

(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2005-163036  
(P2005-163036A)

(43) 公開日 平成17年6月23日(2005.6.23)

(51) Int.Cl. 7  
C09K 11/06  
C07D 235/18  
H05B 33/14  
H05B 33/22  
// C07E 15/00

F 1			
C O 9 K	11/06	6 6 O	
C O 7 D	235/18		
H O 5 B	33/14		B
H O 5 B	33/22		B
H O 5 B	33/22		D

### テーマコード（参考）

3K007

4 H 0 5 0

審査請求 未請求 請求項の数 40 O L (全 43 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-332143 (P2004-332143)  
(22) 出願日 平成16年11月16日 (2004.11.16)  
(31) 優先権主張番号 92132297  
(32) 優先日 平成15年11月18日 (2003.11.18)  
(33) 優先権主張国 台湾 (TW)

(71) 出願人 599142729  
奇美電子股▲ふん▼有限公司  
台灣台南縣台南科学工業園区新市鄉奇業路  
1號

(71) 出願人 501008945  
國立清華大學  
台灣新竹市光復路二段 101 號

(74) 代理人 100089118  
弁理士 酒井 宏明

(72) 発明者 鄭達鴻  
台灣 300 新竹市光復路二段清華大學西院  
58 號 3F

(72) 発明者 鍾潤文  
台灣 74144 台南縣台南科学工業園区奇  
業路 1 號

最終頁に続く

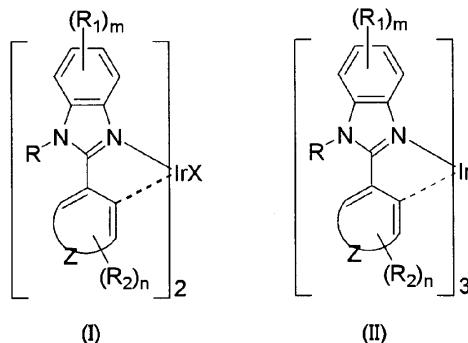
(54) 【発明の名称】発光材料としてのイリジウム錯体および有機発光ダイオードデバイス

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】発光デバイスの発光層において使用することができる、高輝度、高効率、および優れたCIE座標を示すリン光性イリジウム錯体を提供する。

### 【解決手段】

本発明によれば、式Ⅰまたは式Ⅱを有するリン光性イリジウム錯体：



(式中、Xは一価アニオン性二座配位子から選ばれ；Zは原子基から選ばれ、ただし、Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエンと共に、アリール基またはヘテロアリール基を形成し；R、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は独立して、水素原子または置換基から選ばれ；mは0～4の整数であり；nは0～Zでの可能な置換基の最大数の整数である)が提供される。このよう

10

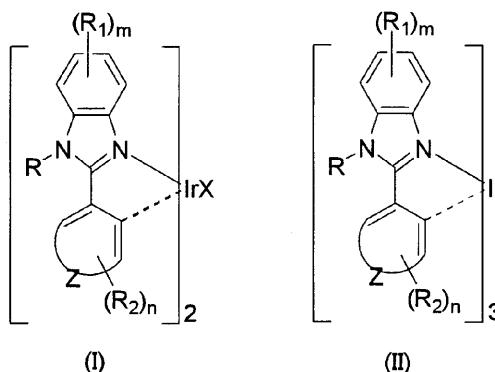
## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

アノードおよびカソード、ならびに  
該アノードと該カソードとの間に配置されたエレクトロルミネッセント媒体  
を含み、

該エレクトロルミネッセント媒体が、下記の式(I)または式(II)のリン光性イリジウム錯体を含む発光層を含む、  
有機発光ダイオードデバイス：

## 【化 1】



10

20

式中、

Xは一価アニオン性二座配位子から選ばれ；

Zは原子基から選ばれ、ただし、Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエンと共に、アリール基またはヘテロアリール基を形成し；

R、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は独立して、H、ハロゲン、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルケニル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルキニル、ハロゲン置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルコキシ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>置換アミノ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アシル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>エステル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アミド、アリール、ハロゲン置換アリール、ハロゲン置換アルケニル、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、シアノおよびニトロ基から選ばれ；

30

mは0～4の整数であり；かつ

nは0からZでの可能な置換基の最大数までの整数である。

## 【請求項 2】

Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエン基と共に、フェニル、ナフチル、ジフェニル、アントリル、ピレニル、フェナントリルおよびフルオレンから選ばれるアリール基を形成する、請求項1に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項 3】

Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエン基と共に、ベンゾフラン、チオフェン、ピリジン、キノリン、イソキノリン、ピラジン、ピリミジン、ピロール、ピラゾール、イミダゾール、インドール、チアゾール、イソチアゾール、オキサゾール、イソオキサゾール、ベンゾチアゾール、ベンゾオキサゾールおよびフェナントロリンから選ばれるヘテロアリールを形成する、請求項1に記載の有機発光ダイオードデバイス。

40

## 【請求項 4】

Xは、アセチルアセトナート、アミノ酸アニオン、サリチルアルデヒドアニオン、2-ピコリナート、8-ヒドロキシキノリンアニオンおよびイミノアセトナートから選ばれる、請求項1に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項 5】

Xはアセチルアセトナートである、請求項1に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項 6】

Rは、H、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、アリール、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、ハロゲン

50

置換アリール、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、およびハロゲン置換アルケニルから選ばれる、請求項 1 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

【請求項 7】

$R_1$  は、H および  $C_1 \sim C_{20}$  アルキルから選ばれる、請求項 6 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

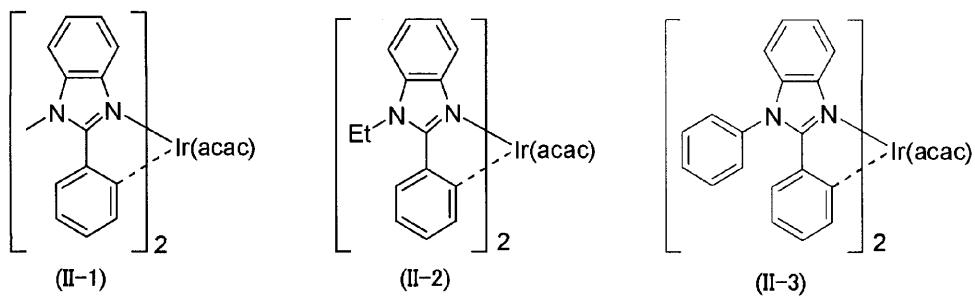
【請求項 8】

$R_2$  は、H、ハロゲン、 $C_1 \sim C_{20}$  アルキル、ハロゲン置換  $C_1 \sim C_{20}$  アルキル、および  $C_1 \sim C_{20}$  アルコキシ基から選ばれる、請求項 7 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

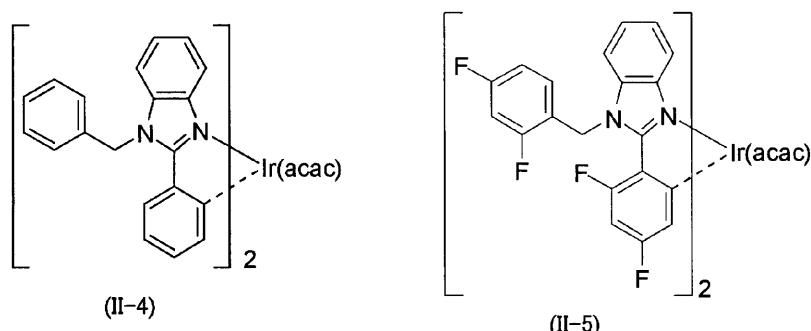
【請求項 9】

該発光層は、下記の式II-1、式II-2、式II-3、式II-4、式II-5、式II-6、式II-7、式II-8、式II-9、式II-10、式II-11、式II-12 および式II-13 10  
：

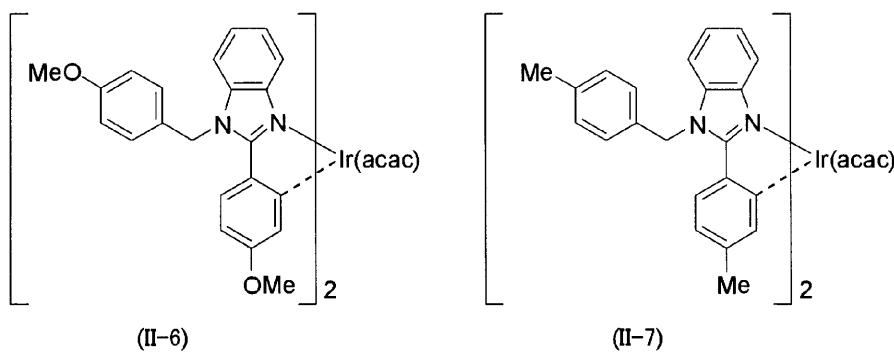
【化 2】



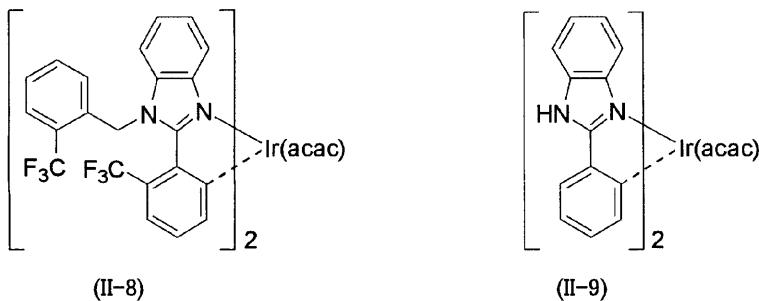
10



20

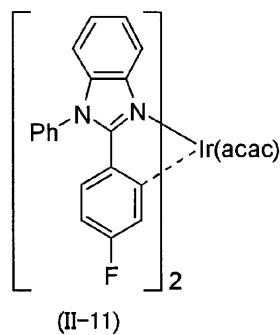
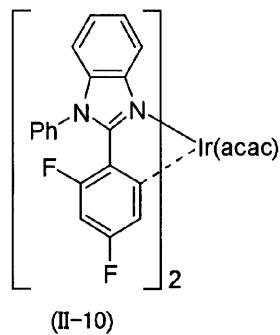


30

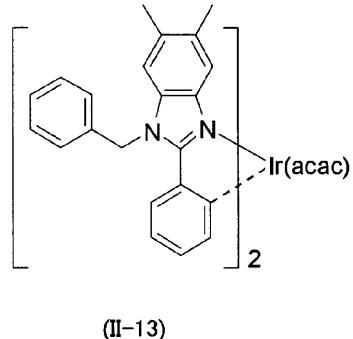
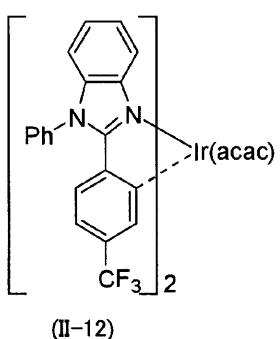


40

## 【化3】



10



20

から選ばれる少なくとも1つの化合物を含む、請求項1に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項10】

電圧が該アノードと該カソードとの間に加えられたとき、該発光層は、470 nm ~ 570 nmの範囲にピーク波長を有する光を放射する、請求項1に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項11】

該発光層はホスト材料をさらに含み、該リン光性イリジウム錯体は該ホスト材料におけるドーパントとして存在する、請求項1に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項12】

該ホスト材料は正孔輸送材料を構成する、請求項11に記載の有機発光ダイオードデバイス。

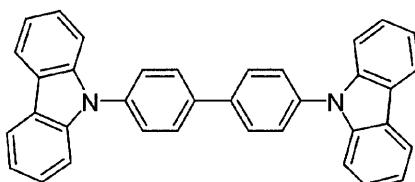
## 【請求項13】

該ホスト材料は電子輸送材料を構成する、請求項11に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項14】

該正孔輸送材料は、下記の式(III)の化合物：

## 【化4】



(III)

40

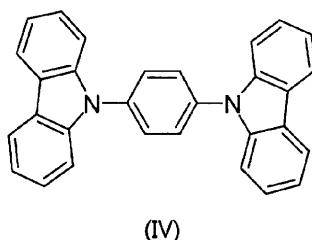
を含む、請求項12に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項15】

50

該正孔輸送材料は、下記の式(IV)の化合物：

【化5】



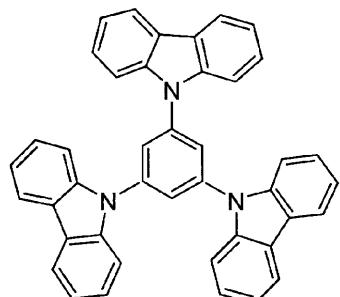
10

を含む、請求項1-2に記載の有機発光ダイオードデバイス。

【請求項1-6】

該正孔輸送材料は、下記の式(V)の化合物：

【化6】



20

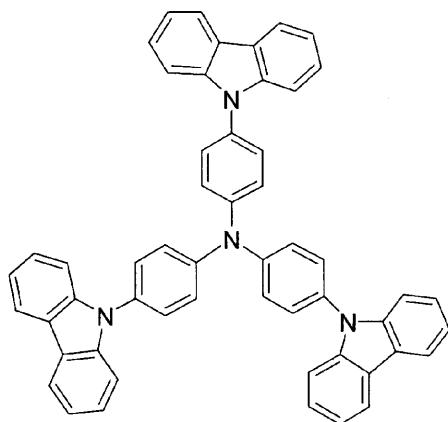
(V)

を含む、請求項1-2に記載の有機発光ダイオードデバイス。

【請求項1-7】

該正孔輸送材料は、下記の式(VI)の化合物：

【化7】



30

(VI)

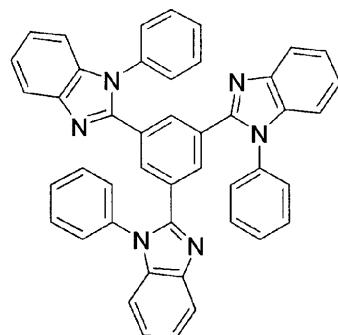
40

を含む、請求項1-2に記載の有機発光ダイオードデバイス。

【請求項1-8】

該電子輸送材料は、下記の式(VII)の化合物：

【化 8】



10

(VII)

を含む、請求項 1 3 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

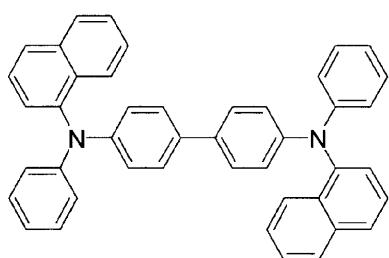
【請求項 1 9】

該エレクトロルミネッセント媒体はさらに、該アノードと該発光層との間に配置された正孔輸送層を含む、請求項 1 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

【請求項 2 0】

該正孔輸送層は、下記の式 (VIII) の化合物：

【化 9】



20

(VIII)

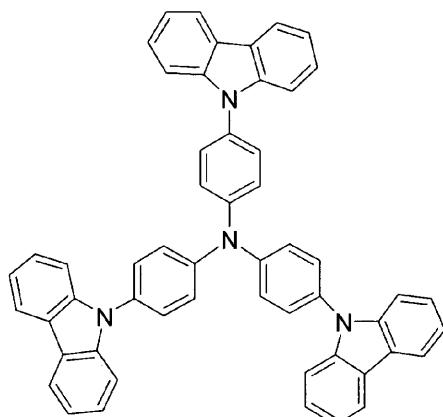
を含む、請求項 1 9 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

30

【請求項 2 1】

該正孔輸送層は、下記の式 (IX) の化合物：

【化 1 0】



40

(IX)

を含む、請求項 1 9 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

【請求項 2 2】

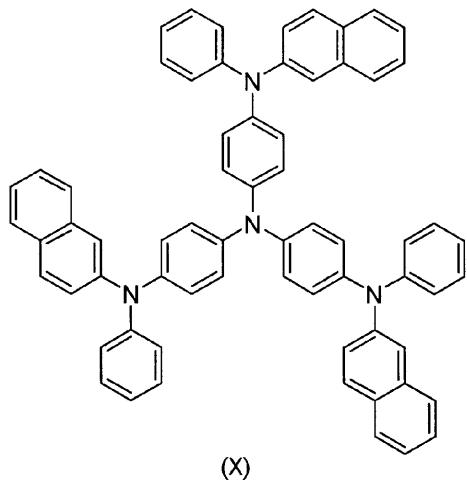
該エレクトロルミネッセント媒体はさらに、該アノードと該正孔輸送層との間に配置された正孔注入改変層を含む、請求項 1 9 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

50

## 【請求項 2 3】

該正孔注入改変層は、下記の式 (X) の化合物：

## 【化 1 1】



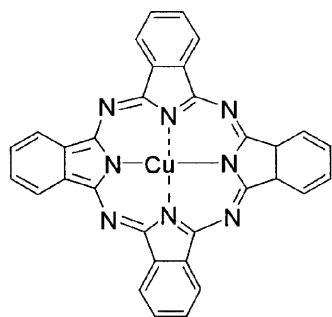
10

を含む、請求項 2 2 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項 2 4】

該正孔注入改変層は、下記の式 (XI) の化合物：

## 【化 1 2】



20

(XI)

30

を含む、請求項 2 2 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

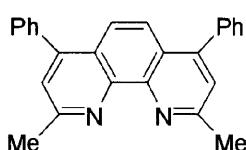
## 【請求項 2 5】

該エレクトロルミネッセント媒体はさらに、該カソードと該発光層との間に配置された正孔阻止層を含み、該正孔阻止層は該発光層と接触している、請求項 1 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項 2 6】

該正孔阻止層は、下記の式 (XII) の化合物：

## 【化 1 3】



40

(XII)

(式中、Ph はフェニル基を表し、Me はメチル基を表す)

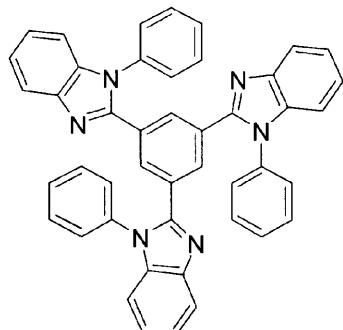
を含む、請求項 2 5 に記載の有機発光ダイオードデバイス。

## 【請求項 2 7】

該正孔阻止層は、下記の式 (XIII) の化合物：

50

【化14】



10

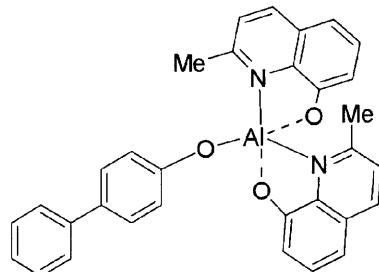
(XIII)

を含む、請求項25に記載の有機発光ダイオードデバイス

【請求項28】

該正孔阻止層は、下記の式(XIV)の化合物：

【化15】



20

(XIV)

(式中、Meはメチル基を表す)

を含む、請求項25に記載の有機発光ダイオードデバイス。

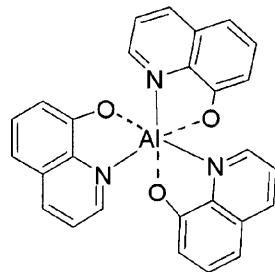
【請求項29】

該エレクトロルミネッセント媒体はさらに、該正孔阻止層と該カソードとの間に配置された電子輸送層を含む、請求項25に記載の有機発光ダイオードデバイス。 30

【請求項30】

該電子輸送層は、下記の式(XV)の化合物：

【化16】



40

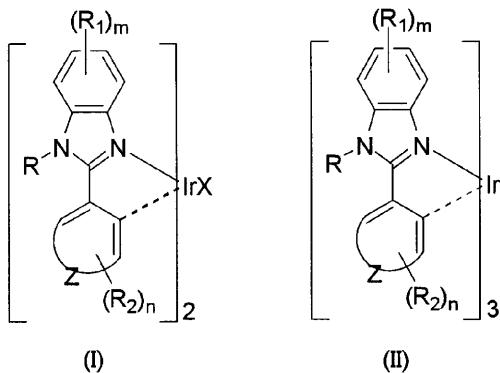
(XV)

を含む、請求項29に記載の有機発光ダイオードデバイス。

【請求項31】

下記の式(I)または式(II)の化合物を含む発光材料：

## 【化17】



10

式中、

Xは一価アニオン性二座配位子から選ばれ；

Zは原子基から選ばれ、ただし、Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエン基と共に、アリール基またはヘテロアリール基を形成し；

R、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は独立して、H、ハロゲン、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルケニル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルキニル、ハロゲン置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルコキシ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>置換アミノ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アシル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>エステル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アミド、アリール、ハロゲン置換アリール、ハロゲン置換アルケニル、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、シアノおよびニトロ基から選ばれ；

mは0～4の整数であり；かつ

nは0からZでの可能な置換基の最大数までの整数である。

## 【請求項32】

R、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は独立して、H、ハロゲン、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルケニル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルキニル、ハロゲン置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルコキシ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>置換アミノ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アシル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>エステル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アミド、アリール、ハロゲン置換アリール、ハロゲン置換アルケニル、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、シアノおよびニトロから選ばれる、請求項31に記載の発光材料。

20

30

## 【請求項33】

Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエン基と共に、フェニル、ナフチル、ジフェニル、アントリル、ピレニル、フェナントリルおよびフルオレンから選ばれるアリール基を形成する、請求項31に記載の発光材料。

## 【請求項34】

Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエン基と共に、ベンゾフラン、チオフェン、ピリジン、キノリン、イソキノリン、ピラジン、ピリミジン、ピロール、ピラゾール、イミダゾール、インドール、チアゾール、イソチアゾール、オキサゾール、イソオキサゾール、ベンゾチアゾール、ベンゾオキサゾールおよびフェナントロリンから選ばれるヘテロアリールを形成する、請求項31に記載の発光材料。

40

## 【請求項35】

Xは、アセチルアセトナート、アミノ酸アニオン、サリチルアルデヒドアニオン、2-ピコリナート、8-ヒドロキシキノリンアニオンおよびイミノアセトナートから選ばれる、請求項31に記載の発光材料。

## 【請求項36】

Xはアセチルアセトナートである、請求項31に記載の発光材料。

## 【請求項37】

Rは、H、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、アリール基、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、ハロゲン置換アリール、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、およびハロゲン置換アルケニルから選ばれる、請求項31に記載の発光材料。

50

**【請求項 3 8】**

$R_1$ は、Hおよび $C_1 \sim C_{20}$ アルキルから選ばれる、請求項3 7に記載の発光材料。

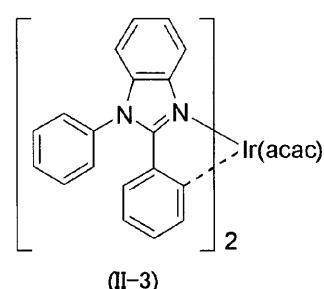
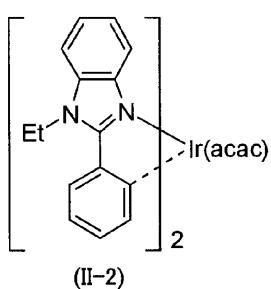
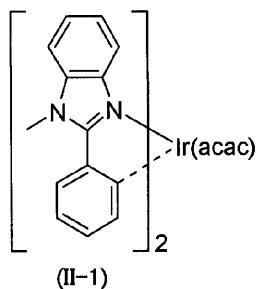
**【請求項 3 9】**

$R_2$ は、H、ハロゲン、 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル、ハロゲン置換 $C_1 \sim C_{20}$ アルキル基、および $C_1 \sim C_{20}$ アルコキシから選ばれる、請求項3 8に記載の発光材料。

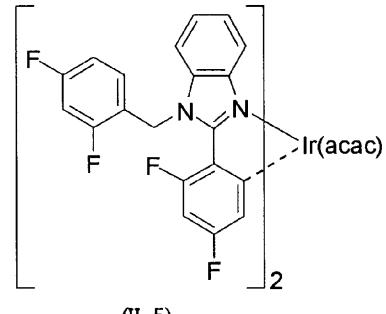
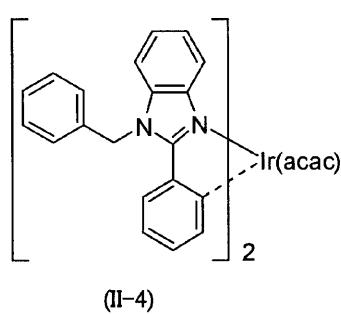
**【請求項 4 0】**

該化合物は、下記の式II-1、式II-2、式II-3、式II-4、式II-5、式II-6、式II-7、式II-8、式II-9、式II-10、式II-11、式II-12および式II-13：

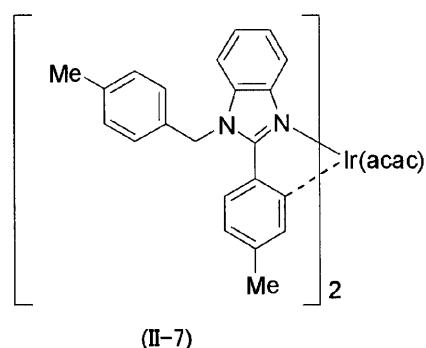
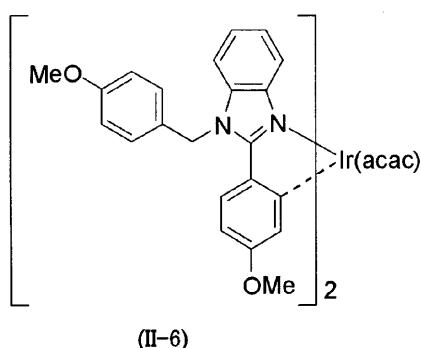
【化18】



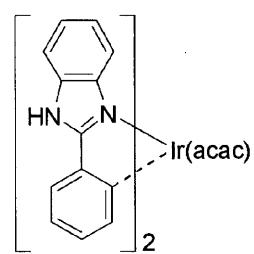
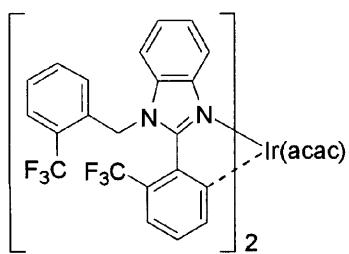
10



20

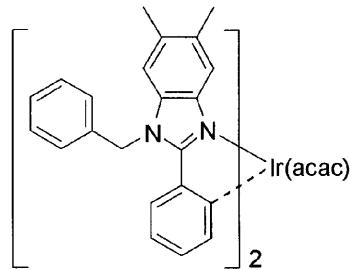
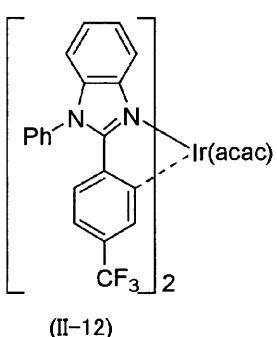
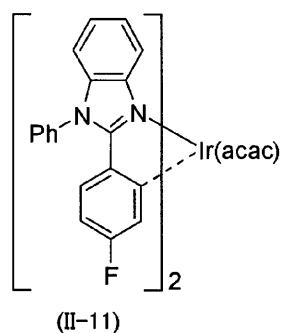
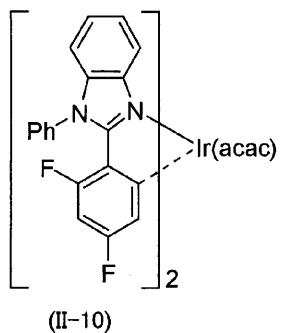


30



40

【化19】



10

20

30

40

50

から選ばれる、請求項31に記載の発光材料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、イリジウム錯体、およびイリジウム錯体をリン光体として含む発光デバイスに関する。より詳細には、本開示は、例えば、ディスプレイ素子、ディスプレイ、バックライト、照明光源などにおいて使用することができるイリジウム錯体、およびそのようなイリジウム錯体を使用する発光デバイスに関する。

【0002】

本出願は、特許出願番号第92132297号（2003年11月18日出願、台湾；これは参照により本明細書中に組み込まれる）に基づく国外優先権に対する権利を主張する。

【背景技術】

【0003】

序論

有機発光性材料を使用するエレクトロルミネッセント（“EL”）デバイスが、最近、活発に研究されている。これは、ELデバイスを使用して製造されたディスプレイは、従来の液晶ディスプレイよりも広い視角および速い応答時間を示すことができるからである。より詳細には、有機発光性材料から作製されたELデバイスを使用して製造されたフラットパネルディスプレイは、自発的な光放射を使用することが期待される。さらに、有機発光性材料を使用するELデバイスは、デジタルカメラ、携帯情報端末およびテレビ電話などの消費者向け電子機器において有用であり得る様々な利点、例えば、低い電力消費、大きい明度、および軽量かつ薄い設計などを示すことができる。発光デバイスの一例が有機発光ダイオード（OLED）である。OLEDデバイスは、電流が加えられたときに光を放射する、光学的に透明なアノードと金属カソードとの間に形成された発光性材料を含有する有機薄膜を含み得る。OLEDを使用して完全色ELディスプレイパネルを製造するためには、適切な色度および輝度効率を有する、赤色、緑色および青色の効率的なEL材料を有することが有用である。

【0004】

大きい輝度効率を示すOLEDは、重金属錯体を含有するエレクトルミネセント材料を使用して製造することができる。例えば、白金、イリジウムおよびオスミウムの錯体を含むエレクトルミネセント材料を、輝度効率が大きいOLEDを形成させるために使用することができ、この場合、イリジウム錯体が最も大きい効率を示す。大きい輝度効率を示すイリジウム錯体は、典型的には、イリジウム中心が+3の酸化状態にある八面体構造を有する。これらのイリジウム錯体の輝度放射機構は、金属と配位子との間での三重項-<sup>3</sup>M-LCT(金属から配位子への電荷輸送)遷移、または、三重項-<sup>3</sup>-配位子中心の発光に基づいている。重金属錯体の強いスピン-軌道カップリングにより、大きいリン光効率がもたらされる。

## 【発明の開示】

10

## 【0005】

## 要約 (SUMMARY)

本開示のいくつかの局面により、発光デバイスの発光層において使用することができるリン光性イリジウム錯体が提供される。本明細書中に開示される少なくとも1つのイリジウム錯体を含む発光デバイスは、大きい明度、大きい外部量子効率、大きい電流効率、および優れたCIE座標を示す。

## 【0006】

本開示の第2の局面により、電磁スペクトルの青色領域から緑色領域の範囲にピーク波長を有する光を放射することができる発光デバイスの発光層において使用することができるリン光性イリジウム錯体が提供される。

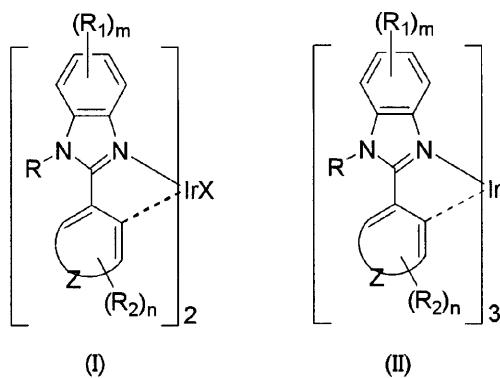
20

## 【0007】

本開示の第3の局面により、3つの二座配位子から形成される六配位の八面体型リン光性イリジウム錯体が提供される。本明細書中に開示されるリン光性イリジウム錯体は下記の構造式(I)または構造式(II)を有する:

## 【0008】

## 【化1】



30

## 【0009】

式中、Xは一価アニオン性二座配位子から選ばれ; Zは原子基から選ばれ、ただし、Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエン基と共に、アリール基またはヘテロアリール基を形成し; R、R<sup>1</sup>およびR<sup>2</sup>は独立して、H、ハロゲン、C<sub>1</sub>~C<sub>20</sub>アルキル、C<sub>2</sub>~C<sub>20</sub>アルケニル、C<sub>2</sub>~C<sub>20</sub>アルキニル、ハロゲン置換C<sub>1</sub>~C<sub>20</sub>アルキル、C<sub>1</sub>~C<sub>20</sub>アルコキシ、C<sub>1</sub>~C<sub>20</sub>置換アミノ、C<sub>1</sub>~C<sub>20</sub>アシリル基、C<sub>1</sub>~C<sub>20</sub>エステル、C<sub>1</sub>~C<sub>20</sub>アミド、アリール、ハロゲン置換アリール、ハロゲン置換アルケニル、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルキニル、アリール置換C<sub>1</sub>~C<sub>20</sub>アルキル、シアノおよびニトロ基から選ばれ;mは0~4の整数であり;nは0~Zでの可能な置換基の最大数までの整数である。

40

## 【0010】

本開示の第4の局面により、式(I)または式(II)を有する少なくとも1つの化合物を使用して作製される発光デバイスが提供される。

50

## 【0011】

本発明のさらなる実施態様が下記の説明において示されるか、または本発明の実施によって理解することができる。

## 【0012】

本開示において使用される定義

別途示されない限り、本明細書および請求項において使用される、成分の量、反応条件およびその他を表すすべての数字は、用語「約」によってすべての場合に修飾されるとして理解しなければならない。従って、反することが示されない限り、下記の本明細書および添付された請求項において示される数値パラメーターは、それらのそれぞれの試験測定において見出される標準偏差に依存して変化し得る概算数値である。それにもかかわらず、また、均等論の適用を請求項の範囲に限定しようとする意図としてではなく、請求項において示される数値パラメーターはそれぞれが、少なくとも、報告された有効な数を考慮して、また、通常的な周辺技術を適用することによって解釈されなければならない。

10

## 【0013】

「アシル」は - C (O) R' 基(式中、R' は、ここで定義される通り、水素またはアルキルである)を示す。特定の実施態様において、アシル基は 1 個 ~ 20 個の炭素原子を有する。

## 【0014】

「アルケニル」は、母体となるアルケンの 1 個だけの炭素原子から 1 個の水素原子を除くことによって得られる、少なくとも 1 つの炭素 - 炭素二重結合を有する不飽和の分枝状または直鎖状または環状のアルキル基を示す。この基は、二重結合に関してシス配座またはトランス配座のいずれかであり得る。典型的なアルケニル基には、エテニル；プロペニル類、例えば、プロパ - 1 - エン - 1 - イル、プロパ - 1 - エン - 2 - イル、プロパ - 2 - エン - 1 - イル(アリル)、プロパ - 2 - エン - 2 - イル、シクロプロパ - 1 - エン - 1 - イル、シクロプロパ - 2 - エン - 1 - イル；ブテニル類、例えば、ブタ - 1 - エン - 1 - イル、ブタ - 1 - エン - 2 - イル、2 - メチル - プロパ - 1 - エン - 1 - イル、ブタ - 2 - エン - 1 - イル、ブタ - 2 - エン - 2 - イル、ブタ - 1, 3 - ジエン - 1 - イル、ブタ - 1, 3 - ジエン - 2 - イル、シクロブタ - 1 - エン - 1 - イル、シクロブタ - 1 - エン - 3 - イル、シクロブタ - 1, 3 - ジエン - 1 - イル；その他が含まれるが、これらに限定されない。特定の実施態様において、アルケニル基は 2 個 ~ 20 個の炭素原子を有し、他の実施態様では 2 個 ~ 6 個の炭素原子を有する。

20

## 【0015】

「アルコキシ」は - OR' 基(式中、R' は、ここで定義される通り、アルキル基を表す)を示す。代表的な例には、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ、シクロヘキシルオキシなどが含まれるが、これらに限定されない。特定の実施態様において、アルコキシ基は 1 個 ~ 20 個の炭素原子を有する。

30

## 【0016】

「アルキル」は、母体となるアルカンまたはアルケンまたはアルキンの 1 個だけの炭素原子から 1 個の水素原子を除くことによって得られる飽和または不飽和の分枝状または直鎖状または環状の一価炭化水素基を示す。典型的なアルキル基には、メチル；エチル類、例えば、エタニル、エテニル、エチニル；プロピル類、例えば、プロパン - 1 - イル、プロパン - 2 - イル、シクロプロパン - 1 - イル、プロパ - 1 - エン - 1 - イル、プロパ - 1 - エン - 2 - イル、プロパ - 2 - エン - 1 - イル(アリル)、シクロプロパ - 1 - エン - 1 - イル、シクロプロパ - 2 - エン - 1 - イル、プロパ - 1 - イン - 1 - イル、プロパ - 2 - イン - 1 - イル；ブチル類、例えば、ブタン - 1 - イル、ブタン - 2 - イル、2 - メチル - プロパン - 1 - イル、2 - メチル - プロパン - 2 - イル、シクロブタン - 1 - イル、ブタ - 1 - エン - 1 - イル、ブタ - 1 - エン - 2 - イル、2 - メチル - プロパ - 1 - エン - 1 - イル、ブタ - 2 - エン - 1 - イル、ブタ - 2 - エン - 2 - イル、ブタ - 1, 3 - ジエン - 1 - イル、ブタ - 1, 3 - ジエン - 2 - イル、シクロブタ - 1 - エン - 1 - イル、シクロブタ - 1 - エン - 3 - イル、シクロブタ - 1, 3 - ジエン - 1 - イル、ブタ - 1 - エン - 3 - イル、シクロブタ - 1 - エン - 1 - イル、ブタ - 1, 3 - ジエン - 1 - イル、シクロブタ - 1 - エン - 3 - イル、シクロブタ - 1, 3 - ジエン - 1 - イル、ブタ -

40

50

1 - イン - 1 - イル、ブタ - 1 - イン - 3 - イル、ブタ - 3 - イン - 1 - イル；その他が含まれるが、これらに限定されない。

【0017】

用語「アルキル」は、具体的には、任意の飽和度または飽和レベルを有する基、すなわち、炭素 - 炭素単結合だけを有する基、1つ以上の炭素 - 炭素二重結合を有する基、1つ以上の炭素 - 炭素三重結合を有する基、ならびに、炭素 - 炭素の単結合、二重結合および三重結合の混合を有する基を包含することが意図される。特定の飽和レベルが意図される場合、「アルカニル」、「アルケニル」および「アルキニル」の表現が使用される。特定の実施態様において、アルキル基は1個～20個の炭素原子を有する。他の実施態様では、アルキル基は1個～6個の炭素原子を有し、これは低級アルキル基として示される。

10

【0018】

「アルキニル」は、母体となるアルキンの1個だけの炭素原子から1個の水素原子を除くことによって得られる、炭素 - 炭素三重結合を少なくとも1つ有する不飽和の分枝状または直鎖状または環状のアルキル基を示す。典型的なアルキニル基には、エチニル；プロピニル類、例えば、プロパ - 1 - イン - 1 - イル、プロパ - 2 - イン - 1 - イル；ブチニル類、例えば、ブタ - 1 - イン - 1 - イル、ブタ - 1 - イン - 3 - イル、ブタ - 3 - イン - 1 - イル；その他が含まれるが、これらに限定されない。特定の実施態様において、アルキル基は2個～20個の炭素原子を有し、他の実施態様では3個～6個の炭素原子を有する。

20

【0019】

「アミド」は $-C(O)NR' R''$ 基（式中、R'およびR''は独立して、水素およびアルキルから選ばれる）を示す。特定の実施態様において、R'およびR''は独立して、1個～20個の炭素原子を有するアルキル基から選ばれる。

【0020】

「アミノ酸」は、アミノ基およびカルボキシリ基、ならびに 炭素原子に結合した側鎖を有し、ポリペプチドおよび/またはタンパク質を形成することができる天然に存在する化合物または合成化合物を示す。

【0021】

「アリール」は、母体となる芳香族環系の1個だけの炭素原子から1個の水素原子を除くことによって得られる一価の芳香族炭化水素基を示す。アリール基の例には、フェニル、ナフチル、ジフェニル、アントリル、ピレニル、フェナントリルおよびフルオレンなどに由来する基が含まれるが、これらに限定されない。特定の実施態様において、アリール基は6個～21個の炭素原子を含むことができる。

30

【0022】

「アリール置換アルキル」は、炭素原子（典型的には、末端炭素原子または $s p^3$ 炭素原子）に結合した水素原子の1つがアリール基で置換されている非環状アルキル基を示す。アリール置換アルキルの例には、ベンジル、2 - フェニルエタン - 1 - イル、2 - フェニルエテン - 1 - イル、ナフチルメチル、2 - ナフチルエタン - 1 - イル、2 - ナフチルエテン - 1 - イル、ナフトベンジル、2 - ナフトフェニルエタン - 1 - イルなどが含まれるが、これらに限定されない。特定の実施態様において、アリール置換アルキルのアルキル部分は1個～20個の炭素原子を含む。アリール置換アルキルのアリール部分は、ここで定義されるような任意のアリール基であり得る。

40

【0023】

「シアノ」は $-CN$ 基を示す。

【0024】

「エステル」は $-C(O)OR$ 基（式中、Rは、ここで定義される通り、水素またはアルキル基を表す）を示す。特定の実施態様において、エステル基は2個～20個の炭素原子を有する。

【0025】

「ハロゲン」は、フルオロ基、クロロ基、ブロモ基またはヨード基を示す。

50

## 【0026】

「ハロゲン置換アルキル」は、ここで定義されるようなアルキル基において1つ以上の水素原子がハロゲンで置換されたものを示す。

## 【0027】

「ハロゲン置換アリール」は、ここで定義されるようなアリール基において1つ以上の水素原子がハロゲンで置換されたものを示す。

## 【0028】

「ハロゲン置換アルケニル」は、ここで定義されるようなアルケニル基において1つ以上の水素原子がハロゲンで置換されたものを示す。

## 【0029】

「ハロアルキル置換アリール」は、ここで定義されるようなアリール基において1つ以上の水素原子がハロゲン置換アルキル基で置換されたものを示す。

## 【0030】

「ハロアルキル置換アルケニル」は、ここで定義されるようなアルケニル基において1つ以上の水素原子がハロゲン置換アルキル基で置換されたものを示す。

## 【0031】

「ヘテロアリール」は、母体となるヘテロ芳香族環系の1個だけの原子から1個の水素原子を除くことによって得られる一価のヘテロ芳香族基を示す。ヘテロアリール基の例には、ベンゾフラン、チオフェン、ピリジン、キノリン、イソキノリン、ピラジン、ピリミジン、ピロール、ピラゾール、イミダゾール、インドール、チアゾール、イソチアゾール、オキサゾール、イソオキサゾール、ベンゾチアゾール、ベンゾオキサゾールおよびフェナントロリンなどに由来する基が含まれるが、これらに限定されない。特定の実施態様において、ヘテロアリール基は、5員～20員のヘテロアリール、例えば、5員～10員のヘテロアリールなどであり得る。

## 【0032】

「ニトロ」は-NO<sub>2</sub>基を示す。

## 【0033】

「置換アミノ」は-NR' R"基(式中、R'およびR"は独立して、水素およびアルキルから選ばれる)を示す。特定の実施態様において、R'およびR"は独立して、1個～20個の炭素原子を有するアルキル基から選ばれる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0034】

本発明の他の目的、利点および新規な特徴が、添付された図面とともに理解されたとき、下記の詳細な説明からより明らかになる。

## 【0035】

## 説明

本開示は、一般には、少なくとも1つのイリジウム錯体を含む発光材料に関する。本開示の様々な実施態様が次に詳しく参照される。本開示の特定の実施態様が記載されるが、本開示の実施態様をそのような記載された実施態様に限定することは意図されないことが理解される。これに反して、本開示の実施態様に対する参照は、添付された請求項によって規定される本開示の実施態様の精神および範囲に含まれ得るような代替物、改変および均等物を包含することが意図される。

## 【0036】

本明細書および添付された請求項において、単数形(原文中の“a”、“an”および“the”)は、文脈からそうでないことが明らかでない限り、複数形での参照を包含する。

## 【0037】

特定の実施態様によれば、リン光性イリジウム錯体は、下記の式(I)または式(II)を有する、3つの二座配位子から形成される六配位の八面体錯体である：

## 【0038】

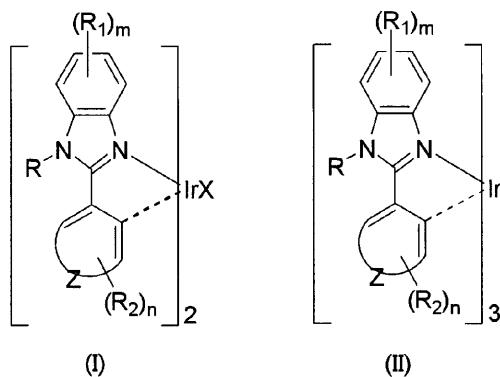
10

20

30

40

## 【化2】



10

## 【0039】

式中、Xは一価アニオン性二座配位子から選ばれ；Zは原子基から選ばれ、ただし、Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエン基と共に、アリール基またはヘテロアリール基を形成し；R、R<sub>1</sub>およびR<sub>2</sub>は独立して、H、ハロゲン、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルケニル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルキニル、ハロゲン置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルコキシ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>置換アミノ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アシル基、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>エステル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アミド、アリール、ハロゲン置換アリール、ハロゲン置換アルケニル、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、シアノおよびニトロ基から選ばれ；mは0～4の整数であり；nは0～Zでの可能な置換基の最大数までの整数である。

20

## 【0040】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>およびR<sub>3</sub>は独立して、H、ハロゲン(例えば、フッ素、塩素、臭素またはヨウ素)、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル(例えば、メチル、エチル、ブチルまたはシクロヘキシル)、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルケニル、C<sub>2</sub>～C<sub>20</sub>アルキニル、ハロゲン置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル(例えば、トリフルオロメチルなど)、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルコキシ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>置換アミノ、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アシル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>エステル、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アミド、アリール、ハロゲン置換アリール、ハロゲン置換アルケニル、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル(例えば、フェニルメチルなど)、シアノおよびニトロ基から選ばれる。

30

## 【0041】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、Rは、H、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、アリール、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、ハロゲン置換アリール、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、およびハロゲン置換アルケニルから選ばれる。

## 【0042】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、Rは、H、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、アリール、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、ハロゲン置換アリール、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、およびハロゲン置換アルケニルから選ばれ、かつ、R<sub>1</sub>はHおよびC<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキルから選ばれる。

40

## 【0043】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、Rは、H、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、アリール、アリール置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、ハロゲン置換アリール、ハロアルキル置換アリール、ハロアルキル置換アルケニル、およびハロゲン置換アルケニルから選ばれ、R<sub>1</sub>はHおよびC<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキルから選ばれ、かつ、R<sub>2</sub>は、H、ハロゲン、C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、ハロゲン置換C<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルキル、およびC<sub>1</sub>～C<sub>20</sub>アルコキシから選ばれる。

## 【0044】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、mは0～4の整数であり、nは0～Zでの可能な置換基の最大数までの整数である。

## 【0045】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジ

50

エン基と共に、フェニル、ナフチル、ジフェニル、アントリル、ピレニル、フェナントリルおよびフルオレンから選ばれるアリール基を形成する。

【0046】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、Zは、Zが結合するブタ-1,3-ジエン基と共に、ベンゾフラン、チオフェン、ピリジン、キノリン、イソキノリン、ピラジン、ピリミジン、ピロール、ピラゾール、イミダゾール、インドール、チアゾール、イソチアゾール、オキサゾール、イソオキサゾール、ベンゾチアゾール、ベンゾオキサゾールおよびフェナントロリンから選ばれるヘテロアリール基を形成する。

【0047】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、Xは、アセチルアセトナート、アミノ酸アニオン、サリチルアルデヒドアニオン、2-ピコリナート、8-ヒドロキシキノリンアニオンおよびイミノアセトナートから選ばれる。

【0048】

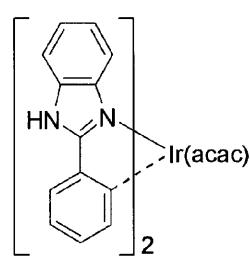
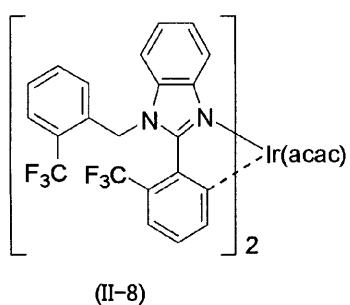
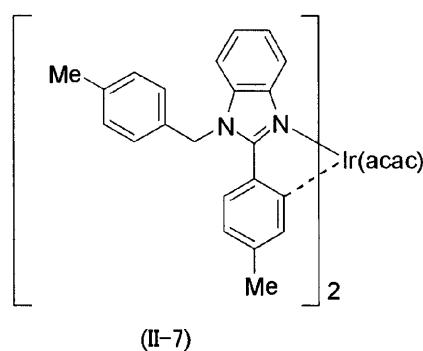
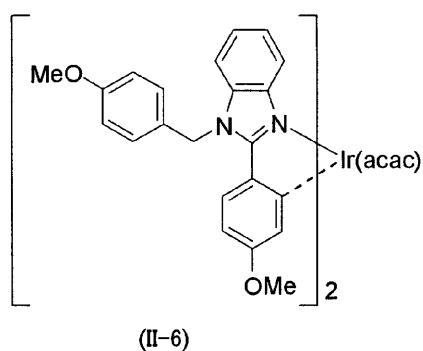
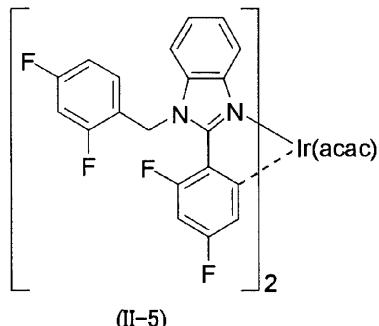
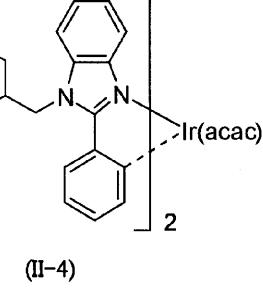
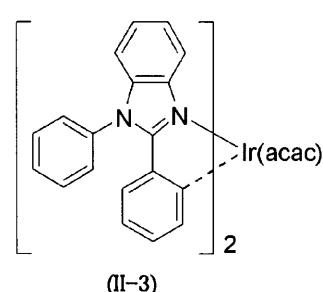
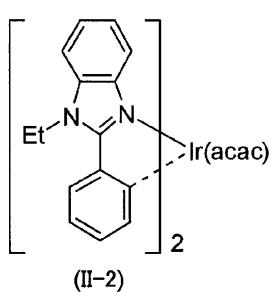
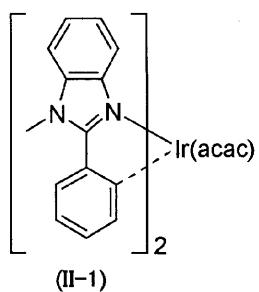
式(I)または式(II)の特定の錯体において、Xはアセチルアセトナートである。

【0049】

式(I)または式(II)の特定の錯体において、リン光性イリジウム錯体は、下記の式I-1、式II-2、式II-3、式II-4、式II-5、式II-6、式II-7、式II-8、式II-9、式II-10、式II-11、式II-12および式II-13から選ばれる。

【0050】

【化3】



【0051】

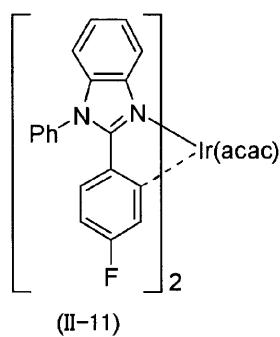
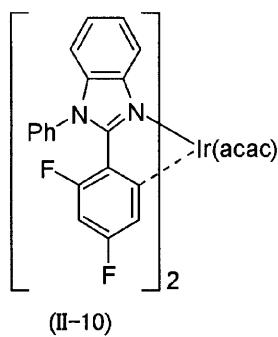
10

20

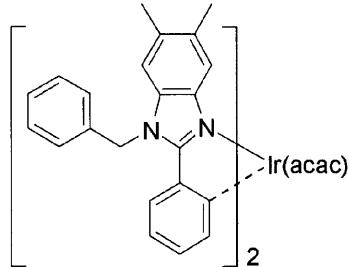
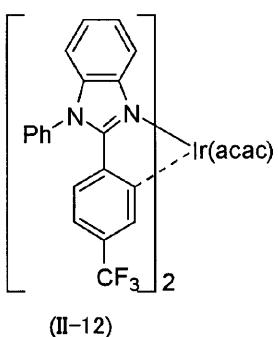
30

40

## 【化4】



10



20

## 【0052】

本開示のリン光性イリジウム錯体は、OLEDデバイスにおける発光性層を形成するために使用することができる。本開示のOLEDデバイスは、アノードおよびカソードを含む1対の電極の間に配置された発光層、または、そのような発光層を含む多数の有機化合物層を含むことができる。特定の実施態様において、発光デバイスは、電子輸送層と正孔輸送層との間に配置された本開示のリン光性イリジウム錯体を少なくとも1つ含む発光性層を含むことができる。本開示の発光デバイスは、発光デバイスが本開示の化合物を少なくとも1つ含む限り、そのシステム、駆動方法および/または利用形態において特に限定されない。発光デバイスの一例がOLEDデバイスである。従って、特定の実施態様において、本開示のリン光性イリジウム錯体は、OLEDデバイスにおけるリン光性材料として使用することができる。

30

## 【0053】

OLEDデバイスの構造はボトムエミッションデバイスおよびトップエミッションデバイスとして分類することができる。ボトムエミッションデバイスは、酸化スズインジウム(ITO)などの透明な材料から作製されたアノードと、AlまたはMg:Ag合金などの不透明または反射性の低仕事関数金属から作製されたカソードとを有することができ、この場合、光が、透明なアノードを通して放射される。トップエミッションデバイスは、Al/NiまたはAl/TiOなどの不透明または反射性の金属から作製されたアノードと、厚さがうすい場合に透明である、Ca、Al、Mg:Ag合金またはITOなどの低仕事関数金属から作製されたカソードとを有することができ、この場合、光が、透明なカソードを通して放射される。

40

## 【0054】

ボトムエミッションデバイスは、下記の方法を使用して製造することができる。ガラス基板が、デバイスを形成するために使用される。透明なアノード、正孔注入改変層(任意)、正孔輸送層、発光層、正孔阻止層、電子輸送層、フッ化カリウムの電子注入層(任意)、およびカソードが、順次、ガラス基板上に形成される。その後の層が形成される前に、ガラス基板およびアノードは、市販の界面活性剤溶液および有機溶媒において清浄化され、UV-オゾンクリーナーを使用して処理される。

## 【0055】

50

図1には、本開示の特定の実施態様によるボトムエミッショントルードデバイスが示される。図1に示される大きさは各層の実際の厚さまたは相対的な厚さを必ずしも表していない。このOLEDデバイスは、基板100、アノード102、正孔注入改変層110、正孔輸送層120、電子阻止層(不図示)、発光層130、正孔阻止層140、電子輸送層150、およびカソード104を含む。特定のデバイスの所望される特性によって決定されるように、デバイス構造において電子阻止層および正孔注入改変層110を設けるか否かは任意である。アノードとカソードとの間に配置された層により、デバイスのエレクトロルミネッセント媒体400が構成される。例えば、図1に示されるように、エレクトロルミネッセント媒体400は、正孔注入改変層110、正孔輸送層120、場合により使用される電子阻止層(示されず)、発光層130、正孔阻止層140、および電子輸送層150を含む。発光層130は、本開示の少なくとも1つのリン光性イリジウム錯体がドーパントとして存在するホスト材料を含む。基板100は、ガラス、プラスチックまたは他の適切な材料から作製することができる。アノード102は、酸化スズインジウム(ITO)などの電気伝導性の金属酸化物、電気伝導性の金属酸化物の混合物、または、1つ以上の電気伝導性の金属酸化物の積層体から作製することができる。特定の実施態様において、電気伝導性の金属酸化物は、生産性、電気伝導性および透明性の観点からITOである。カソード104を形成する材料は、金属、合金またはそれらの混合物であり得る。カソード材料の例には、金、銀、鉛、アルミニウム、マグネシウム-銀合金、およびそれらの混合物が含まれる。カソード104は、前記カソード材料の1つ、または前記カソード材料の混合物を含む単層構造の形態であり得るか、あるいは、各層が前記カソード材料の1つまたは複数を含む積層構造の形態であり得る。

#### 【0056】

トップエミッショントルードデバイスは、下記の方法を使用して製造することができる。ガラス基板が、デバイスを形成させるために使用される。不透明かつ反射性のアノード、正孔注入改変層(任意)、正孔輸送層、発光層、正孔阻止層、電子輸送層、およびフッ化カリウムの電子注入層(任意)、ならびに透明なカソードが、順次、基板上に形成される。アノードは、電気伝導性のAl/NiまたはAl/TiOを用いて、全体的な厚さ約100ナノメートルのものを作製することができる。発光層は、本開示の少なくとも1つのリン光性イリジウム錯体がドーパントとして存在するホスト材料を含む。不透明かつ反射性のアノードは、高真空中での熱蒸発によってAlおよびNi(または、AlおよびTiO)を、順次、ガラス基板に蒸着することによって製造することができる。アノード層がさらに加工される前に、アノードの表面は酸素プラズマまたはUV-O<sub>3</sub>で処理することができる。トップエミッショントルードデバイスのカソードは、例えば、CaまたはMgなどの低仕事関数の金属から、全体的な厚さ約20ナノメートルのものを作製することができる。屈折率が大きい有機材料または無機材料を、低仕事関数の金属を含むカソード上に保護層として設置することができる。保護層は、放射される光の量を増大させることができ、それにより放射効率およびデバイスの寿命を改善することができる。保護層を形成させるために好適な高屈折率材料の例には、ZnSe、ZnS、TiO<sub>2</sub>、ITOなどの無機材料、および、芳香族アミン(例えば、2-TNATAおよびIDE320)などの有機材料が含まれる。

#### 【0057】

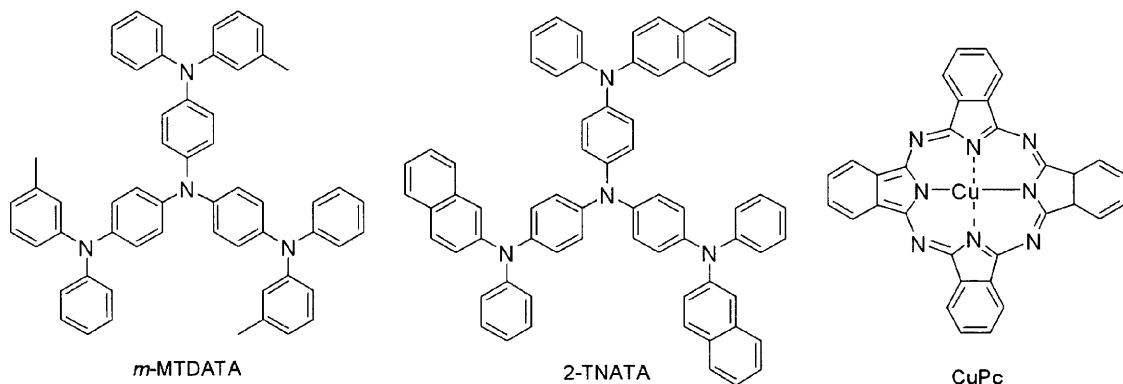
本開示の正孔注入改変層は、例えば、m-MTDATA(4',4",4"-トリス[N-(3-メチルフェニル)-N-フェニルアミノ]トリフェニルアミン)、2-TNATA(4',4",4"-トリス[2-ナフチルフェニルアミノ]トリフェニルアミン)、CuPc(銅フタロシアニン)またはIDE406(出光興産から市販されている)を含むことができる。

#### 【0058】

G1群の化合物の構造式が下記に示される:

#### 【0059】

## 【化5】



10

20

## 【0060】

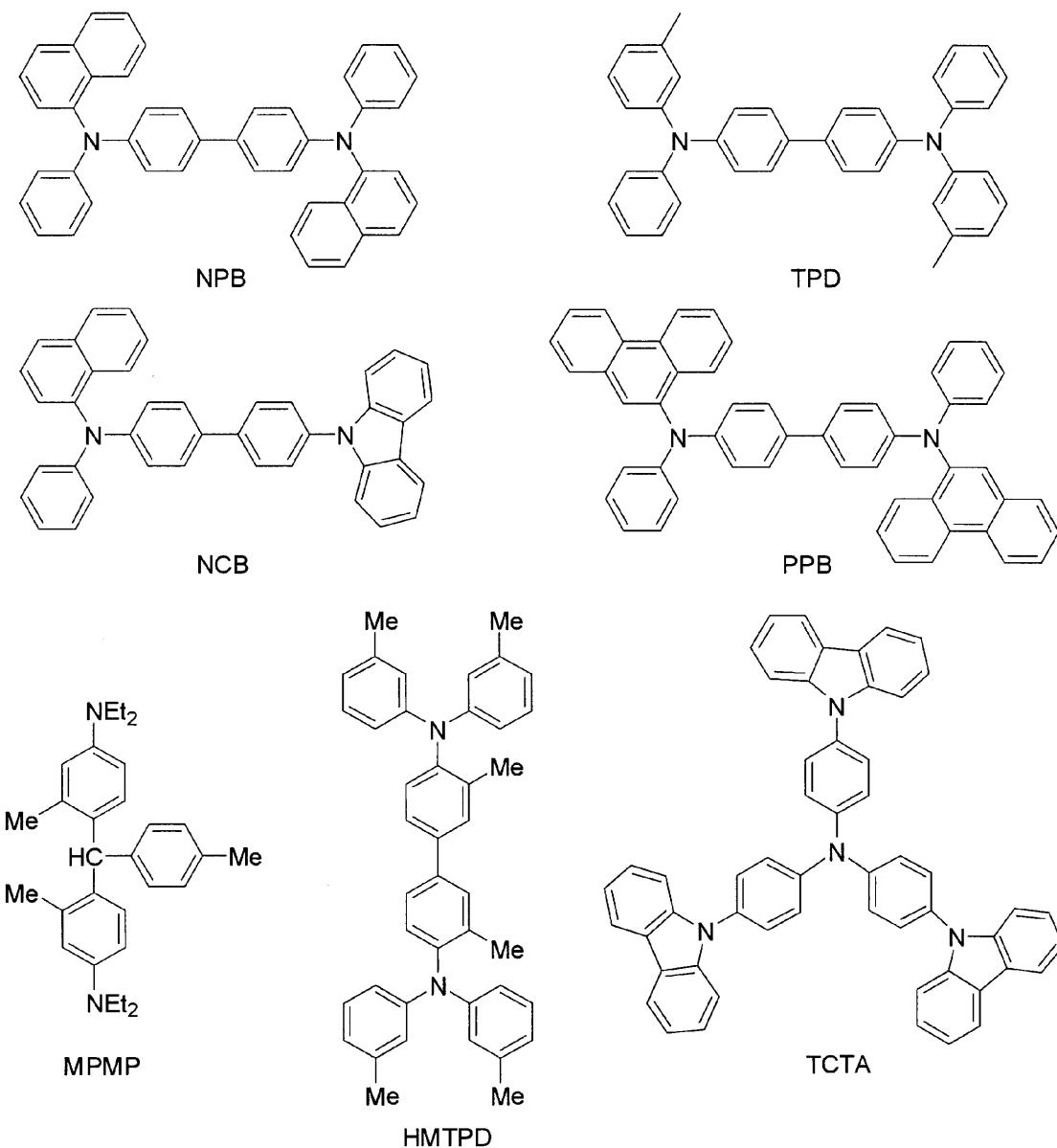
本開示の正孔輸送層は、例えば、N P B (4, 4' - ビス [1 - ナフチルフェニルアミノ] ビフェニル)、T P D (4, 4' - ビス [m - トリルフェニルアミノ] ビフェニル)、N C B (4 - [N - カルバゾリル] - 4' - [N - フェニルナフチルアミノ] ビフェニル)、P P B (4, 4' - ビス [9 - フェナントリルフェニルアミノ] ビフェニル)、T C T A (4, 4', 4" - トリ [N - カルバゾリル] トリフェニルアミン)、M P M P (ビス {4 - [N, N - ジエチルアミノ] - 2 - [メチルフェニル] } - [4 - メチルフェニル] メタン)、H M T P D (4, 4 - ビス {N, N' - [3 - トリル] アミノ} - 3, 3' - ジメチルビフェニル)またはI D E 3 2 0 (出光興産から市販されている)を含むことができる。

## 【0061】

G2群の化合物の構造式が下記に示される：

## 【0062】

## 【化6】



## 【0063】

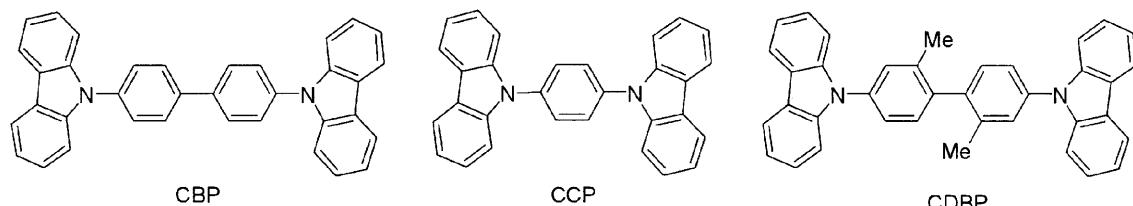
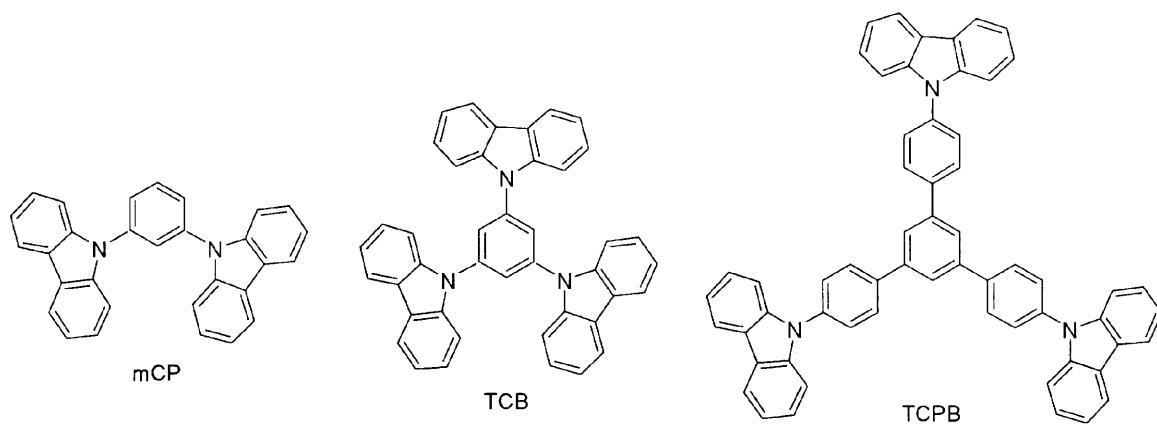
ホスト材料の例には、G2群に示されるTCTA、正孔輸送材料（例えば、CBP（4,4'-N,N'-ジカルバゾール-ビフェニル）、CCP（1,4-ビス[カルバゾリル]ベンゼン）、TCPB（1,3,5-トリス[4-(N-カルバゾリル)フェニル]ベンゼン）、mCP（N,N'-ジカルバゾリル-3,5-ベンゼン）、TCB（1,3,5-トリス[カルバゾリル]ベンゼン）、および構造式群G3に示される構造を有するCDBP（4,4'-ビス[9-カルバゾリル]-2,2'-ジメチル-ビフェニル）、および電子輸送材料（例えば、TPBI（1,3,5-トリス[N-フェニルベンズイミダゾル-2-イル]ベンゼン）、TAZ-1（3-フェニル-4-[1'-ナフチル]-5-フェニル-1,2,4-トリアゾール）、TAZ-2（3-[4-ビフェニリル]-4-フェニル-5-tert-ブチルフェニル-1,2,4-トリアゾール）、TAZ-3（3-フェニル-4-[1'-フェニル]-5-フェニル-1,2,4-トリアゾール）、PBD（2-[4-ビフェニル]-5-[4-tert-ブチルフェニル]-1,3,4-オキサジアゾール）、およびTMM004（Covionから市販されている）（これは群G4に示される式を有する）が含まれる。

## 【0064】

G3群の化合物の構造式が下記に示される：

【0065】

【化7】

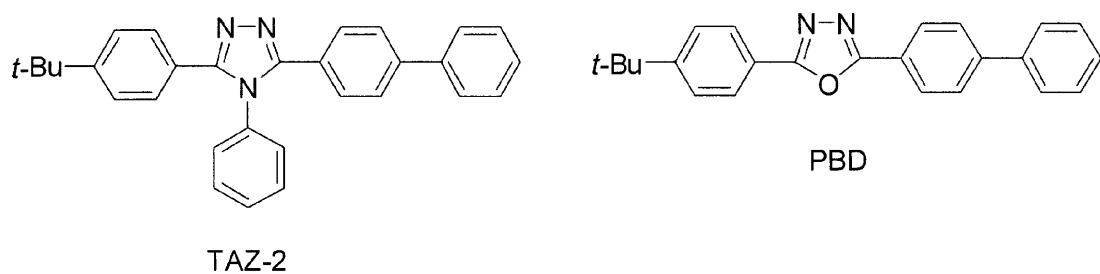
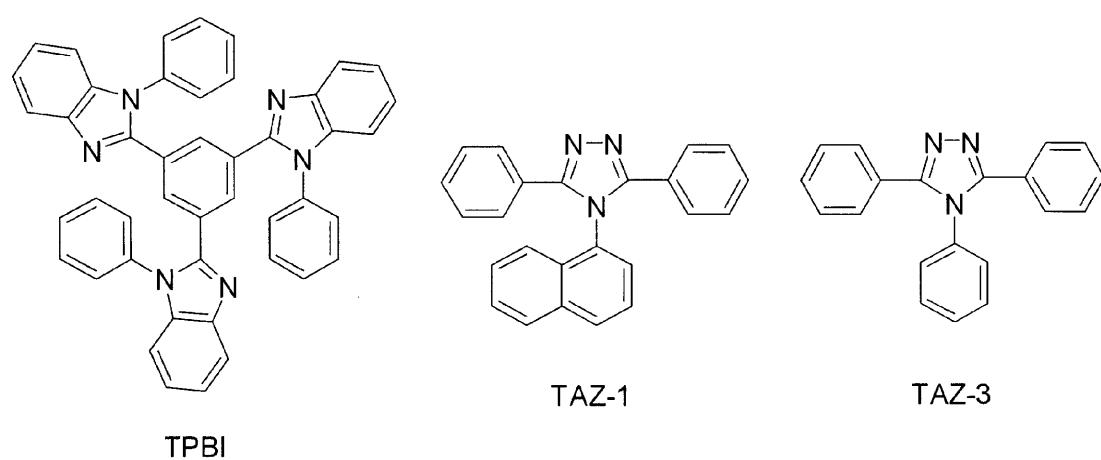


【0066】

G 4 群の化合物の構造式が下記に示される：

【0067】

【化8】



【0068】

本開示の正孔阻止改変層は、例えば、G 4 群に示される TPBI、または、G 5 群に示される式を有する BCP (2,9-ジメチル-4,7-ジフェニル-1,10-フェナントロリン)、BA1q (アルミニウム[111]ビス[2-メチル-8-キノリナト] [4-

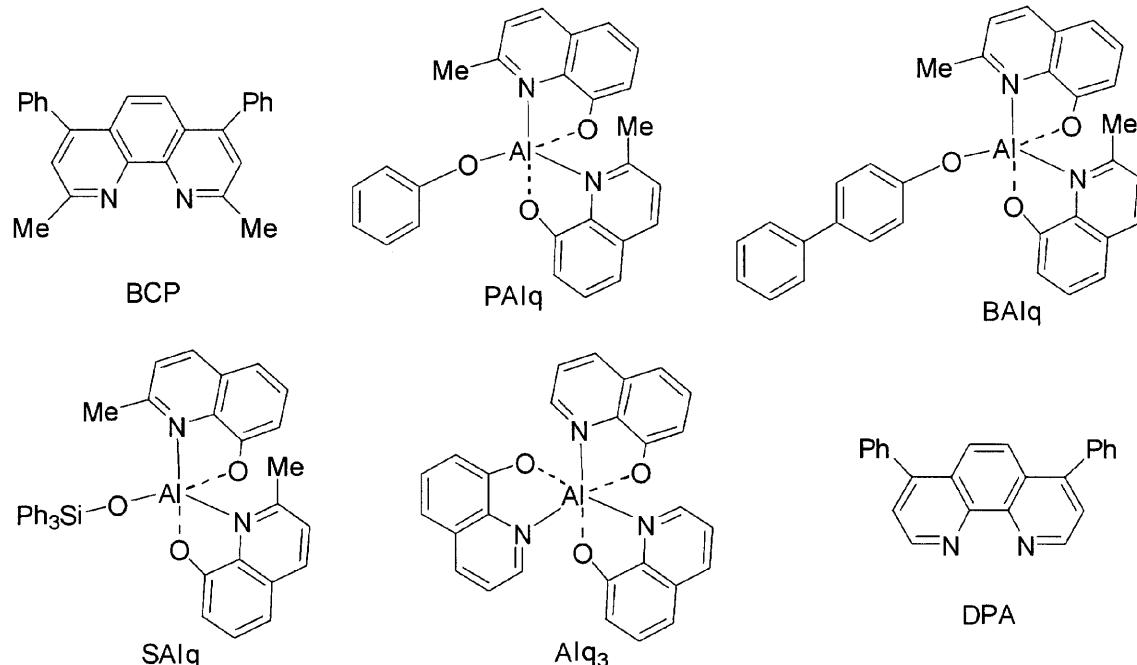
フェニルフェノラート]）、PAlq（アルミニウム[III]ビス[2-メチル-8-キノリナト][4-フェノラート]）もしくはSA1q（アルミニウム[III]ビス[2-メチル-8-キノリナト][トリフェニルシラノラート]）を含むことができる。電子輸送材料の例には、G4群に示されるTPBI、TAZ-1、TAZ-2、TAZ-3、PBD、G5群に示される式を有するAlq<sub>3</sub>（トリス[8-ヒドロキシキノリナト]アルミニウム）およびDPA（4,7-ジフェニル-1,10-フェナントロリン）、ならびにTYE704（東洋インキから市販されている）が含まれる。

## 【0069】

G5群の化合物の構造式が下記に示される：

## 【0070】

## 【化9】



10

20

30

40

## 【0071】

G3群～G5群において、Phはフェニル基を表し、Meはメチル基を表し、Etはエチル基を表し、Buはブチル基を表す。

## 【実施例】

## 【0072】

本開示の実施態様は、本開示のイリジウム化合物および発光素子の調製、ならびに本開示のイリジウム化合物および発光素子を特徴づけるための手法を詳しく記載する下記の実施例を参照することによってさらに詳説される。材料および方法の両方に対する多くの改変が、本開示の範囲から逸脱することなく実施され得ることは、当業者には明らかである。

## 【0073】

下記の実施例において、下記の略号は下記の意味を有する。略号が定義されていない場合、その略号は、その一般的に受け入れられている意味を有する。

## 【0074】

g = グラム

## 【0075】

mL = ミリリットル

## 【0076】

min = 分

## 【0077】

50

mm = ミリメートル

【0078】 ITO = 酸化スズインジウム

【0079】 h = 時間

【0080】 mol = モル

【0081】 mmole = ミリモル

【0082】 nm = ナノメートル

【0083】 cd/A = 電流効率、カンデラ / A m p

【0084】 cd/m<sup>2</sup> = 明度、輝度効率、カンデラ / 平方メートル

【0085】 V = ボルト

【0086】

実施例 1

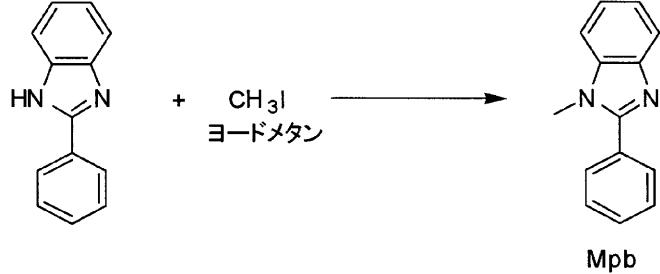
Mpb の合成

1 - メチル - 2 - フェニル - 1H - ベンゾイミダゾール (Mpb) の合成は、Popov, I. I.、Chem. Heterocycl. Compd. (EN)、1996、32、6、672 頁～681 頁に開示される方法を参考することによって達成される。この合成方法はスキーム 1 に概略される。20 mL のアセトンに、2 - フェニル - 1H - ベンゾイミダゾール (1.94 g、1.0 mmol) を加え、続いてヨードメタン (1.42 mL、1.2 mmol) を注入した。混合物を室温で 6 時間攪拌し、その後、水酸化ナトリウム溶液を加えて、混合物をさらに 5 分間反応させた。反応混合物をジクロロメタンで抽出した。有機層を硫酸マグネシウムで乾燥して、減圧下で濃縮した。残渣を、n - ヘキサン (hexanes) / EA (v/v = 80/20) を溶離剤として使用するカラムクロマトグラフィーによって精製した。生成物を完全に単離した後、1.03 mg (0.49 mmol) の表題化合物を得た (49% の收率)。<sup>1</sup>H - NMR (CDCl<sub>3</sub>, ) : 3.87 (s, 3H)、7.32 ~ 7.41 (m, 3H)、7.51 ~ 7.56 (m, 3H)、7.83 ~ 7.86 (m, 3H)。

【0087】

【化 10】

スキーム 1



【0088】

実施例 2

Epb の合成

1 - エチル - 2 - フェニル - 1H - ベンゾイミダゾール (Epb) の合成は、Huebner、Chem. Ber.、1876、9、776 頁に開示される方法に従って達成された。この合成方法はスキーム 2 に概略され、その詳しい工程は、ヨードメタンがヨードエタンによって置き換えられたことを除いて実施例 1 に記載される工程に類似する。所望する生成物が 4

10

20

30

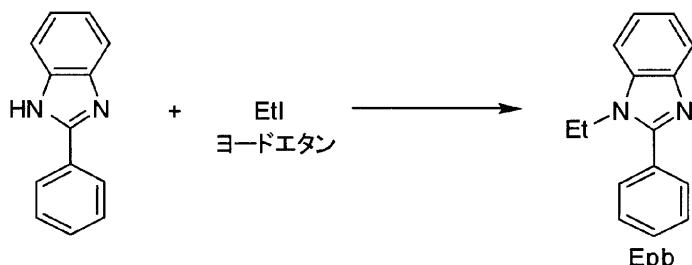
40

50

2 % の収率で得られた。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, ) : 1.46 (t, J = 7.6 Hz, 3H)、4.26 (q, J = 14.4 Hz, J = 7.6 Hz, 2H)、7.42~7.48 (m, 3H)、7.50~7.56 (m, 3H)、7.71~7.81 (m, 3H)。

【0089】

【化11】

スキーム2

【0090】

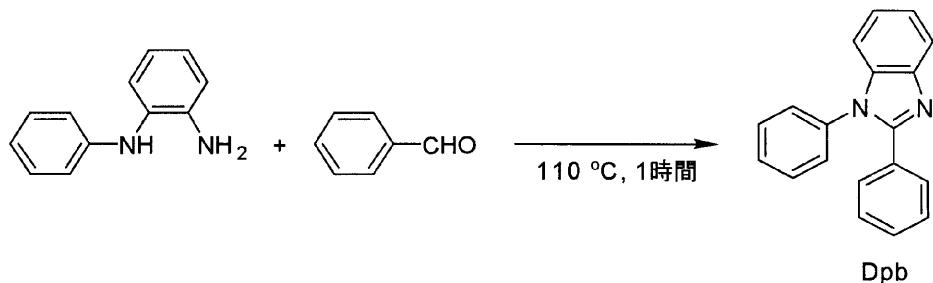
実施例3

## Dpbの合成

1,2-ジフェニル-1H-ベンゾイミダゾール (Dpb) の合成はスキーム3に概略される。丸い丸底フラスコ (50 mL) に、N-フェニル-1,2-フェニレンジアミン (10 mmol) およびベンズアルデヒド (20 mmol) を加えて、Kugelrohrオーブンにおいて 110 で 1 時間反応させた。未反応のベンズアルデヒドを真空下で除いた後、高純度の粗生成物を、温度を 180 に上げることによって得た。粗生成物をヘキサン / CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> から再結晶することにより、表題化合物の白色結晶を 55 % の収率で得た。

【0091】

【化12】

スキーム3

【0092】

実施例4

## Bpbの合成

1-ベンジル-2-フェニル-1H-ベンゾイミダゾール (Bpb) の合成はスキーム4に概略される。1,2-フェニレンジアミン (1.08 g, 10 mmol) およびエタノール (20 mL) をフラスコに加えた。反応混合物を数分間攪拌して、ベンズアルデヒド (2.16 g, 20.4 mmol) を加えた。その後、得られた溶液を加熱し、6 時間還流した。その後、反応混合物を冷却し、沈殿させ、ろ過した。固体生成物をヘキサン (hexanes) / CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> から再結晶して、2.08 g の表題化合物を 73 % の収率で得た。

【0093】

10

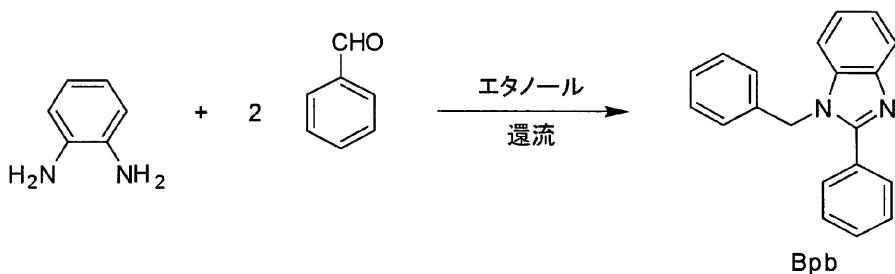
20

30

40

## 【化13】

## スキーム4



10

## 【0094】

## 実施例5

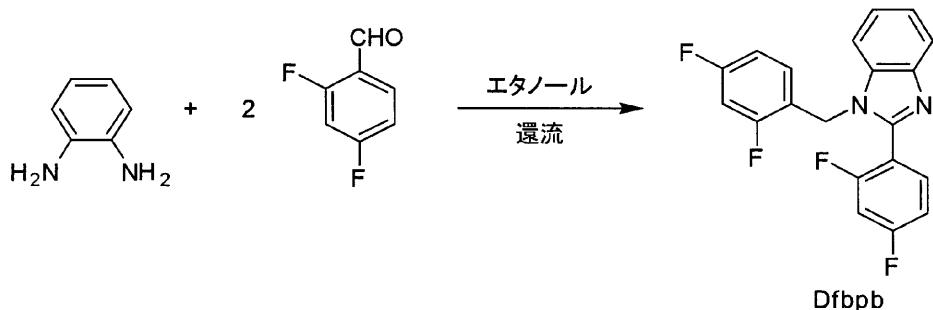
## Df b p b の合成

1-[2,4-ジフルオロベンジル]-2-[2,4-ジフルオロフェニル]-1H-ベンゾイミダゾール (Df b p b) の合成はスキーム5に概略される。無水エタノール (20 mL) に、2,4-ジフルオロベンズアルデヒド (2.89 g, 20.4 mmol) を加え、次いで1,2-フェニルジアミン (1.08 g, 10 mmol) を加えた。その後、反応混合物を加熱し、6時間還流した。その後、反応混合物を冷却し、沈殿させ、ろ過した。固体生成物を95%アルコールから2回再結晶して、2.83 g の最終生成物を得た。

## 【0095】

## 【化14】

## スキーム5



30

## 【0096】

## 実施例6

## M O b p b の合成

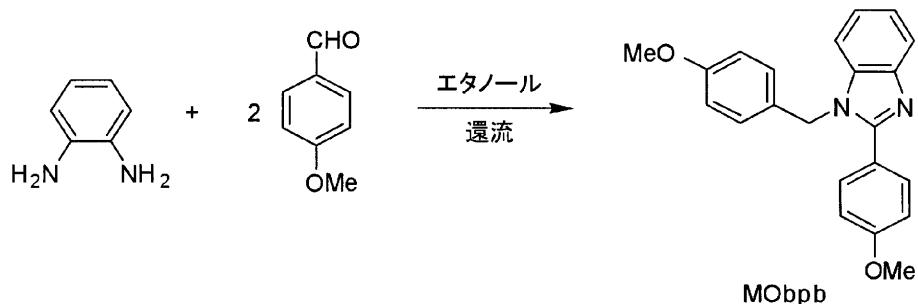
1-[4-メトキシベンジル]-2-[4-メトキシフェニル]-1H-ベンゾイミダゾール (M O b p b) の合成はスキーム6に概略される。実施例4および実施例5に記載された詳細な工程と同様に、無水エタノールに、4-メトキシベンズアルデヒド (2.77 g, 20.4 mmol) を加え、次いで1,2-フェニルジアミン (1.08 g, 10 mmol) を加えた。その後、反応混合物を加熱し、6時間還流した。その後、反応混合物を冷却し、沈殿させ、ろ過した。固体生成物を95%アルコールから2回再結晶して、2.97 g の表題化合物を86%の収率で得た。

40

## 【0097】

## 【化15】

スキーム6



10

## 【0098】

## 実施例7

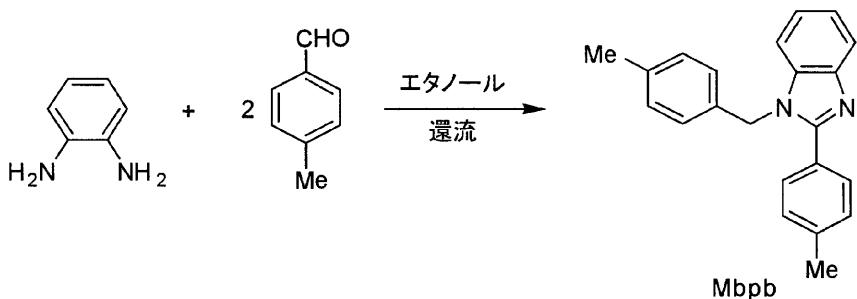
## M b p b の合成

1 - [ 4 - メチルベンジル ] - 2 - [ 4 - メチルフェニル ] - 1 H - ベンゾイミダゾール ( M b p b ) の合成はスキーム 7 に概略され、その詳細な工程は実施例 6 に記載された工程に類似する。

## 【0099】

## 【化16】

スキーム7



20

## 【0100】

30

## 実施例8

## T b t p b の合成

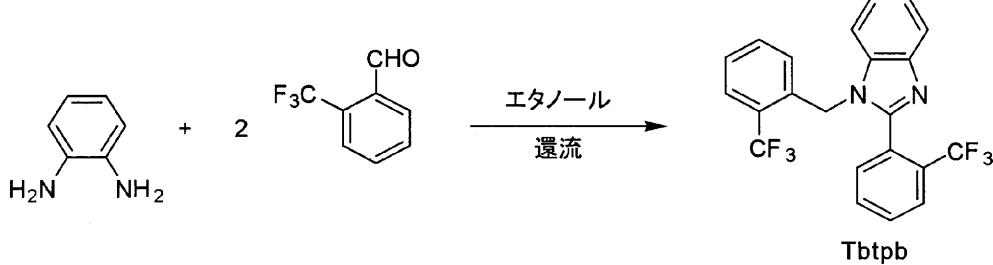
1 - [ 2 - トリフルオロメチルベンジル ] - 2 - [ 2 - トリフルオロメチルフェニル ] - 1 H - ベンゾイミダゾール ( T b t p b ) の合成はスキーム 8 に概略される。実施例 4 および実施例 5 に記載された詳細な工程と同様に、無水エタノールに、2 - [ トリフルオロメチル ] ベンズアルデヒド ( 3 . 5 5 g 、 2 0 . 4 m m o l ) を加え、次いで 1 , 2 - フェニルジアミン ( 1 . 0 8 g 、 1 0 m m o l ) を加えた。その後、反応混合物を加熱し、6 時間還流した。その後、反応混合物を冷却し、沈殿させ、ろ過した。固体生成物を 9 5 % アルコールから 2 回再結晶して、3 . 5 7 g の表題化合物を 8 5 % の収率で得た。

## 【0101】

40

## 【化17】

スキーム8



50

## 【0102】

## 実施例 9

## Dfppb の合成

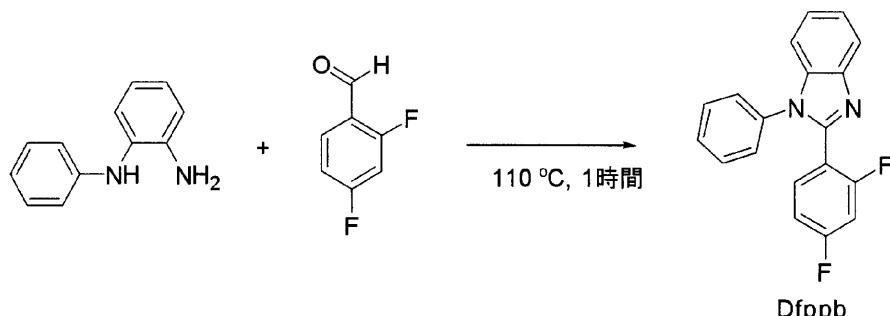
2-[2,4-ジフルオロフェニル]-1-フェニル-1H-ベンゾイミダゾール (Dfppb) の合成はスキーム 9 に概略され、その詳細な工程は、ベンズアルデヒドが 2,4-ジフルオロベンズアルデヒドによって置き換えられたことを除いて実施例 3 に記載される工程と同様である。粗生成物をヘキサン /  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  から再結晶することにより、表題化合物の白色結晶を 55 % の収率で得た。

## 【0103】

## 【化18】

10

## スキーム9



20

## 【0104】

## 実施例 10

## Fppb の合成

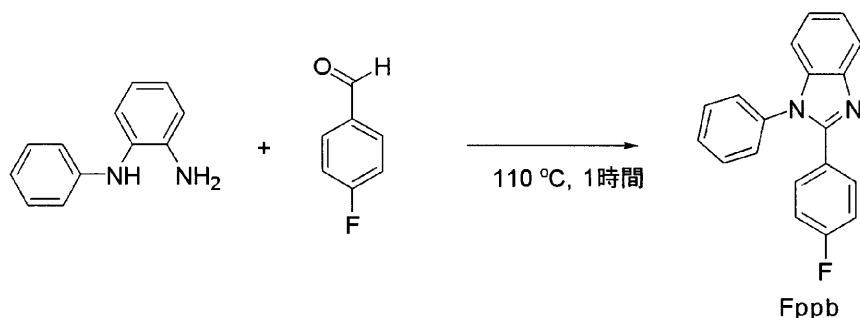
2-[4-フルオロフェニル]-1-フェニル-1H-ベンゾイミダゾール (Fppb) の合成はスキーム 10 に概略され、その詳細な工程は、ベンズアルデヒドが 4-フルオロベンズアルデヒドによって置き換えられたことを除いて実施例 3 に記載される工程と同様である。粗生成物をヘキサン /  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  から再結晶することにより、表題化合物の白色結晶を 60 % の収率で得た。

## 【0105】

## 【化19】

30

## スキーム10



40

## 【0106】

## 実施例 11

## Ptpb の合成

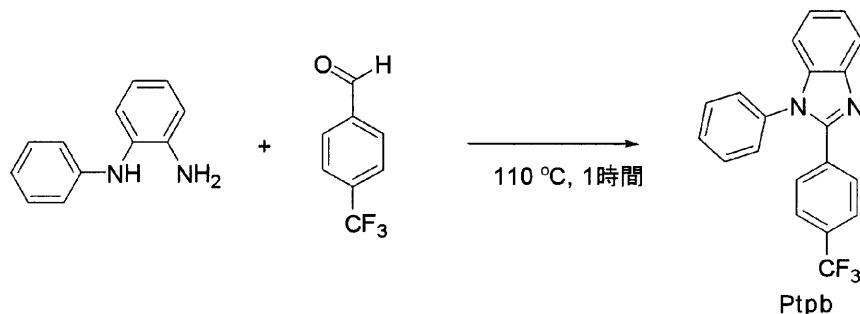
1-フェニル-2-(4-トリフルオロメチルフェニル)-1H-ベンゾイミダゾール (Ptpb) の合成はスキーム 11 に概略され、その詳細な工程は、ベンズアルデヒドが 4-トリフルオロメチルベンズアルデヒドによって置き換えられたことを除いて実施例 3 に記載される工程と同様である。粗生成物をヘキサン /  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  から再結晶することにより、白色結晶を 58 % の収率で得た。

## 【0107】

50

## 【化20】

スキーム11



10

## 【0108】

## 実施例12

## Bdmpbの合成

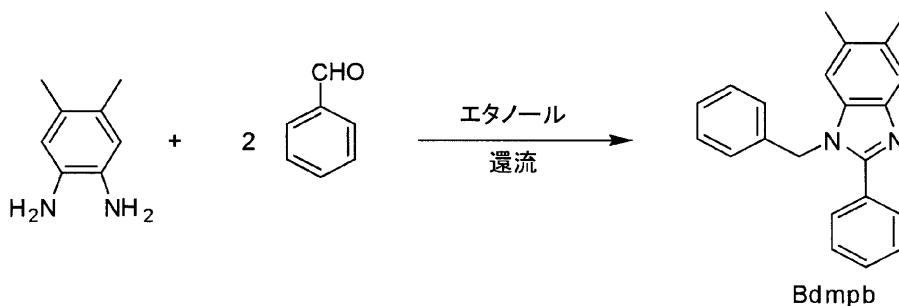
1 - ベンジル - 5 , 6 - ジメチル - 2 - フェニル - 1 H - ベンゾイミダゾール (Bdmpb) の合成はスキーム12に概略される。実施例4および実施例5に記載された詳細な工程と同様に、エタノール (20 mL) に、ベンズアルデヒド (2.16 g, 20.4 mmol) を加え、次いで4 , 5 - ジメチルベンゼン - 1 , 2 - ジアミン (1.36 g, 10 mmol) を加えた。その後、反応混合物を加熱し、6時間還流した。その後、反応混合物を室温に冷却し、沈殿させ、ろ過した。固体生成物を95%アルコールから2回再結晶して、2.43 gの表題化合物を得た。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) : δ 2.31 (s, 3H)、2.37 (s, 3H)、5.39 (s, 2H)、6.96 (s, 1H)、7.08 (d, J = 6.8 Hz, 2H)、7.28 ~ 7.33 (m, 3H)、7.40 ~ 7.58 (m, 3H)、7.62 ~ 7.65 (m, 3H)。

20

## 【0109】

## 【化21】

スキーム12



30

## 【0110】

## 実施例13

イリジウム錯体(L)<sub>2</sub>Ir(acac)<sub>3</sub> (acac:アセチルアセトナト(1-)配位子)の合成

40

(L)<sub>2</sub>Ir(acac)<sub>3</sub>の合成はスキーム13に概略される。2 - エトキシエタノール (10 mL) に、実施例1、実施例2または実施例4 ~ 9で得られたいずれかの化合物1 mmolを加え、次いで1 mmolの三塩化イリジウム水和物および水 (3 mL) を加えた。その後、反応混合物を、窒素ガス下、80 °Cで12時間攪拌した。混合物を室温に冷却して、ろ過した。集められた固体をエタノールおよびn - ヘキサンで数回洗浄し、真空下で乾燥して、シクロメタル化されたIr(III)-μ-クロロ架橋ダイマーを得た。このイリジウムクロロ架橋ダイマー、アセチルアセトン (5 mmol) およびNa<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (10 mmol) を2 - エトキシエタノール (15 mL) に溶解して、反応混合物を、窒素下、80 °Cで6時間攪拌した。混合物を室温に冷却して、ろ過した。集められた固体を、水、

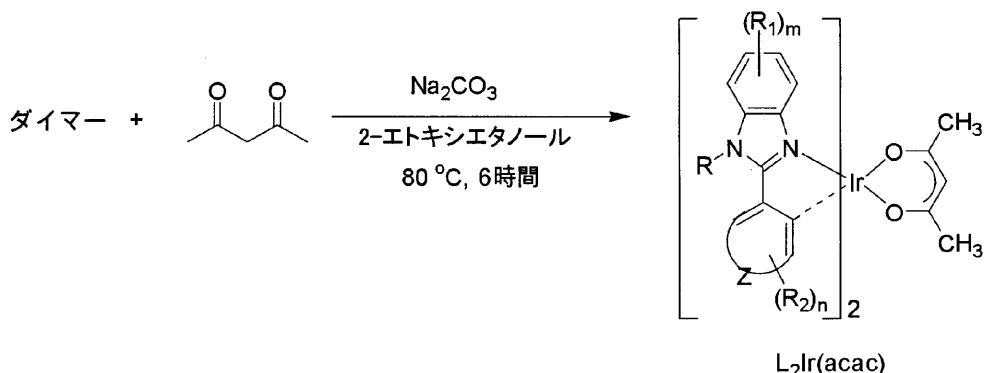
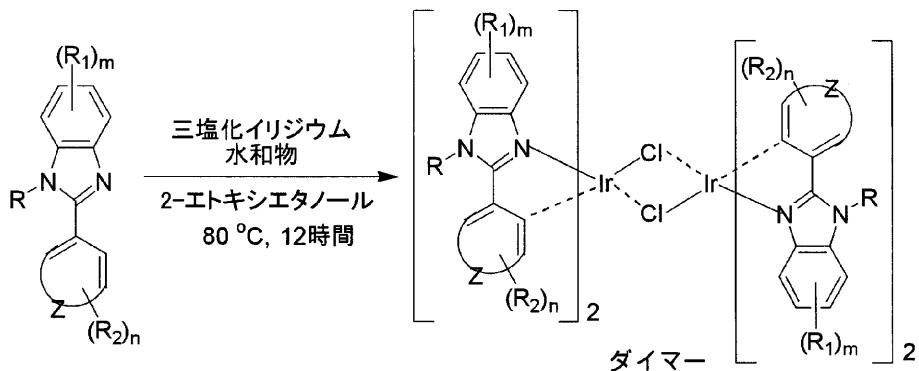
50

エタノールおよびエーテルで順次洗浄し、真空昇華によって精製して、表題化合物を得た。

【0111】

【化22】

スキーム13



【0112】

30

実施例14

Ir(Mpb)<sub>2</sub>(acac)<sub>2</sub> (III-1) の合成

実施例1で得られたMpbを配位子(L)として使用して、実施例13に記載される詳細な工程に従って表題錯体III-1を76%の収率で製造した。錯体III-1のX線構造が図2に示される。ジクロロメタンにおける錯体III-1のUV吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図3に示される。錯体III-1は、510 nmのピーク波長を有する緑色光を放射する。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, ) : 1.76 (s, 6H)、4.25 (s, 6H)、5.15 (s, 1H)、6.38 (d, J = 7.6 Hz, 2H)、6.57 (t, J = 8.0 Hz, 2H)、6.78 (t, J = 7.6 Hz, 2H)、7.26 (t, J = 8.4 Hz, 2H)、7.37 (t, J = 7.2 Hz, 2H)、7.44 (d, J = 8.4 Hz, 2H)、7.65 (d, J = 8.0 Hz, 2H)、7.75 (d, J = 8.4 Hz, 2H)。HRMS (EI) : C<sub>33</sub>H<sub>29</sub>IrO<sub>2</sub>N<sub>4</sub> (M<sup>+</sup>)に対する計算値、706.1920; 測定値、706.1926。

【0113】

40

実施例15

Ir(Epb)<sub>2</sub>(acac)<sub>2</sub> (III-2) の合成

実施例2で得られたEpbを配位子(L)として使用して、実施例13に記載される詳細な工程に従って表題錯体III-2を71%の収率で製造した。ジクロロメタンにおける錯体III-2のUV吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図4に示される。錯体III-2は、510 nmのピーク波長を有する緑色光を放射する。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, ) : 1.76 (s, 6H)、4.25 (s, 6H)、5.15 (s, 1H)、6.38 (d, J = 7.6 Hz, 2H)、6.57 (t, J = 8.0 Hz, 2H)、6.78 (t, J = 7.6 Hz, 2H)、7.26 (t, J = 8.4 Hz, 2H)、7.37 (t, J = 7.2 Hz, 2H)、7.44 (d, J = 8.4 Hz, 2H)、7.65 (d, J = 8.0 Hz, 2H)、7.75 (d, J = 8.4 Hz, 2H)。HRMS (EI) : C<sub>33</sub>H<sub>29</sub>IrO<sub>2</sub>N<sub>4</sub> (M<sup>+</sup>)に対する計算値、706.1920; 測定値、706.1926。

50

) : 1.64 (t, J = 7.32 Hz, 6H)、1.73 (s, 6H)、4.74 (m, 4H)、5.15 (s, 1H)、6.35 (d, J = 7.6 Hz, 2H)、6.55 (t, J = 7.2 Hz, 2H)、6.78 (t, J = 7.6 Hz, 2H)、7.25 (t, J = 8.0 Hz, 2H)、7.33 (t, J = 8.0 Hz, 2H)、7.44 (d, J = 7.6 Hz, 2H)、7.58 (d, J = 7.6 Hz, 2H)、7.65 (d, J = 8.0 Hz, 2H)。HRMS (EI) : C<sub>35</sub>H<sub>33</sub>IrN<sub>4</sub>O<sub>2</sub> (M<sup>+</sup>) に対する計算値、734.2233; 測定値、734.2229。

## 【0114】

## 実施例16

Ir(Dpb)<sub>2</sub>(acac) (II-3) の合成

10

測方口を備えたフラスコ (25 mL) に、1 mmol の三塩化イリジウム水和物、2.5 mmol の実施例3で得られたDpb、および4 mLの2-エトキシエタノール/水 (3/1) を加えた。反応混合物を80 で6時間反応させた。黄色沈殿物をろ過した後、残渣液をフラスコに戻し、さらに6時間反応させた。黄色沈殿物を再びろ過し、少量のエタノールおよびn-ヘキサンで洗浄した。沈殿物をかき集め、乾燥し、重量測定して、黄色のイリジウムダイマーを90%の収率で得た。

## 【0115】

測方口を備えたフラスコ (25 mL) に、1 mmol の黄色のイリジウムダイマー生成物、アセチルアセトン (2 mmol)、Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (10 mmol)、および2-エトキシエタノール (4 mL) を加えた。反応混合物を50 で3時間反応させ、その後、減圧下で蒸留して、2-エトキシエタノールを除いた。残渣を、n-ヘキサン/EA (4/1) を溶出液として使用するカラムクロマトグラフィーによって精製した。表題のイリジウム錯体II-3が86%の収率で得られた。ジクロロメタンにおける錯体II-3のUV吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図5に示される。錯体II-3は、518 nmのピーク波長を有する緑色光を放射する。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) : 1.86 (s, 6H)、5.27 (s, 1H)、6.58 ~ 6.44 (m, 8H)、7.32 ~ 7.26 (m, 4H)、7.66 ~ 7.57 (m, 12H)、7.77 ~ 7.72 (m, 2H)。<sup>13</sup>C-NMR (CDCl<sub>3</sub>) : 28.45、101.29、110.30、116.65、119.81、122.82、123.89、124.91、128.29、128.41、128.87、129.85、130.21、134.90、135.13、135.77、136.52、140.53、149.76、164.20、184.80。HRMS (FAB) : C<sub>43</sub>H<sub>33</sub>IrN<sub>4</sub>O<sub>2</sub> (M<sup>+</sup>) に対する計算値、830.2233; 測定値、830.2247。

20

## 【0116】

## 実施例17

Ir(Bpb)<sub>2</sub>(acac) (II-4) の合成

実施例4で得られたBpbを配位子 (L) として使用して、実施例13に記載される詳細な工程に従って表題錯体II-4を75%の収率で製造した。ジクロロメタンにおける錯体II-4のUV吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図6に示される。錯体II-4は、516 nmのピーク波長を有する緑色光を放射する。<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>) : 1.84 (s, 6H)、5.30 (s, 1H)、5.96 (dd, J = 16.0 Hz, J = 12.4 Hz, 4H)、6.40 (d, J = 7.6 Hz, 2H)、6.58 (t, J = 7.2 Hz, 2H)、6.73 (t, J = 8.0 Hz, 2H)、7.22 (d, J = 6.8 Hz, 4H)、7.29 ~ 7.32 (m, 10H)、7.34 (d, J = 6.0 Hz, 2H)、7.36 (d, J = 6.4 Hz, 2H)、7.67 (d, J = 8.0 Hz, 2H)。HRMS (FAB) : C<sub>45</sub>H<sub>37</sub>IrN<sub>4</sub>O<sub>2</sub> (M<sup>+</sup>) に対する計算値、858.2546; 測定値、858.2540。

40

## 【0117】

## 実施例18

Ir(Dfbb)<sub>2</sub>(acac) (II-5) の合成

50

実施例 5 で得られた  $\text{Dfbbpb}$  を配位子 (L) として使用して、実施例 13 に記載される詳細な工程に従って表題錯体 II-5 を製造した。ジクロロメタンにおける錯体 II-5 の UV 吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図 7 に示される。錯体 II-5 は、496 nm のピーク波長を有する青緑色光を放射する。HRMS (FAB) :  $\text{C}_{45}\text{H}_{29}\text{F}_8\text{IrN}_4\text{O}_2$  ( $\text{M}^+$ ) に対する計算値、1002.1792；測定値、1002.1805。

## 【0118】

## 実施例 19

 $\text{Ir}(\text{MObb})_2(\text{acac})(\text{II-6})$  の合成

実施例 6 で得られた  $\text{MObb}$  を配位子 (L) として使用して、実施例 13 に記載される詳細な工程に従って表題錯体 II-6 を 83% の収率で製造した。ジクロロメタンにおける錯体 II-6 の UV 吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図 8 に示される。錯体 II-6 は、496 nm のピーク波長を有する青緑色光を放射する。 $^1\text{H-NMR}$  (CDCl<sub>3</sub>) : 1.79 (s, 6H)、3.27 (s, 6H)、3.73 (s, 6H)、5.21 (s, 1H)、5.62 (d, J = 16.8 Hz, 2H)、5.79 (d, J = 16.8 Hz, 2H)、5.94 (d, J = 2.4 Hz, 2H)、6.16 (d, J = 8.0 Hz, 2H)、6.80 (d, J = 8.8 Hz, 4H)、7.11 (d, J = 8.8 Hz, 4H)、7.19~7.29 (m, 8H)、7.66~7.69 (m, 2H)。HRMS (FAB) :  $\text{C}_{49}\text{H}_{45}\text{IrN}_4\text{O}_6$  ( $\text{M}^+$ ) に対する計算値、978.2968；測定値、978.2955。

## 【0119】

## 実施例 20

 $\text{Ir}(\text{Mbpb})_2(\text{acac})(\text{II-7})$  の合成

実施例 7 で得られた  $\text{Mbpb}$  を配位子 (L) として使用して、実施例 13 に記載される詳細な工程に従って表題錯体 II-7 を 80% の収率で作製した。ジクロロメタンにおける錯体 II-7 の UV 吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図 9 に示される。錯体 II-7 は、508 nm のピーク波長を有する緑色光を放射する。 $^1\text{H-NMR}$  (CDCl<sub>3</sub>) : 1.87 (s, 6H)、1.94 (s, 6H)、2.28 (s, 6H)、5.35 (s, 1H)、5.67 (d, J = 16.8 Hz, 2H)、5.89 (d, J = 16.8 Hz, 2H)、6.21 (d, J = 2.4 Hz, 2H)、6.67 (d, J = 8.0 Hz, 2H)、7.05~7.20 (m, 8H)、7.35~7.50 (m, 8H)、7.72 (m, 2H)。HRMS (FAB) :  $\text{C}_{49}\text{H}_{45}\text{IrN}_4\text{O}_2$  ( $\text{M}^+$ ) に対する計算値、914.3172；測定値、914.3181。

## 【0120】

## 実施例 21

 $\text{Ir}(\text{Tbtpb})_2(\text{acac})(\text{II-8})$  の合成

実施例 8 で得られた  $\text{Tbtpb}$  を配位子 (L) として使用して、実施例 13 に記載される詳細な工程に従って表題錯体 II-8 を製造した。

## 【0121】

## 実施例 22

 $\text{Ir}(\text{Phb})_2(\text{acac})(\text{II-9})$  の合成

2-フェニル-1H-ベンゾイミダゾールを配位子 (L) として使用して、実施例 13 に記載される詳細な工程に従って表題錯体 II-9 を製造した。 $^1\text{H-NMR}$  (CD<sub>3</sub>OD) : 1.76 (s, 6H)、5.32 (s, 1H)、6.21 (d, J = 8.0 Hz, 2H)、6.46 (t, J = 6.8 Hz, 2H)、6.70 (t, J = 7.2 Hz, 2H)、7.12 (t, J = 7.2 Hz, 2H)、7.22 (t, J = 7.6 Hz, 2H)、7.43 (d, J = 8.0 Hz, 2H)、7.52~7.55 (m, 4H)。

## 【0122】

## 実施例 23

 $\text{Ir}(\text{Dfppb})_2(\text{acac})(\text{II-10})$  の合成

実施例 9 で得られた  $\text{Dfppb}$  を配位子 (L) として使用して、実施例 16 に記載され

10

20

30

40

50

る詳細な工程に従って表題錯体II-10を83%の収率で製造した。錯体II-10のX線構造が図10に示される。ジクロロメタンにおける錯体II-10のUV吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図11に示される。錯体II-10は、502nmのピーク波長を有する緑色光を放射する。<sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>、 ) : 1.86(s、6H)、5.26(s、1H)、5.89~5.91(d、J=6.0Hz、2H)、6.03~6.09(t、J=12.0Hz、2H)、7.12~7.14(m、2H)、7.28~7.32(m、4H)、7.49~7.51(m、4H)、7.58~7.60(m、6H)、7.65~7.67(m、2H)。

## 【0123】

## 実施例24

Ir(Fppb)<sub>2</sub>(acac)(II-11)の合成

実施例10で得られたFppbを配位子(L)として使用して、実施例16に記載される詳細な工程に従って表題錯体II-11を74%の収率で製造した。ジクロロメタンにおける錯体II-11のUV吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図12に示される。錯体II-11は、504nmのピーク波長を有する緑色光を放射する。<sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>、 ) : 1.86(s、6H)、5.26(s、1H)、6.08(dd、J=10.0Hz、J=2.0Hz、2H)、6.20(t、J=6.0Hz、2H)、6.53(dd、J=8.0Hz、J=5.0Hz、2H)、7.10~7.12(m、2H)、7.26~7.30(m、4H)、7.59~7.70(m、12H)。

## 【0124】

## 実施例25

Ir(Ptpb)<sub>2</sub>(acac)(II-12)の合成

実施例11で得られたPtpbを配位子(L)として使用して、実施例16に記載される詳細な工程に従って錯体II-12を92%の収率で製造した。ジクロロメタンにおける錯体II-12のUV吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図13に示される。錯体II-12は、536nmのピーク波長を有する緑色光を放射する。<sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>、 ) : 1.87(s、6H)、5.31(s、1H)、6.54~6.58(m、4H)、6.69~6.71(m、2H)、7.14~7.16(m、2H)、7.33~7.35(m、4H)、7.49~7.51(m、2H)、7.63~7.70(m、10H)。

## 【0125】

## 実施例26

Ir(Bdm pb)<sub>2</sub>(acac)(II-13)の合成

実施例12で得られたBdm pbを配位子(L)として使用して、実施例13に記載される詳細な工程に従って表題錯体II-13を83%の収率で製造した。ジクロロメタンにおける錯体II-13のUV吸収スペクトルおよびリン光放射スペクトルが図14に示される。錯体II-11は、514nmのピーク波長を有する緑色光を放射する。<sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>、 ) : 1.80(s、6H)、2.30(s、6H)、2.34(s、6H)、5.18(s、1H)、5.86(dd、J=16.3Hz、J=14.0Hz、4H)、6.44(d、J=7.6Hz、2H)、6.51(t、J=7.6Hz、2H)、6.61(t、J=7.2Hz、2H)、7.11(s、2H)、7.21~7.37(m、12H)、7.50(s、2H)。

## 【0126】

## 有機発光ダイオードデバイスの実施例

OLEDデバイスの形成時に、有機材料、リン光性イリジウム錯体および金属を、5×10<sup>-6</sup>torrのチャンバーにおいて、有機材料については約1.5~2.5オングストローム/秒の付着速度で、リン光性イリジウム錯体については約0.05~0.2オングストローム/秒の付着速度で、そしてフッ化カリウムについては約0.5オングストローム/秒の付着速度で付着させた。特定の実施態様において、正孔注入改変層は約10~約35ナノメートルの範囲の厚さを有する。特定の実施態様において、正孔輸送層は約10

10

20

30

40

50

～約50ナノメートルの範囲の厚さを有する。特定の実施態様において、正孔阻止層は約10～約20ナノメートルの範囲の厚さを有する。特定の実施態様において、電子輸送層は約10～約50ナノメートルの範囲の厚さを有する。特定の実施態様において、フッ化カリウムなどの電子注入層は約0.5ナノメートルの厚さを有する。カソードがMg/Ag合金から作製されたとき、Mgの付着速度は約5オングストローム/秒であり、Agの付着速度は約0.5オングストローム/秒であり、この場合、MgおよびAgは10:1の比率で共蒸発させられた。特定の実施態様において、カソードがCa/Mgから作製されたとき、付着速度は約5オングストローム/秒であり、付着させられたカソード層の厚さは約10ナノメートル～約55ナノメートルの範囲であった。特定の実施態様において、銀が付着させられ、芳香族アミン（例えば、2-TNATAまたはIDE320など）が保護層として付着させられたとき、層は約30ナノメートル～約150ナノメートルの範囲の厚さを有した。特定のデバイス形態が実施例25～実施例51に示され、対応する特徴が表1に示される。実施例27～実施例51において、デバイスを構成する各層の組成および厚さが、アノード層//正孔注入層//発光層//正孔阻止層//電子輸送層//カソード層の順で示される。

10

## 【0127】

実施例27：ITO//NPB(50nm)//II-1：CBP(4.3%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag(10:1)。

## 【0128】

実施例28：ITO//NPB(50nm)//II-1：CBP(7.3%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0129】

実施例29：ITO//NPB(50nm)//II-1：TCTA(6.3%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0130】

実施例30：ITO//TCTA(30nm)//II-1：TCTA(6.3%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0131】

実施例31：ITO//NPB(30nm)//II-2：CBP(7.3%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0132】

実施例32：ITO//TCTA(30nm)//II-2：CBP(7%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0133】

実施例33：ITO//NPB(50nm)//II-3：CBP(7%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0134】

実施例34：ITO//NPB(30nm)//II-3：CBP(9%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0135】

実施例35：ITO//TCTA(30nm)//II-3：TCTA(6.7%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0136】

実施例36：ITO//TCTA(30nm)//II-3：CBP(6.3%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0137】

実施例37：ITO//TCTA(30nm)//II-3：TCB(6.7%、30nm)//BCP(10nm)//Alq(40nm)//Mg：Ag=10:1。

## 【0138】

実施例38：ITO//Cupc(10nm)//NPB(30nm)//II-3：C

40

50

B P ( 5 . 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 3 9 】

実施例 3 9 : I T O / / T C T A ( 3 0 n m ) / / I I - 3 : C B P ( 7 %、 3 0 n m ) / / B A l q ( 3 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 0 】

実施例 4 0 : A l / N i / N i O / / I D E 4 0 6 ( 3 5 n m ) / / I D E 3 2 0 ( 1 0 n m ) / / I I - 3 : T M M 0 0 4 ( 7 %、 2 5 n m ) / / B A l q ( 1 0 n m ) / / T Y E 7 0 4 ( 2 0 n m ) / / C a ( 1 5 n m ) / / M g ( 8 n m ) / / I D E 3 2 0 ( 5 0 n m ) 。 10

【 0 1 4 1 】

実施例 4 1 : I T O / / N P B ( 5 0 n m ) / / I I - 4 : C B P ( 4 . 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 2 】

実施例 4 2 : I T O / / N P B ( 5 0 n m ) / / I I - 4 : C B P ( 6 . 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 3 】

実施例 4 3 : I T O / / N P B ( 5 0 n m ) / / I I - 4 : C B P ( 8 . 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 4 】

実施例 4 4 : I T O / / N P B ( 5 0 n m ) / / I I - 4 : T C T A ( 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 5 】

実施例 4 5 : I T O / / N P B ( 3 0 n m ) / / T C T A ( 2 0 n m ) / / I I - 4 : T C T A ( 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 6 】

実施例 4 6 : I T O / / N P B ( 3 0 n m ) / / I I - 5 : C C P ( 9 . 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 7 】

実施例 4 7 : I T O / / m - M T D A T A ( 3 0 n m ) / / I I - 5 : C C P ( 1 0 . 3 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 8 】

実施例 4 8 : I T O / / T C T A ( 3 0 n m ) / / I I - 5 : T C B ( 6 . 3 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 4 9 】

実施例 4 9 : I T O / / T C T A ( 3 0 n m ) / / I I - 1 0 : C B P ( 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 5 0 】

実施例 5 0 : I T O / / T C T A ( 3 0 n m ) / / I I - 1 1 : C B P ( 6 . 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 5 1 】

実施例 5 1 : I T O / / N P B ( 5 0 n m ) / / I I - 1 3 : C B P ( 7 %、 3 0 n m ) / / B C P ( 1 0 n m ) / / A l q ( 4 0 n m ) / / M g : A g = 1 0 : 1 。

【 0 1 5 2 】

10

20

30

40

【表1】

実施例	電圧 (V)	外部量子効率 (%)	最大明度 (cd/m <sup>2</sup> (V))	ピーク効率 (cd/A (V))	CIE座標 (8 V) (x, y)	ピーク波長 $\lambda_{max}$ (nm)
27	3.1	11.10 (7.5)	100126 (14.0)	40.85 (7.5)	(0.24, 0.66)	512
28	2.9	9.38 (8.0)	98799 (13.0)	35.29 (8.0)	(0.27, 0.64)	514
29	2.8	10.66 (6.0)	89343 (13.0)	39.59 (6.0)	(0.26, 0.65)	512
30	2.7	9.14 (6.5)	72045 (12.5)	33.73 (6.5)	(0.26, 0.64)	512
31	3.0	9.54 (6.5)	101622 (13.0)	35.89 (6.5)	(0.27, 0.65)	514
32	2.7	7.88 (7.5)	105202 (13.0)	29.58 (7.5)	(0.28, 0.64)	514
33	3.0	14.69 (6.0)	140407 (14.5)	57.44 (6.0)	(0.30, 0.64)	520
34	2.7	11.71 (6.5)	130455 (13.5)	45.29 (6.5)	(0.31, 0.63)	520
35	2.7	7.58 (5.5)	65773 (11.5)	29.21 (5.5)	(0.29, 0.64)	520
36	3.0	10.50 (7.0)	143374 (13.5)	41.17 (7.0)	(0.31, 0.64)	522
37	2.7	13.46 (7.5)	136208 (14.5)	52.61 (7.5)	(0.31, 0.64)	522
38	3.5	15.53 (7.5)	119615 (17.5)	61.77 (7.5)	(0.30, 0.65)	522
39	4.5	4.54 (8.5)	66466 (13.5)	17.77 (8.5)	(0.32, 0.63)	520
40	2.5	15.86 (3.5)	56140 (10.0)	63.11 (3.5)	(0.35, 0.61)	525
41	3.0	11.02 (8.0)	88080 (14.5)	42.10 (8.0)	(0.29, 0.64)	516
42	2.8	14.02 (7.5)	114309 (14.0)	54.73 (7.5)	(0.30, 0.64)	518
43	2.8	11.89 (8.5)	104291 (14.0)	46.10 (8.5)	(0.29, 0.65)	516
44	2.7	10.15 (5.5)	62776 (12.0)	38.52 (5.5)	(0.27, 0.65)	514
45	3.1	9.61 (7.5)	70540 (12.5)	36.76 (7.5)	(0.28, 0.65)	516
46	3.9	3.77 (8.0)	17614 (12.5)	12.61 (8.0)	(0.26, 0.57)	496
47	4.1	4.73 (8.5)	16769 (15.5)	15.74 (8.5)	(0.24, 0.57)	496
48	3.7	5.04 (8.0)	19111 (12.5)	16.29 (8.0)	(0.23, 0.57)	494
49	4.5	4.29 (8.5)	13610 (12.0)	13.72 (8.5)	(0.23, 0.58)	498
50	3.7	10.44 (9.0)	47584 (13.0)	34.91 (9.0)	(0.23, 0.60)	502
51	2.8	9.37 (8.0)	58180 (13.2)	36.89 (8.0)	(0.31, 0.64)	520

【0153】

40

表1に示された結果から明らかであるように、本開示において開示されたリン光性イリジウム錯体は、OLEDデバイスを形成させる際の使用に好適である。本開示のリン光性イリジウム錯体を使用して形成されたOLEDデバイスは、青緑色から緑色に及ぶ色、大きい明度、大きい電流効率および優れたCIE座標を有する光を放射することができる。約470nm～約570nmの範囲の波長は電磁スペクトルの青緑色～緑色の領域に対応する。特定の実施態様において、本開示の少なくとも1つのリン光性イリジウム錯体を含むOLEDデバイスは、約490nm～530nmの範囲にピーク波長を有する光を放射する。

【0154】

50

本開示の他の実施態様が本明細書中に開示されているように、本明細書の検討および本

発明の実施から当業者には明らかである。本明細書および実施例は例示としてのみ考慮されることが意図され、本開示の真の範囲および精神は下記の請求項によって示される。

【図面の簡単な説明】

【0155】

【図1】特定の実施態様による有機発光ダイオードデバイスの概略的な断面図である。

【図2】錯体II-1のX線構造を表す。

【図3】ジクロロメタンに溶解された錯体II-1のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図4】ジクロロメタンに溶解された錯体II-2のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図5】ジクロロメタンに溶解された錯体II-3のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図6】ジクロロメタンに溶解された錯体II-4のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図7】ジクロロメタンに溶解された錯体II-5のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図8】ジクロロメタンに溶解された錯体II-6のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図9】ジクロロメタンに溶解された錯体II-7のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図10】錯体II-10のX線構造を表す。

【図11】ジクロロメタンに溶解された錯体II-10のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図12】ジクロロメタンに溶解された錯体II-11のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

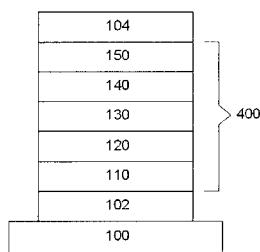
【図13】ジクロロメタンに溶解された錯体II-12のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

【図14】ジクロロメタンに溶解された錯体II-13のUV吸収スペクトル（実線により表される；左y軸）およびリン光放射スペクトル（点線により表される；右y軸）を表す。

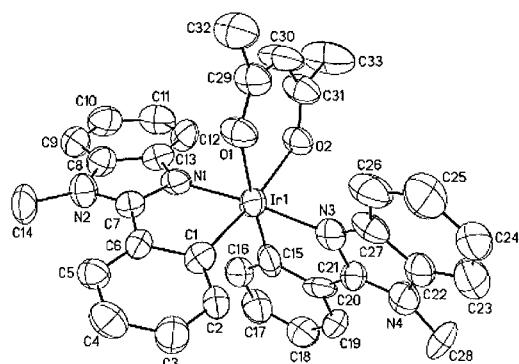
10

20

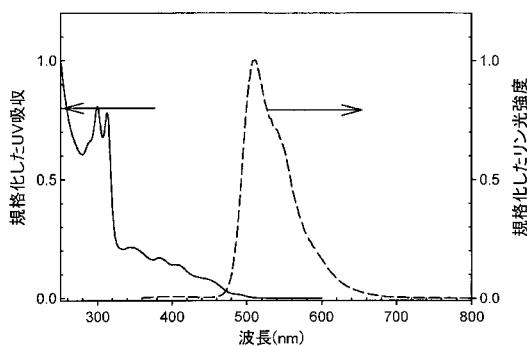
【図1】



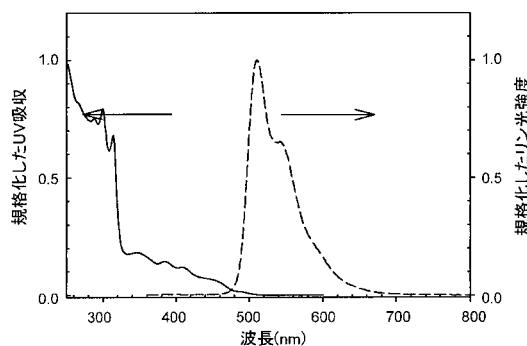
【図2】



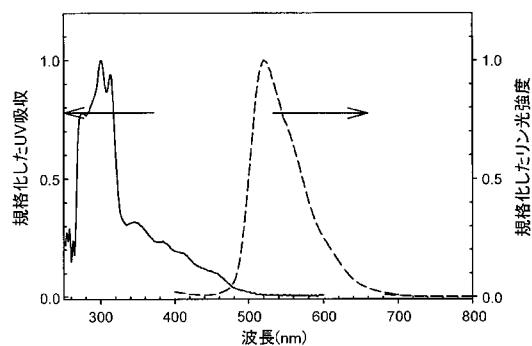
【図3】



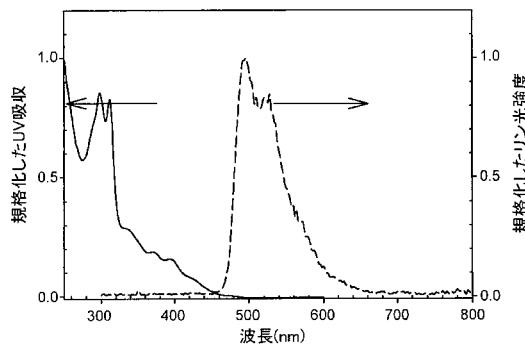
【図4】



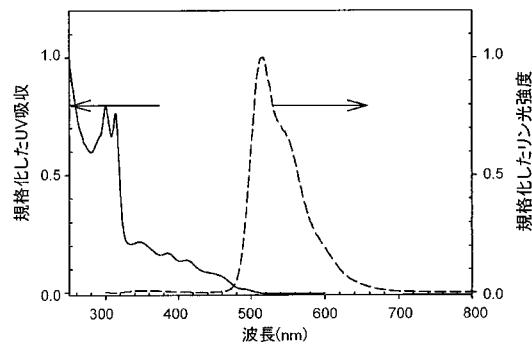
【図5】



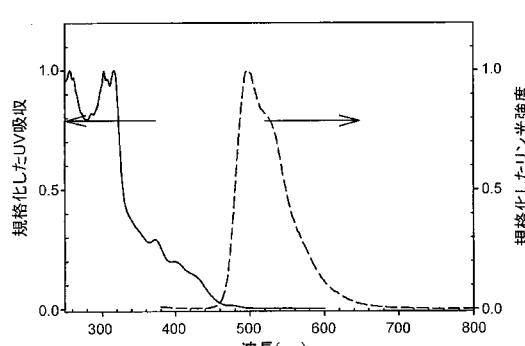
【図7】



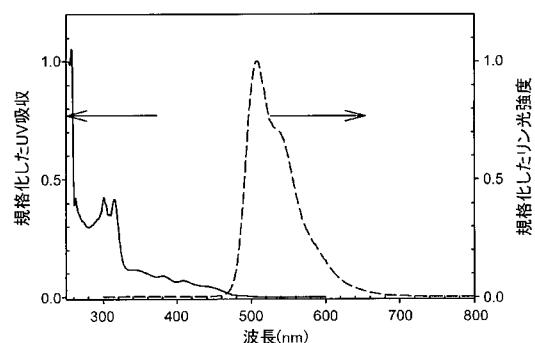
【図6】



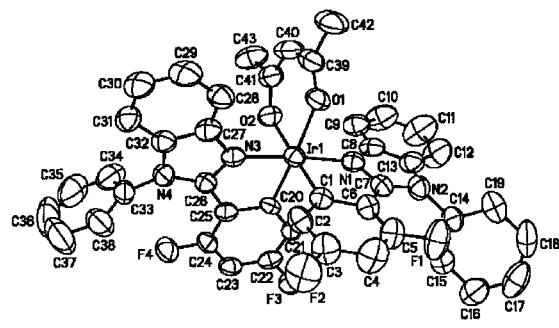
【図8】



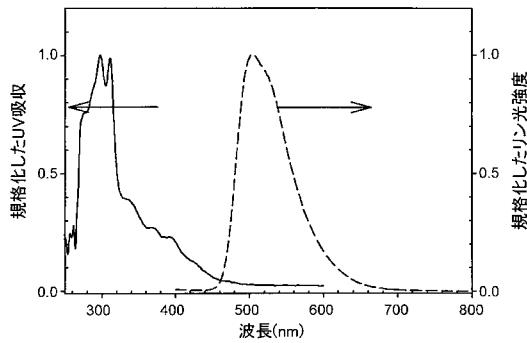
【図9】



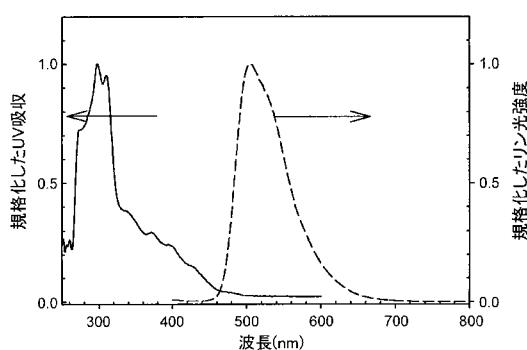
【図10】



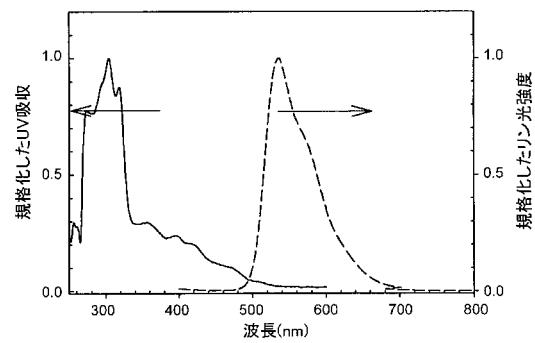
【図11】



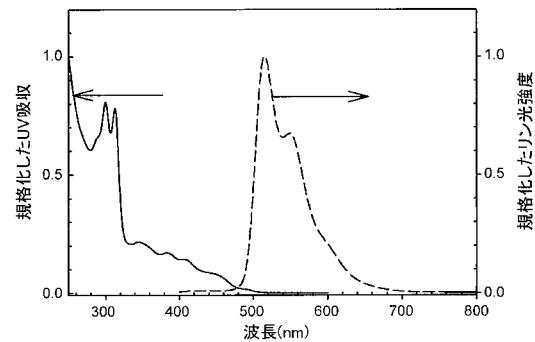
【図12】



【図13】



【図14】



## フロントページの続き

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

F I

テーマコード(参考)

C 07 F 15/00

E

(72)発明者 郭鴻儒

台湾 74144 台南県台南科学工業園区奇業路 1 号

(72)発明者 陳瑞敏

台湾 74144 台南県台南科学工業園区奇業路 1 号

F ターム(参考) 3K007 AB02 AB03 AB04 DB03

4H050 AA03 AB92 WB11 WB13 WB14 WB17 WB21 WB22

## 【要約の続き】

なリン光性イリジウム錯体を使用する発光デバイスもまた提供される。

## 【選択図】なし

专利名称(译)	<无法获取翻译>		
公开(公告)号	<a href="#">JP2005163036A5</a>	公开(公告)日	2007-12-27
申请号	JP2004332143	申请日	2004-11-16
[标]申请(专利权)人(译)	群创光电股份有限公司 国立清华大学		
申请(专利权)人(译)	奇美电子股▲有限公司 国立清华大学		
[标]发明人	鄭建鴻 鍾潤文 郭鴻儒 陳瑞敏		
发明人	鄭建鴻 鍾潤文 郭鴻儒 陳瑞敏		
IPC分类号	C09K11/06 C07D235/18 H01L51/50 C07F15/00 H05B33/14 H05B33/22		
CPC分类号	C07F15/0033 C09K11/06 C09K2211/1044 C09K2211/185 H01L51/0052 H01L51/0059 H01L51/0062 H01L51/007 H01L51/0078 H01L51/0081 H01L51/0085 H01L51/5016 H05B33/14 Y10S428/917		
FI分类号	C09K11/06.660 C07D235/18 H05B33/14.B H05B33/22.B H05B33/22.D C07F15/00.E		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB03 3K007/AB04 3K007/DB03 4H050/AA03 4H050/AB92 4H050/WB11 4H050/WB13 4H050/WB14 4H050/WB17 4H050/WB21 4H050/WB22 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/BB03 3K107/CC02 3K107/CC04 3K107/CC07 3K107/DD44 3K107/DD53 3K107/DD59 3K107/DD64 3K107/DD67 3K107/DD68 3K107/DD69 3K107/DD72 3K107/DD75 3K107/DD78 3K107/DD80 3K107/FF13		
代理人(译)	酒井宏明		
优先权	092132297 2003-11-18 TW		
其他公开文献	JP2005163036A JP4543136B2		

**摘要(译)**

本发明提供了一种磷光铱配合物，其可以用于发光器件的发光层中并且表现出高亮度，高效率和优异的CIE坐标。[解决方案]根据本发明，具有式I或式II的磷光铱配合物：(式中，X选自单价阴离子二齿配体；Z选自原子团，条件是Z为芳基或杂芳基以及与Z键合的丁-1,3-二烯。形成一个基团；R，R1和R2独立地选自氢原子或取代基；m为0至4的整数；n为0至Z的可能取代基提供了最大碱基数)。还提供了使用这种磷光铱络合物的发光器件。[选择图]无