

(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2019-182972

(P2019-182972A)

(43) 公開日 令和1年10月24日(2019.10.24)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C09K 11/06 (2006.01)</b>	C09K 11/06 660	3K107
<b>H01L 51/50 (2006.01)</b>	H05B 33/14 B	4H006
C07C 47/57 (2006.01)	C07C 47/57	4H048
C07C 49/83 (2006.01)	C07C 49/83 Z	
C07C 69/94 (2006.01)	C07C 69/94	
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 14 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2018-74246 (P2018-74246)  
 (22) 出願日 平成30年4月6日 (2018.4.6)

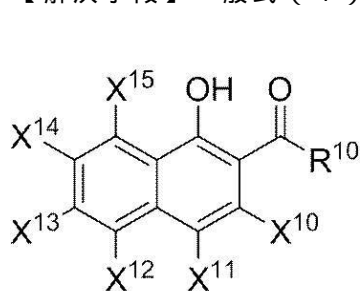
(71) 出願人 504145364  
 国立大学法人群馬大学  
 群馬県前橋市荒牧町四丁目2番地  
 (74) 代理人 100079049  
 弁理士 中島 淳  
 (74) 代理人 100084995  
 弁理士 加藤 和詳  
 (74) 代理人 100099025  
 弁理士 福田 浩志  
 (72) 発明者 山路 稔  
 群馬県前橋市荒牧町四丁目2番地 国立大  
 学法人群馬大学内  
 Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 BB03 BB04  
 CC04 DD59 DD66  
 4H006 AA01 AA03 AB91 AB92  
 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機発光材料及び有機発光素子

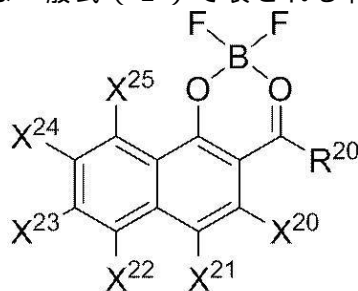
(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 固体状態で発光する有機発光材料の提供。

【解決手段】 一般式(1)又は一般式(2)で表される有機発光材料である。



一般式(1)



一般式(2)

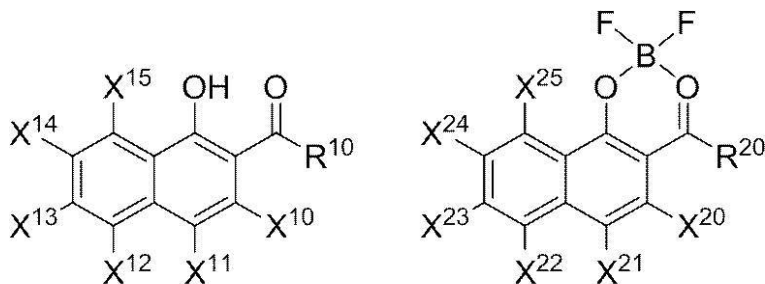
(R<sup>10</sup>はH、アルキル基又はアルコキシ基を；X<sup>10</sup>、X<sup>11</sup>、X<sup>12</sup>、X<sup>13</sup>、X<sup>14</sup>及びX<sup>15</sup>は、各々独立に、H又はアルキル基；X<sup>10</sup>及びX<sup>11</sup>、X<sup>12</sup>及びX<sup>13</sup>、X<sup>13</sup>及びX<sup>14</sup>、並びにX<sup>14</sup>及びX<sup>15</sup>は、各々独立に、互いに連結して環を形成してもよい；R<sup>20</sup>はアルキル基；X<sup>20</sup>、X<sup>21</sup>、X<sup>22</sup>、X<sup>23</sup>、X<sup>24</sup>及びX<sup>25</sup>は、各々独立に、H又はアルキル基；X<sup>20</sup>及びX<sup>21</sup>、X<sup>22</sup>及びX<sup>23</sup>、X<sup>23</sup>及びX<sup>24</sup>、X<sup>24</sup>及びX<sup>25</sup>は、各々独立に、互いに連結して環を形成してもよい)

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

一般式（１）又は一般式（２）で表される有機発光材料。

## 【化 1】



一般式（１）

一般式（２）

10

（一般式（１）中、 $R^{10}$  は水素原子、アルキル基又はアルコキシ基を表す。 $X^{10}$ 、 $X^{11}$ 、 $X^{12}$ 、 $X^{13}$ 、 $X^{14}$  及び  $X^{15}$  は、各々独立に、水素原子又はアルキル基を表す。 $X^{10}$  及び  $X^{11}$ 、 $X^{12}$  及び  $X^{13}$ 、 $X^{13}$  及び  $X^{14}$ 、並びに  $X^{14}$  及び  $X^{15}$  は、各々独立に、互いに連結して環を形成してもよい。

一般式（２）中、 $R^{20}$  はアルキル基を表す。 $X^{20}$ 、 $X^{21}$ 、 $X^{22}$ 、 $X^{23}$ 、 $X^{24}$  及び  $X^{25}$  は、各々独立に、水素原子又はアルキル基を表す。 $X^{20}$  及び  $X^{21}$ 、 $X^{22}$  及び  $X^{23}$ 、 $X^{23}$  及び  $X^{24}$ 、並びに  $X^{24}$  及び  $X^{25}$  は、各々独立に、互いに連結して環を形成してもよい。）

20

## 【請求項 2】

前記一般式（２）において、 $R^{20}$  が炭素数 1 以上 5 以下の低級アルキル基を表し、 $X^{20}$ 、 $X^{21}$ 、 $X^{22}$ 、 $X^{23}$ 、 $X^{24}$  及び  $X^{25}$  は水素原子を表す有機発光材料である請求項 1 に記載の有機発光材料。

## 【請求項 3】

前記一般式（１）において、 $R^{10}$  が水素原子、炭素数 1 以上 5 以下の低級アルキル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の低級アルコキシ基を表し、 $X^{10}$ 、 $X^{11}$ 、 $X^{12}$ 、 $X^{13}$ 、 $X^{14}$  及び  $X^{15}$  は水素原子を表す有機発光材料である請求項 1 又は請求項 2 に記載の有機発光材料。

30

## 【請求項 4】

請求項 1～請求項 3 に記載の有機発光材料を含む有機発光素子。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、有機発光材料及び有機発光素子に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

有機発光素子は、柔軟で軽量な次世代のディスプレイ及び照明として、開発が進められている。有機発光素子とは、有機発光材料に対し、電気エネルギーを与えて励起させ、励起状態から失活する際のエネルギーを光として取り出す発光素子を表す。

40

## 【0003】

有機発光材料としては、溶液状態において高い発光量子収率を示す芳香族化合物が知られている。溶液状態において高い発光量子収率を示す芳香族化合物としては、例えば、フェナントレン骨格を有するボロン-ジケトン錯体が知られている（例えば、特許文献 1 及び非特許文献 1～2 参照）。

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0004】

50

【特許文献 1】特願 2 0 1 7 - 5 4 5 4 5 8

【非特許文献】

【0 0 0 5】

【非特許文献 1】Mamiya. et al. Photochem.Photobiol.Sci., 15, 278 (2016).

【非特許文献 2】Mamiya. et al. Photochem.Photobiol.Sci., 15, 928 (2016).

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 6】

有機発光材料を、上述の有機発光素子の発光層として使用するには、固体状態において発光することが求められる。しかしながら、従来の有機発光材料は、溶液状態において発光を示す材料こそ多く報告されているが、固体状態において発光を示す材料には限りがあった。そこで、本発明の課題は、固体状態で発光する有機発光材料を提供することとする。

10

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 7】

上記課題は、以下の手段により解決される。

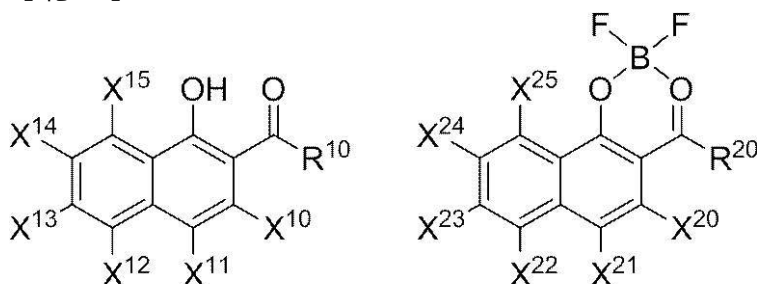
【0 0 0 8】

< 1 > 一般式 ( 1 ) 又は一般式 ( 2 ) で表される有機発光材料。

【0 0 0 9】

【化 1】

20



一般式 ( 1 )

一般式 ( 2 )

【0 0 1 0】

30

( 一般式 ( 1 ) 中、 $R^{10}$  は水素原子、アルキル基又はアルコキシ基を表す。 $X^{10}$ 、 $X^{11}$ 、 $X^{12}$ 、 $X^{13}$ 、 $X^{14}$  及び  $X^{15}$  は、各々独立に、水素原子又はアルキル基を表す。 $X^{10}$  及び  $X^{11}$ 、 $X^{12}$  及び  $X^{13}$ 、 $X^{13}$  及び  $X^{14}$ 、並びに  $X^{14}$  及び  $X^{15}$  は、各々独立に、互いに連結して環を形成してもよい。

一般式 ( 2 ) 中、 $R^{20}$  はアルキル基を表す。 $X^{20}$ 、 $X^{21}$ 、 $X^{22}$ 、 $X^{23}$ 、 $X^{24}$  及び  $X^{25}$  は、各々独立に、水素原子又はアルキル基を表す。 $X^{20}$  及び  $X^{21}$ 、 $X^{22}$  及び  $X^{23}$ 、 $X^{23}$  及び  $X^{24}$ 、並びに  $X^{24}$  及び  $X^{25}$  は、各々独立に、互いに連結して環を形成してもよい。 )

【0 0 1 1】

< 2 > 前記一般式 ( 2 ) において、 $R^{20}$  が炭素数 1 以上 5 以下の低級アルキル基を表し、 $X^{20}$ 、 $X^{21}$ 、 $X^{22}$ 、 $X^{23}$ 、 $X^{24}$  及び  $X^{25}$  は水素原子を表す有機発光材料である前記 < 1 > に記載の有機発光材料。

40

【0 0 1 2】

< 3 > 前記一般式 ( 1 ) において、 $R^{10}$  が水素原子、炭素数 1 以上 5 以下の低級アルキル基、又は炭素数 1 以上 6 以下の低級アルコキシ基を表し、 $X^{10}$ 、 $X^{11}$ 、 $X^{12}$ 、 $X^{13}$ 、 $X^{14}$  及び  $X^{15}$  は水素原子を表す有機発光材料である前記 < 1 > 又は < 2 > に記載の有機発光材料。

【0 0 1 3】

< 4 > 前記 < 1 > ~ < 3 > に記載の有機発光材料を含む有機発光素子。

【発明の効果】

50

## 【 0 0 1 4 】

< 1 >、< 2 >又は< 3 >に記載の発明によれば、固体状態で発光する有機発光材料が提供される。

## 【 0 0 1 5 】

< 4 >に記載の発明によれば、固体状態で発光する有機発光材料を用いた有機発光素子が提供される。

## 【 図面の簡単な説明 】

## 【 0 0 1 6 】

【 図 1 】例示化合物 2 - 1 の  $^1\text{H}$  - NMR スペクトルを示すグラフである。

【 図 2 】実施例 1 ~ 実施例 4 の溶液状態における紫外可視吸収スペクトル及び発光スペクトルを示すグラフである。

10

【 図 3 】実施例 1 ~ 実施例 4 の固体状態における発光スペクトルを示すグラフである。

## 【 発明を実施するための形態 】

## 【 0 0 1 7 】

以下、本発明の実施形態について詳細に説明する。

## 【 0 0 1 8 】

発光材料とは、可視領域の波長において発光スペクトルを測定したときにピーク強度を示す材料を表す。

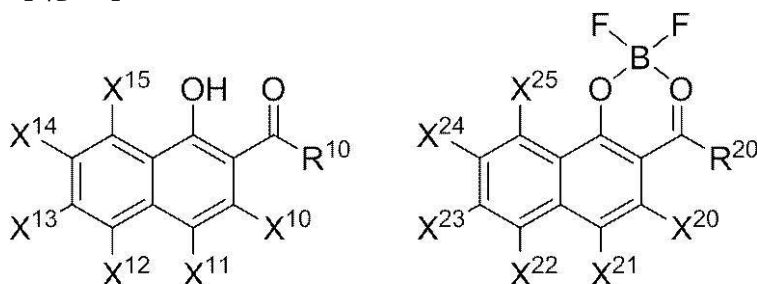
## 【 0 0 1 9 】

本実施形態に係る有機発光材料は、一般式 ( 1 ) 又は一般式 ( 2 ) で表される構造を有する。

20

## 【 0 0 2 0 】

## 【 化 2 】



30

## 一般式 ( 1 )

## 一般式 ( 2 )

## 【 0 0 2 1 】

一般式 ( 1 ) 中、 $\text{R}^{10}$  は水素原子、アルキル基又はアルコキシ基を表す。 $\text{X}^{10}$ 、 $\text{X}^{11}$ 、 $\text{X}^{12}$ 、 $\text{X}^{13}$ 、 $\text{X}^{14}$  及び  $\text{X}^{15}$  は、各々独立に、水素原子又はアルキル基を表す。 $\text{X}^{10}$  及び  $\text{X}^{11}$ 、 $\text{X}^{12}$  及び  $\text{X}^{13}$ 、 $\text{X}^{13}$  及び  $\text{X}^{14}$ 、並びに  $\text{X}^{14}$  及び  $\text{X}^{15}$  は、各々独立に、互いに連結して環を形成してもよい。

## 【 0 0 2 2 】

一般式 ( 2 ) 中、 $\text{R}^{20}$  はアルキル基を表す。 $\text{X}^{20}$ 、 $\text{X}^{21}$ 、 $\text{X}^{22}$ 、 $\text{X}^{23}$ 、 $\text{X}^{24}$  及び  $\text{X}^{25}$  は、各々独立に、水素原子又はアルキル基を表す。 $\text{X}^{20}$  及び  $\text{X}^{21}$ 、 $\text{X}^{22}$  及び  $\text{X}^{23}$ 、 $\text{X}^{23}$  及び  $\text{X}^{24}$ 、並びに  $\text{X}^{24}$  及び  $\text{X}^{25}$  は、各々独立に、互いに連結して環を形成してもよい。

40

## 【 0 0 2 3 】

従来における、有機発光材料は、溶液状態においてこそ発光を示すが、固体状態において発光を示すものは、限られていた。

一方、一般式 ( 1 ) 及び一般式 ( 2 ) で表される有機発光材料 ( 以下、「特定有機発光材料」とも称す ) は、溶液状態及び固体状態において発光する性質を有する。そのため、特定有機発光材料は、固体状態において発光を示すことが求められる素子や材料等に利用できる。より具体的に、例えば、有機発光素子、発光センサ、分析用環境指示薬 ( 医療診断用発光プローブ、発光レセプター等 )、光学フィルタ、発光性着色材料、等に用いられ

50

る。中でも、固体状態における発光特性が求められる有機発光素子における発光層に好適に用いられる。

【0024】

[ 特定有機発光材料 ]

本実施形態に係る特定有機発光材料は、一般式(1)又は一般式(2)で表される構造を有する。

より具体的に、一般式(1)で表される有機発光材料は、ナフタレンの1位にヒドロキシ基が置換したナフトール骨格を有する。一般式(2)で表される有機発光材料は、ナフタレンの1位に置換する酸素原子と、2位に置換するケト基の酸素原子とが、ジフロロボランのホウ素原子に結合した構造を有する。

10

【0025】

( $R^{10}$ )

一般式(1)中、 $R^{10}$ は水素原子、アルキル基又はアルコキシ基を表す。

【0026】

一般式(1)中、 $R^{10}$ で表されるアルキル基としては、例えば、炭素数1以上10以下の直鎖状のアルキル基及び炭素数3以上10以下の分岐状のアルキル基が挙げられる。

【0027】

炭素数1以上10以下の直鎖状のアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*n*-ブチル基、*n*-ペンチル基、*n*-ヘキシル基、*n*-ヘプチル基、*n*-オクチル基、*n*-ノニル基、*n*-デシル基等が挙げられる。

20

炭素数3以上10以下の分岐状のアルキル基としては、例えば、イソプロピル基、イソブチル基、*sec*-ブチル基、*tert*-ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、*tert*-ペンチル基、イソヘキシル基、*sec*-ヘキシル基、*tert*-ヘキシル基、イソヘプチル基、*sec*-ヘプチル基、*tert*-ヘプチル基、イソオクチル基、*sec*-オクチル基、*tert*-オクチル基、イソノニル基、*sec*-ノニル基、*tert*-ノニル基、イソデシル基、*sec*-デシル基、*tert*-デシル基等が挙げられる。

【0028】

上記の中でも、一般式(1)中、 $R^{10}$ で表されるアルキル基としては、メチル基、エチル基等の炭素数1以上5以下の低級アルキル基であることが好ましい。

【0029】

一般式(1)中、 $R^{10}$ で表されるアルコキシ基としては、例えば、芳香族アルコキシ基及び脂肪族アルコキシ基が挙げられる。

30

【0030】

芳香族アルコキシ基としては、例えば、炭素数1以上14以下の芳香族アルコキシ基が挙げられる。

【0031】

炭素数1以上14以下の芳香族アルコキシ基としては、例えば、フェノキシ基、1-ナフチルオキシ基、1-フェナンチルオキシ基、1-アントラチルオキシ基、2-ピリジルオキシ基、2-フラニルオキシ基等が挙げられる。

【0032】

脂肪族アルコキシ基としては、例えば、炭素数1以上14以下の直鎖状、又は炭素数3以上14以下の分岐状のアルコキシ基が挙げられる。

40

【0033】

炭素数1以上14以下の直鎖状のアルコキシ基としては、例えば、メトキシ基、エトキシ基、*n*-プロポキシ基、*n*-ブトキシ基、*n*-ペンチルオキシ基、*n*-ヘキシルオキシ基、*n*-ヘプチルオキシ基、*n*-オクチルオキシ基、*n*-ノニルオキシ基、*n*-デシルオキシ基等が挙げられる。

炭素数3以上14以下の分岐状のアルコキシ基として具体的には、イソプロポキシ基、イソブトキシ基、*sec*-ブトキシ基、*tert*-ブトキシ基、イソペンチルオキシ基、ネオペンチルオキシ基、*tert*-ペンチルオキシ基、イソヘキシルオキシ基、*sec*-

50

ヘキシルオキシ基、tert - ヘキシルオキシ基、イソヘプチルオキシ基、sec - ヘプチルオキシ基、tert - ヘプチルオキシ基、イソオクチルオキシ基、sec - オクチルオキシ基、tert - オクチルオキシ基、イソノニルオキシ基、sec - ノニルオキシ基、tert - ノニルオキシ基、イソデシルオキシ基、sec - デシルオキシ基、tert - デシルオキシ基等が挙げられる。

#### 【0034】

上記の中でも、一般式(1)中、 $R^{10}$ で表されるアルコキシ基としては、炭素数1以上6以下の低級アルコキシ基であることが好ましい。なお、炭素数1以上6以下の低級アルコキシ基としては、メトキシ基、エトキシ基、フェノキシ基等の炭素数1以上6以下の脂肪族アルコキシ基及び芳香族アルコキシ基(つまりフェノキシ基、2 - ピリジルオキシ基、2 - フラニルオキシ基等)を表す。

10

#### 【0035】

( $X^{10} \sim X^{15}$ )

一般式(1)中、 $X^{10}$ 、 $X^{11}$ 、 $X^{12}$ 、 $X^{13}$ 、 $X^{14}$ 及び $X^{15}$ は、各々独立に、水素原子又はアルキル基を表す。

#### 【0036】

一般式(1)中、 $X^{10} \sim X^{15}$ で表されるアルキル基としては、炭素数1以上10以下の直鎖状のアルキル基、炭素数3以上10以下の分岐状のアルキル基が挙げられる。

#### 【0037】

炭素数1以上10以下の直鎖状のアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、n - プロピル基、n - ブチル基、n - ペンチル基、n - ヘキシル基、n - ヘプチル基、n - オクチル基、n - ノニル基、n - デシル基等が挙げられる。

20

#### 【0038】

炭素数3以上10以下の分岐状のアルキル基としては、例えば、イソプロピル基、イソブチル基、sec - ブチル基、tert - ブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、tert - ペンチル基、イソヘキシル基、sec - ヘキシル基、tert - ヘキシル基、イソヘプチル基、sec - ヘプチル基、tert - ヘプチル基、イソオクチル基、sec - オクチル基、tert - オクチル基、イソノニル基、sec - ノニル基、tert - ノニル基、イソデシル基、sec - デシル基、tert - デシル基等が挙げられる。

#### 【0039】

上記の中でも、一般式(1)中、 $X^{10} \sim X^{15}$ で表されるアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ペンチル基、ブチル基等の炭素数1以上5以下の低級アルキル基であることが好ましい。

30

#### 【0040】

一般式(1)中、 $X^{10}$ 及び $X^{11}$ 、 $X^{12}$ 及び $X^{13}$ 、 $X^{13}$ 及び $X^{14}$ 、並びに $X^{14}$ 及び $X^{15}$ を、互いに連結して形成される環構造としては、ベンゼン環、及び炭素数10以上18以下の縮合環(例えば、ナフタレン環、アントラセン環、フェナントレン環、クリセン環(ベンゾ[ ]フェナントレン環)、テトラセン環、テトラフェン環(ベンゾ[ ]アントラセン環)、トリフェニレン環等)などが挙げられる。先述の中でも、形成される環構造としては、ベンゼン環であることが好ましい。

40

#### 【0041】

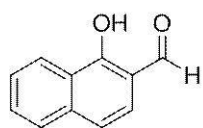
一般式(1)において、 $R^{10}$ は、水素原子、炭素数1以上5以下の低級アルキル基、又は炭素数1以上6以下の低級アルコキシ基を表し、 $X^{10}$ 、 $X^{11}$ 、 $X^{12}$ 、 $X^{13}$ 、 $X^{14}$ 及び $X^{15}$ は水素原子を表すことが好ましい。

#### 【0042】

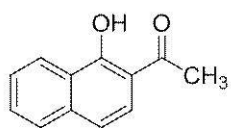
以下に一般式(1)で表される有機発光材料の具体例を例示するが、これに限定されるわけではない。

#### 【0043】

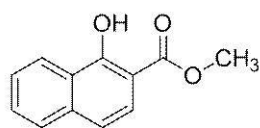
## 【化 3】



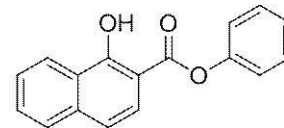
1-1



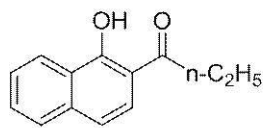
1-2



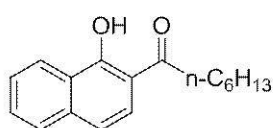
1-3



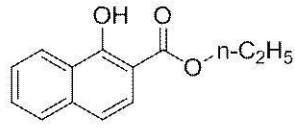
1-4



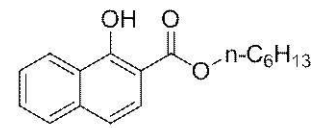
1-5



1-6

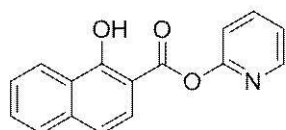


1-7

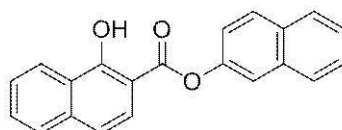


1-8

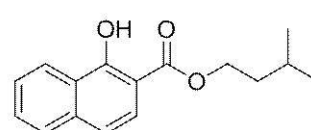
10



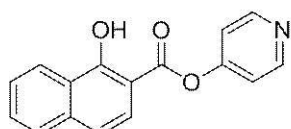
1-9



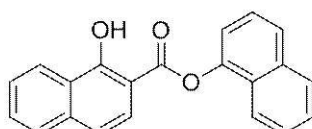
1-10



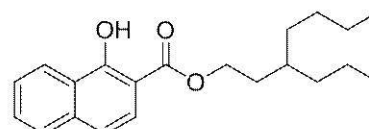
1-11



1-12



1-13

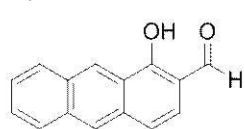


1-14

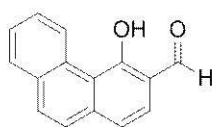
20

【 0 0 4 4 】

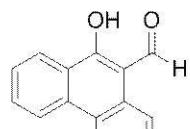
## 【化 4】



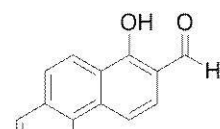
1-15



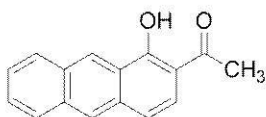
1-16



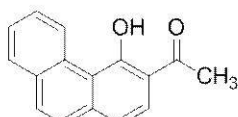
1-17



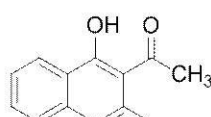
1-18



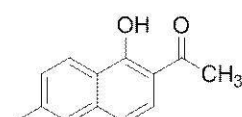
1-19



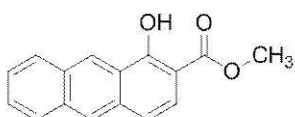
1-20



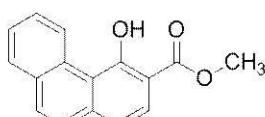
1-21



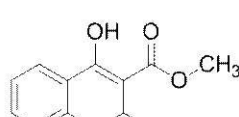
1-22



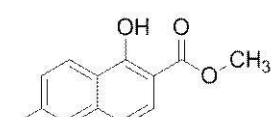
1-23



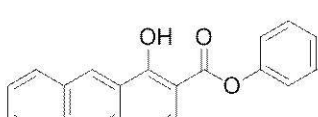
1-24



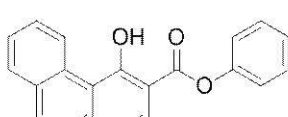
1-25



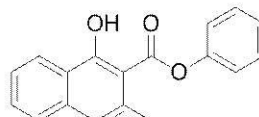
1-26



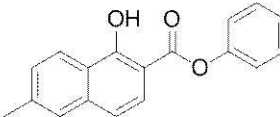
1-27



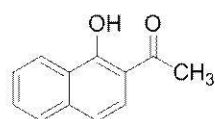
1-28



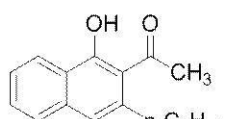
1-29



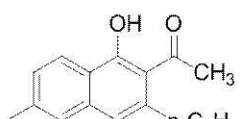
1-30



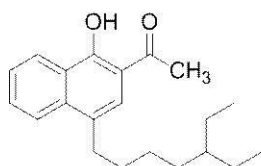
1-31



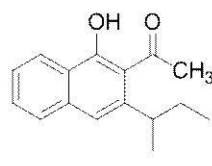
1-32



1-33



1-34



1-35

10

20

30

## 【0045】

(R<sup>20</sup>)

一般式(2)中、R<sup>20</sup>はアルキル基を表す。

一般式(2)中、R<sup>20</sup>で表されるアルキル基としては、R<sup>10</sup>で表されるアルキル基と同様のアルキル基が挙げられる。

40

## 【0046】

(X<sup>20</sup> ~ X<sup>25</sup>)

一般式(2)中、X<sup>20</sup>、X<sup>21</sup>、X<sup>22</sup>、X<sup>23</sup>、X<sup>24</sup>及びX<sup>25</sup>は、各々独立に、水素原子又はアルキル基を表す。

## 【0047】

一般式(2)中、X<sup>20</sup> ~ X<sup>25</sup>で表されるアルキル基としては、X<sup>10</sup> ~ X<sup>15</sup>で表されるアルキル基と同様のアルキル基が挙げられる。

## 【0048】

一般式(2)において、R<sup>20</sup>は炭素数1以上5以下の低級アルキル基を表し、X<sup>20</sup>

50



、 $X^{21}$ 、 $X^{22}$ 、 $X^{23}$ 、 $X^{24}$  及び  $X^{25}$  は水素原子を表すことが好ましい。

【0049】

一般式(2)中、 $X^{20}$  及び  $X^{21}$ 、 $X^{22}$  及び  $X^{23}$ 、 $X^{23}$  及び  $X^{24}$ 、並びに  $X^{24}$  及び  $X^{25}$  を、互いに連結して形成される環構造としては、ベンゼン環、及び炭素数10以上18以下の縮合環(例えば、ナフタレン環、アントラセン環、フェナントレン環、クリセン環(ベンゾ[ ]フェナントレン環)、テトラセン環、テトラフェン環(ベンゾ[ ]アントラセン環)、トリフェニレン環等)などが挙げられる。

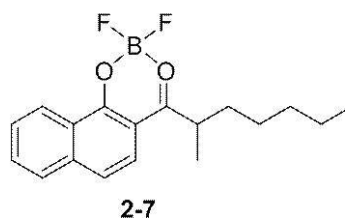
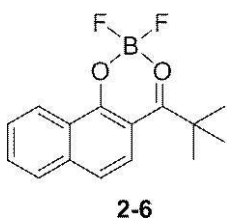
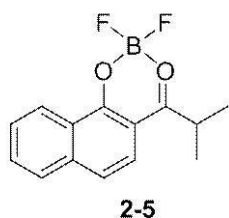
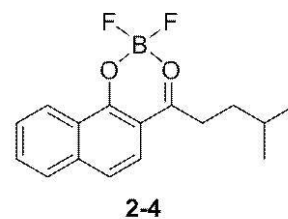
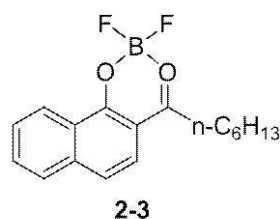
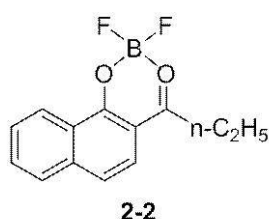
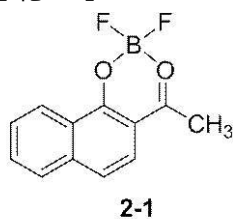
【0050】

以下に一般式(2)で表される有機発光材料の具体例を例示するが、これに限定されるわけではない。

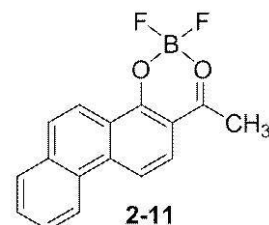
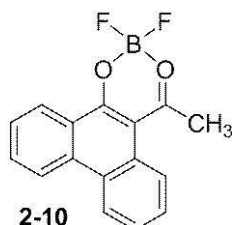
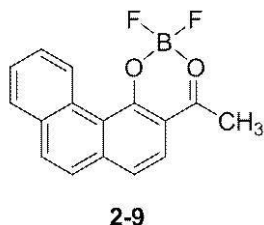
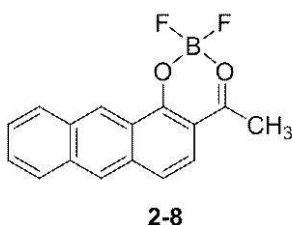
10

【0051】

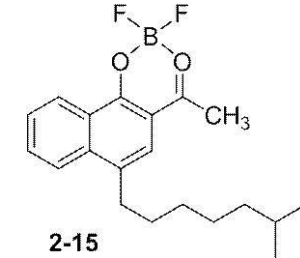
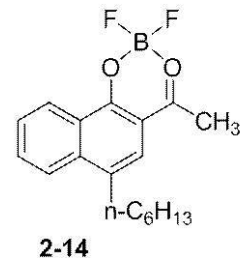
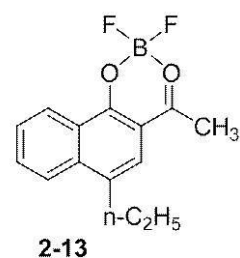
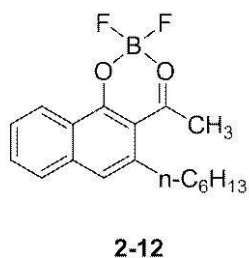
【化5】



20



30



40

【0052】

本実施形態に係る特定有機発光材料の発光の種類は、溶液状態及び固体状態ともに特に限定されず、蛍光、燐光、遅延蛍光のいずれであってもよい。発光の種類は、発光スペクトル及び発光寿命の測定により帰属できる。

【0053】

[特定有機発光材料の合成]

以下、特定有機発光材料の合成について説明する。

【0054】

一般式(1)で表される有機発光材料は、市販品を用いてもよいし、合成してもよい。

【0055】

50

一般式(1)で表される有機発光材料の市販品としては、例えば、東京化成工業株式会社製のH0935、H0839、H0797、；Alpha Aesar社製のA19532；関東化学株式会社製の19500-1A；シグマ-アルドリッチ社製の205664-25G、540188-5G；和光純薬工業株式会社製の323-29623、325-29622、325-53672、329-53675；等が挙げられる。

【0056】

一般式(1)で表される有機発光材料の合成方法は、特に限定されず、公知の方法を用いて合成してよい。例えば、特開2004-091361号公報の[0022]～[0026]、特開2010-083782号公報の[0024]～[0036]、特開2010-006741号公報の[0031]～[0039]等に記載の合成方法が挙げられる。

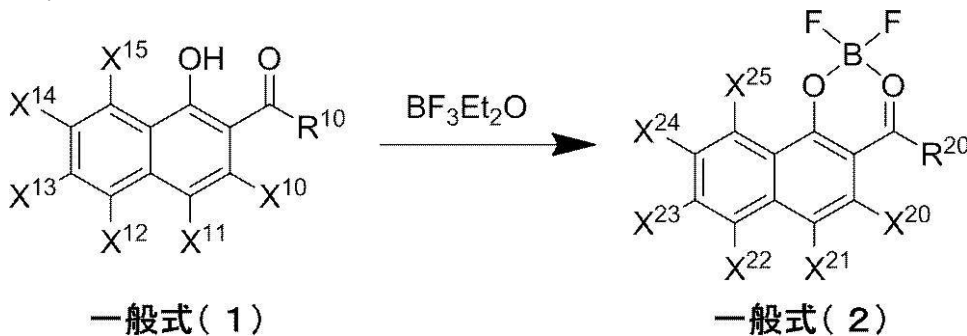
10

【0057】

一般式(2)で表される有機発光材料の合成方法は、特に限定されず、公知の方法を用いて合成してもよい。例えば、下記に示すように、対応する一般式(1)で表される有機発光材料と、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体とを反応させ、一般式(2)で表される有機発光材料を合成してもよい。

【0058】

【化6】



20

【0059】

一般式(2)で表される有機発光材料の合成反応において、溶剤は必ずしも使用する必要はないが、使用する際の好ましい溶剤としては、ベンゼン、トルエン、キシレン等の溶剤が挙げられる。

30

【0060】

ここで、例えば、 $X^{20} \sim X^{25}$ が、それぞれ独立に異なるアルキル基を有する有機発光材料を合成する場合、対応する一般式(1)で表される有機発光材料と、導入したいアルキル基のハロゲン化物(より好ましくはブロモ化物又は塩化物)とを、フリーデルクラフツ反応等により反応させることで、合成してもよい。

【0061】

反応における触媒としては、特に限定されず、例えば、塩化アルミニウム、塩化亜鉛等の通常のフリーデルクラフツ反応等のアルキル基導入反応に用いるものを使用してよい。

【0062】

40

[有機発光素子]

本実施形態に係る有機発光素子は、既述の特定有機発光材料を含む。具体的には、有機発光素子は、特定有機発光材料を含む発光層を有する素子である。

【0063】

本明細書における有機発光素子は、例えば、表示装置、照明装置の構成部材、電子写真方式の画像形成装置の露光光源、液晶表示装置のバックライト、白色光源にカラーフィルターを有する発光装置等の発光素子として好適に用いられる。

表示装置としては、例えば、有機発光素子を表示部に用い、有機発光素子とトランジスタのドレイン電極又はソース電極と接続させて発光輝度を制御することにより、有機ELテレビ、パーソナルコンピュータのディスプレイ等の画像表示装置が挙げられ、本実施形

50

態に係る有機発光素子を適用することができる。

#### 【0064】

本実施形態に係る蛍光発光材料は、青色蛍光発光の発光効率が良好である。このため、本実施形態に係る有機発光素子は、赤色、及び緑色の蛍光発光材料を含む有機発光素子と組み合わせて、例えば、画像表示装置に適用した場合に、白色の表示性が良好であり、コントラストに優れた画像が得られるため、その応用範囲は広い。

#### 【実施例】

#### 【0065】

以下、本実施形態に係る特定有機発光材料について、実施例に基づきさらに詳細に説明するが、本発明はこれにより限定されるものではない。なお、特に断りがない限り「部」は「質量部」を意味する。

#### 【0066】

- 特定有機発光材料の準備 -

(A) 一般式(1)で表される有機発光材料

一般式(1)で表される有機発光材料としては、例示化合物1-1(東京化成社製、H0839)、例示化合物1-2(東京化成社製、H0935)、及び例示化合物1-4(東京化成社製、H0797)を用いた。

#### 【0067】

(B) 一般式(2)で表される有機発光材料

・ 例示化合物2-1の合成

例示化合物1-2(428mg, 2.3mmol)と、三フッ化ホウ素ジエチルエーテル錯体(46%, 1.0ml, 0.37mmol)を15mlのベンゼンに溶かし、1時間還流した。沈殿を濾過し、トルエンで再結晶して480mgの例示化合物2-1を収率89%で得た。得られた例示化合物2-1の<sup>1</sup>H-NMRスペクトルを、図1に示す。

#### 【0068】

<sup>1</sup>H-NMR(400MHz, CDCl<sub>3</sub>)  $\delta$  = 8.63(d, 1H, J = 8.3), 8.71(ddd, 1H, J = 8.1, 6.7, 1.2), 7.76(ddd, 1H, J = 7.1, 1.2), 7.62(ddd, 1H, J = 8.4, 6.7, 1.2), 7.49(d, J = 9.1), 7.31(d, 1H, J = 9.1), 2.87(s, 3H)。HRMS(FAB-TOF) m/z calcd. for C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>BF<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: 234.0664 [MH<sup>+</sup>], found: 234.0666。

#### 【0069】

[ 実施例1～実施例4 ]

上述で準備した各特定有機発光材料について、以下の様に実施例1～4とした。

実施例1: 例示化合物1-1

実施例2: 例示化合物1-2

実施例3: 例示化合物1-4

実施例4: 例示化合物2-1

#### 【0070】

- 特定有機発光材料の固体状態における光学特性の評価 -

(紫外可視吸収スペクトルの測定)

紫外可視分光光度計(Ubest-50、日本分光(株)JACSCO社製)を用いて紫外可視吸収スペクトルを測定した。各実施例における紫外可視吸収スペクトルを、「ABS」と標記して図2に示す。

温度: 室温(25℃)

溶媒: クロロホルム

濃度:  $1.0 \times 10^{-5}$  mmol/L

セル: 1cm角セル

#### 【0071】

(発光スペクトルの測定)

分光蛍光光度計（F - 4 0 1 0、（株）日立ハイテクノロジーズ社製）を用いて、溶液中の発光スペクトルおよび絶対PL光量子収率測定装置（C 9 9 2 0 - 0 2、浜松フォトリクス（株）製）を用いて固体状態の発光スペクトルを測定した。測定条件は以下の通りとした。各実施例の溶液状態における最大発光波長を  $\lambda_{PLsolution}$ 、固体状態における最大発光波長を  $\lambda_{PLsolid}$ 、と称し表 1 に示す。また、各実施例の溶液状態における発光スペクトルを「PL」と標記して図 2 に、固体状態における発光スペクトルを図 3 に示す。

温度：室温（25℃）

溶媒：クロロホルム

濃度： $1.0 \times 10^{-5}$  mmol / L

セル：1 cm 角セル

10

#### 【0072】

（発光量子収率）

絶対PL光量子収率測定装置（C 9 9 2 0 - 0 2、浜松フォトリクス（株）製）を用いて、溶液状態及び固体状態における各化合物の発光量子収率を測定した。各実施例の溶液状態における発光量子収率を  $\Phi_{solution}$ 、固体状態における発光量子収率を  $\Phi_{solid}$ 、と称し表 1 に示す。

なお、発光量子収率とは、物質が吸収した光子のうち、発光として放出される光子の割合を表す。発光量子収率の値が高いほど、発光の効率がよく、かつ、発光の強度が強いことを表す。

20

温度：室温（25℃）

溶媒：クロロホルム

濃度： $1.0 \times 10^{-5}$  mmol / L

セル：1 cm 角セル

#### 【0073】

（発光寿命）

小型発光寿命測定装置（C 1 1 3 6 7 - 0 1、浜松フォトリクス（株）製）を用いて、各実施例の特定有機発光材料について、単一光子計測法により、各実施例の溶液状態における発光寿命（ $\tau$ ）を測定した。その結果を表 1 に示す。

温度：室温（25℃）

溶媒：クロロホルム

濃度： $1.0 \times 10^{-5}$  mmol / L

セル：1 cm 角セル

30

#### 【0074】

【表 1】

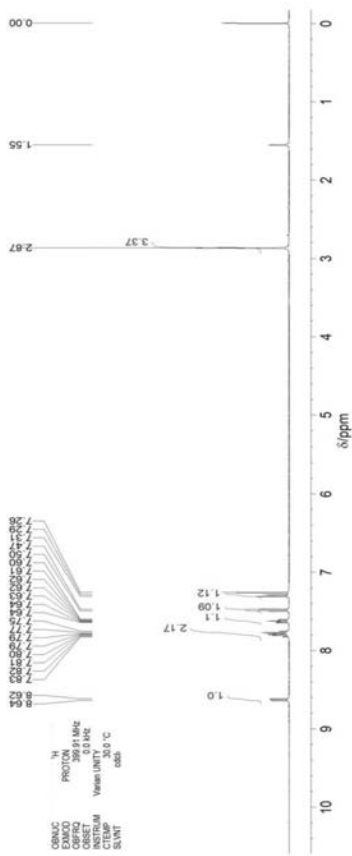
区分	特定有機発光材料	溶液状態			固体状態	
		最大発光波長 $\lambda_{PLsolution}$ [nm]	発光量子収率 $\Phi_{solution}$ [%]	発光寿命 $\tau$ [ns]	最大発光波長 $\lambda_{PLsolid}$ [nm]	発光量子収率 $\Phi_{solid}$ [%]
実施例1	1-1	462	0.05	1.10	481	0.12
実施例2	1-2	460	0.01	0.23	486	0.31
実施例3	1-4	404	0.15	1.50	415	0.17
実施例4	2-1	472	0.65	16.10	576	0.18

40

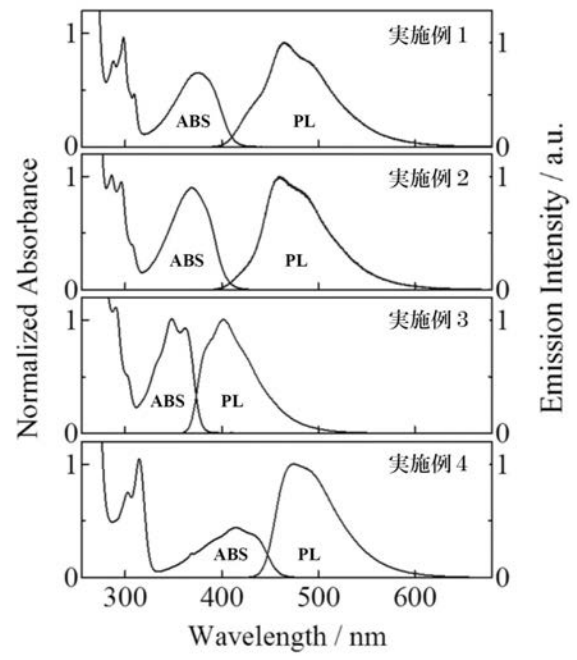
#### 【0075】

表 1 及び図 2 ～ 3 に示す結果から、実施例 1 ～ 4 の特定有機発光材料は、溶液状態及び固体状態の両方において発光を示すことがわかった。

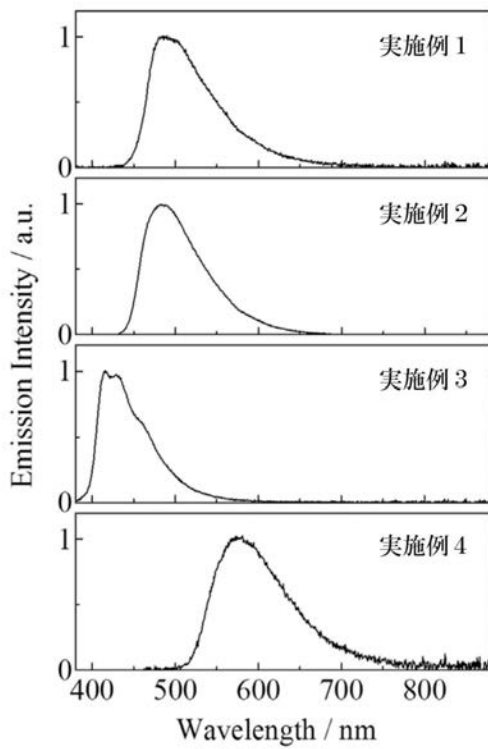
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.				F I				テーマコード(参考)
C 0 7 F	5/04	(2006.01)		C 0 7 F	5/04		C	

F ターム(参考) 4H048 AA01 AA03 AB91 AB92 VA11 VA22 VA77

【要約の続き】

【選択図】なし

专利名称(译)	有机发光材料和有机发光元件		
公开(公告)号	<a href="#">JP2019182972A</a>	公开(公告)日	2019-10-24
申请号	JP2018074246	申请日	2018-04-06
[标]申请(专利权)人(译)	国立大学法人群马大学		
申请(专利权)人(译)	国立大学法人群马大学		
[标]发明人	山路 稔		
发明人	山路 稔		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50 C07C47/57 C07C49/83 C07C69/94 C07F5/04		
FI分类号	C09K11/06.660 H05B33/14.B C07C47/57 C07C49/83.Z C07C69/94 C07F5/04.C		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/BB02 3K107/BB03 3K107/BB04 3K107/CC04 3K107/DD59 3K107/DD66 4H006/AA01 4H006/AA03 4H006/AB91 4H006/AB92 4H048/AA01 4H048/AA03 4H048/AB91 4H048/AB92 4H048/VA11 4H048/VA22 4H048/VA77		
代理人(译)	中岛敦 福田浩		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		

摘要(译)

解决的问题：提供一种以固态发光的有机发光材料。通式（1）或通式（2）表示的有机发光材料。（R10是H，烷基或烷氧基；X10，X11，X12，X13，X14和X15各自独立地为H或烷基；X10和X11，X12和X13，X13和X14，X14和X15可以相互独立地连接成环；R20是烷基；X20，X21，X22，X23，X24X25分别独立为H或烷基；X20和X21，X22X23，X23和X24，X24和X25可以彼此独立地链接成一个环）[选择图]无

(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2019-182972 (P2019-182972A)
		(43) 公開日 令和1年10月24日(2019.10.24)
(51) Int. Cl.	F I	テーマコード（参考）
<b>C09K</b> 11/06 (2006.01)	C09K 11/06 660	3K107
<b>H01L</b> 51/50 (2006.01)	H05B 33/14 B	4H006
<b>C07C</b> 47/57 (2006.01)	C07C 47/57	4H048
<b>C07C</b> 49/83 (2006.01)	C07C 49/83 Z	
<b>C07C</b> 69/94 (2006.01)	C07C 69/94	
審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 14 頁) 最終頁に続く		
(21) 出願番号 (22) 出願日	特願2018-74246 (P2018-74246) 平成30年4月6日(2018.4.6)	(71) 出願人 504145364 国立大学法人群馬大学 群馬県前橋市荒牧町四丁目2番地 100079049 (74) 代理人 弁理士 中島 淳 100084995 (74) 代理人 弁理士 加藤 和詳 100099025 (74) 代理人 弁理士 福田 浩志 (72) 発明者 山路 稔 群馬県前橋市荒牧町四丁目2番地 国立大学法人群馬大学内 Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 BB02 BB03 BB04 CC04 DD59 DD66 4H006 AA01 AA03 AB91 AB92 最終頁に続く
(54) 【発明の名称】 有機発光材料及び有機発光素子		