

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公開特許公報(A) (11)特許出願公開番号

特開2001 - 181240

(P2001 - 181240A)

(43)公開日 平成13年7月3日(2001.7.3)

(51)Int.Cl ⁷	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C209/10			C 0 7 C209/10	
		211/54		211/54
H 0 5 B 33/14			H 0 5 B 33/14	B
		33/22		33/22 D

審査請求 有 請求項の数 20 L (全 14数)

(21)出願番号 特願2000 - 332663(P2000 - 332663)
 (62)分割の表示 特願平5 - 293801の分割
 (22)出願日 平成5年11月1日(1993.11.1)

(71)出願人 000005315
 保土谷化学工業株式会社
 神奈川県川崎市幸区堀川町66番地2
 (72)発明者 富山 裕光
 茨城県つくば市御幸ヶ丘45番地 保土谷化学工業株式会社筑波研究所内
 (72)発明者 押野 雅彦
 茨城県つくば市御幸ヶ丘45番地 保土谷化学工業株式会社筑波研究所内
 (74)代理人 100089406
 弁理士 田中 宏 (外2名)

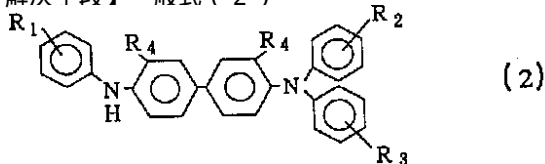
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ベンジジン化合物の製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【課題】有機電界発光素子などに用いられる電荷輸送材料として有用な、新規ベンジジン化合物の製造方法の提供。

【解決手段】一般式(2)

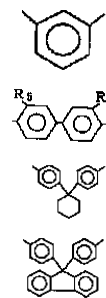


(R₁、R₂、R₃は同一でも異なっても良く、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、R₄は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、または塩素原子。)で表されるトリフェニルベンジジン化合物と、

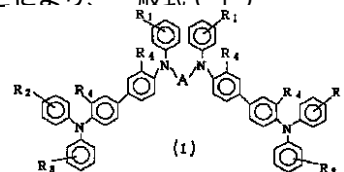
一般式(3)



{式中、Xはハロゲン原子、Aは下記式



(R₅は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、塩素原子。)但し、R₅が塩素原子のときXは塩素原子ではない。}で表されるジハロゲン化合物とを反応させることにより、一般式(1)



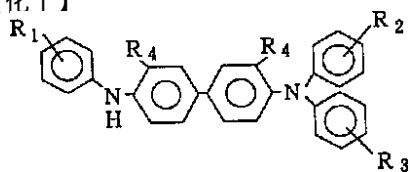
(式中、R₁ ~ R₄及びAは上で定義した通りである。)で表されるベンジジン化合物を製造する方法。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式(2)

【化1】



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 は同一でも異なっても良く、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基を表し、 R_4 は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、または塩素原子を表す。) で表されるトリフェニルベンジジン化合物と、下記一般式(3)

【化2】



{ (式中、Xはハロゲン原子を表し)、Aは下記式

【化3】

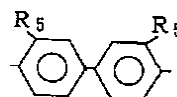


【化4】

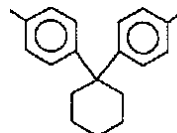


(2)

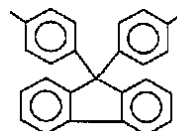
*【化5】



【化6】



【化7】

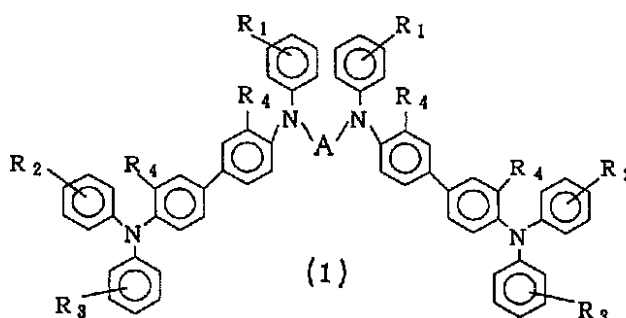


で表され、(R_5 は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、塩素原子を表す。)但し、 R_5 が塩素原子のときXは塩素原子ではない。} で表されるジハロゲン化合物とを反応させることを特徴とする下記一般式

(1)

20 【化8】

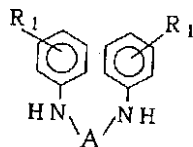
*



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及びAは上で定義した通りである。) で表されるベンジジン化合物の製造方法。

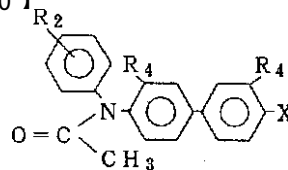
【請求項2】 下記一般式(4)

【化9】



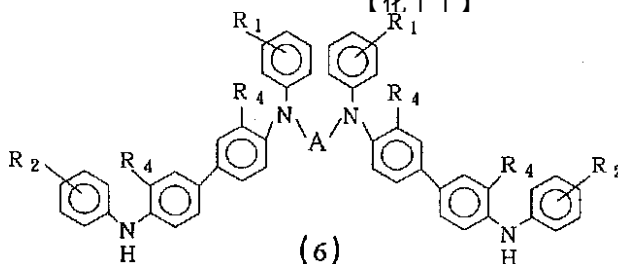
(式中、 R_1 及びAは請求項1で定義した通りである。) で表されるジアリールジアミノ化合物と、下記一般式(5)

【化10】



(式中、 R_2 、 R_4 及びXは請求項1で定義した通りである。) で表されるハロゲン化ビフェニルアセトアニリド化合物とを縮合させ、加水分解することにより、下記一般式(6)

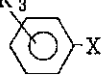
【化11】



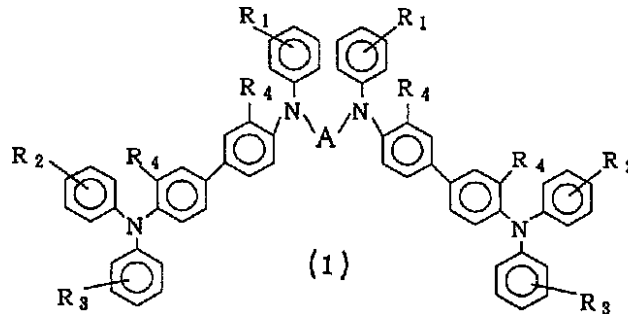
3

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_4 及びAは請求項1で定義した通りである。)で表されるテトラアミン化合物を得た後に、このテトラアミン化合物に、下記一般式(7)

【化12】



(7)



(1)

(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 、 R_4 及びAは請求項1で定義した通りである。)で表されるベンジジン化合物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、有機電界発光素子などに用いられる電荷輸送材料として有用な新規ベンジジン化合物の製造方法に関する。

【0002】

【従来技術】有機化合物を構成要素とする電界発光素子は、従来より検討されていたが、十分な発光特性が得られていなかった。しかし、近年数種の有機材料を積層した構造とすることにより、その特性が著しく向上し、以来、有機物を用いた電界発光素子に関する検討が活発に行われている。この積層構造とした電界発光素子はコダック社のC.W.Tangらにより最初に報告されたが〔Appl.Phys.Lett.51(1987)913〕、この中では10V以下の電圧で1000cd/m²以上の発光が得られており、従来より実用化されている無機電界発光素子が200V以上の高電圧を必要とするのに比べ、格段に高い特性を有することが示された。

【0003】これら積層構造の電界発光素子は、有機蛍光体と電荷輸送性の有機物(電荷輸送材)及び電極を積層した構造となっており、それぞれの電極より注入された電荷(正孔及び電子)が電荷輸送材中を移動して、それらが再結合することによって発光する。有機蛍光体としては、8-キノリノールアルミニウム錯体やクマリンなど蛍光を発する有機色素などが用いられている。また、電荷輸送材としては電子写真感光体用有機材料として良く知られた種々の化合物を用いて検討されており、例えばN,N-ジ(m-トリル)-N,N-ジフェニルベンジジンや1,1-ビス〔N,N-ジ(p-トリル)アミノフェニル〕シクロヘキサンといったジアミン化合物や4-(N,N-ジフェニル)アミノベンズアル

4

(式中、 R_3 及びXは請求項1で定義した通りである。)で表されるハロゲン化アリールを縮合させることを特徴とする下記一般式(1)

【化13】

デヒド-N,N-ジフェニルヒドラゾンなどのヒドラゾン化合物が挙げられる。更に、銅フタロシアニンのようなポルフィリン化合物も用いられている。

20 【0004】ところで、有機電界発光素子は、高い発光特性を有しているが、発光時の安定性や保存安定性の点で充分ではなく、実用化には至っていない。素子の発光時の安定性、保存安定性における問題点の一つとして、電荷輸送材の安定性が指摘されている。電界発光素子の有機物で形成されている層は百~数百ナノメートルと非常に薄く、単位厚さあたりに加えられる電圧は非常に高い。また、発光や通電による発熱もあり、従って電荷輸送材には電気的、熱的あるいは化学的な安定性が要求される。更に、一般的に素子中の電荷輸送層は、非晶質の状態にあるが、発光または保存による経時により、結晶化を起こし、これによって発光が阻害されたり、素子破壊を起こすといった現象が見られている。この点、電荷輸送材には非晶質すなわちガラス状態を容易に形成し、かつ安定に保持する性能が要求される。

【0005】このような電荷輸送材に起因する発光素子の安定性に関し、例えば、ジアミン化合物やポルフィリン化合物においては、電気的、熱的に安定なものが多く、高い発光特性が得られているが、結晶化による素子の劣化は解決されていない。また、ヒドラゾン化合物は、電気的、熱的安定性において充分ではないため、好ましい材料ではない。

【0006】

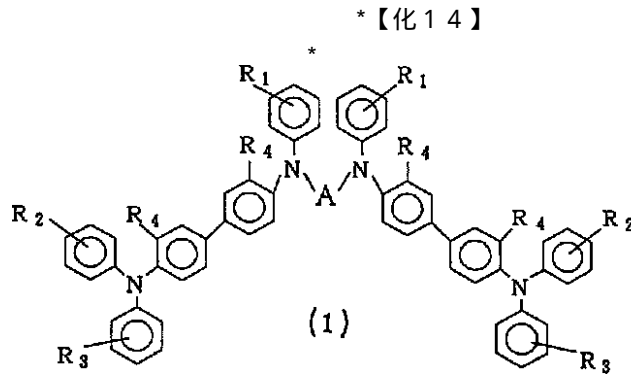
【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、発光特性のみならず、発光時の安定性、保存安定性に優れた有機電界発光素子を実現し得る電荷輸送材として有用で、かつ新規なベンジジン化合物の製造方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、下記一般式(1)で表されるベンジジン化合物の製造方法が提

供される。

【0008】



(式中、 R_1 、 R_2 、 R_3 は同一でも異なっていても良く、水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基を表し、 R_4 は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、または塩素原子を表す。また、Aは下記式

【0009】

【化15】



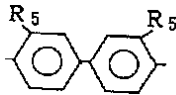
【0010】

【化16】



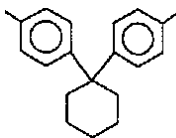
【0011】

【化17】



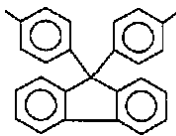
【0012】

【化18】



【0013】

【化19】



で表され、 R_5 は水素原子、低級アルキル基、低級アルコキシ基、塩素原子を表す。)

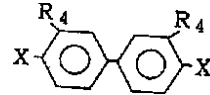
【0014】本発明の製造方法で得られる一般式(1)で表されるベンジジン化合物は新規化合物であり、これらは、相当するトリフェニルベンジジン化合物とジハロゲン化物との縮合反応、あるいは、相当するジアミノ化合物のN,N-ジアセチル体と相当する4-ハロゲン化ビフェニルアセトアニリド化合物との縮合反応による生成物を加水分解した後、相当するハロゲン化アリールと縮合反応することにより合成することができる。

*【化14】

これら縮合反応はウルマン反応として知られる方法である。

【0015】例えば、下記式

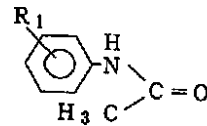
【化20】



(式中、 R_4 は上で定義した通りであり、Xは塩素原子、臭素原子または沃素原子を表す。但し、 R_4 が塩素原子の時Xは塩素原子ではない。)で表される4,4-ジハロゲン化ビフェニル化合物を下記式

【0016】

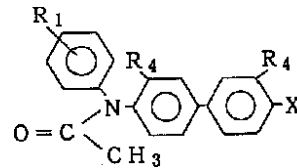
【化21】



(式中、 R_1 は上で定義した通りである。)で表されるアニリド化合物と等量で縮合させ、下記式

【0017】

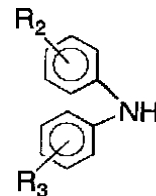
【化22】



(式中、 R_1 、 R_4 、Xは上で定義した通りである。但し、 R_4 が塩素原子のときXは塩素原子ではない。)で表される4-ハロゲン化ビフェニルアセトアニリド化合物が得られる。この4-ハロゲン化ビフェニルアセトアニリド化合物は、更に下記式

【0018】

【化23】



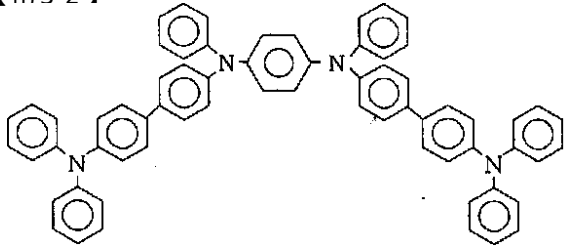
(式中、 R_2 、 R_3 は上で定義した通りである。)で表さ

に保持すると共に、熱的、化学的にも安定であり、有機電界発光素子における電荷輸送材料として極めて有用である。また、基本的に高い電荷輸送能を有しており、電子写真感光体をはじめとする電荷輸送性を利用する素子、システムに有効な材料であることはいうまでもない。

【0029】本発明の製造方法により得られる具体的な化合物を以下に示す。

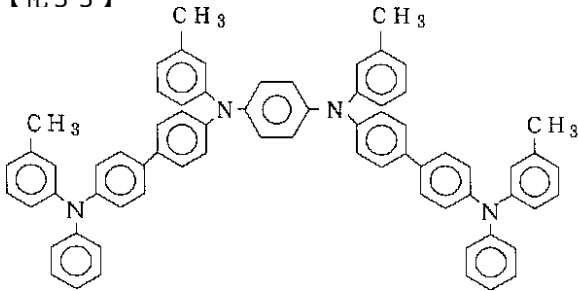
【0030】

【化32】



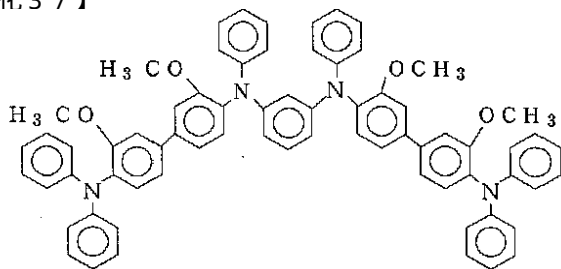
【0031】

【化33】



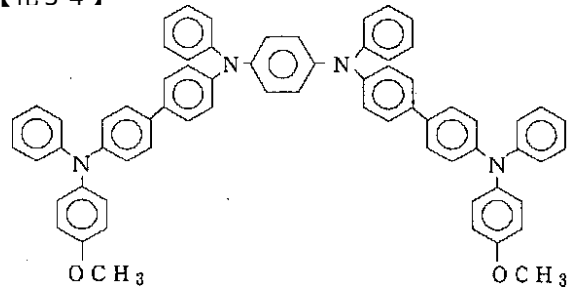
【0035】

【化37】



*【0032】

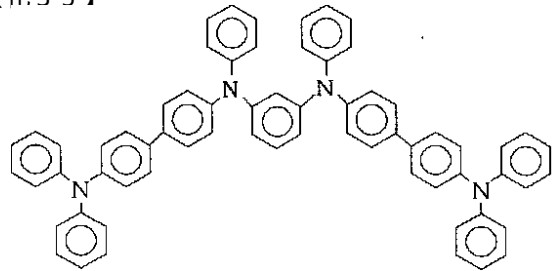
【化34】



10

【0033】

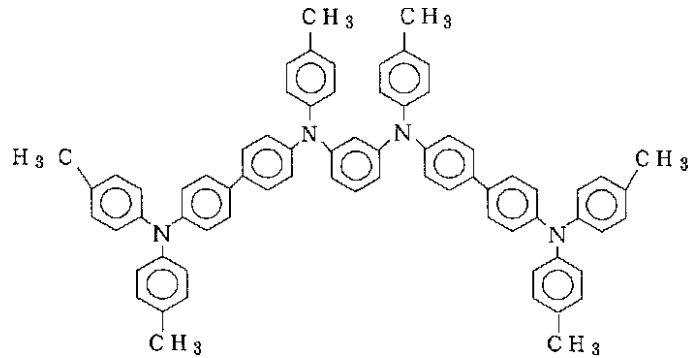
【化35】



20

【0034】

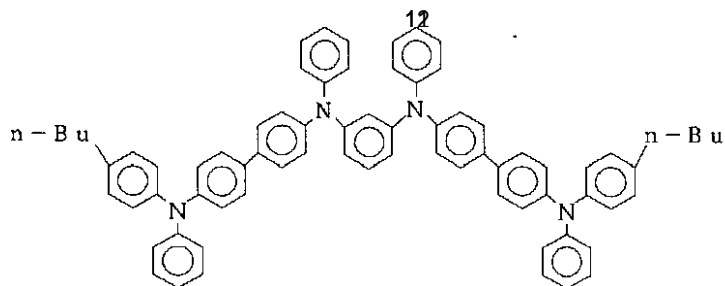
【化36】



【0036】

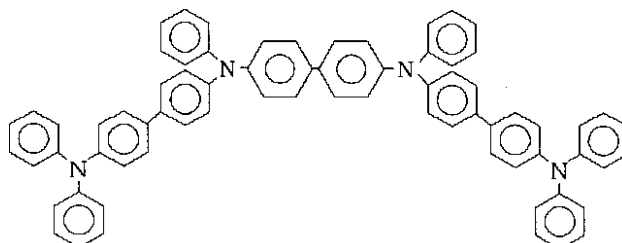
【化38】

(7)



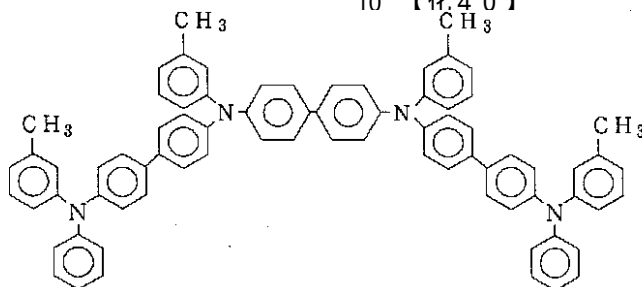
【0037】

* * 【化39】



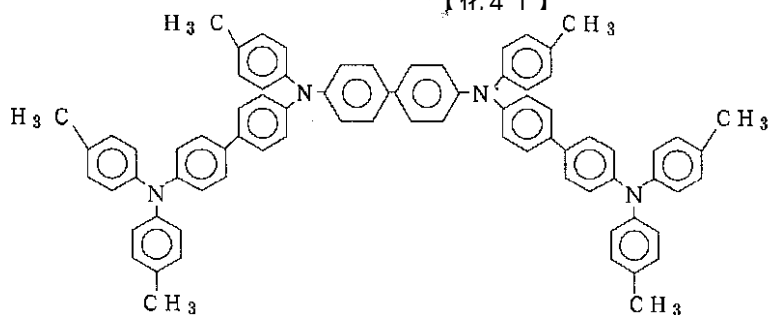
【0038】

10 【化40】



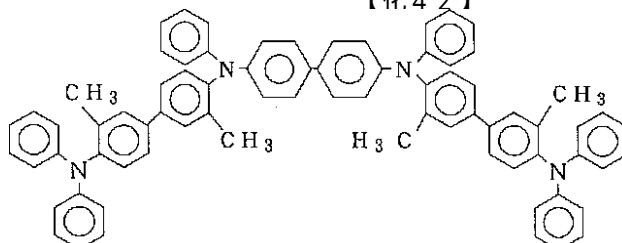
【0039】

* * 【化41】



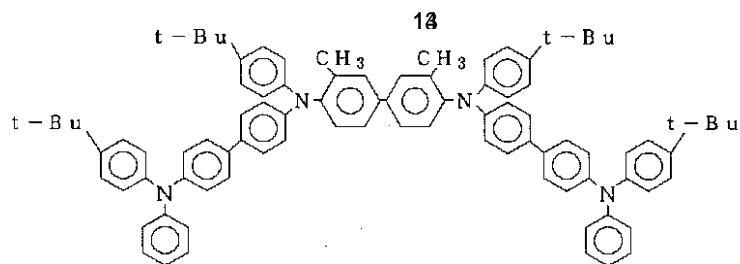
【0040】

【化42】



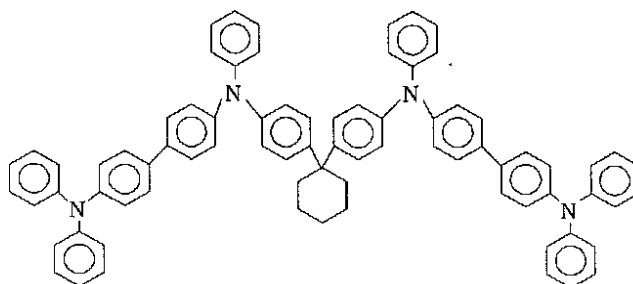
【0041】

【化43】



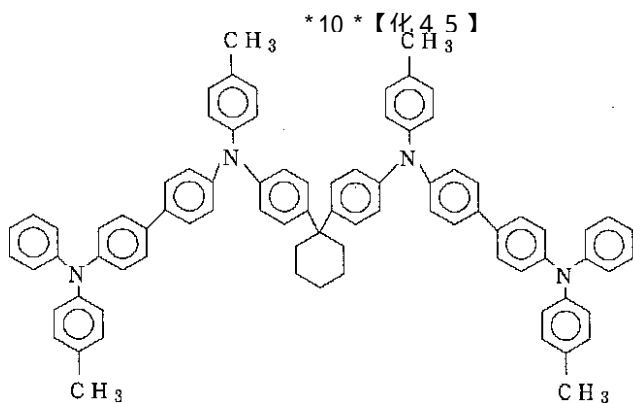
【0042】

* * 【化44】



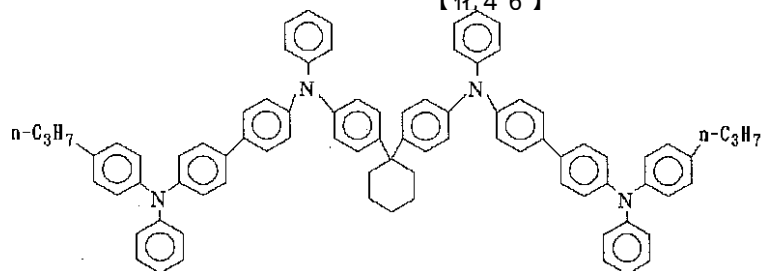
【0043】

* 10 * 【化45】



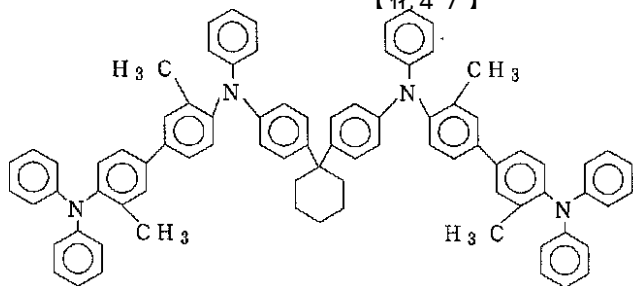
【0044】

* * 【化46】



【0045】

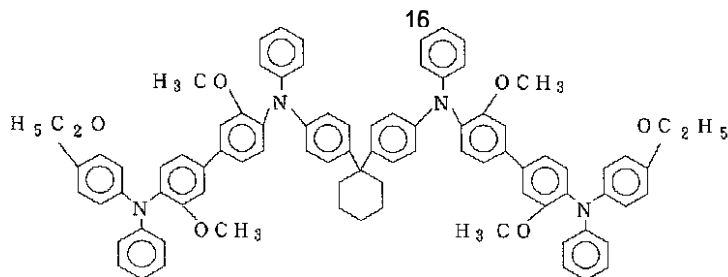
【化47】



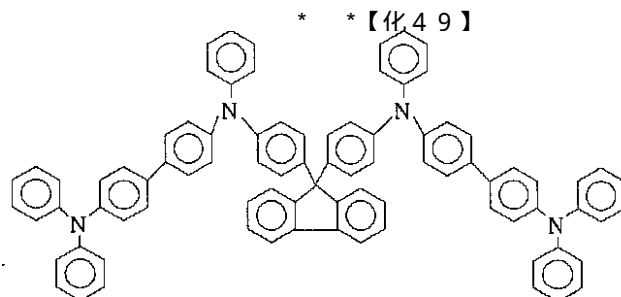
【0046】

【化48】

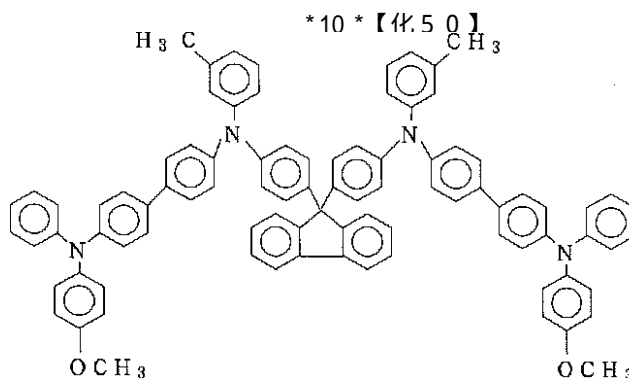
(9)



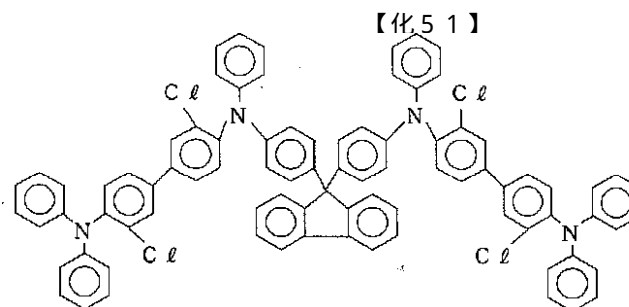
【0047】



【0048】



【0049】



【0050】

【実施例】以下、本発明を実施例により詳細に説明する。

【0051】実施例1

アセトアニリド20.3g(0.15モル)と4,4-ジヨードビフェニル73.1g(0.18モル)、無水炭酸カリウム22.1g(0.16モル)、銅粉2.16g(0.034モル)、ニトロベンゼン35mlを混合し、190~205℃で10時間反応させた。反応生成物をトルエン200mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮乾固した。これをカラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/酢酸エチル=6/1)、N-(4-ヨード-4-ビフェニル)アセトアニリド40.2g(収率64.8%)を得

30 た。融点は、135.0~136.0℃であった。

【0052】続いてN-(4-ヨード-4-ビフェニル)アセトアニリド13.2g(0.032モル)、ジフェニルアミン6.60g(0.039モル)、無水炭酸カリウム5.53g(0.040モル)及び銅粉0.45g(0.007モル)、ニトロベンゼン10mlを混合し、200~212℃で15時間反応させた。反応生成物をトルエン100mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮してオイル状物とした。オイル状物はイソアミルアルコール60mlに溶解し、水1ml、85%水酸化カリウム2.64g(0.040モル)を加え、130℃で加水分解した。水蒸気蒸留でイソアミルアルコールを留去後、トルエン250mlで抽出し、水洗、乾燥して濃縮した。濃縮物はカラムクロマトで精製

して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=1/2)、N,N,N-トリフェニルベンジジン10.5g(収率72.2%)を得た。融点は167.5~168.5であった。

【0053】更に、N,N,N-トリフェニルベンジジン8.66g(0.021モル)、4,4-ジヨードピフェニル4.06g(0.01モル)、無水炭酸カリウム2.90g(0.021モル)、銅粉0.32g(0.005モル)、ニトロベンゼン10mlを混合し、195~210で20時間反応させた。反応生成物をトルエン140mlで抽出し、不溶分をろ別、濃縮後、n-ヘキサン120mlを加えて粗結晶を取り出した。粗結晶は、カラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=1/2)、N,N-ビス(4-ジフェニルアミノ-4-ピフェニル)-N,N-ジフェニルベンジジン4.73g(収率;48.5%)を得た。融点は242.5~243.5であった。図1には赤外線吸収スペクトル(測定機器;日本分光工業(株)製IR-700、測定法;KBr錠剤法)を示す。

【0054】実施例2

アセトアニリド16.2g(0.12モル)と3,3-ジメチル-4,4-ジヨードピフェニル56.4g(0.13モル)、無水炭酸カリウム18.0g(0.13モル)、銅粉1.71g(0.027モル)、ニトロベンゼン30mlを混合し、192~203で13時間反応させた。反応生成物をトルエン160mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮乾固した。これをカラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/酢酸エチル=7/1)、N-(3,3-ジメチル-4-ヨード-4-ピフェニル)アセトアニリド36.7g(収率69.3%)を得た。

【0055】続いてN-(3,3-ジメチル-4-ヨード-4-ピフェニル)アセトアニリド13.2g(0.030モル)、ジフェニルアミン6.09g(0.036モル)、無水炭酸カリウム5.11g(0.037モル)及び銅粉0.44g(0.007モル)、ニトロベンゼン10mlを混合し、198~211で13時間反応させた。反応生成物をトルエン100mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮してオイル状物とした。オイル状物はイソアミルアルコール50mlに溶解し、水1ml、85%水酸化カリウム2.38g(0.036モル)を加え、130で加水分解した。水蒸気蒸留でイソアミルアルコールを留去後、トルエン200mlで抽出し、水洗、乾燥して濃縮した。濃縮物はカラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=1/3)、3,3-ジメチル-N,N,N-トリフェニルベンジジン9.27g(収率70.1%)を得た。融点は104.0~105.0であった。

【0056】更に、3,3-ジメチル-N,N,N-トリフェニルベンジジン8.37g(0.019モル)、4,4-ジヨードピフェニル3.65g(0.009モル)、無水炭酸カリウム2.63g(0.019モル)、銅粉0.25g(0.004モル)、ニトロベンゼン7mlを混合し、197~212で36時間反応させた。反応生成物をトルエン130mlで抽出し、不溶分をろ別、濃縮後、n-ヘキサン110mlを加えて、粗結晶を取り出した。粗結晶は、カラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=1/2)、N,N-ビス(3,3-ジメチル-4-ジフェニルアミノ-4-ピフェニル)-N,N-ジフェニルベンジジン4.84g(収率;52.1%)を得た。明瞭な融点は見られなかった。図2には赤外線吸収スペクトル(測定機器;日本分光工業(株)製IR-700、測定法;KBr錠剤法)を示す。

【0057】実施例3

1,1-ビス(4-アミノフェニル)シクロヘキサン16.0g(0.06モル)を氷酢酸50mlに溶解し、40で無水酢酸13.3g(0.13モル)を滴下した。滴下後60で2時間反応し、反応液を氷水300ml中へ注加して、析出した結晶をろ過、水洗、乾燥した。この結晶を酢酸エチル40mlとメタノール150mlの混合溶媒で再結晶し、1,1-ビス(4-アセトアミドフェニル)シクロヘキサン13.5g(収率;64.3%)を得た。融点は270.0~271.0であった。

【0058】得られた1,1-ビス(4-アセトアミドフェニル)シクロヘキサン10.5g(0.03モル)、プロモベンゼン10.4g(0.066モル)、無水炭酸カリウム8.71g(0.063モル)、銅粉0.95g(0.015モル)を混合し、170~200で16時間反応させた。反応生成物をトルエン150mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮してオイル状物とした。オイル状物はイソアミルアルコール50mlに溶解し、水1ml、85%水酸化カリウム4.16g(0.063モル)を加え、130で加水分解した。水蒸気蒸留でイソアミルアルコールを留去後、トルエン200mlで抽出し、水洗、乾燥して濃縮した。濃縮物はカラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=3/2)、1,1-ビス(4-アニリノフェニル)シクロヘキサン9.31g(収率74.1%)を得た。

【0059】続いて、実施例1と同様にして、アセトアニリドと4,4-ジヨードピフェニルとの縮合反応により得られたN-(4-ヨード-4-ピフェニル)アセトアニリド18.4g(0.042モル)と前記1,1-ビス(4-アニリノフェニル)シクロヘキサン8.37g(0.02モル)及び無水炭酸カリウム5.

80g(0.042モル)、銅粉0.57g(0.009モル)、ニトロベンゼン20mlを混合し、198~215 で21時間反応させた。反応生成物をトルエン150mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮してオイル状物とした。オイル状物はイソアミルアルコール80mlに溶解し、水1ml、85%水酸化カリウム2.77g(0.042モル)を加え、130 で加水分解した。水蒸気蒸留でイソアミルアルコールを留去後、トルエン180mlで抽出し、水洗、乾燥して濃縮した。濃縮物はカラムクロマトにより精製して(担体;シリカ 10 ゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=1/1)、1,1-ビス[p-[N-(4-アニリノ-4-ピフェニル)アニリノ]フェニル]シクロヘキサン10.4g(収率57.3%)を得た。

【0060】更に、1,1-ビス[p-[N-(4-アニリノ-4-ピフェニル)アニリノ]フェニル]シクロヘキサン9.05g(0.01モル)、ヨードベンゼン4.49g(0.022モル)、無水炭酸カリウム2.90g(0.021モル)、銅粉0.32g(0.005モル)、ニトロベンゼン15mlを混合し、19 20 8~213 で19時間反応させた。反応生成物をトルエン150mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮した。濃縮物にn-ヘキサン110mlを加えて、粗結晶を取り出した。粗結晶は、カラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=2/3)、1,1-ビス[p-[N-(4-ジフェニルアミノ-4-ピフェニル)アニリノ]フェニル]シクロヘキサン5.17g(収率;48.9%)を得た。明瞭な融点は見られなかった。図3には赤外線吸収スペクトル(測定機器;日本分光工業(株)製IR- 30 700、測定法;KBr錠剤法)を示す。

【0061】実施例4

実施例3と同様にして得た、1,1-ビス(4-アニリノフェニル)シクロヘキサン10.5g(0.025モル)と実施例2と同様にして得た、N-(3,3-ジメチル-4-ヨード-4-ピフェニル)アセトアニリド22.9g(0.052モル)、及び無水炭酸カリ

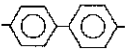
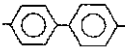
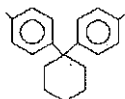
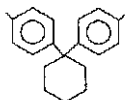
ウム7.19g(0.052モル)、銅粉0.76g(0.012モル)、ニトロベンゼン20mlを混合し、200~208 で18時間反応させた。反応生成物をトルエン180mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮してオイル状物とした。オイル状物はイソアミルアルコール80mlに溶解し、水1ml、85%水酸化カリウム2.77g(0.042モル)を加え、130 で加水分解した。水蒸気蒸留でイソアミルアルコールを留去後、トルエン180mlで抽出し、水洗、乾燥して濃縮した。濃縮物はカラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=1/1)、1,1-ビス[p-[N-(4-アニリノ-3,3-ジメチル-4-ピフェニル)アニリノ]フェニル]シクロヘキサン13.3g(収率55.1%)を得た。

【0062】この1,1-ビス[p-[N-(4-アニリノ-3,3-ジメチル-4-ピフェニル)アニリノ]フェニル]シクロヘキサン11.5g(0.012モル)を、ヨードベンゼン5.30g(0.026モル)、無水炭酸カリウム3.46g(0.025モル)、銅粉0.38g(0.006モル)、ニトロベンゼン15mlと混合し、198~213 で19時間反応させた。反応生成物をトルエン150mlで抽出し、不溶分をろ別除去後、濃縮した。濃縮物にn-ヘキサン120mlを加えて、粗結晶を取り出した。粗結晶は、カラムクロマトにより精製して(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/n-ヘキサン=1/3)、1,1-ビス[p-[N-(4-ジフェニルアミノ-3,3-ジメチル-4-ピフェニル)アニリノ]フェニル]シクロヘキサン5.57g(収率;41.7%)を得た。明瞭な融点は見られなかった。表1に実施例1から4で得られた化合物の元素分析結果を示す。また、図4には赤外線吸収スペクトル(測定機器;日本分光工業(株)製IR-700、測定法;KBr錠剤法)を示す。

【0063】

【表1】

一般式(1)において、

実施例	化合物					元素分析		
	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	A	上段; 測定値/下段; 計算値		
						C (%)	H (%)	N (%)
1	H	H	H	H		88.75 88.67	5.70 5.58	5.68 5.75
2	H	H	H	CH ₃		88.50 88.51	6.18 6.06	5.41 5.43
3	H	H	H	H		88.69 88.60	6.16 6.10	5.21 5.30
4	H	H	H	CH ₃		88.37 88.45	6.55 6.52	5.19 5.03

【0064】更に、本発明の製造方法によって得られた化合物が有用であることを、具体的な応用例によって説明する。

【0065】応用例1

十分に洗浄したITO電極に、前記実施例1で得られた化合物(一般式(1); R₁ = H、R₂ = H、R₃ = H、R₄ = H、A = ビフェニレン基)を電荷輸送材として、0.1 nm/秒の速度で真空蒸着により50 nmの厚さまで蒸着した。蒸着した膜の上に、発光材として、精製したトリス(8-キノリノール)アルミニウム錯体を真空蒸着により、同じく0.1 nm/秒の速度で、50 nmの厚さまで蒸着した。更に、この膜の上に、真空蒸着によりMg/Ag電極を100 nmの厚さで形成して、EL素子を作製した。これらの蒸着は、途中で真空を破らずに連続して行った。また、膜厚は水晶振動子によってモニターした。素子作製後、直ちに乾燥窒素中で電極の取り出しを行い、引続き特性の測定を行った。素子の発光特性は100 mA/cm²の電流を印加した場合の発光輝度で定義し、発光の寿命は200 cd/m²の発光が得られる電流を連続で印加し、輝度が100 cd/cm²になるまでの時間とした。また、保存安定性は室温、乾燥空气中に一定時間放置後、20 mA/cm²の電流を印加し、輝度が初期発光特性の半分になるまでの時間で定義した。測定の結果、発光特性は3400

cd/m²、発光の寿命は660時間、保存安定性は1900時間であった。比較のために、電荷輸送材として、N,N-ジ(m-トリル)-N,N-ジフェニルベンジジンをを用い、同様の条件でEL素子を作製しその特性を調べた。発光特性、発光の寿命、保存安定性はそれぞれ、2200 cd/m²、220時間、460時間であった。

【0066】

【発明の効果】本発明の製造方法で得られた新規ベンジジン化合物は、電荷輸送性材料として有効に機能し、また、容易にガラス状態を形成しかつ安定にガラス状態を保持し、熱的、化学的にも安定なため、特に有機電界発光素子における電荷輸送材料として有用な物質であり、本発明はこの有用な物質の製造方法である。

【図面の簡単な説明】

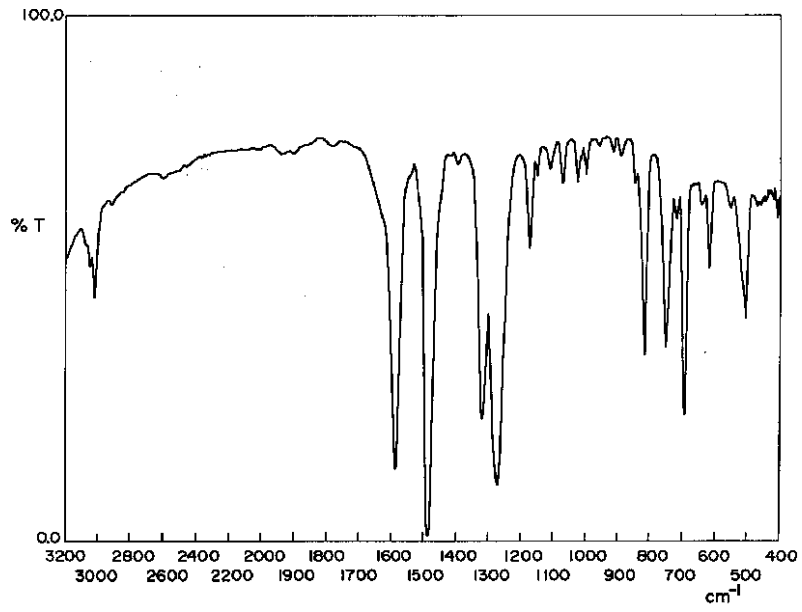
【図1】実施例1により得られた化合物のIRスペクトルである。

【図2】実施例2により得られた化合物のIRスペクトルである。

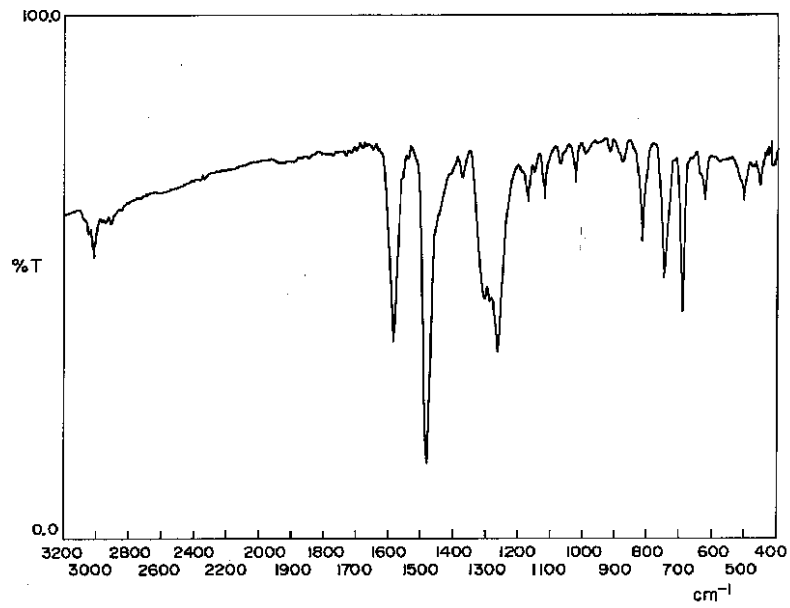
【図3】実施例3により得られた化合物のIRスペクトルである。

【図4】実施例4により得られた化合物のIRスペクトルである。

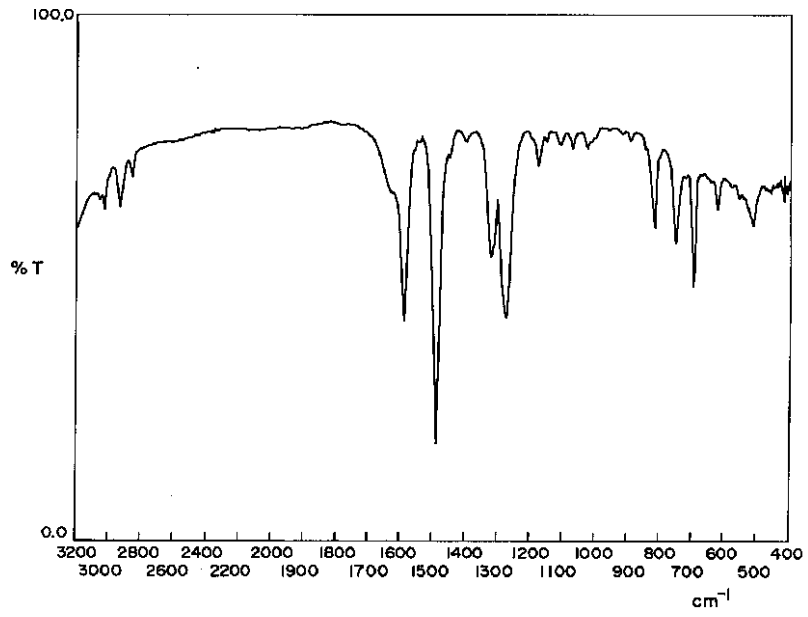
【図1】



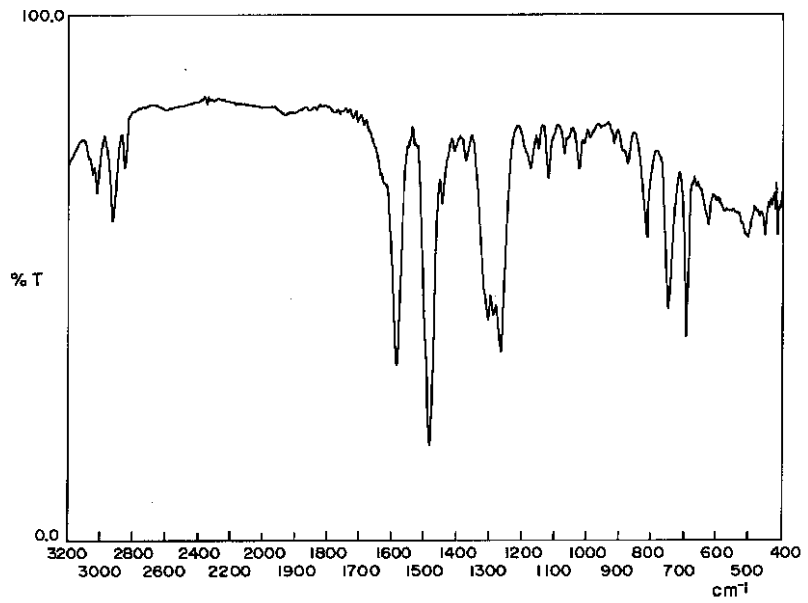
【図2】



【図3】



【図4】



专利名称(译)	制备联苯胺化合物的方法		
公开(公告)号	JP2001181240A	公开(公告)日	2001-07-03
申请号	JP2000332663	申请日	2000-10-31
[标]申请(专利权)人(译)	保土谷化学工业株式会社		
申请(专利权)人(译)	保土谷化学工业株式会社		
[标]发明人	富山裕光 押野雅彦 伊原郁子		
发明人	富山 裕光 押野 雅彦 伊原 郁子		
IPC分类号	H01L51/50 C07C209/10 C07C211/54 H05B33/14 H05B33/22		
FI分类号	C07C209/10 C07C211/54 H05B33/14.B H05B33/22.D		
F-TERM分类号	3K007/AB11 3K007/CA01 3K007/CB01 3K007/DA01 3K007/DB03 3K007/EB00 3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC22 3K107/CC24 3K107/CC29 3K107/DD71 3K107/DD78 4H006/AA02 4H006/AC52 4H006/BD60 4H006/BD70 4H006/BE60		
其他公开文献	JP3567323B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供一种制备新的联苯胺化合物的方法，该新的联苯胺化合物可用于作用于有机电致发光元件的电荷传输材料。溶液：该通式(1)表示的联苯胺化合物(其中R1-R4各自定义如下)的制备方法是使通式(2)表示的三苯基联苯胺化合物反应(R1至R3各自相同或不同的，H，低级烷基或低级烷氧基；R4是H，低级烷基，低级烷氧基或Cl原子)，具有通式(3)表示的二卤素化合物[其中X是卤原子；A由通式(4)至(8)表示(其中，R5是H，低级烷基，低级烷氧基或Cl原子)，条件是当R5是Cl原子时X不是Cl原子]。

させることにより、一般式(1)

