3 (10 g、26.72 mmol)、化合物4 (8.76 g、32.06 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (0.38 g、0.54 mmol)、炭酸ナトリウム (5.67 g、53.44 mmol)、トルエン (0.1 L、0.3 M)、蒸留水 (9 mL、3 M) を入れて環流攪拌する。22時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水0.1 Lを加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン : n-ヘキサン = 1 : 10) して黄色い固体の化合物101 (8.52 g、61%) を得た。

30

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.66 (s, 6H), 7.20 (t, 2H), 7.30 - 7.47 (m, 12H), 7.51 - 7.58 (m, 3H), 7.68 - 7.71 (m, 3H), 7.75 (s, 1H), 7.84 - 7.85 (s, 2H), 7.92 (s, 1H)

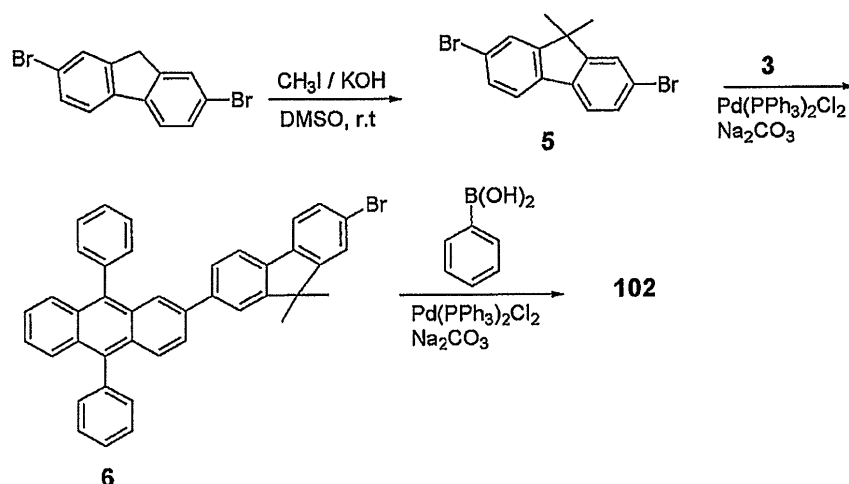
40

MS / FAB : 522.80 (実測値), 522.67 (計算値)

【0027】

合成例2 : 化合物102の製造

【化 16】



10

【0028】

2,7-ジブロモフルオレン (146 g、0.45 mol)、ヨードメタン (192 g、1.351 mol)、水酸化カリウム (76 g、1.351 mol)、ジメチルスルホキシド (1.125 L、0.4 M)、蒸留水 (1.125 L、0.4 M) を入れて室温で攪拌する。24時間後、10%塩酸2 Lを加えてから10分攪拌し、減圧濾過する。得られたオイルをシリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン: n-ヘキサン = 1:10) してピンク色の固体である化合物 5 (93 g、59%) を得た。

20

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.65 (s, 6H), 7.54 (d, 2H), 7.70 - 7.73 (d, 4H)

MS / FAB : 351.67 (実測値), 352.06 (計算値)

【0029】

化合物 3 (23 g、61.46 mmol)、化合物 5 (21.64 g、61.46 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (0.216 g、0.307 mmol)、炭酸ナトリウム (7.82 g、73.75 mmol)、トルエン (0.2 L、0.3 M)、蒸留水 (20 mL、3 M) を入れて環流攪拌する。26時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水 0.2 Lを加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (酢酸エチル: n-ヘキサン = 1:15) して黄色い固体の化合物 6 (9.6 g、26%) を得た。

30

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.66 (s, 6H), 7.20 (t, 2H), 7.30 - 7.41 (m, 10H), 7.52 - 7.54 (d, 2H), 7.62 - 7.64 (m, 3H), 7.71 - 7.76 (m, 4H), 7.87 (s, 1H), 7.91 (d, 1H)

MS / FAB : 601.26 (実測値), 601.57 (計算値)

【0030】

化合物 6 (9.6 g、15.96 mmol)、フェニルボロン酸 (2.34 g、19.15 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (0.224 g、0.32 mmol)、炭酸ナトリウム (3.38 g、31.92 mmol)、トルエン (53 mL、0.3 M)、蒸留水 (5.3 mL、3 M) を入れて環流攪拌する。18時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水 0.05 Lを加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (酢酸エチル: n-ヘキサン = 1:5) して黄色い固体の化合物 102 (3.92 g、41%) を得た。

40

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.65 (s, 6H), 7.21 (t, 3H), 7.31 - 7.43 (m, 14

50

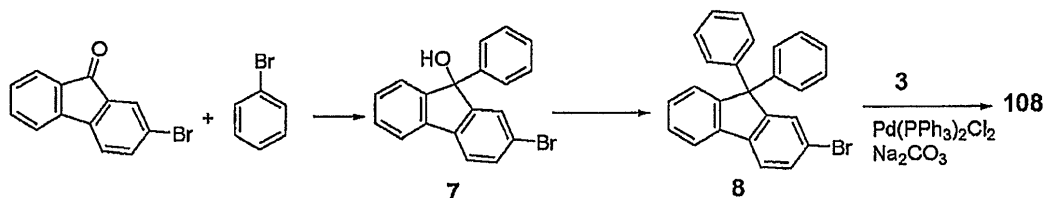
H), 7.54 - 7.68 (m, 5H), 7.73 - 7.76 (d, 3H),
7.89 - 7.91 (d, 3H)

MS / FAB : 598.12 (実測値), 598.77 (計算値)

【0031】

合成例3：化合物108の製造

【化17】



10

【0032】

マグネシウム(4.9g、0.2mol)にジエチルエーテル(0.05L、2M)を入れ、ジエチルエーテル(0.15L、0.67M)に薄めたプロモベンゼン(31.4g、0.2mol)を徐々に滴加する。攪拌させながら3時間環流させる。ジエチルエーテル(0.04L、2.5M)に2-ブロモフルオレノン(25.9g、0.1mol)を溶解した後、これを注射器を用いて環流攪拌する混合物に滴加する。12時間後、反応を終了させる。生じる沈殿物を減圧濾過して化合物7(15g、18%)を得た。

¹H NMR (200 MHz, CDCl₃) : δ (ppm) = 7.18 (d, 2H), 7.20 - 7.26 (m, 4H), 7.36 (t, 1H), 7.54 (d, 2H), 7.71 - 7.73 (d, 2H), 7.83 (d, 1H)

20

MS / FAB : 337.01 (実測値), 337.20 (計算値)

【0033】

化合物7(15g、36mmol)をベンゼン(0.145L、0.25M)に溶して加熱させる。加熱しながらメタンスルホン酸(6.6mL、72mmol)を徐々に滴加する。30分後に反応を完了させる。メタノール、石油ジエチルエーテルを用いて再結晶して化合物8(9.58g、67%)を得た。

¹H NMR (200 MHz, CDCl₃) : δ (ppm) = 7.05 - 7.08 (m, 6H), 7.13 - 7.15 (m, 4H), 7.27 (t, 1H), 7.36 (t, 1H), 7.54 (d, 2H), 7.71 - 7.73 (d, 2H), 7.83 (d, 1H)

30

MS / FAB : 396.89 (実測値), 397.30 (計算値)

【0034】

合成例1で製造された化合物3(6.94g、18.55mmol)と化合物8(9.58g、24.11mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム(II)(0.39g、0.56mmol)、炭酸ナトリウム(4.92g、46.38mmol)、トルエン(62mL、0.3M)、蒸留水(6.2mL、3M)を入れて環流攪拌する。45時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水0.06Lを加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をジエチルエーテル、ヘキサン、メタノールを用いて再結晶し、シリカゲルカラムクロマトグラフィ(dichloro-methane : n-hexane = 1 : 3)して黄色い固体の化合物108(4.56g、38%)を得た。

40

¹H NMR (200 MHz, CDCl₃) : δ (ppm) = 7.05 - 7.08 (m, 6H), 7.17 - 7.28 (m, 7H), 7.34 - 7.46 (m, 11H), 7.54 - 7.60 (m, 3H), 7.68 - 7.74 (m, 4H), 7.86 - 7.90 (m, 3H)

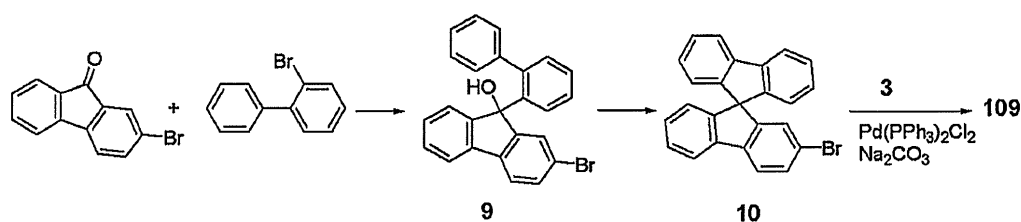
MS / FAB : 646.77 (実測値), 646.81 (計算値)

【0035】

50

合成例 4 : 化合物 109 の製造

【化 18】



【0036】

マグネシウム (1.86 g、25.6 mmol) にジエチルエーテル (10 mL、2 M) を入れ、ジエチルエーテル (20 mL、1 M) に薄めた 2 - プロモビフェニル (5 g、21.6 mmol) を徐々に滴加する。3 時間環流させる。ジエチルエーテル (40 mL、0.5 M) に 2 - プロモフルオレン (5.2 g、20 mmol) を溶解した後、これを注射器を用いて環流する混合物に滴加する。12 時間後、反応を終了させる。この際に生じる固体を濾過して得てアセト酸溶液 40 mL に溶解して環流させる。ここに濃い塩酸を徐々に滴加する。4 時間後に反応を完了させる。生じる固体を減圧濾過しながら水とメタノールで洗い、ジクロロメタンとヘキサンを用いて再結晶して化合物 10 (6.85 g、66%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.15 - 7.20 (m, 4H), 7.26 (t, 2H), 7.36 - 7.38 (m, 4H), 7.54 (d, 2H), 7.72 - 7.73 (d, 2H), 7.86 (d, 1H)

MS / FAB : 394.76 (実測値), 395.29 (計算値)

【0037】

合成例 1 から製造された化合物 3 (4.99 g、13.33 mmol) と化合物 10 (6.85 g、17.3 mmol)、トランス - ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (0.28 g、0.40 mmol)、炭酸ナトリウム (3.53 g、33.33 mmol)、トルエン (40 mL、0.33 M)、蒸留水 (4 mL、3.3 M) を入れて環流攪拌する。61 時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水 0.05 L を加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をジエチルエーテル、ヘキサン、メタノールを用いて再結晶し、シリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン : n - ヘキサン = 1 : 5) して杏色の固体である化合物 109 (1.8 g、21%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.18 - 7.22 (m, 6H), 7.34 - 7.46 (m, 14H), 7.54 - 7.56 (d, 2H), 7.61 - 7.65 (m, 4H), 7.73 - 7.76 (d, 2H), 7.85 (d, 2H), 7.90 - 7.91 (d, 2H)

MS / FAB : 644.39 (実測値), 644.79 (計算値)

【0038】

合成例 5 : 化合物 112 の製造

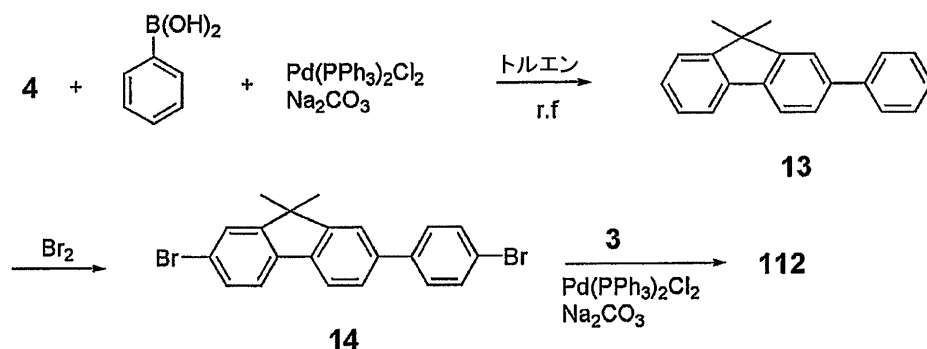
10

20

30

40

【化 19】



10

【0039】

化合物 4 (16 g、58 mmol)、フェニルボロン酸 (10.6 g、87 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (4.11 g、5.8 mmol)、炭酸ナトリウム (31.04 g、290 mmol)、トルエン (300 mL)、蒸留水 (30 mL) を入れて環流攪拌する。12 時間後、水とジクロロメタンで抽出した後、減圧蒸留する。シリカゲルカラムクロマトグラフィ (酢酸エチル : n-ヘキサン = 1 : 10) して白色の固体である化合物 13 (7.5 g、48%) を得た。

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.65 (s, 6H), 7.23 - 7.26 (t, 2H), 7.34 - 7.38 (t, 3H), 7.50 - 7.55 (m, 3H), 7.62 (d, 1H), 7.78 (s, 1H), 7.87 (d, 1H), 7.92 (d, 1H)

20

MS / FAB : 270.64 (実測値), 270.36 (計算値)

【0040】

化合物 13 (3.4 g、12 mmol) をジクロロメタン (0.05 L、0.24 M) に溶解し、0 でプロムリン (1.42 mL、27 mmol) をジクロロメタン (50 mL) に薄めて徐々に滴加する。2 時間後に 25 で温度を上げながら 24 時間攪拌する。水酸化カリウム水溶液で中性を作り、ジクロロメタン 200 mL で抽出する。減圧蒸留しヘキサンで洗いながら減圧濾過して化合物 14 (4.78 g、93%) を得た。

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.66 (s, 6H), 7.38 (d, 2H), 7.48 (d, 2H), 7.57 (d, 1H), 7.61 (d, 1H), 7.70 - 7.72 (d, 2H), 7.76 (s, 1H), 7.90 (d, 1H)

30

MS / FAB : 428.36 (実測値), 428.15 (計算値)

【0041】

合成例 1 から製造された化合物 3 (3.48 g、9.3 mmol) と化合物 14 (1.66 g、3.88 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (0.218 g、0.31 mmol)、炭酸ナトリウム (0.99 g、9.3 mmol)、トルエン (20 mL)、蒸留水 (2 mL) を入れて環流攪拌する。36 時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水 20 mL を加えて反応を終了させる。ジクロロメタンで抽出し減圧蒸留する。得られた個体をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン : n-ヘキサン = 1 : 4) して黄色い固体の化合物 112 (1.8 g、50%) を得た。

40

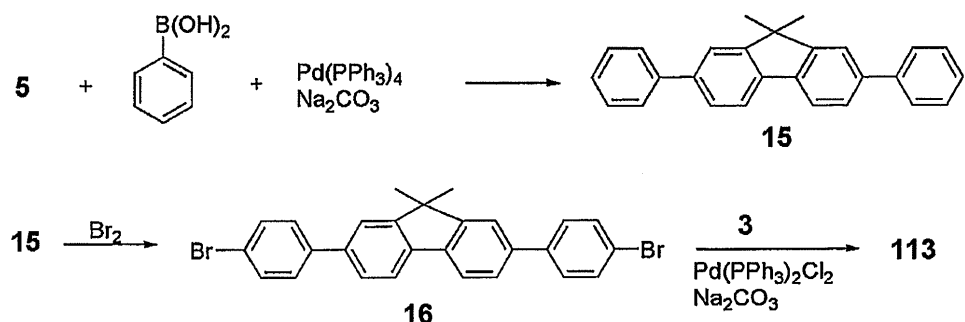
^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.67 (s, 6H), 7.25 - 7.47 (m, 24H), 7.56 - 7.66 (m, 12H), 7.76 - 7.92 (m, 8H)

MS / FAB : 927.01 (実測値), 927.17 (計算値)

【0042】

合成例 6 : 化合物 113 の製造

【化 20】



10

【0043】

化合物 5 (30 g、85.2 mmol) とフェニルボロン酸 (22.8 g、187.4 mmol)、テトラキストリフェニルホスフィンパラジウム (0) (4.9 g、4.26 mmol)、炭酸ナトリウム (72 g、682 mmol)、トルエン (500 mL)、蒸留水 (30 mL) を入れた後に環流攪拌する。12 時間後、エチルアセテート 200 mL と水 100 mL で抽出した後、減圧蒸留して乾燥させる。ジクロロメタンとメタノールを用いて再結晶し、シリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン: n-ヘキサン = 1:10) して黄色い固体の化合物 15 (14 g、47%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.65 (s, 6H), 7.20 (t, 2H), 7.34 (t, 4H), 7.50 (d, 4H), 7.62 (d, 2H), 7.79 (s, 2H), 7.91 (d, 2H)

MS / FAB : 346.97 (実測値), 346.46 (計算値)

20

【0044】

化合物 15 (3.2 g、9.24 mmol) をジクロロメタン (70 mL) に溶解し、0 でプロムリン (0.973 mL、18.5 mmol) をジクロロメタン (70 mL) に薄めて徐々に滴加する。2 時間後、25 で温度を上げながら 24 時間攪拌する。水酸化カリウム水溶液で中性を作り、ジクロロメタン 260 mL で抽出する。蒸留水を加えて再結晶し、ヘキサンで洗いながら減圧濾過して化合物 16 (3.91 g、83%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.67 (s, 6H), 7.36 (d, 4H), 7.48 (d, 4H), 7.61 (d, 2H), 7.76 (s, 2H), 7.89 (d, 2H)

MS / FAB : 504.37 (実測値), 504.25 (計算値)

30

【0045】

合成例 1 から製造された化合物 3 (7.24 g、19.34 mmol)、化合物 16 (3.9 g、7.7 mmol)、トランス-ジクロロビス(トリフェニルホスフィン)パラジウム (II) (0.43 g、0.62 mmol)、炭酸ナトリウム (2.46 g、23.2 mmol)、トルエン (65 mL)、蒸留水 (6.5 mL) を入れて環流攪拌する。38 時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水 60 mL を加えて反応を終了させる。ジクロロメタン 250 mL で抽出し、減圧蒸留する。メタノールとアセトンを用いて再結晶し、得られた個体をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン: n-ヘキサン = 1:4) して黄色い固体の化合物 113 (3.03 g、39%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.63 (s, 6H), 7.18 - 7.48 (m, 24H), 7.56 - 7.59 (m, 12H), 7.69 - 7.75 (m, 8H), 7.88 - 7.90 (d, 4H)

MS / FAB : 1003.65 (実測値), 1003.27 (計算値)

40

【0046】

【表 1】

化合物番号	¹ H NMR (200 MHz, CDCl ₃) : δ (ppm)
101	1.66 (s, 6H), 7.20 (t, 2H), 7.30-7.47 (m, 12H), 7.51-7.58 (m, 3H), 7.68-7.71 (m, 3H), 7.75 (s, 1H), 7.84-7.85 (s, 2H), 7.92 (s, 1H)
102	1.65 (s, 6H), 7.21 (t, 3H), 7.31-7.43 (m, 14H), 7.54-7.68 (m, 5H), 7.73-7.76 (d, 3H), 7.89-7.91 (d, 3H)
103	1.64 (s, 6H), 7.21 (t, 2H), 7.34-7.46 (m, 12H), 7.53-7.55 (d, 2H), 7.60-7.66 (m, 6H), 7.74-7.78 (m, 4H), 7.88-7.91 (m, 4H)
104	1.64 (s, 6H), 7.22 (t, 2H), 7.35-7.48 (m, 13H), 7.54-7.57 (d, 2H), 7.62-7.68 (m, 7H), 7.75-7.79 (m, 3H), 7.88-7.90 (m, 3H)
105	1.67 (s, 6H), 7.21-7.25 (m, 5H), 7.33-7.48 (m, 14H), 7.56-7.60 (m, 5H), 7.69-7.76 (m, 4H), 7.87-7.91 (m, 4H)
106	1.65 (s, 6H), 7.20-7.24 (m, 5H), 7.31-7.47 (m, 16H), 7.54-7.59 (m, 4H), 7.68-7.77 (m, 4H), 7.89-7.92 (m, 3H)
107	1.66 (s, 6H), 7.21-7.24 (m, 5H), 7.31-7.45 (m, 16H), 7.54-7.61 (m, 4H), 7.68-7.75 (m, 4H), 7.88-7.90 (m, 3H)
108	7.05-7.08 (m, 6H), 7.17-7.28 (m, 7H), 7.34-7.46 (m, 11H), 7.54-7.60 (m, 3H), 7.68-7.74 (m, 4H), 7.86-7.90 (m, 3H)
109	7.18-7.22 (m, 6H), 7.34-7.46 (m, 14H), 7.54-7.56 (d, 2H), 7.61-7.65 (m, 4H), 7.73-7.76 (d, 2H), 7.85 (d, 2H), 7.90-7.91 (d, 2H)
110	2.33 (s, 6H), 6.93-6.96 (m, 8H), 7.24-7.48 (m, 14H), 7.53-7.55 (d, 2H), 7.63-7.68 (m, 4H), 7.74-7.78 (d, 2H), 7.88-7.91 (d, 2H)
111	1.65 (s, 6H), 7.21 (t, 4H), 7.34-7.47 (m, 22H), 7.55 (d, 2H), 7.61 (d, 2H), 7.68-7.72 (t, 6H), 7.88-7.90 (t, 4H)
112	1.67 (s, 6H), 7.25-7.47 (m, 24H), 7.56-7.66 (m, 12H), 7.76-7.92 (m, 8H)
113	1.63 (s, 6H), 7.18-7.48 (m, 24H), 7.56-7.59 (m, 12H), 7.69-7.75 (m, 8H), 7.88-7.90 (d, 4H)

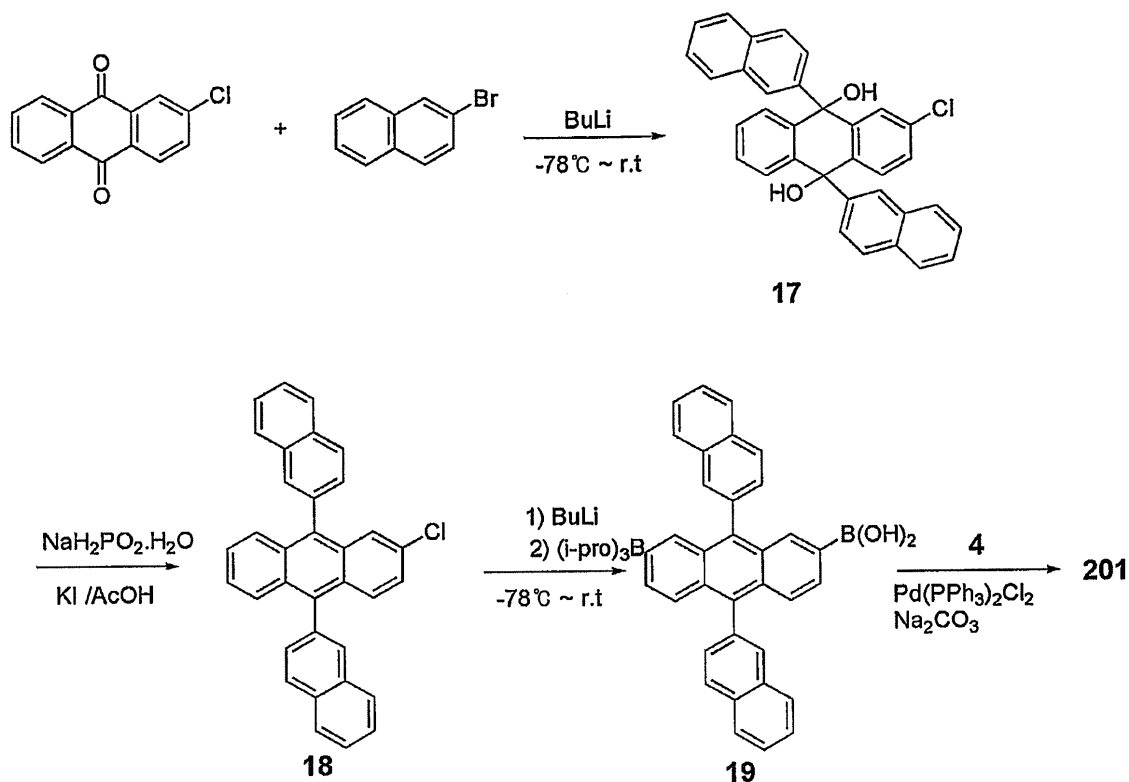
10

20

【 0 0 4 7 】

合成例 7 : 化合物 2 0 1 の製造

【化 2 1】



10

20

【0048】

2-ブロモナフタレン(819g、3.96mol)、テトラヒドロフラン(5L)を入れ、室温で10分攪拌して完全に溶かし、-72℃で温度を低めた後、*n*-ブチルリチウム(*n*-ヘキサン中1.6M)(2.68L、4.285mol)を徐々に滴加する。1時間後、2-クロロアントラキノン(400g、1.648mol)を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら26時間攪拌する。飽和されたアンモニウムクロライド溶液を加えて1時間攪拌した後、減圧濾過する。有機層を分離し蒸発させて褐色の固体である化合物17(551g、67%)を得た。

30

¹H NMR (200 MHz, CDCl₃) : δ (ppm) = 7.17 - 7.20 (m, 16H), 7.31 (d, 3H), 7.35 (s, 2H)

MS / FAB : 498.13 (実測値), 498.99 (計算値)

【0049】

化合物17(551g、1.104mol)、ヨウ化カリウム(733g、4.42mol)、リン酸ナトリウム一水和物(937g、8.8mol)、アセト酸(3.35L、0.33M)を入れて環流攪拌する。21時間後室温で冷却してから減圧濾過する。減圧濾過の後に得た個体に少量の炭酸カリウムと蒸留水を加えて中性を製造し、2時間攪拌の後、有機層を分離し蒸発させて薄緑色の固体である化合物18(318g、62%)を得た。

40

¹H NMR (200 MHz, CDCl₃) : δ (ppm) = 7.23 (t, 2H), 7.31 - 7.34 (m, 8H), 7.37 (d, 1H), 7.49 (d, 4H), 7.65 (d, 3H), 7.68 (d, 2H), 7.73 (s, 1H)

MS / FAB : 465.15 (実測値), 464.98 (計算値)

【0050】

化合物18(318g、0.68mol)、テトラヒドロフラン(2.3L)を入れ、室温で10分攪拌して完全に溶かし、-72℃で温度を低めた後、*n*-ブチルリチウム(*n*-ヘキサン中1.6M)(0.56L、0.89mol)を徐々に滴加する。1時間後

50

、トリイソプロピルボレート (206 g、1.09 mol) を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら 24 時間攪拌する。10% HCl 溶液 2 L を加えて 2 時間攪拌した後、減圧濾過する。有機層を分離し蒸発させてヘキサンとメタノールを用いて再結晶して杏色の固体である化合物 19 (188 g、58%) を得た。

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.21 (t, 2H), 7.27 (d, 1H), 7.30-7.34 (m, 8H), 7.47 (d, 4H), 7.66 (d, 3H), 7.72 (d, 2H), 7.74 (s, 1H)

MS / FAB : 474.11 (実測値), 474.35 (計算値)

【0051】

10

化合物 19 (11 g、23.19 mmol)、化合物 4 (7.6 g、27.83 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (0.326 g、0.464 mmol)、炭酸ナトリウム (5.41 g、51.02 mmol)、トルエン (100 mL)、蒸留水 (10 mL) を入れて環流攪拌する。30 時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水 100 mL を加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をヘキサン、メタノールを用いて再結晶し黄色い固体の化合物 201 (8.52 g、61%) を得た。

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.66 (s, 6H), 7.20 (t, 2H), 7.30-7.47 (m, 14H), 7.51-7.57 (m, 4H), 7.51-7.57 (m, 4H), 7.68-7.71 (m, 3H), 7.77 (s, 2H), 7.84-7.88 (s, 2H), 7.93 (s, 1H)

20

MS / FAB : 622.62 (実測値), 622.79 (計算値)

【0052】

【表 2】

化合物番号	^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm)
201	1.66 (s, 6H), 7.20 (t, 2H), 7.30-7.47 (m, 14H), 7.51-7.57 (m, 4H), 7.68-7.71 (m, 3H), 7.77 (s, 2H), 7.84-7.88 (s, 2H), 7.93 (s, 1H)
202	1.65 (s, 6H), 7.21 (t, 3H), 7.30-7.45 (m, 16H), 7.54-7.69 (m, 6H), 7.74-7.76 (d, 4H), 7.89-7.91 (d, 3H)
203	1.64 (s, 6H), 7.21 (t, 2H), 7.32-7.41 (m, 14H), 7.53-7.56 (d, 2H), 7.60-7.67 (m, 8H), 7.74-7.77 (m, 4H), 7.87-7.90 (m, 4H)
204	1.67 (s, 6H), 7.20-7.25 (m, 7H), 7.34-7.47 (m, 15H), 7.56-7.61 (m, 6H), 7.69-7.76 (m, 4H), 7.87-7.91 (m, 4H)
205	7.05-7.09 (m, 6H), 7.16-7.28 (m, 7H), 7.34-7.48 (m, 13H), 7.54-7.59 (m, 4H), 7.68-7.74 (m, 4H), 7.86-7.91 (m, 4H)
206	7.18-7.22 (m, 6H), 7.34-7.45 (m, 16H), 7.52-7.56 (d, 2H), 7.61-7.67 (m, 4H), 7.73-7.77 (d, 3H), 7.85 (d, 2H), 7.89-7.91 (d, 3H)
207	2.33 (s, 6H), 6.93-6.96 (m, 8H), 7.25-7.48 (m, 17H), 7.53-7.55 (d, 2H), 7.65-7.69 (m, 5H), 7.74-7.78 (d, 2H), 7.88-7.91 (d, 2H)
208	1.65 (s, 6H), 7.21 (t, 4H), 7.33-7.50 (m, 26H), 7.56 (d, 2H), 7.60 (d, 2H), 7.67-7.71 (t, 10H), 7.89-7.92 (t, 4H)
209	1.67 (s, 6H), 7.25-7.49 (m, 28H), 7.57-7.67 (m, 16H), 7.76-7.92 (m, 8H)
210	1.63 (s, 6H), 7.16-7.50 (m, 28H), 7.57-7.62 (m, 16H), 7.69-7.75 (m, 8H), 7.88-7.90 (d, 4H)

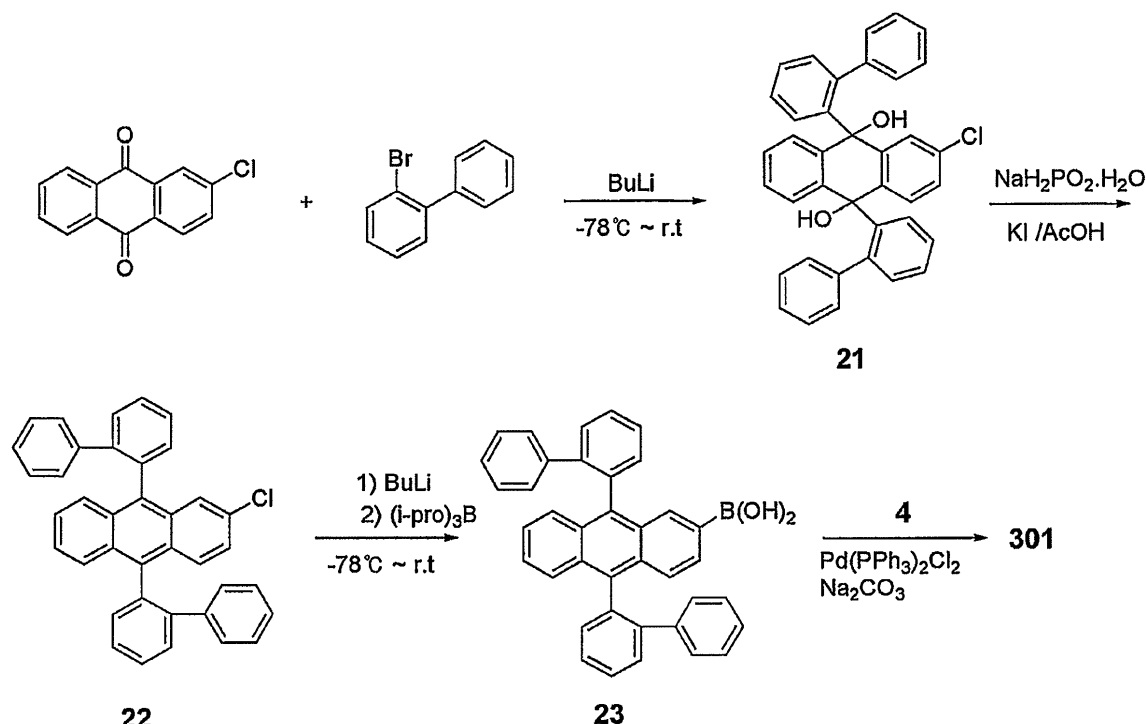
30

40

【0053】

合成例 8 : 化合物 301 の製造

【化 2 2】



10

20

【0054】

2-ブロモビフェニル(48g、0.206mol)にテトラヒドロフラン(410mL)を入れ、室温で10分攪拌して完全に溶かし、-72℃で温度を低めた後、n-ブチルリチウム(n-ヘキサン中1.6M)(0.14L、0.22mol)を徐々に滴加する。1時間後、2-クロロアントラキノン(20g、82mmol)を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら12時間攪拌する。10% HCl溶液0.5Lを加えて1時間攪拌した後、減圧濾過する。ジクロロメタン240mLを使用して有機層を得て減圧蒸発した後、ヘキサンを用いて再結晶し化合物21(32.7g、72%)を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.14 - 7.26 (m, 12H), 7.31 - 7.40 (m, 9H), 7.46 - 7.48 (d, 4H)

MS / FAB : 550.62 (実測値), 551.07 (計算値)

30

【0055】

化合物21(32.7g、0.06mol)、ヨウ化カリウム(39.4g、0.24mol)、リン酸ナトリウム一水和物(50.3g、0.48mol)、アセト酸(0.2L)を入れて環流攪拌する。21時間後室温で冷却してから減圧濾過する。減圧濾過の後に得た個体に少量の炭酸カリウムと蒸留水を加えて中性を製造し、2時間攪拌の後、有機層を分離し蒸発させて白色の固体である化合物22(9.13g、54%)を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.21 - 7.26 (m, 6H), 7.33 - 7.35 (m, 7H), 7.50 - 7.53 (m, 8H), 7.62 (d, 1H), 7.66 - 7.68 (t, 3H)

MS / FAB : 517.60 (実測値), 517.05 (計算値)

40

【0056】

化合物22(9.13g、17.66mmol)、テトラヒドロフラン(60mL)を入れ、室温で10分攪拌して完全に溶かし、-72℃で温度を低めた後、n-ブチルリチウム(n-ヘキサン中1.6M)(14.6mL、22.95mmol)を徐々に滴加する。1時間後、トリイソプロピルボレート(5.32g、28.26mmol)を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら24時間攪拌する。10% HCl溶液0.1Lを加えて1時間攪拌した後、減圧濾過する。エチルアセテート150mLを使用して有機層を得

50

て減圧蒸発させた後、ヘキサンとメタノールを用いて再結晶して杏色の固体である化合物 23 (3.81 g、41%) を得た。

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.21 - 7.25 (m, 6H), 7.33 - 7.35 (m, 7H), 7.50 - 7.55 (m, 8H), 7.61 (d, 1H), 7.65 - 7.69 (t, 3H)

MS / FAB : 525.89 (実測値), 526.43 (計算値)

【0057】

化合物 23 (3.81 g、7.24 mmol)、化合物 4 (2.37 g、8.68 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (0.26 g、0.36 mmol)、炭酸ナトリウム (1.54 g、14.48 mmol)、トルエン (40 mL)、蒸留水 (3.6 mL) を入れて環流攪拌する。46 時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水 40 mL を加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をヘキサン、メタノールを用いて再結晶し、シリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン : n-ヘキサン = 1 : 1) して白色の固体である化合物 301 (1.61 g、33%) を得た。

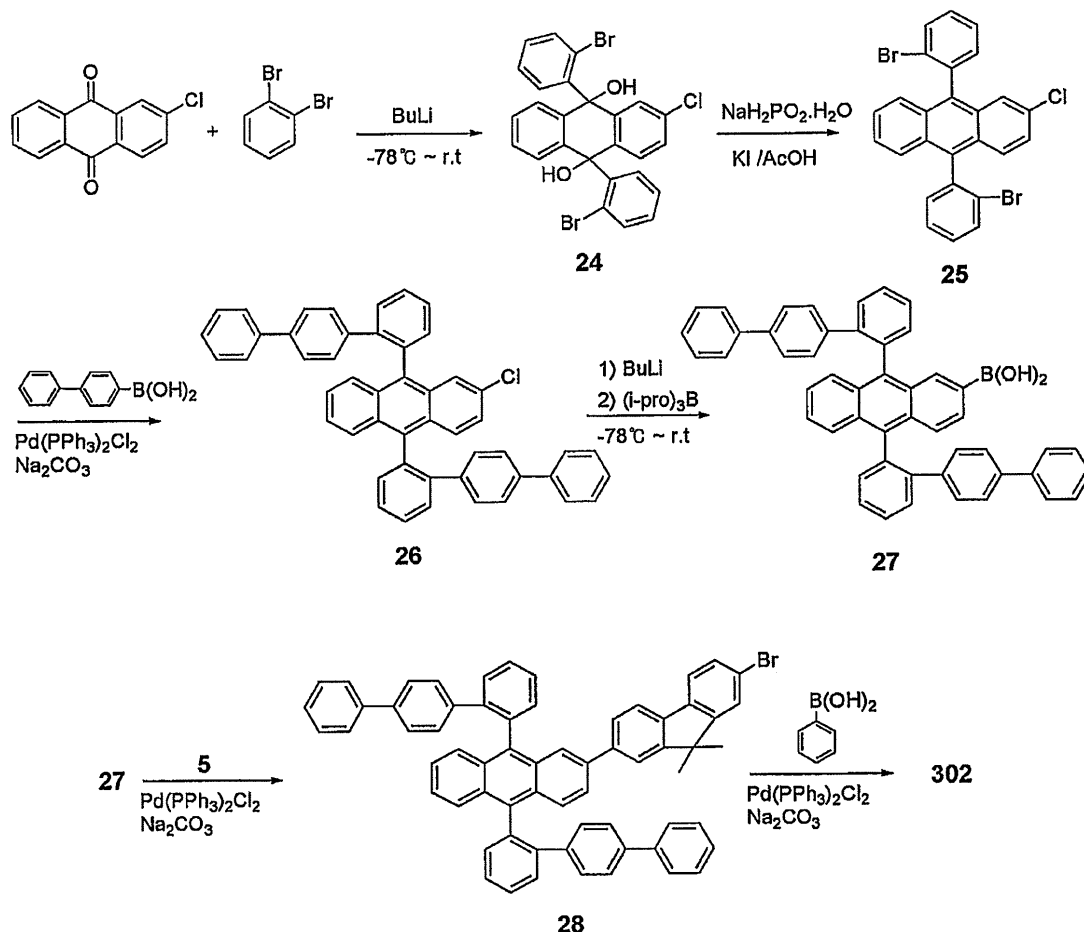
^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.65 (s, 6H), 7.19 (t, 2H), 7.32 - 7.46 (m, 16H), 7.53 - 7.57 (m, 6H), 7.67 - 7.71 (m, 3H), 7.79 (s, 2H), 7.85 - 7.88 (s, 2H), 7.92 (s, 1H)

MS / FAB : 674.24 (実測値), 674.86 (計算値)

【0058】

合成例 9 : 化合物 302 の製造

【化 23】



【0059】

1, 2 - ジブロモベンゼン (70 g、0.3 mol) にテトラヒドロフラン (620 mL) を入れ、室温で10分攪拌して完全に溶かし、-72 で温度を低めた後、n - ブチルリチウム (n - ヘキサン中1.6 M) (200 mL、0.321 mol) を徐々に滴加する。1時間後、2 - クロロアントラキノン (30 g、0.12 mol) を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら21時間攪拌する。10% HCl 溶液500 mL を加えて1時間攪拌した後、減圧濾過する。ジクロロメタン300 mL を使用して有機層を得て減圧蒸発した後、ヘキサンとメタノールを用いて再結晶し24化合物 (44.04 g、64%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.10 (t, 4H), 7.14 (t, 2H), 7.20 (t, 3H), 7.26 (d, 2H), 7.37 (m, 4H)

MS / FAB : 556.33 (実測値), 556.67 (計算値)

【0060】

化合物24 (44 g、79.04 mmol)、ヨウ化カリウム (26.24 g、158 mmol)、リン酸ナトリウム一水和物 (41.9 g、395 mmol)、アセト酸 (0.26 L、0.3 M) を入れて環流攪拌する。24時間後室温で冷却してから減圧濾過する。減圧濾過の後に得た個体に少量の炭酸カリウムと蒸留水を加えて中性を製造し、2時間攪拌の後、有機層を分離し蒸発させてヘキサンとメタノールを使用して再結晶し、灰色の固体である化合物25 (20.2 g、49%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.11 (t, 4H), 7.16 (t, 2H), 7.21 (t, 3H), 7.27 (d, 2H), 7.39 (m, 4H)

MS / FAB : 522.02 (実測値), 522.65 (計算値)

【0061】

化合物25 (20 g、38.27 mmol)、4 - ビフェニルボロン酸 (21.4 g、91.84 mmol)、トランス - ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム (II) (0.134 g、1.91 mmol)、炭酸ナトリウム (12.17 g、114.8 mmol)、トルエン (190 mL)、蒸留水 (20 mL) を入れて環流攪拌する。51時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水200 mL を加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をヘキサン、メタノールを用いて再結晶し、シリカゲルカラムクロマトグラフィ (ジクロロメタン : n - ヘキサン = 1 : 10) して黄色い固体の化合物26 (13.31 g、52%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.22 - 7.26 (m, 8H), 7.33 - 7.38 (m, 11H), 7.49 - 7.54 (m, 10H), 7.62 (d, 1H), 7.66 - 7.68 (t, 3H)

MS / FAB : 668.75 (実測値), 669.25 (計算値)

【0062】

化合物26 (13 g、19.42 mmol)、テトラヒドロフラン (100 mL) を入れ、室温で10分攪拌して完全に溶かし、-72 で温度を低めた後、n - ブチルリチウム (n - ヘキサン中1.6 M) (17 mL、27.2 mmol) を徐々に滴加する。1時間後、トリイソプロピルボレート (6.58 g、34.96 mmol) を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら19時間攪拌する。10% HCl 溶液100 mL を加えて2時間攪拌した後、減圧濾過する。生成された固体をヘキサンとメタノールを用いて再結晶して白色の固体である化合物27 (4.74 g、36%) を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.21 - 7.26 (m, 8H), 7.32 - 7.38 (m, 11H), 7.49 - 7.53 (m, 10H), 7.60 (d, 1H), 7.67 - 7.70 (t, 3H)

MS / FAB : 678.27 (実測値), 678.62 (計算値)

【0063】

化合物5 (2.93 g、8.31 mmol)、化合物27 (4.7 g、6.93 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム(II) (0.34 g、0.49 mmol)、炭酸ナトリウム (1.47 g、13.86 mmol)、トルエン (40 mL)、蒸留水 (3.5 mL) を入れて環流攪拌する。25時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水50 mLを加えて反応を終了させる。この際に生じる固体を減圧濾過する。得られた個体をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (酢酸エチル：n-ヘキサン = 1：8) して杏色の固体である化合物28 (4.58 g、73%) を得た。

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.68 (s, 6H), 7.22 - 7.26 (m, 3H), 7.33 - 7.41 (m, 19H), 7.50 - 7.56 (m, 8H), 7.66 - 7.71 (m, 4H), 7.81 (s, 2H), 7.83 - 7.85 (s, 2H), 7.90 (s, 1H)

MS / FAB : 904.67 (実測値), 905.95 (計算値)

【0064】

化合物28 (4.581 g、5.06 mmol)、フェニルボロン酸 (0.74 g、6.07 mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム(II) (0.18 g、0.25 mmol)、炭酸ナトリウム (1.3 g、12.14 mmol)、トルエン (40 mL)、蒸留水 (3.5 mL) を入れて環流攪拌する。30時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水50 mLを加えて反応を終了させる。ジクロロメタン300 mLを用いて有機層を抽出して減圧蒸留させる。得られた個体をシリカゲルカラムクロマトグラフィ (酢酸エチル：n-ヘキサン = 1：8) して、メタノールを用いて再結晶し、白色の固体である化合物302 (2.47 g、54%) を得た。

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.67 (s, 6H), 7.22 - 7.25 (m, 4H), 7.32 - 7.40 (m, 21H), 7.49 - 7.56 (m, 10H), 7.65 - 7.70 (m, 4H), 7.79 (s, 2H), 7.82 - 7.84 (s, 2H), 7.89 (s, 1H)

MS / FAB : 903.79 (実測値), 903.15 (計算値)

【0065】

10

20

30

【表 3】

化合物番号	^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm)
301	1.65 (s, 6H), 7.19 (t, 2H), 7.32–7.46 (m, 16H), 7.53–7.57 (m, 6H), 7.67–7.71 (m, 3H), 7.79 (s, 2H), 7.85–7.88 (s, 2H), 7.92 (s, 1H)
302	1.67 (s, 6H), 7.22–7.25 (m, 4H), 7.32–7.40 (m, 21H), 7.49–7.56 (m, 10H), 7.65–7.70 (m, 4H), 7.79 (s, 2H), 7.82–7.84 (s, 2H), 7.89 (s, 1H)
303	1.64 (s, 18H), 7.25–7.37 (m, 14H), 7.52–7.63 (m, 12H), 7.69–7.74 (m, 9H), 7.82 (d, 4H), 7.91 (d, 3H)
304	1.65 (s, 6H), 7.23–7.31 (m, 23H), 7.48–7.52 (m, 12H), 7.63–7.69 (m, 11H), 7.86 (d, 2H)
305	7.08–7.11 (m, 6H), 7.17–7.25 (m, 7H), 7.37–7.49 (m, 13H), 7.53–7.60 (m, 4H), 7.69–7.75 (m, 4H), 7.87–7.92 (m, 4H)
306	1.66 (s, 12H), 7.15 (t, 2H), 7.19–7.23 (m, 6H), 7.30–7.38 (m, 14H), 7.46 (s, 2H), 7.58 (d, 4H), 7.79 (d, 3H), 7.83 (d, 3H), 7.91 (d, 2H)
307	1.66 (s, 6H), 7.22 (t, 6H), 7.33–7.47 (m, 26H), 7.55 (d, 2H), 7.62 (d, 2H), 7.68–7.73 (t, 8H), 7.88–7.90 (t, 4H)
308	1.65 (s, 6H), 7.23–7.50 (m, 30H), 7.58–7.67 (m, 18H), 7.76–7.92 (m, 8H)
309	1.67 (s, 18H), 7.20–7.24 (m, 7H), 7.31–7.50 (m, 34H), 7.54–7.60 (m, 9H), 7.65–7.68 (m, 8H), 7.75 (d, 5H), 7.84 (d, 2H), 7.91 (d, 3H)

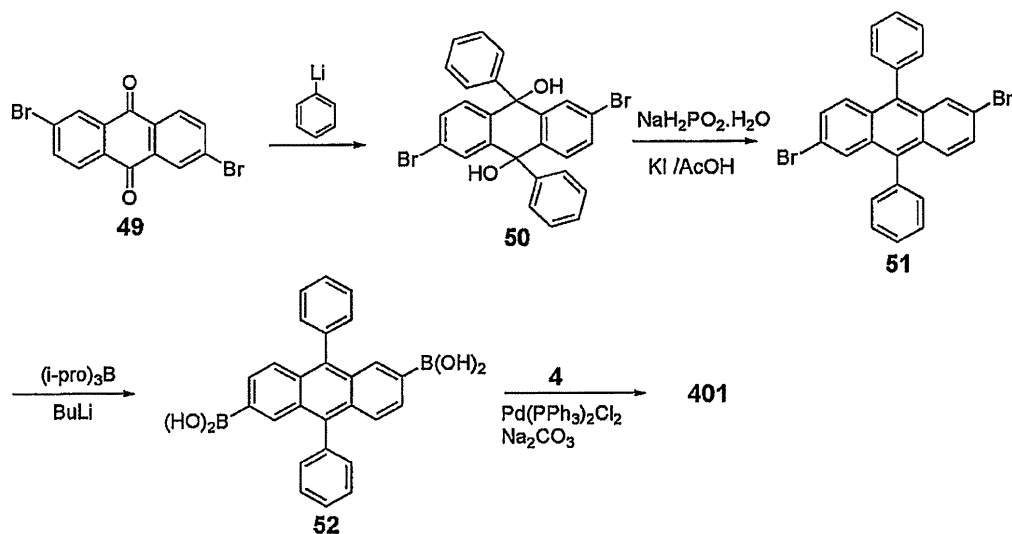
10

20

【0066】

合成例 10 : 化合物 401 の製造

【化 24】



30

【0067】

2,6-ジアミノアントラキノン (100 g、0.42 mol) に臭化銅 (328 g、1.47 mol)、アセトニトリル (1.5 L) を入れて攪拌する。t-亜硝酸ブチル (173 g、1.68 mol) を徐々に滴加する。1 時間後に環流攪拌する。30 時間の後、室温で温度を下げてから 10% HCl 溶液 2 L を加えて 1 時間攪拌した後、減圧濾過する。ヘキサンとメタノールを用いて再結晶し、薄い褐色の固体である化合物 49 (117 g、76%) を得た。

40

^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.68 (d, 2H), 7.73 (d, 2H), 7.96 (s, 2H)
 MS / FAB : 365.84 (実測値), 366.00 (計算値)

【0068】

ブロモベンゼン (51.47 g、0.328 mol)、テトラヒドロフラン (910 ml)

50

L)を入れ、室温で10分攪拌して完全に溶かし、-72で温度を低めた後、n-ブチルリチウム(n-ヘキサン中1.6M)(221mL、0.36mol)を徐々に滴加する。1時間後、49化合物(50g、0.14mol)を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら22時間攪拌する。10% HCl溶液1Lを加えて2時間攪拌した後、減圧濾過する。有機層を分離し蒸発させてピンク色の固体である化合物50(23.54g、33%)を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.18 - 7.20 (m, 12H), 7.35 (d, 2H), 7.47 (s, 2H)

MS / FAB : 521.95 (実測値), 522.22 (計算値)

【0069】

化合物50(20g、38mmol)、ヨウ化カリウム(25.43g、0.15mol)、リン酸ナトリウム一水和物(24.36g、0.23mol)、アセト酸(128mL)を入れて環流攪拌する。15時間後室温で冷却してから減圧濾過する。減圧濾過の後に得た個体に少量の炭酸カリウムと蒸留水を加えて中性を製造し、2時間攪拌の後、有機層を分離し蒸発させて暗い褐色の固体を得て、この固体をシリカゲルカラムクロマトグラフィ(ジクロロメタン:n-ヘキサン=1:10)して杏色の固体である化合物51(7.85g、42%)を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.18 - 7.21 (m, 12H), 7.36 (d, 2H), 7.48 (s, 2H)

MS / FAB : 487.99 (実測値), 488.21 (計算値)

【0070】

化合物51(7.85g、16.08mmol)、テトラヒドロフラン(160mL)を入れ、室温で10分攪拌して完全に溶かし、-72で温度を低めた後、n-ブチルリチウム(1.6M in n-ヘキサン)(16mL、20.9mmol)を徐々に滴加する。1時間後、トリイソプロピルボレート(6.05g、32.16mmol)を加えた後、徐々に室温で温度を上げながら20時間攪拌する。10% HCl溶液100mLを加えて5時間攪拌した後、減圧濾過する。ジクロロメタン360mLを使用して有機層を得て減圧蒸発した後、ヘキサン、ジエチル、エーテルを用いて再結晶し、杏色の固体である化合物52(5.24g、78%)を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 7.16 - 7.19 (m, 12H), 7.35 (d, 2H), 7.45 (s, 2H)

MS / FAB : 419.18 (実測値), 418.05 (計算値)

【0071】

化合物52(7.0g、14.34mmol)、化合物4(9.4g、34.4mmol)、トランス-ジクロロビストリフェニルホスフィンパラジウム(II)(1.0g、1.43mmol)、炭酸ナトリウム(6.08g、57.36mmol)、トルエン(150mL)、蒸留水(15mL)を入れて環流攪拌する。40時間後、室温で温度を低めた後、蒸留水100mLを加えて反応を終了させる。エチルアセテート360mLを使用して有機層を得て減圧蒸発した後、シリカゲルカラムクロマトグラフィ(ジクロロメタン:n-ヘキサン=1:2)し、ヘキサン、メタノールを用いて再結晶して黄色い固体の化合物401(2.46g、24%)を得た。

$^1\text{H NMR}$ (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm) = 1.66 (s, 12H), 7.23 (t, 2H), 7.29 - 7.33 (m, 8H), 7.49 - 7.59 (m, 10H), 7.74 - 7.78 (d, 4H), 7.85 - 7.89 (d, 6H)

MS / FAB : 714.13 (実測値), 714.93 (計算値)

【0072】

10

20

30

40

50

【表 4】

化合物番号	^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ (ppm)
401	1.66 (s, 12H), 7.23 (t, 2H), 7.29–7.33 (m, 8H), 7.49–7.59 (m, 10H), 7.74–7.78 (d, 4H), 7.85–7.89 (d, 6H)
402	1.66 (s, 12H), 7.22–7.26 (m, 6H), 7.27–7.33 (m, 12H), 7.53–7.59 (m, 12H), 7.73–7.77 (d, 4H), 7.87–7.91 (d, 8H)
403	1.66 (s, 12H), 7.20–7.26 (m, 8H), 7.26–7.35 (m, 18H), 7.46–7.58 (m, 14H), 7.75–7.78 (d, 4H), 7.87–7.91 (d, 6H)
404	7.05–7.15 (m, 6H), 7.29–7.32 (m, 10H), 7.39 (t, 4H), 7.56–7.61 (m, 16H), 7.64–7.76 (m, 14H), 7.88–7.90 (d, 4H)
405	1.67 (s, 12H), 7.17–7.28 (m, 12H), 7.34–7.38 (m, 8H), 7.57–7.61 (m, 10H), 7.75–7.77 (m, 10H), 7.84–7.89 (m, 10H)

10

【0073】

実施例 1：本発明による化合物を用いた OLED 素子の製造

本発明は、本発明の発光材料を用いた新規の OLED 素子を製造した。

まず、OLED 用ガラスから得られた透明電極 ITO 薄膜 ($15 \Omega / \square$) をトリクロロエチレン、アセトン、エタノール、蒸留水を順次に使用して超音波洗滌を施した後、イソプロパノールに入れて保管した後に使用した。

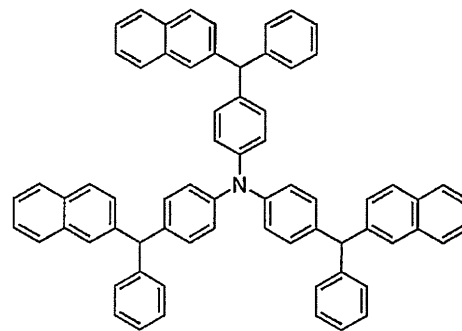
【0074】

20

次に、真空蒸着装置の基板ホルダーに ITO 基板を設け、真空蒸着装置内のセルに下記構造の 4, 4', 4'' - トリス (N, N - (2 - ナフチル) - フェニルアミノ) トリフェニルアミン (2 - TNATA) を入れ、チャンパー内の真空度が 10^{-6} torr に至るまで排気させた後、セルに電流を印加して 2 - TNATA を蒸発させ、ITO 基板上に 60 nm の厚さの正孔注入層を蒸着した。

【0075】

【化 25】



2-TNATA

30

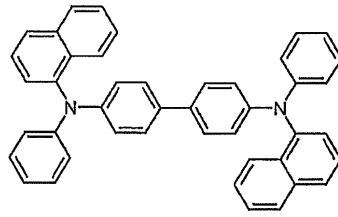
【0076】

次いで、真空蒸着装置内の他のセルに下記の構造 N, N' - ビス (α - ナフチル) - N, N' - ジフェニル - 4, 4' - ジアミン (NPB) を入れ、セルに電流を印加して NPB を蒸発させて正孔注入層の上に 20 nm 厚さの正孔輸送層を蒸着した。

40

【0077】

【化 2 6】



NPB

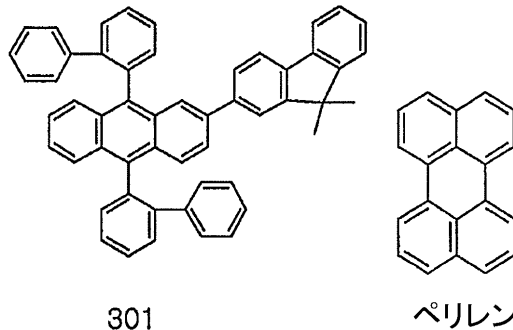
【 0 0 7 8】

10

正孔注入層、正孔輸送層を形成させた後、その上に発光層を次のように蒸着させた。真空蒸着装置内の片方のセルに本発明による化合物（例：化合物 3 0 1）を入れ、またもう一つのセルには下記構造のドーパント発光材料をそれぞれ入れた後、蒸着速度を 1 0 0 : 1 にして前記正孔輸送層の上に 3 5 n m の厚さの発光層を蒸着した。

【 0 0 7 9】

【化 2 7】



20

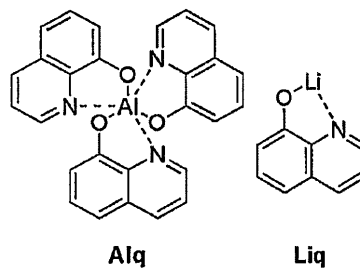
【 0 0 8 0】

次いで、電子輸送層として下記構造のトリス（8 - ヒドロキシキノリン） - アルミニウム（I I I）（A l q）を 2 0 n m 厚さで蒸着してから、電子注入層で下記構造の化合物リチウムキノラート（L i q）を 1 乃至 2 n m の厚さで蒸着した後、他の真空蒸着装置を用いて A l 陰極を 1 5 0 n m の厚さで蒸着して O L E D を製造した。

30

【 0 0 8 1】

【化 2 8】



Alq

Liq

40

【 0 0 8 2】

O L E D 素子の製造に使用された各材料は、それぞれ 10^{-6} t o r r 下において真空昇華精製して O L E D 発光材料で使用した。

【 0 0 8 3】

比較例 1：従来の発光材料を用いた O L E D 素子の製造

【 0 0 8 4】

実施例 1 と同一な方法で正孔注入層、正孔輸送層を形成させた後、前記真空蒸着装置の片方のセルには青色発光材料のジナフチルアントラセン（D N A）を入れ、もう一つのセルには他の青色発光材料の下記構造のペリレンをそれぞれ入れた後、蒸着速度を 1 0 0 : 1 にして前記正孔輸送層の上に 3 5 n m の厚さの発光層を蒸着した。

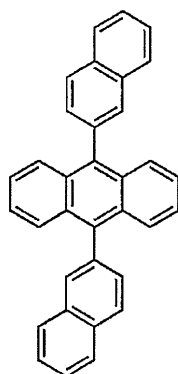
実施例 1 と同一な方法で電子輸送層と電子注入層を蒸着した後、他の真空蒸着装置を用

50

いてA1陰極を150nmの厚さで蒸着してOLEDを製造した。

【0085】

【化29】



DNA

10

【0086】

実施例2：本発明のOLED素子の発光特性

実施例1と比較例1から製造された本発明による有機発光化合物と従来の発光化合物を含有するOLED素子の発光効率をそれぞれ500cd/m²及び2,000cd/m²で測定して表1に示した。特に、青色発光材料の場合、低輝度領域とパネルで適用される輝度における発光特性が非常に重要であるため、これを反映するために、2,000cd/m²程度になる輝度データを基準とした。

20

【0087】

【表 5】

表1

番号	発光材料 1	発光材料 2	EL ピーク (nm)	発光効率 (cd/A)		色度座標		発光効率 /Y
				@500cd/m ²	@2,000cd/m ²	X	Y	
1	101	ペリレン	452,480	4.77	4.12	0.157	0.188	25.4
2	102	ペリレン	452,480	4.85	4.23	0.157	0.189	25.7
3	103	ペリレン	452,480	4.79	4.21	0.158	0.188	25.5
4	104	ペリレン	452,480	4.60	4.18	0.158	0.189	24.3
5	105	ペリレン	450,478	4.57	4.05	0.157	0.185	24.7
6	106	ペリレン	450,478	4.57	4.19	0.158	0.186	24.6
7	107	ペリレン	452,480	4.81	4.33	0.158	0.190	25.3
8	108	ペリレン	452,480	4.97	4.38	0.159	0.189	26.3
9	109	ペリレン	452,480	4.90	4.31	0.157	0.187	26.2
10	110	ペリレン	452,480	4.96	4.36	0.157	0.189	26.2
11	111	ペリレン	460,488	5.80	5.14	0.161	0.207	28.0
12	112	ペリレン	460,488	5.92	5.22	0.161	0.210	28.2
13	113	ペリレン	460,488	5.85	5.19	0.161	0.208	28.1
14	201	ペリレン	452,482	5.13	4.55	0.158	0.190	27.0
15	202	ペリレン	452,482	5.24	4.58	0.158	0.191	27.4
16	203	ペリレン	452,482	5.26	4.62	0.158	0.192	27.4
17	204	ペリレン	452,482	5.18	4.62	0.159	0.193	26.8
18	205	ペリレン	454,484	5.38	4.79	0.160	0.194	27.7
19	206	ペリレン	454,484	5.40	4.80	0.160	0.196	27.6
20	207	ペリレン	454,484	5.42	4.85	0.160	0.195	27.8
21	208	ペリレン	456,484	5.90	5.17	0.161	0.201	29.4
22	209	ペリレン	456,484	5.98	5.27	0.162	0.202	29.6
23	210	ペリレン	460,488	5.90	5.30	0.161	0.210	28.1
24	301	ペリレン	452,482	5.41	4.70	0.157	0.191	28.3
25	302	ペリレン	452,480	5.20	4.43	0.155	0.189	27.5

10

20

30

40

【表 6】

表1の続き

26	303	ペリレン	452,480	5.21	4.37	0.156	0.189	27.6
27	304	ペリレン	456,484	4.77	4.20	0.160	0.203	23.5
28	305	ペリレン	452,482	4.50	4.12	0.158	0.190	23.7
29	306	ペリレン	456,484	5.78	5.27	0.161	0.205	28.2
30	307	ペリレン	458,486	5.86	5.40	0.163	0.209	28.0
31	308	ペリレン	456,484	5.91	5.22	0.164	0.206	28.7
32	309	ペリレン	462,490	6.12	5.76	0.167	0.213	28.7
33	401	ペリレン	450,478	5.23	4.76	0.153	0.182	28.7
34	402	ペリレン	450,478	5.68	4.91	0.154	0.182	31.2
35	403	ペリレン	450,478	5.59	4.85	0.157	0.186	30.1
36	404	ペリレン	452,482	5.74	5.04	0.156	0.191	30.1
37	405	ペリレン	456,484	5.90	5.34	0.160	0.197	29.9
比較例 1	DNA	ペリレン	456,484	4.45	3.62	0.160	0.200	22.3

【0088】

前記表1に示されたように、量子効率とほぼ整合する「発光効率/Y」値を基準として、広く知られている従来の発光材料のDNA：ペリレンを含有する比較例1のOLED素子と、本発明による有機電界発光化合物を使用したOLED素子とを比較した。その結果、本発明による有機電界発光化合物を使用したOLED素子は、より高い「発光効率/Y」値を示した。

従って、本発明の有機電界発光化合物は高効率の青色発光材料として使用でき、既存のフルカラーOLEDよりも、輝度および消費電力の面で大きな長所を有している。

【産業上の利用可能性】

【0089】

本発明による有機電界発光化合物は高い発光効率および長寿命を有し、よって優れた駆動寿命を有するOLED素子の生産に有用であり得る。本発明の有機電界発光化合物は、発光層だけでなく、他の層として使用される場合における優れたEL特性によっても特徴づけられる。

【0090】

上記記載に開示された概念および特定の実施形態が、本発明の同じ目的を実施するための他の形態を設計または変更するための基礎として容易に利用されうることを当業者は認識する。また、当業者は、このような同等の実施形態が特許請求の範囲に特定された発明の意図および範囲から逸脱しないことも認識する。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/KR2007/005804
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C09K 11/06(2006.01)i</i>		
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) IPC 8 : C09K, H05B		
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) eKIPASS (KIPO internal), USPAT, PAJ, REGISTRY and CAPLUS (STN)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2005-0236977 A1 (YAMADA et al.) 27.10.2005 See abstract and claims.	1-9
A	US 2002-0122900 A1 (UEDA et al.) 05.09.2002 See abstract and claims.	1-9
E	KR 10-2007-0112317 A (GRACEL DISPLAY INC.) 23.11.2007 See the whole document.	1-9
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ 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 application or patent 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 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 "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 26 JUNE 2008 (26.06.2008)		Date of mailing of the international search report 26 JUNE 2008 (26.06.2008)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 139 Seonsa-ro, Seo-gu, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer OH, Se Zu Telephone No. 82-42-481-8156 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2007/005804

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2005-0236977 A1	27.10.2005	None	
US 2002-0122900 A1	05.09.2002	JP 2002-313579 A2	25.10.2002
		JP 3669333 B2	06.07.2005
		KR 10-2002-0065389 A	13.08.2002
		US 6916552 B	12.07.2005
KR 10-2007-0112317 A	23.11.2007	KR 10-0828169 B	30.04.2008

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,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,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,MT,NL,PL,PT,RO,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,BH,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SV,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 キム, ボン - オク

大韓民国, ソウル・ 1 4 3 - 8 3 9 , クァンジン - グウ , クジャ - ドン , 9 9 , イルソン・パーク・アパートメント , 1 0 1 - 8 0 1

(72)発明者 クwak, ミ - ヤン

大韓民国, ソウル・ 1 3 5 - 1 0 0 , カンナム - グウ , チョンダム・ 1 - ドン , 6 5 , チンフン・アパートメント , 5 - 6 0 7

(72)発明者 クォン, ヒョク - チュー

大韓民国, ソウル・ 1 3 0 - 1 0 0 , トンデムン - グウ , チャンガン - ドン , サムスン・レミアン・ 2 チャ・アパートメント , 2 2 4 - 2 0 0 1

(72)発明者 チョー, ヤン - チュン

大韓民国, ソウル・ 1 3 2 - 7 6 2 , ドボン - グウ , バンハク・ 3 - ドン , シンドンガ・アパートメント , 3 1 - 2 0 3

(72)発明者 キム, ヒョン

大韓民国, ソウル・ 1 3 9 - 8 7 3 , ノウォン - グウ , ハゲ・ 2 - ドン , 2 7 3

Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 CC04 CC06 CC14 CC21 DD53 DD59 DD68

4H006 AA01 AA03 AB92

专利名称(译)	高效有机电致发光化合物和使用其的显示元件		
公开(公告)号	JP2011503894A	公开(公告)日	2011-01-27
申请号	JP2010533948	申请日	2007-11-19
申请(专利权)人(译)	Guraseru显示公司		
[标]发明人	キムソンミン キムボンオク クワクミヤン クオンヒョクチュー チョーヤンチュン キムヒョン		
发明人	キム,ソン-ミン キム,ボン-オク クワク,ミ-ヤン クオン,ヒョク-チュー チョー,ヤン-チュン キム,ヒョン		
IPC分类号	H01L51/50 C09K11/06 C07C15/27		
CPC分类号	C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 H01L51/0058 H01L51/5012 Y10S428/917		
FI分类号	H05B33/14.B C09K11/06.610 C07C15/27		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC04 3K107/CC06 3K107/CC14 3K107/CC21 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD68 4H006/AA01 4H006/AA03 4H006/AB92		
其他公开文献	JP5654874B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及含有茚基的有机电致发光化合物和使用其的显示装置，更准确地说是有机电致发光化合物。与常规主体材料相比，本发明的有机电致发光化合物的特征在于改进的优异EL性能。

