

(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2003 - 238564

(P2003 - 238564A)

(43)公開日 平成15年8月27日 (2003.8.27)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト* (参考)
C 0 7 D409/10		C 0 7 D409/10	3 K 0 0 7
	413/10	413/10	4 C 0 6 3
	417/10	417/10	
H 0 5 B 33/14		H 0 5 B 33/14	A
	33/22	33/22	D

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 38数) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2002 - 37157(P2002 - 37157)

(22)出願日 平成14年2月14日(2002.2.14)

(71)出願人 000005887

三井化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72)発明者 中塚 正勝

千葉県袖ヶ浦市長浦580 - 32 三井化学株式会社内

(72)発明者 島村 武彦

千葉県袖ヶ浦市長浦580 - 32 三井化学株式会社内

(72)発明者 石田 努

千葉県袖ヶ浦市長浦580 - 32 三井化学株式会社内

最終頁に続く

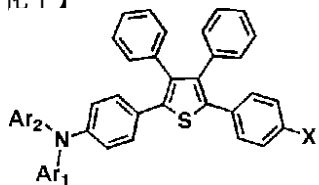
(54)【発明の名称】 アミン化合物

(57)【要約】

【課題】 有機電界発光素子の正孔注入輸送材料などに適した新規なアミン化合物を提供する。

【解決手段】 一般式(1)で表されるアミン化合物。

【化1】

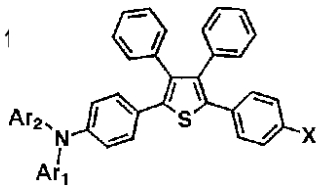


(式中、Xは置換または未置換の - N - カルバゾリイル基、置換または未置換の - N - フェノキサジニル基、あるいは置換または未置換の - N - フェノチアジニル基を表し、Ar₁およびAr₂はそれぞれ独立に、置換または未置換のピフェニル基、あるいは置換または未置換のナフチル基を表す)

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一般式(1)で表されるアミン化合物

1



(1)

(式中、Xは置換または未置換の - N - カルバゾリイル基、置換または未置換の - N - フェノキサジニル基、あるいは置換または未置換の - N - フェノチアジニル基を表し、Ar₁ および Ar₂ はそれぞれ独立に、置換または未置換のピフェニル基、あるいは置換または未置換のナフチル基を表す)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、新規なアミン化合物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、アミン化合物は、各種色素の製造中間体、あるいは各種の機能材料として使用されてきた。機能材料としては、例えば、電子写真感光体の電荷輸送材料に使用されてきた。さらに、最近では、発光材料に有機材料を用いた有機電界発光素子(有機エレクトロルミネッセンス素子:有機EL素子)の正孔注入輸送材料に有用であることが提案されている〔例えば、App l. Phys. Lett., 51、913 (1987)〕。有機電界発光素子の正孔注入輸送材料として、4, 4'-ビス〔N-フェニル-N-(3"-メチルフェニル)アミノ〕ピフェニルを用いることが提案されている〔Jpn. J. Appl. Ph ys., 27、L269 (1988)〕。

【0003】また、有機電界発光素子の正孔注入輸送材料として、例えば、2-[4'-(N-カルバゾリイル)フェニル]-5-[4"-[N'-フェニル-N'-(4'''-フェニルフェニル)アミノ]フェニル]-3, 4-ジフェニルチオフェン、2-[4'-(N-フェノキサジニル)フェニル]-5-[4"-[N'-フェニル-N'-(2''-ナフチル)アミノ]フェニル]-3, 4-ジフェニルチオフェンを用いることが提案されている(特開平11-167990号公報)。しかしながら、これらのアミン化合物を正孔注入輸送材料とする有機電界発光素子は、安定性、耐久性に乏しいなどの難点がある。現在では、一層改良された有機電界発光素子を得るためにも、新規なアミン化合物が望まれている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、新規なアミン化合物を提供することである。さらに詳しくは、有機電界発光素子の正孔注入輸送材料などに適した*

20

30

40

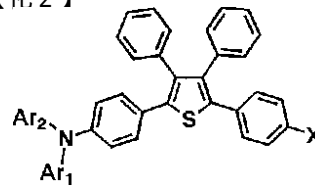
*新規なアミン化合物を提供することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、種々のアミン化合物に関して鋭意検討した結果、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、一般式(1)で表されるアミンである。

【0006】

【化2】



(1)

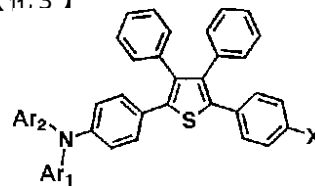
【0007】(式中、Xは置換または未置換の - N - カルバゾリイル基、置換または未置換の - N - フェノキサジニル基、あるいは置換または未置換の - N - フェノチアジニル基を表し、Ar₁ および Ar₂ はそれぞれ独立に、置換または未置換のピフェニル基、あるいは置換または未置換のナフチル基を表す)

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明に関して詳細に説明する。本発明は、一般式(1)で表されるアミン化合物である。

【0009】

【化3】



(1)

【0010】(式中、Xは置換または未置換の - N - カルバゾリイル基、置換または未置換の - N - フェノキサジニル基、あるいは置換または未置換の - N - フェノチアジニル基を表し、Ar₁ および Ar₂ はそれぞれ独立に、置換または未置換のピフェニル基、あるいは置換または未置換のナフチル基を表す)

【0011】一般式(1)において、Xは置換または未置換の - N - カルバゾリイル基、置換または未置換の - N - フェノキサジニル基、あるいは置換または未置換の - N - フェノチアジニル基を表す。

【0012】Xは、好ましくは、未置換、もしくは、置換基として、例えば、ハロゲン原子、炭素数1~10のアルキル基、炭素数1~10のアルコキシ基、あるいは炭素数6~10のアリール基で単置換または多置換されていてもよい - N - カルバゾリイル基、 - N - フェノキサジニル基、あるいは - N - フェノチアジニル基であり、より好ましくは、未置換、もしくは、ハロゲン原子、炭素数1~4のアルキル基、炭素数1~4のアルコ

キシ基、あるいは炭素数6～10のアリール基で単置換または多置換されていてもよい-N-カルバゾリイル基、-N-フェノキサジニール基、あるいは-N-フェノチアジニール基であり、さらに好ましくは、未置換の-N-カルバゾリイル基、未置換の-N-フェノキサジニール基、あるいは未置換の-N-フェノチアジニール基である。

【0013】Xの具体例としては、例えば、-N-カルバゾリイル基、1-メチル-N-カルバゾリイル基、2-メチル-N-カルバゾリイル基、3-メチル-N-カルバゾリイル基、4-メチル-N-カルバゾリイル基、3-エチル-N-カルバゾリイル基、3-n-ブチル-N-カルバゾリイル基、3-tert-ブチル-N-カルバゾリイル基、3-n-ヘキシル-N-カルバゾリイル基、3-n-オクチル-N-カルバゾリイル基、3-n-デシル-N-カルバゾリイル基、3,6-ジメチル-N-カルバゾリイル基、2-メトキシ-N-カルバゾリイル基、3-メトキシ-N-カルバゾリイル基、3-エトキシ-N-カルバゾリイル基、3-イソプロポキシ-N-カルバゾリイル基、3-n-ブトキシ-N-カルバゾリイル基、3-n-オクチルオキシ-N-カルバゾリイル基、3-n-デシルオキシ-N-カルバゾリイル基、2-フェニル-N-カルバゾリイル基、3-フェニル-N-カルバゾリイル基、3-(4'-メチルフェニル)-N-カルバゾリイル基、3-(4'-tert-ブチルフェニル)-N-カルバゾリイル基、2-フルオロ-N-カルバゾリイル基、3-フルオロ-N-カルバゾリイル基、3-クロロ-N-カルバゾリイル基、-N-フェノキサジニール基、2-メチル-N-フェノキサジニール基、3-メチル-N-フェノキサジニール基、4-メチル-N-フェノキサジニール基、2-エチル-N-フェノキサジニール基、3-エチル-N-フェノキサジニール基、3,7-ジメチル-N-フェノキサジニール基、2-メトキシ-N-フェノキサジニール基、3-メトキシ-N-フェノキサジニール基、3-エトキシ-N-フェノキサジニール基、2-フェニル-N-フェノキサジニール基、3-フェニル-N-フェノキサジニール基、2-フルオロ-N-フェノキサジニール基、3-フルオロ-N-フェノキサジニール基、3-クロロ-N-フェノキサジニール基、

【0014】-N-フェノチアジニール基、2-メチル-N-フェノチアジニール基、3-メチル-N-フェノチアジニール基、4-メチル-N-フェノチアジニール基、2-エチル-N-フェノチアジニール基、2,7-ジメチル-N-フェノチアジニール基、2,8-ジメチル-N-フェノチアジニール基、2,8-ジ-tert-ブチル-N-フェノチアジニール基、2-メトキシ-N-フェノチアジニール基、3-メトキシ-N-フェノチアジニール基、2-エトキシ-N-フェノチアジニール基、3-n-ブトキシ-N-フェノチアジニール基、

2,8-ジメトキシ-N-フェノチアジニール基、3,7-ジメトキシ-N-フェノチアジニール基、2,8-ジエトキシ-N-フェノチアジニール基、2-メチル-8-メトキシ-N-フェノチアジニール基、3-メチル-8-エトキシ-N-フェノチアジニール基、2-フェニル-N-フェノチアジニール基、3-フェニル-N-フェノチアジニール基、2,8-ジフェニル-N-フェノチアジニール基、3,7-ジフェニル-N-フェノチアジニール基、2-フルオロ-N-フェノチアジニール基、3-クロロ-N-フェノチアジニール基などを挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

【0015】一般式(1)において、 Ar_1 および Ar_2 は置換または未置換のビフェニル基、あるいは、置換または未置換のナフチル基を表す。

【0016】 Ar_1 および Ar_2 は、好ましくは、未置換、もしくは、置換基として、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、あるいはアリール基で単置換または多置換されていてもよい総炭素数12～26のビフェニル基、あるいは、未置換、もしくは、置換基として、例えば、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基あるいはアリール基で単置換または多置換されていてもよい総炭素数10～24のナフチル基であり、より好ましくは、未置換、もしくは、ハロゲン原子、炭素数1～14のアルキル基、炭素数1～14のアルコキシ基、あるいは炭素数6～10のアリール基で単置換または多置換されていてもよい総炭素数12～26のビフェニル基、あるいは、未置換、もしくは、ハロゲン原子、炭素数1～14のアルキル基、炭素数1～14のアルコキシ基あるいは炭素数6～10のアリール基で単置換または多置換されていてもよい総炭素数10～24のナフチル基であり、さらに好ましくは、未置換、もしくは、ハロゲン原子、炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のアルコキシ基、あるいは炭素数6～10のアリール基で単置換または多置換されていてもよい総炭素数12～22のビフェニル基、あるいは、未置換、もしくは、ハロゲン原子、炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のアルコキシ基あるいは炭素数6～10のアリール基で単置換あるいは多置換されていてもよい総炭素数10～20のナフチル基である。

【0017】 Ar_1 および Ar_2 において、置換または未置換のビフェニル基の具体例としては、例えば、4-フェニルフェニル基、3-フェニルフェニル基、2-フェニルフェニル基、4-(4'-メチルフェニル)フェニル基、4-(3'-メチルフェニル)フェニル基、4-(4'-エチルフェニル)フェニル基、4-(4'-イソプロピルフェニル)フェニル基、4-(4'-tert-ブチルフェニル)フェニル基、4-(4'-n-ヘキシルフェニル)フェニル基、4-(4'-n-オクチルフェニル)フェニル基、4-(4'-n-ドデシルフェニル)フェニル基、3-(4'-メチルフェニル)フェ

ニル基、2-(4'-メチルフェニル)フェニル基、2-(4'-エチルフェニル)フェニル基、4-(4'-メトキシフェニル)フェニル基、4-(3'-メトキシフェニル)フェニル基、4-(4'-エトキシフェニル)フェニル基、4-(4'-n-プトキシフェニル)フェニル基、4-(4'-n-ヘキシルオキシフェニル)フェニル基、4-(4'-n-オクチルオキシフェニル)フェニル基、4-(4'-n-デシルオキシフェニル)フェニル基、3-(4'-メトキシフェニル)フェニル基、2-(4'-メトキシフェニル)フェニル基、2-(2'-メトキシフェニル)フェニル基、4-(4'-フルオロフェニル)フェニル基、4-(4'-クロロフェニル)フェニル基、4-(3'-フルオロフェニル)フェニル基、4-(2'-フルオロフェニル)フェニル基、2-(4'-フルオロフェニル)フェニル基、3-メチル-4-フェニルフェニル基、4-メチル-3-フェニルフェニル基、4-メチル-2-フェニルフェニル基、5-メチル-2-フェニルフェニル基、6-メチル-3-フェニルフェニル基、2-エチル-4-フェニルフェニル基、4-エチル-2-フェニルフェニル基、2-メトキシ-4-フェニルフェニル基、3-メトキシ-4-フェニルフェニル基、4-メトキシ-2-フェニルフェニル基、4-フルオロ-2-フェニルフェニル基、3-フルオロ-4-フェニルフェニル基、3-フルオロ-2-フェニルフェニル基、5-フルオロ-2-フェニルフェニル基、2,4-ジフェニルフェニル基、2-フェニル-4-(4'-メチルフェニル)フェニル基、3,4-ジフェニルフェニル基、3,5-ジフェニルフェニル基などを挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

【0018】 Ar_1 および Ar_2 において、置換または未置換のナフチル基の具体例としては、例えば、1-ナフチル基、2-ナフチル基、2-メチル-1-ナフチル基、4-メチル-1-ナフチル基、4-エチル-1-ナフチル基、4-n-プチル-1-ナフチル基、4-n-ヘキシル-1-ナフチル基、4-n-デシル-1-ナフチル基、5-メチル-1-ナフチル基、1-メチル-2-ナフチル基、6-メチル-2-ナフチル基、6-エチル-2-ナフチル基、6-n-プチル-2-ナフチル基、6-n-オクチル-2-ナフチル基、2-メトキシ-1-ナフチル基、4-メトキシ-1-ナフチル基、4-n-プトキシ-1-ナフチル基、5-エトキシ-1-ナフチル基、6-メトキシ-2-ナフチル基、6-エトキシ-2-ナフチル基、6-n-プトキシ-2-ナフチル基、6-n-ヘキシルオキシ-2-ナフチル基、7-メトキシ-2-ナフチル基、7-n-プトキシ-2-ナフチル基、4-フェニル-1-ナフチル基、6-フェニル-2-ナフチル基、4-フルオロ-1-ナフチル基、2-フルオロ-1-ナフチル基、4-クロロ-1-ナフチル基、4-クロロ-2-ナフチル基、6-クロロ-2-ナフチル基、6-プロモ-2-ナフチル基、2,4-ジクロロ-1-ナフチル基、1,6-ジクロロ-2-ナフチル基などを挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

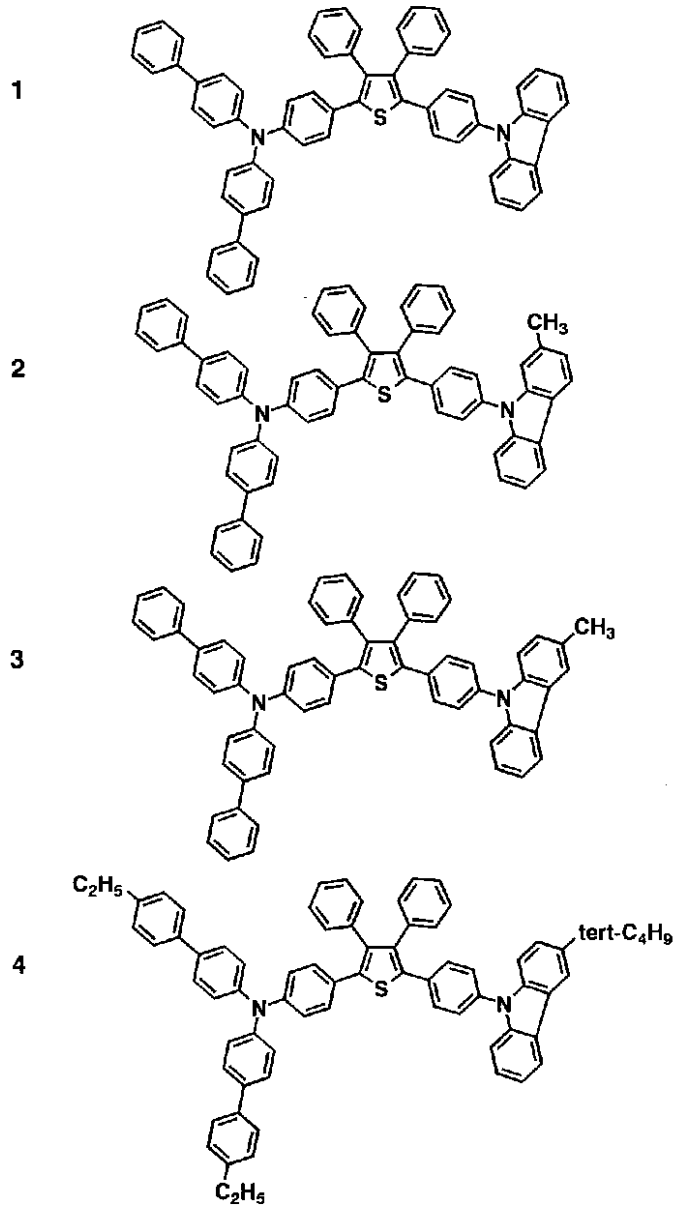
【0019】一般式(1)で表されるアミン化合物の具体例としては、例えば、以下の化合物を挙げることができるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0020】

【化4】

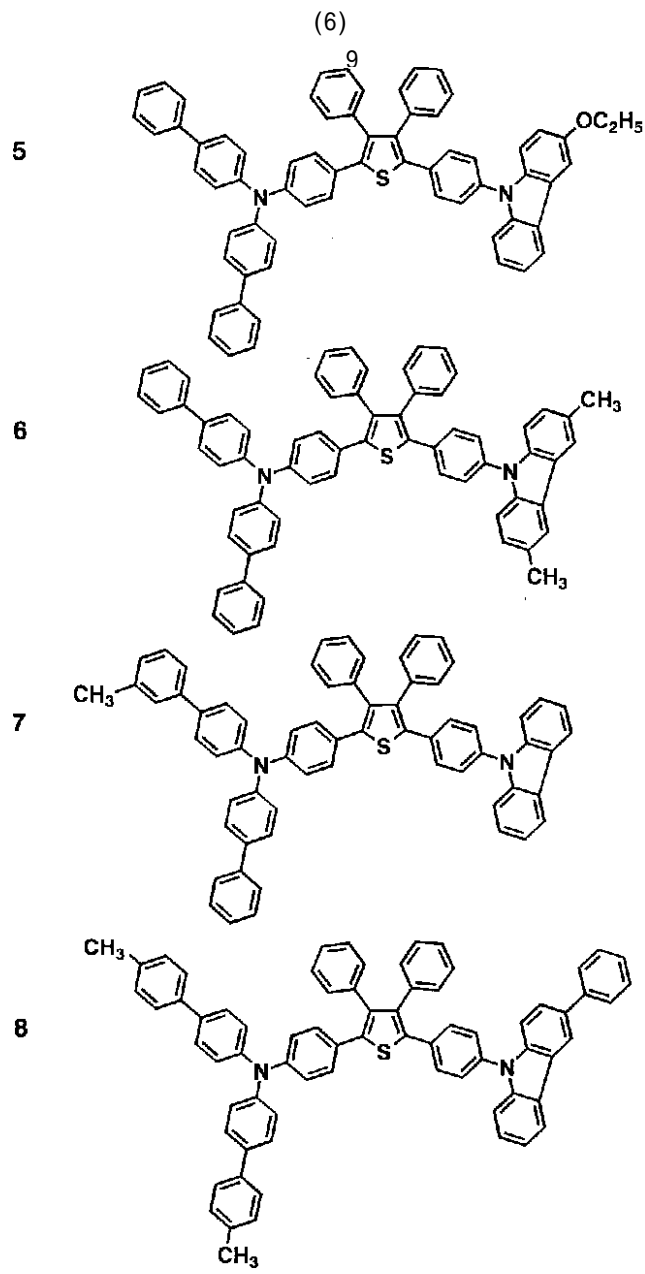
(5)
8

例示化合物番号



【0021】

【化5】



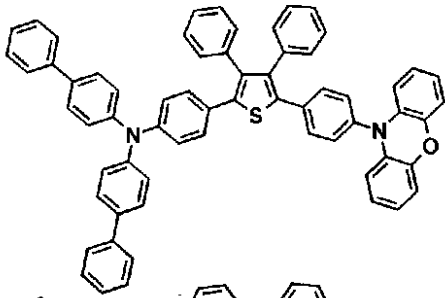
【0022】

【化6】

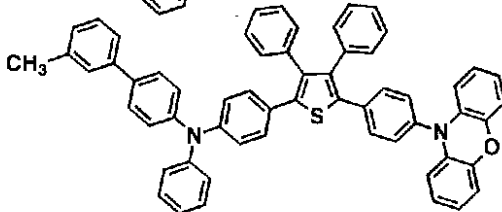
【0023】

【化7】

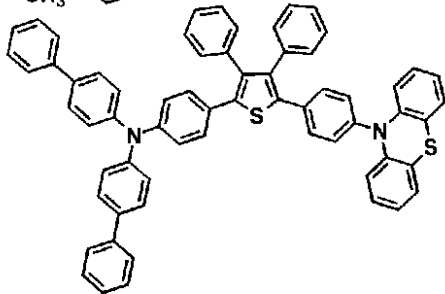
9



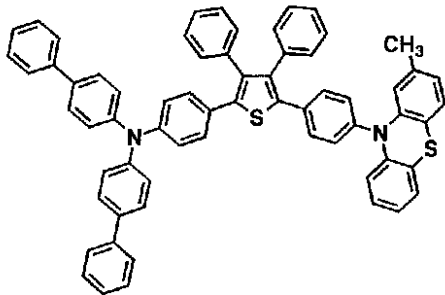
10



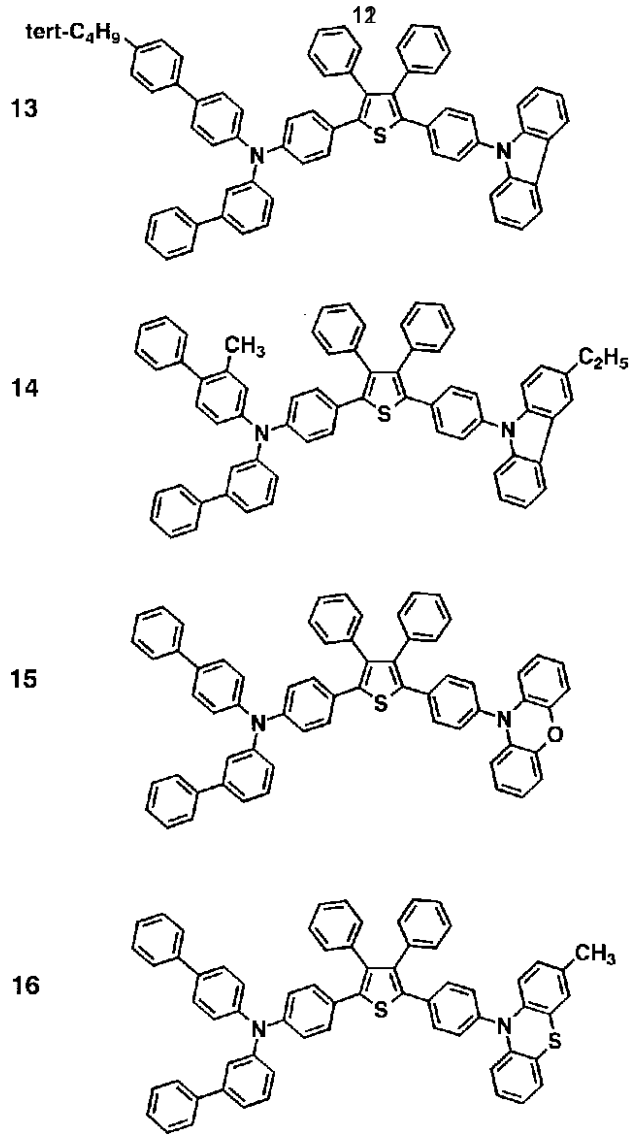
11



12



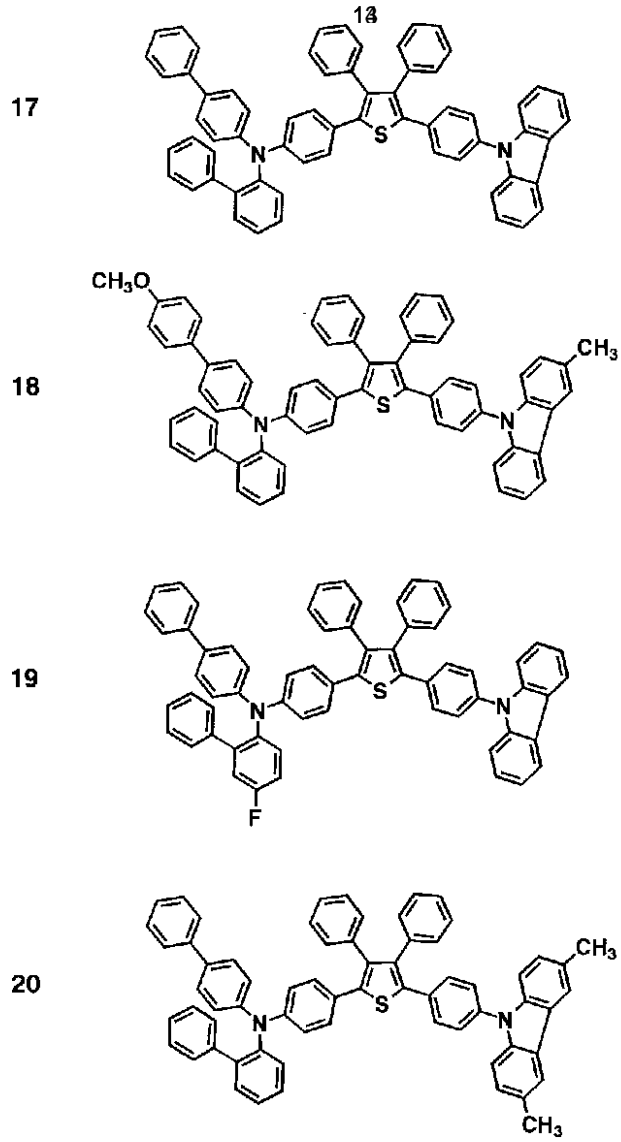
(8)



【0024】

【化8】

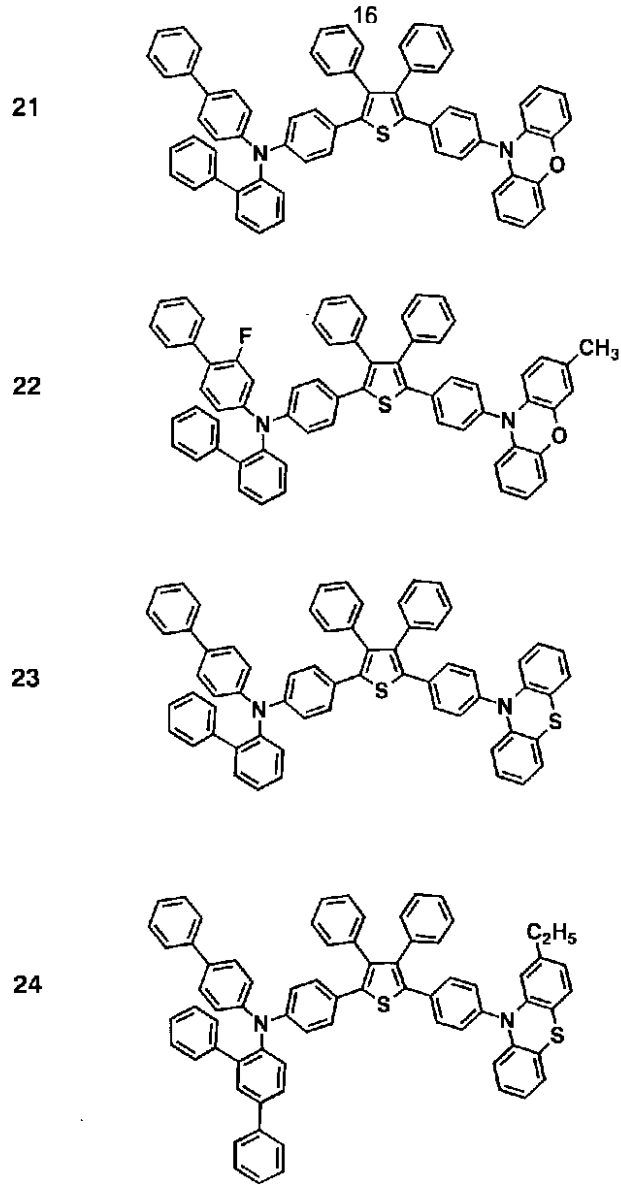
(9)



【0025】

【化9】

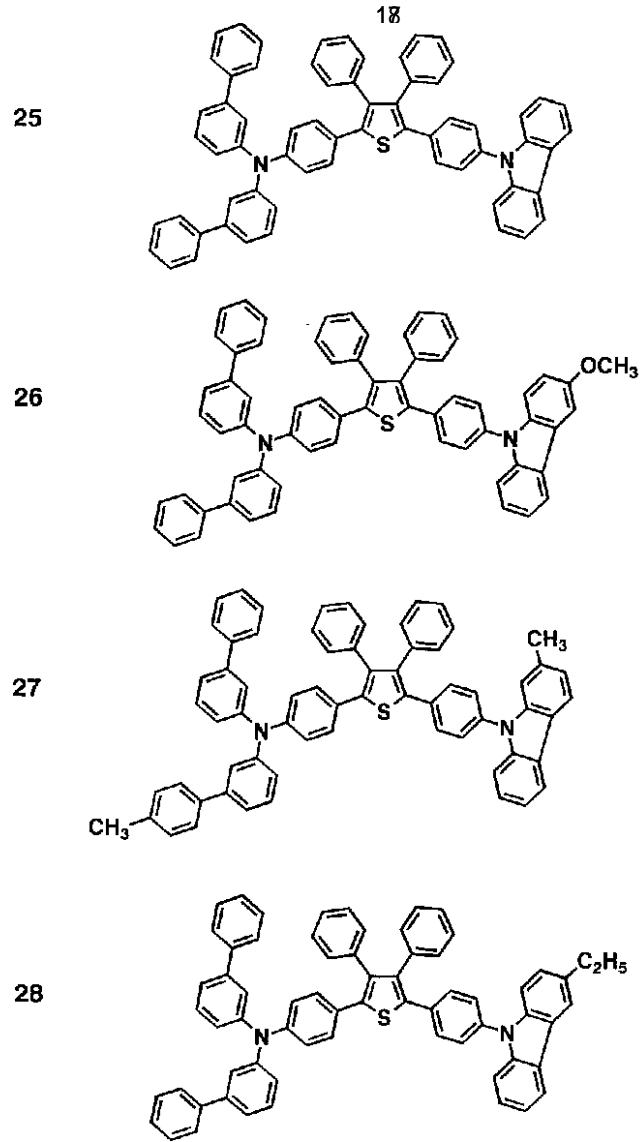
(10)



【0026】

【化10】

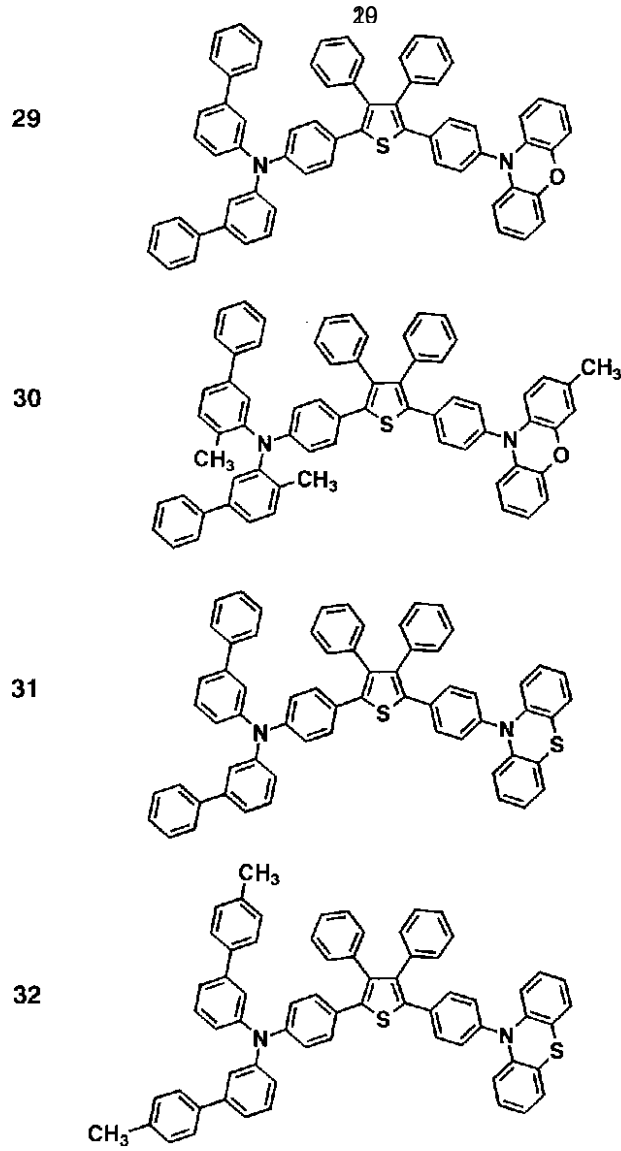
(11)



【0027】

【化11】

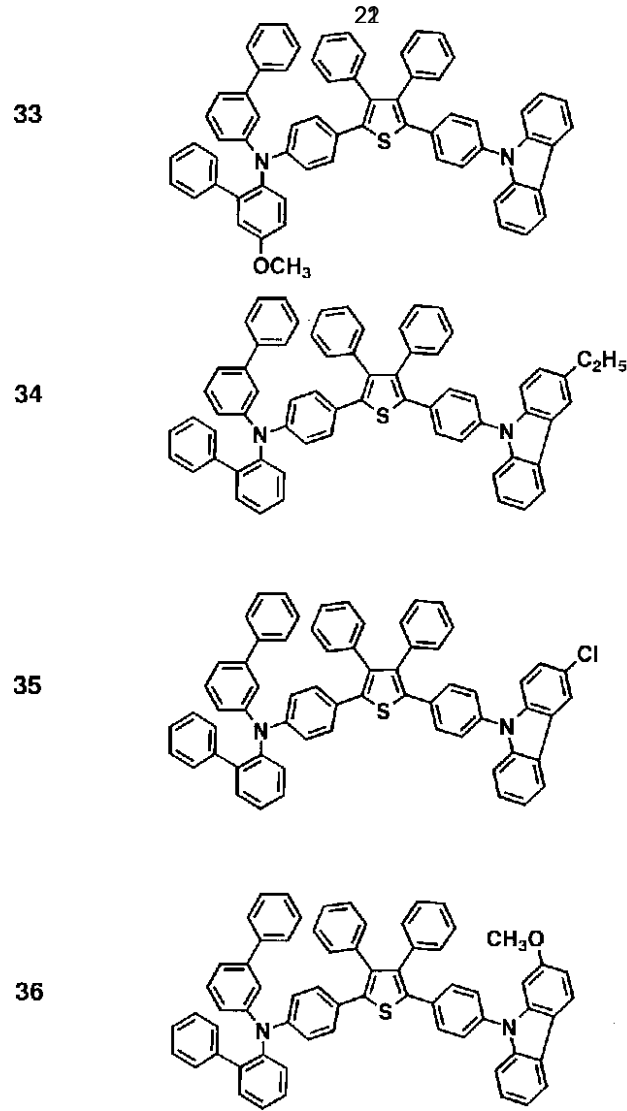
(12)



【0028】

【化12】

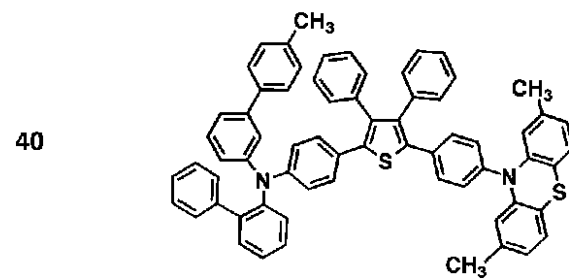
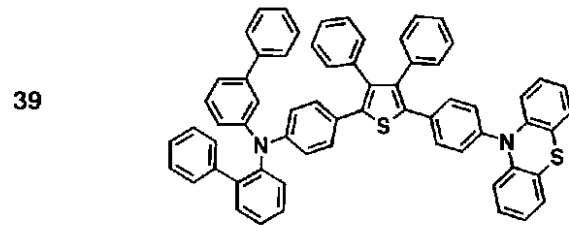
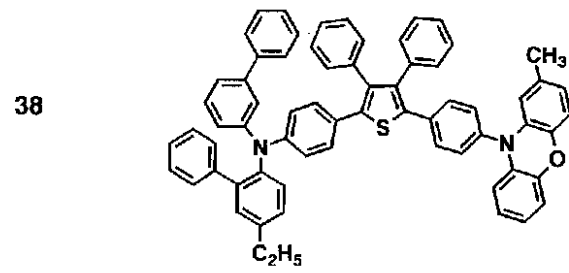
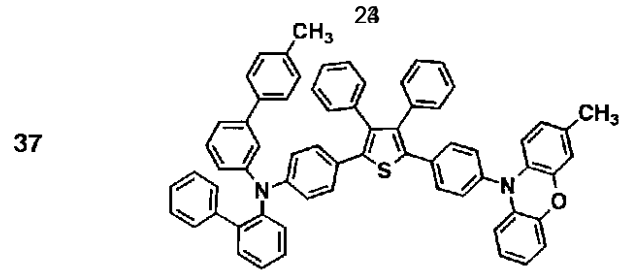
(13)



【0029】

【化13】

(14)

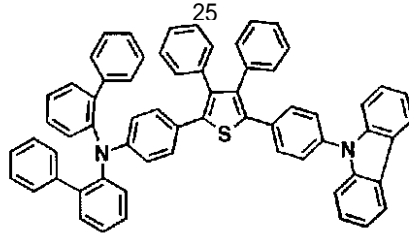


【0030】

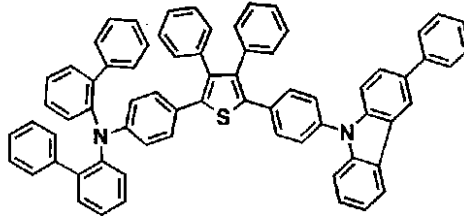
【化14】

(15)

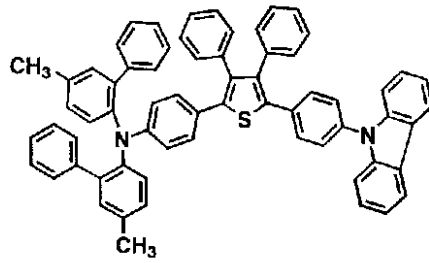
41



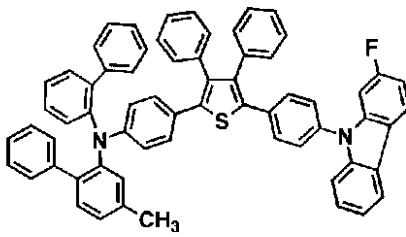
42



43



44



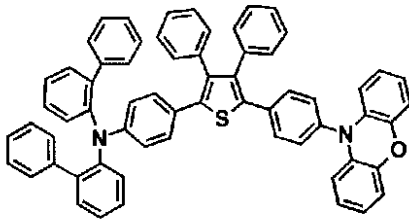
【0031】

【化15】

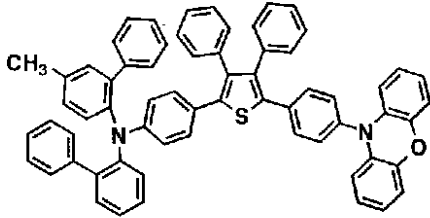
【0032】

【化16】

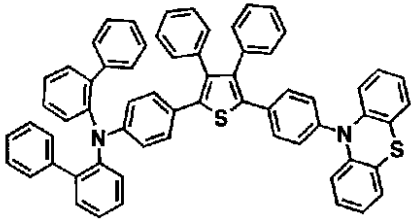
45



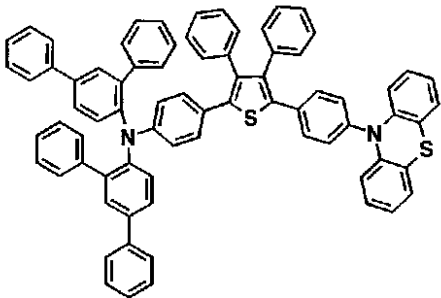
46



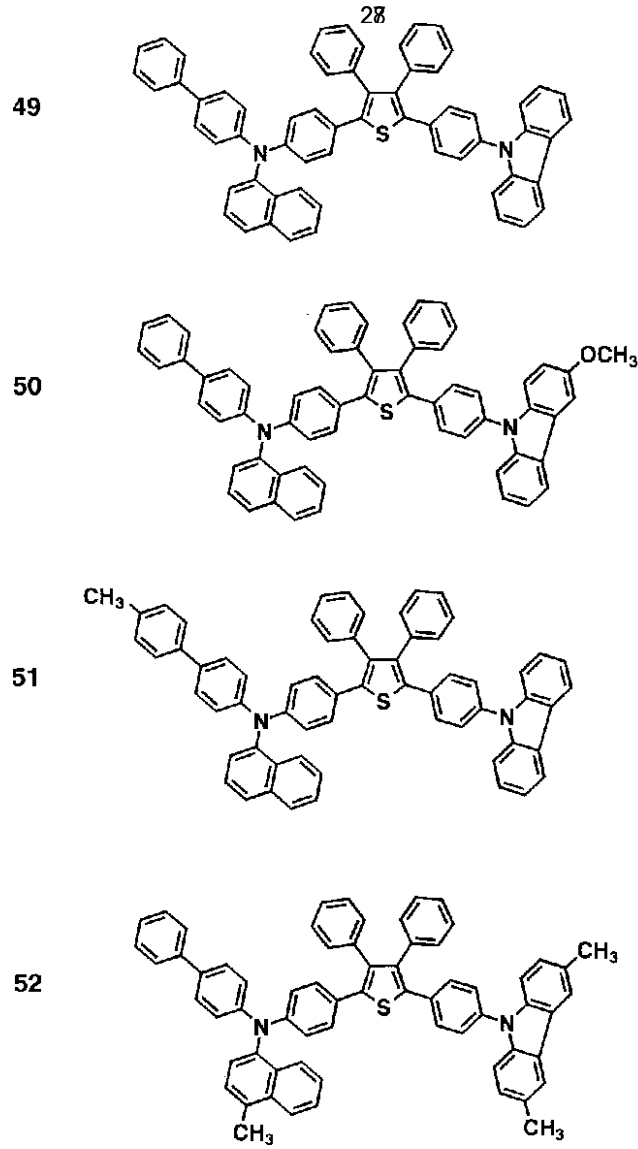
47



48



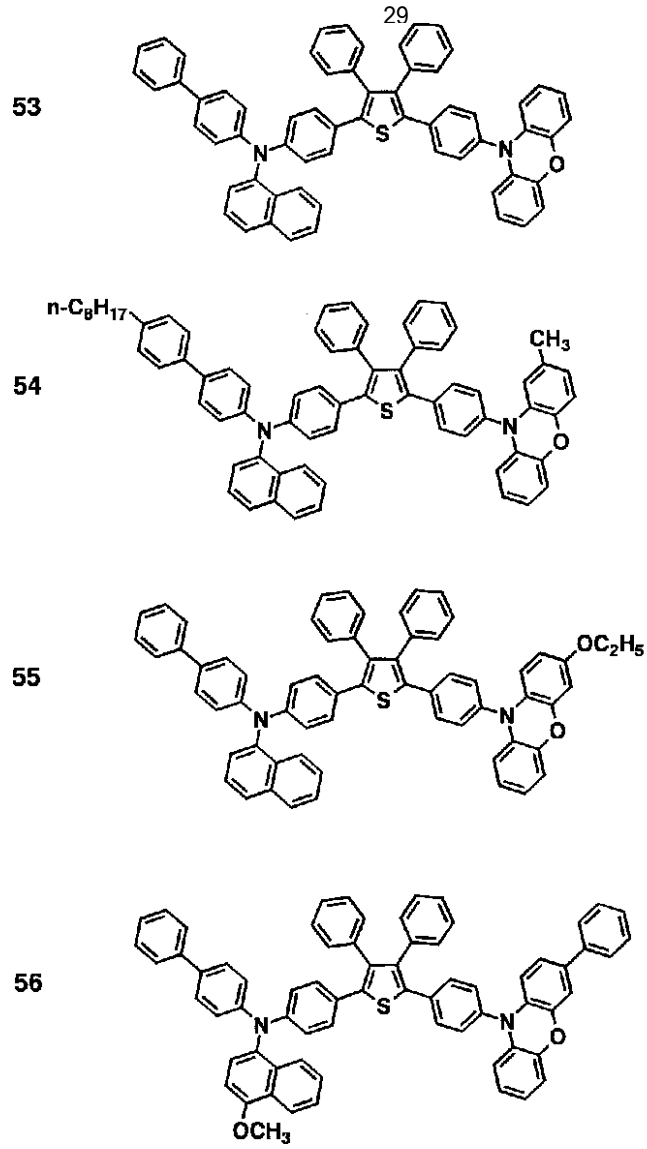
(17)



【0033】

【化17】

(18)



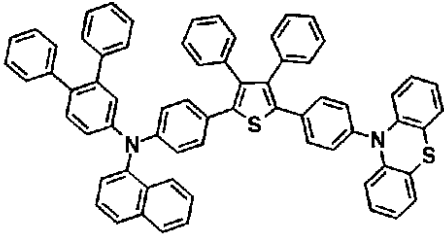
【0034】

【化18】

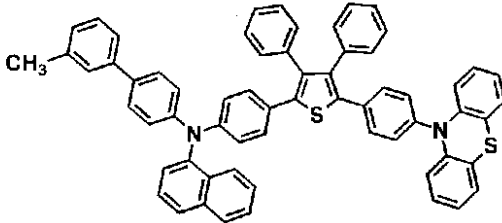
【0035】

【化19】

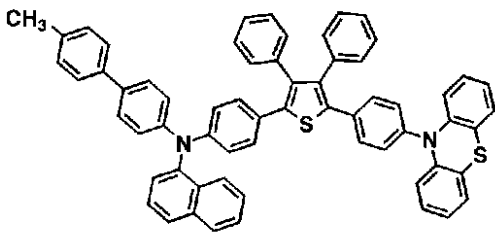
57



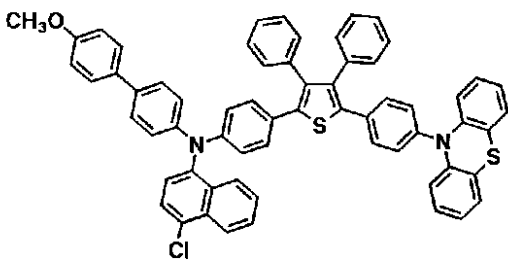
58



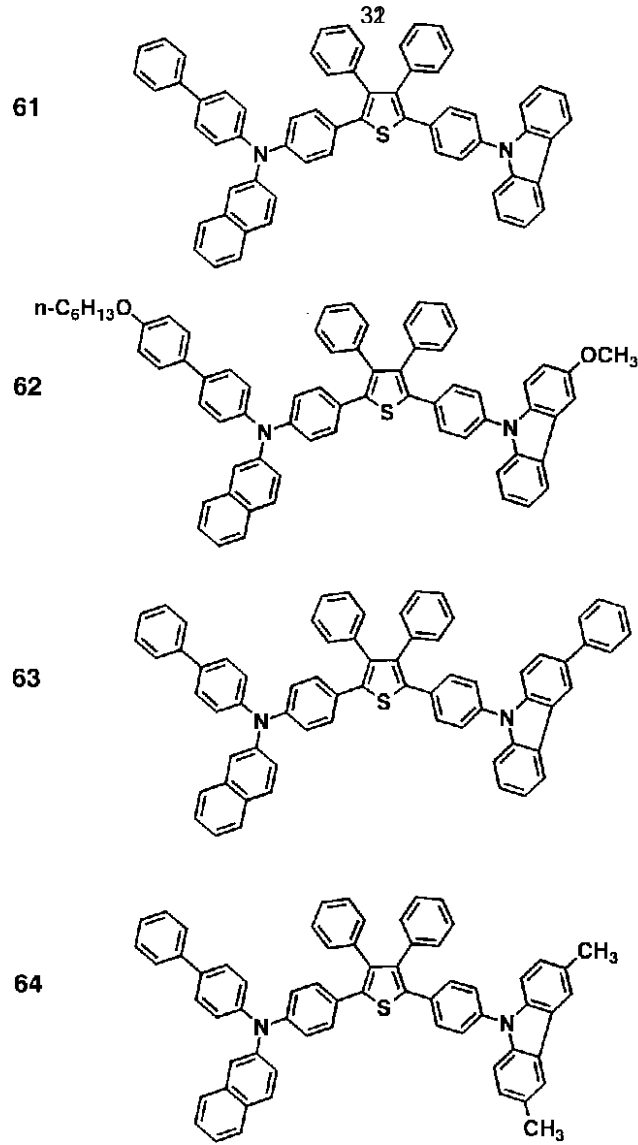
59



60



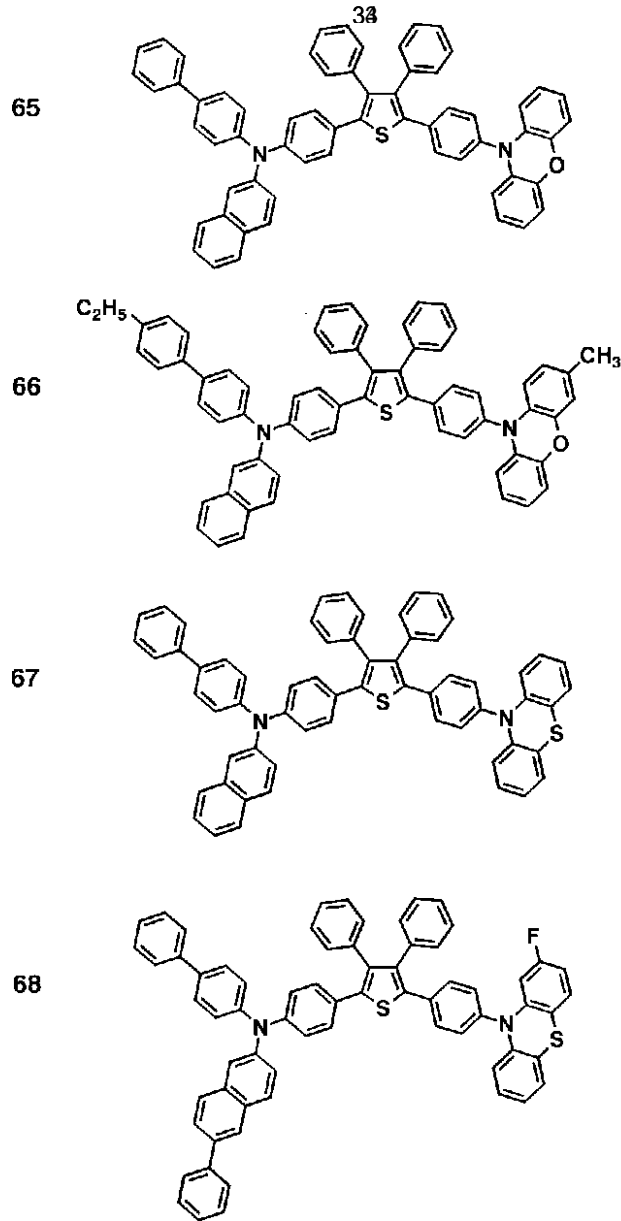
(20)



【0036】

【化20】

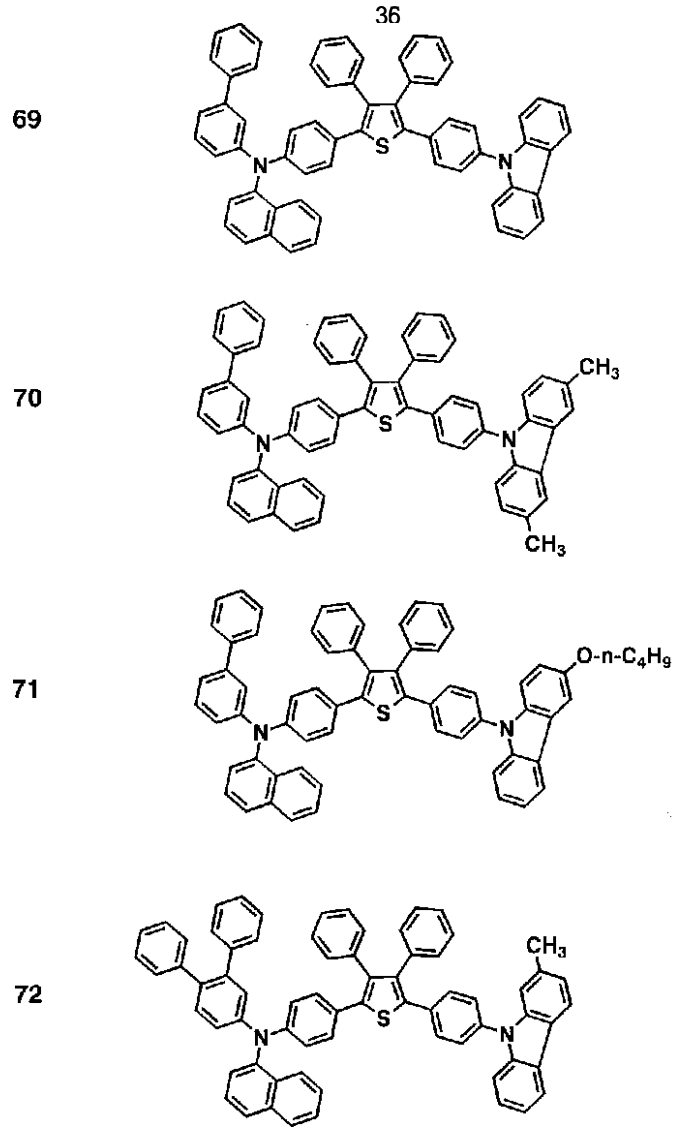
(21)



【0037】

【化21】

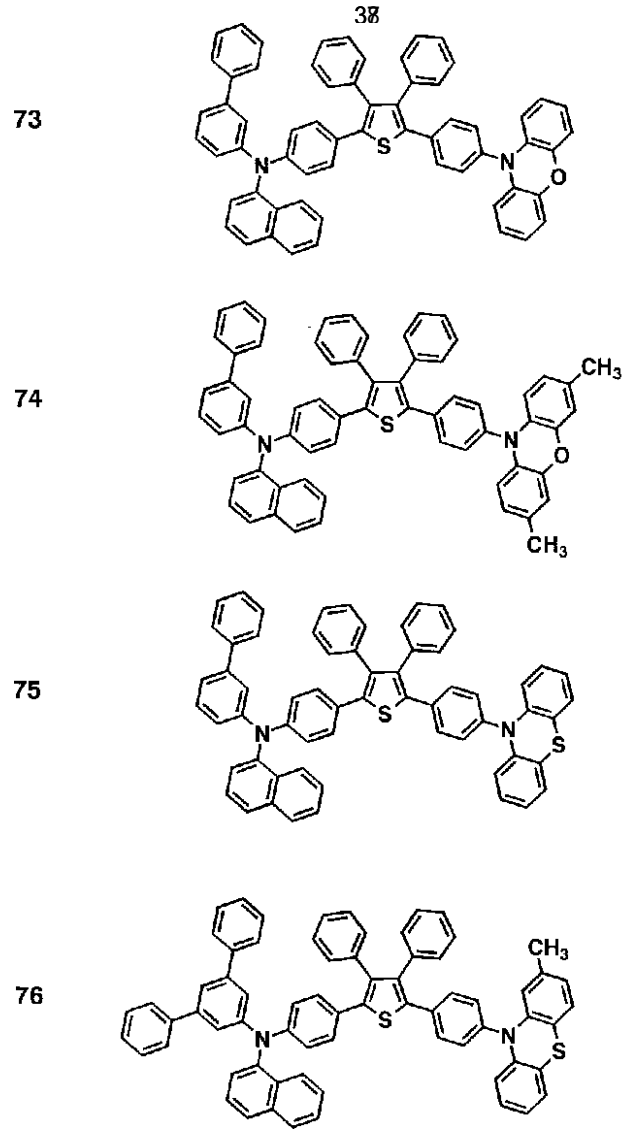
(22)



【0038】

【化22】

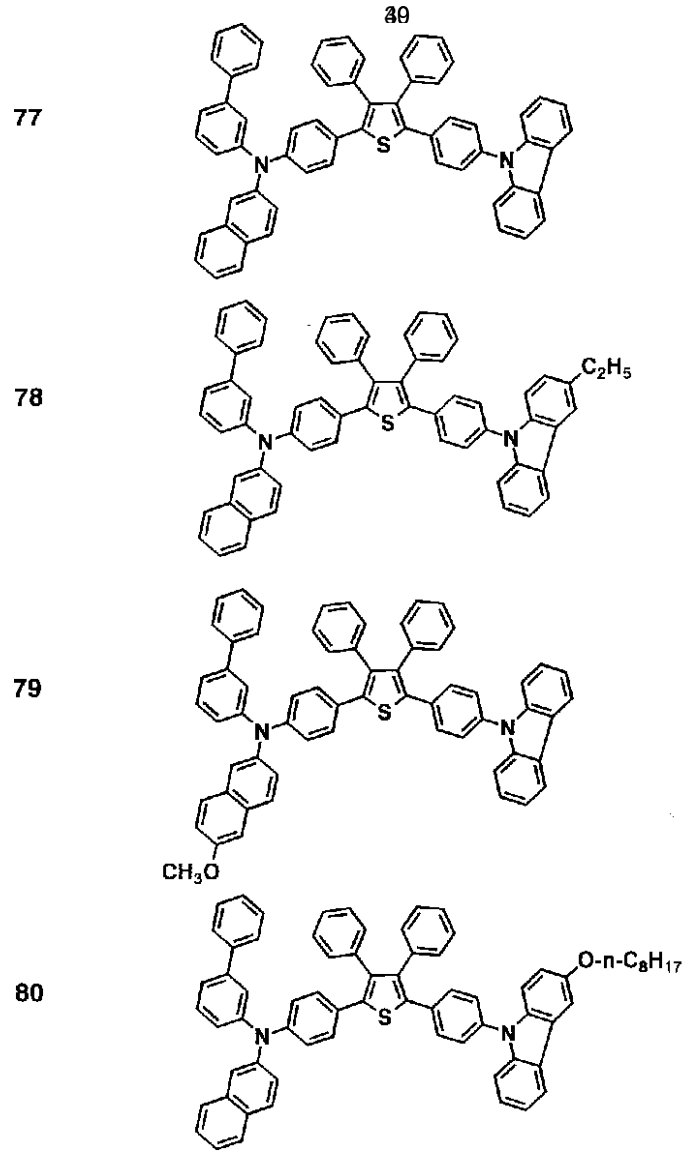
(23)



【0039】

【化23】

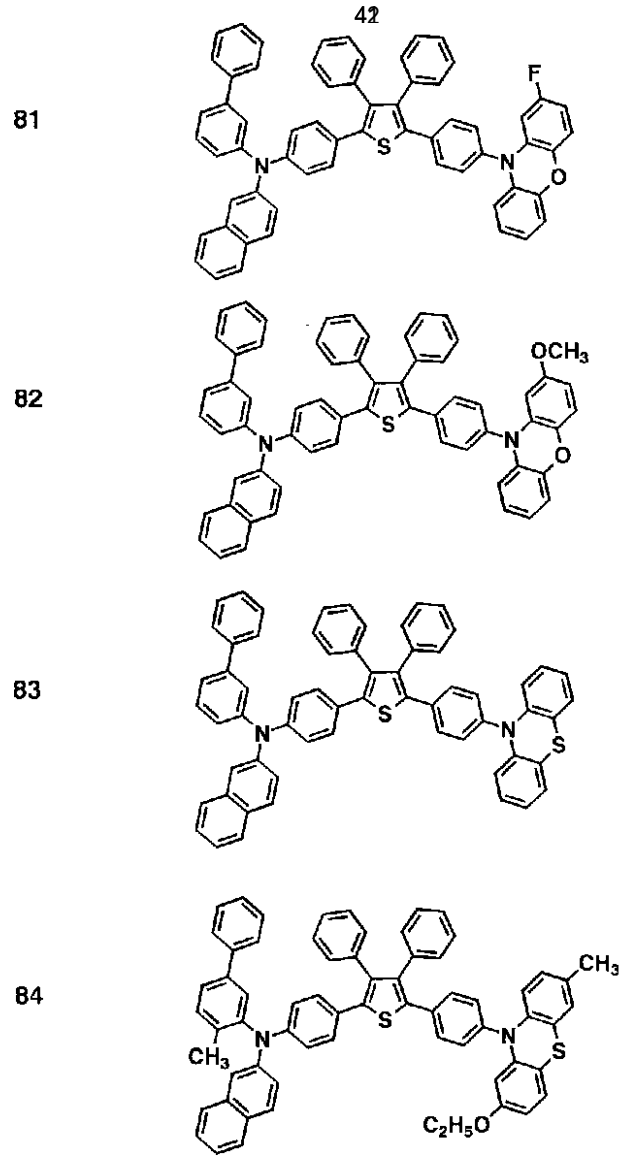
(24)



【0040】

【化24】

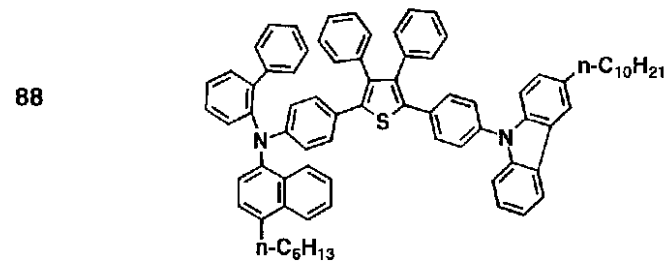
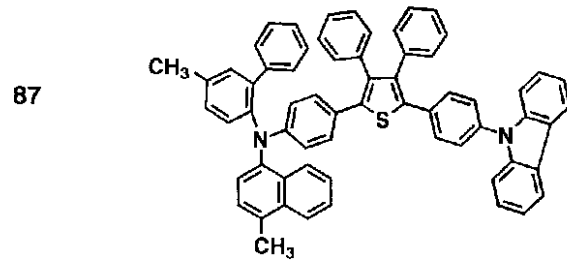
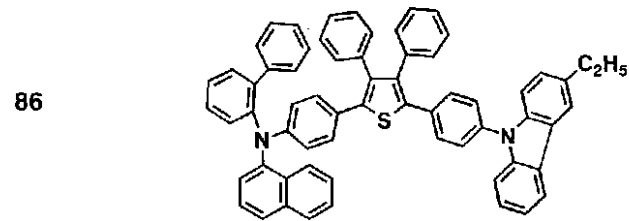
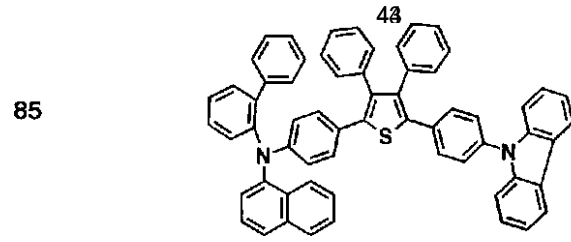
(25)



【0041】

【化25】

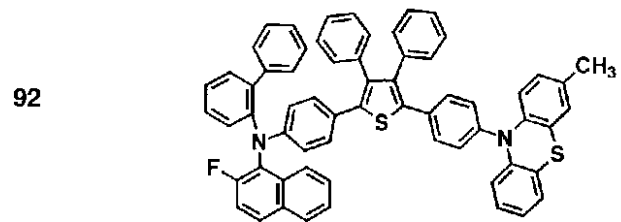
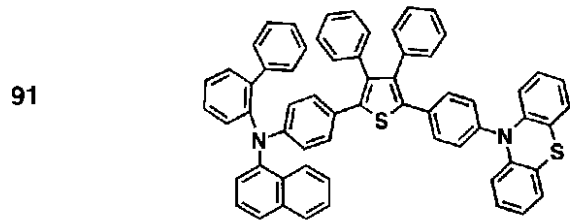
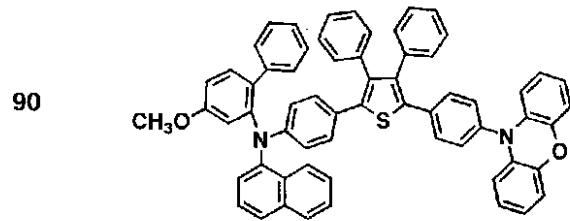
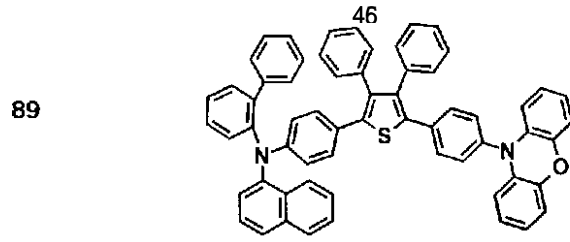
(26)



【0042】

【化26】

(27)

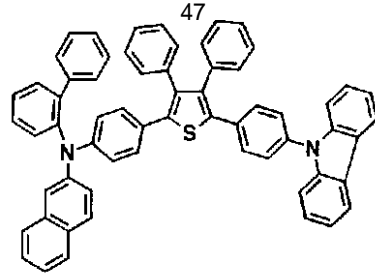


【0043】

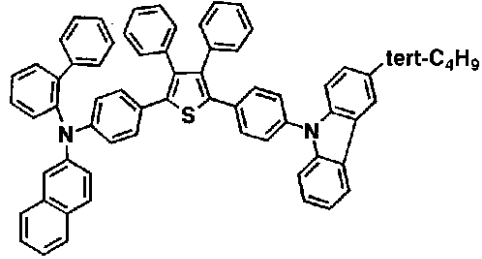
【化27】

(28)

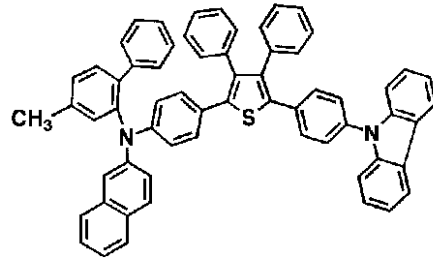
93



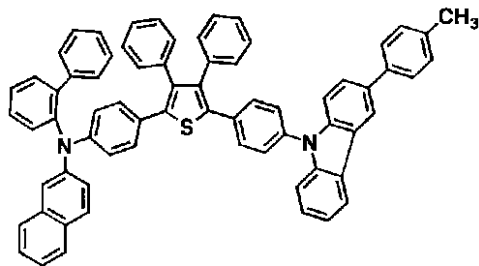
94



95



96



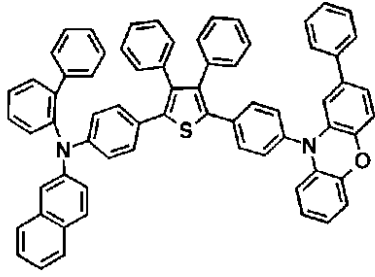
【 0 0 4 4 】

【 化 2 8 】

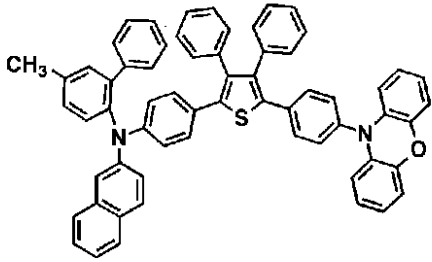
【0045】

【化29】

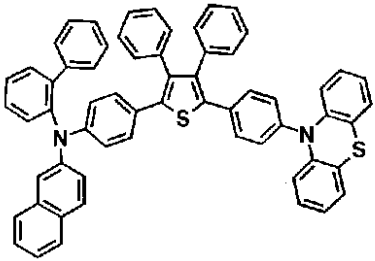
97



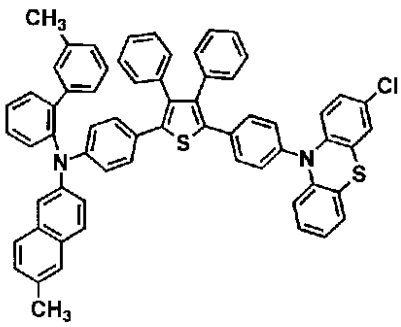
98



99

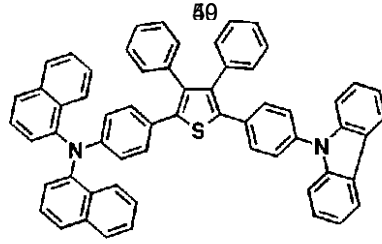


100

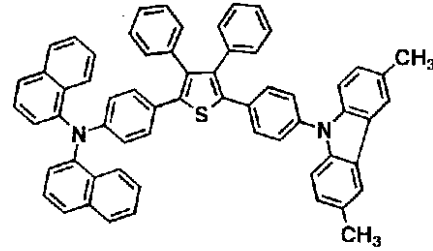


(30)

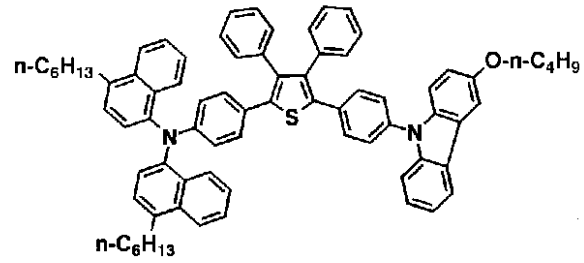
101



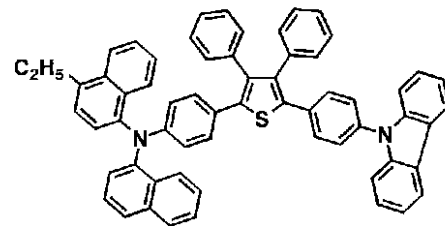
102



103



104

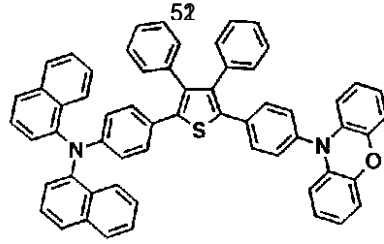


【0046】

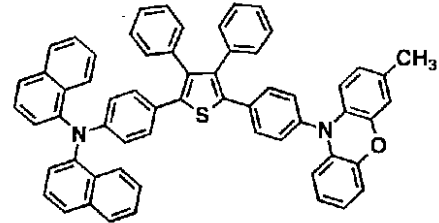
【化30】

(31)

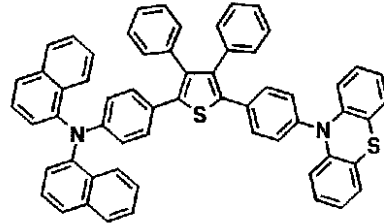
105



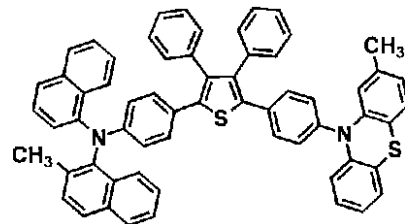
106



107



108

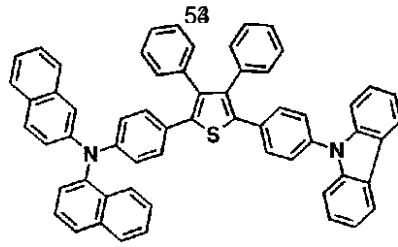


【0047】

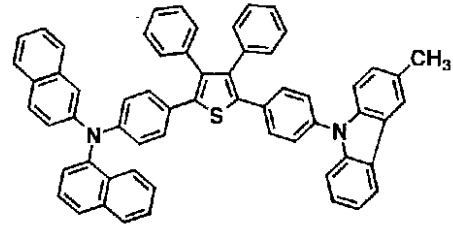
【化31】

(32)

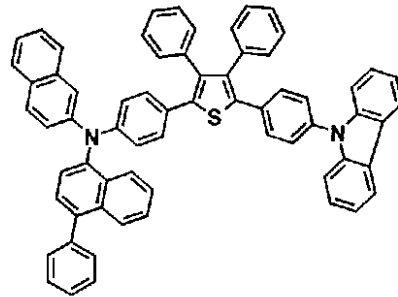
109



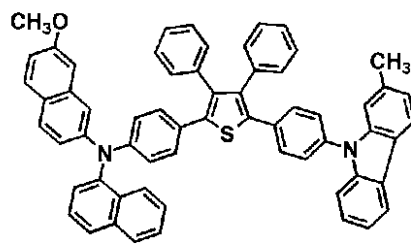
110



111



112

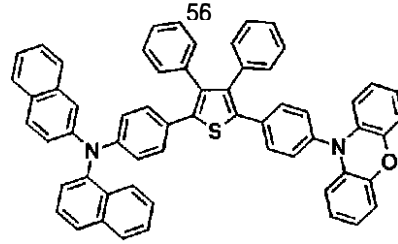


【0048】

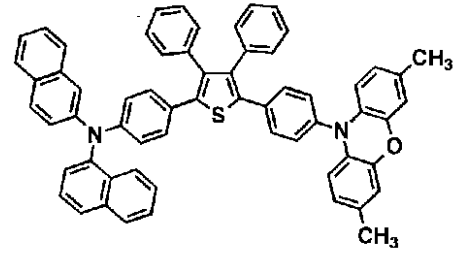
【化32】

(33)

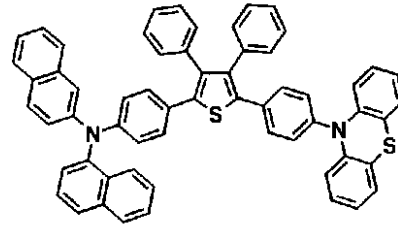
113



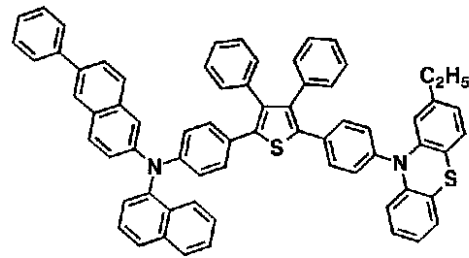
114



115



116

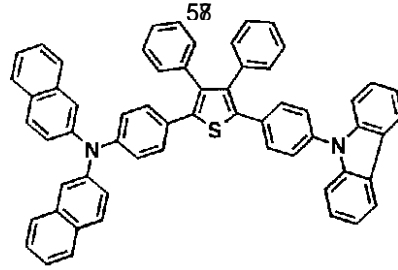


【0049】

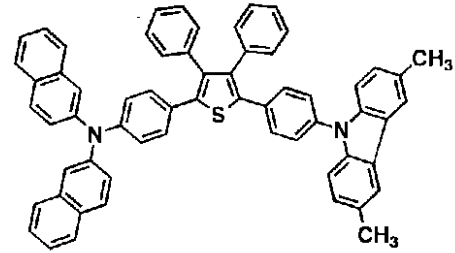
【化33】

(34)

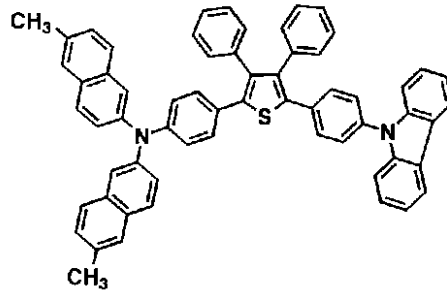
117



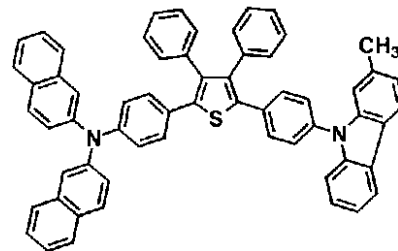
118



119



120

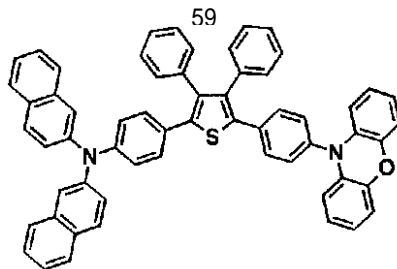


【0050】

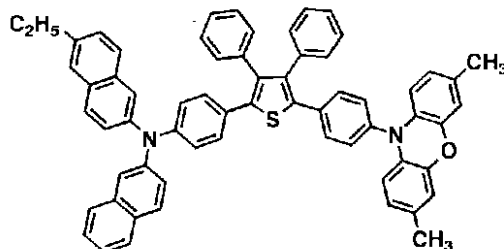
【化34】

(35)

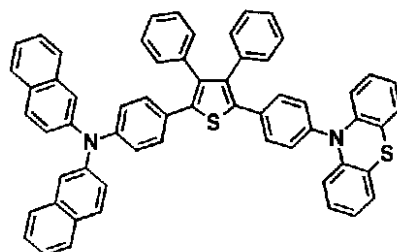
121



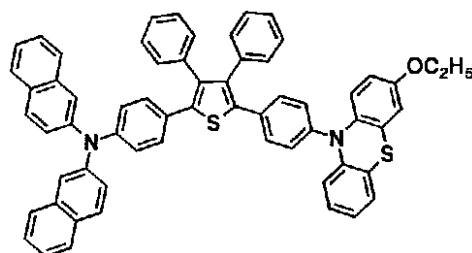
122



123



124



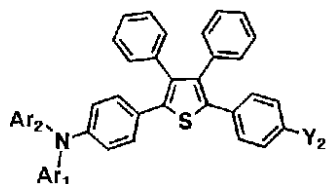
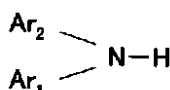
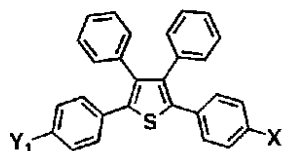
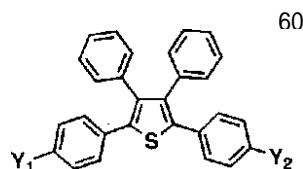
【0051】一般式(1)で表されるアミン化合物は、其自体公知の方法により製造することができる。

【0052】すなわち、一般式(1)で表されるアミン化合物は、例えば、一般式(2)で表される化合物と、X化剤(例えば、カルバゾール、フェノキサジン、フェノチアジン)とより製造される一般式(3)で表される化合物と、一般式(4)で表される化合物を、銅化合物の存在下で反応(ウルマン反応)させることにより製造することができる。

【0053】また、一般式(2)で表される化合物と、一般式(4)で表される化合物とより製造される一般式(5)で表される化合物と、X化剤(例えば、カルバゾール、フェノキサジン、フェノチアジン)を、銅化合物の存在下で反応(ウルマン反応)させることにより製造することができる。

【0054】

【化35】



【0055】〔上式中、 $Y_1 \sim Y_2$ はハロゲン原子を表し、 X および $Ar_1 \sim Ar_2$ は一般式(1)と同じ意味を表す〕

【0056】もちろん、一般式(2)で表される化合物と、 X 化剤(例えば、カルバゾール、フェノキサジン、フェノチアジン)および一般式(4)で表される化合物を、銅化合物の存在下で反応(ウルマン反応)させることにより製造することもできる。

【0057】一般式(2)、一般式(3)、および一般式(5)において、 Y_1 および Y_2 はハロゲン原子を表し、好ましくは、塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子を表し、さらに好ましくは、臭素原子またはヨウ素原子を表す。

【0058】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、勿論、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0059】実施例1 例示化合物番号1の化合物の製造

窒素雰囲気下で、2,5-ビス(4'-ヨードフェニル)-3,4-ジフェニルチオフェン64g、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミン32g、金属銅粉10g、および無水炭酸カリウム20gをo-ジクロロベンゼン(200g)中、190で8時間攪拌した。反応混合物を100に冷却後、熱濾過した後、濾液にメタノール(400g)を加え、析出した淡黄色の固体を濾過、乾燥した。この固体をアルミナカラムクロマトグラフィー(溶出液:トルエン)で処理し、2-[4'-[N,N-ジ(4"-フェニルフェニル)アミノ]フェ

ニル]-5-(4"-'-ヨ-ドフェニル)-3,4-ジフェニルチオフェンを32g得た。さらに、窒素雰囲気下で、この化合物8.3g、カルバゾール2.0g、金属銅粉2g、および無水炭酸カリウム5gをo-ジクロロベンゼン(30g)中、190で15時間攪拌した。反応混合物を100に冷却後、熱濾過した後、濾液にメタノール(100g)を加え、析出した淡黄色の固体を濾過、乾燥した。この固体をアルミナカラムクロマトグラフィー(溶出液:トルエン)で精製した後、さらに、減圧下(10^{-6} torr)で昇華精製(270)し、淡黄色の固体として、例示化合物番号1の化合物を4.4g得た。ガラス転移温度142であった。

【0060】実施例2 例示化合物番号6の化合物の製造

実施例1において、カルバゾールを使用する代わりに、3,6-ジメチルカルバゾールを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号6の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度144であった。

20 【0061】実施例3 例示化合物番号9の化合物の製造

実施例1において、カルバゾールを使用する代わりに、フェノキサジンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号9の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度132であった。

【0062】実施例4 例示化合物番号11の化合物の製造

実施例1において、カルバゾールを使用する代わりに、フェノチアジンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号11の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度131であった。

【0063】実施例5 例示化合物番号15の化合物の製造

窒素雰囲気下で、2,5-ビス(4'-ヨードフェニル)-3,4-ジフェニルチオフェン64g、N-(4-フェニルフェニル)-N-(3'-フェニルフェニル)アミン32g、金属銅粉10g、および無水炭酸カリウム20gをo-ジクロロベンゼン(200g)中、190で8時間攪拌した。反応混合物を100に冷却後、熱濾過した後、濾液にメタノール(400g)を加え、析出した淡黄色の固体を濾過、乾燥した。この固体をアルミナカラムクロマトグラフィー(溶出液:トルエン)で処理し、2-[4'-[N-(4"-フェニルフェニル)-N-(3"-'-フェニルフェニル)アミノ]フェニル]-5-(4"-'-ヨ-ドフェニル)-3,4-ジフェニルチオフェンを30g得た。さらに、窒素雰囲気下で、この化合物8.3g、フェノキサジン2.0g、金属銅粉2g、および無水炭酸カリウム5gをo-ジクロロベンゼン(30g)中、190で15時間攪拌した。反応混合物を100に冷却後、熱濾過

した後、濾液にメタノール(100g)を加え、析出した淡黄色の固体を濾過、乾燥した。この固体をアルミナカラムクロマトグラフィー(溶出液:トルエン)で精製した後、さらに、減圧下(10⁻⁶ torr)で昇華精製(270)し、淡黄色の固体として、例示化合物番号15の化合物を4.8g得た。ガラス転移温度130であった。

【0064】実施例6 例示化合物番号25の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N,N-ジ(3-フェニルフェニル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号25の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度132であった。

【0065】実施例7 例示化合物番号49の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N-(1-ナフチル)-N-(4'-フェニルフェニル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号49の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度139であった。

【0066】実施例8 例示化合物番号61の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N-(2-ナフチル)-N-(4'-フェニルフェニル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号61の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度138であった。

【0067】実施例9 例示化合物番号69の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N-(1-ナフチル)-N-(3'-フェニルフェニル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号69の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度135であった。

【0068】実施例10 例示化合物番号77の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N-(2-ナフチル)-N-(3'-フェニルフェニル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号77の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度133であった。

【0069】実施例11 例示化合物番号101の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N,N-ジ(1-ナフチル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号101の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度140であった。

【0070】実施例12 例示化合物番号109の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N-(1-ナフチル)-N-(2'-ナフチル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号109の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度138であった。

【0071】実施例13 例示化合物番号111の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N-(4-フェニル-1-ナフチル)-N-(2'-ナフチル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号109の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度155であった。

【0072】実施例14 例示化合物番号117の化合物の製造

実施例1において、N,N-ジ(4-フェニルフェニル)アミンを使用する代わりに、N,N-ジ(2-ナフチル)アミンを使用した以外は、実施例1に記載の方法に従い、例示化合物番号117の化合物を淡黄色の固体として製造した。ガラス転移温度138であった。

【0073】応用例1

厚さ200nmのITO透明電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセトン、エタノールを用いて超音波洗浄した。その基板を窒素ガスを用いて乾燥し、さらにUV/オゾン洗浄した後、蒸着装置の基板ホルダーに固定した後、蒸着槽を3×10⁻⁶Torrに減圧した。まず、ITO透明電極上に、例示化合物番号1の化合物を、蒸着速度0.2nm/secで75nmの厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。次いで、その上に、トリス(8-キノリノラート)アルミニウムを、蒸着速度0.2nm/secで50nmの厚さに蒸着し、電子注入輸送層を兼ねた発光層とした。さらにその上に、陰極として、マグネシウムと銀を蒸着速度0.2nm/secで200nmの厚さに共蒸着(重量比10:1)して陰極とし、有機電界発光素子を作製した。尚、蒸着は、蒸着槽の減圧状態を保ったまま実施した。作製した有機電界発光素子に直流電圧を印加し、50、乾燥雰囲気下、10mA/cm²の定電流密度で連続駆動させた。初期には、6.5V、輝度480cd/m²の緑色の発光が確認された。輝度の半減期は760時間であった。

【0074】応用例2~5

応用例1において、正孔注入輸送層の形成に際して、例示化合物番号1の化合物を使用する代わりに、例示化

物番号15の化合物(応用例2)、例示化合物番号49の化合物(応用例3)、例示化合物番号69の化合物(応用例4)、例示化合物番号101の化合物(応用例5)を使用した以外は、応用例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。各素子からは緑色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を(第1表)に示した。

【0075】比較例1~3

応用例1において、正孔注入輸送層の形成に際して、例示化合物番号1の化合物を使用する代わりに、4,4'-ビス[N-フェニル-N-(3'-メチルフェニル)アミノ]ピフェニル(比較例1)、2-[4'-(N-カルバゾリル)フェニル]-5-[4''-[N'-フェニル-N'-(4'''-フェニルフェニル)アミノ]フェニル]-3,4-ジフェニルチオフェン(比較例2)、2-[4'-(N-フェノキサジニル)フェニル]-5-[4''-[N'-フェニル-N'-(2'''-ナフチル)アミノ]フェニル]-3,4-ジフェニルチオフェン(比較例3)を使用した以外は、応用例1に記載の方法により有機電界発光素子を作製した。各素子からは緑色の発光が確認された。さらにその特性を調べ、結果を(第1表)に示した。

【0076】

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷
// C09K 11/06

識別記号
690

F I
C09K 11/06

テ-マコード(参考)

690

(72)発明者 田辺 良満
千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内

(72)発明者 戸谷 由之
千葉県袖ヶ浦市長浦580-32 三井化学株式会社内

Fターム(参考) 3K007 AB02 AB11 DB03
4C063 AA01 BB06 CC92 DD08 DD54
DD64 EE05 EE10

*【表1】

第1表

有機電界発光素子	初期特性(50℃)		半減期(50℃)(hr)
	輝度(c d/m ²)	電圧(V)	
応用例2	470	6.7	760
応用例3	460	6.4	750
応用例4	460	6.4	750
応用例5	480	6.5	760
比較例1	300	6.6	5
比較例2	440	6.6	140
比較例3	430	6.5	170

【0077】

【発明の効果】本発明により、新規なアミン化合物を提供することが可能になった。特に、有機電界発光素子用の正孔注入輸送材料として優れた特性を有するアミン化合物を提供することが可能になった。

专利名称(译)	胺化合物		
公开(公告)号	JP2003238564A	公开(公告)日	2003-08-27
申请号	JP2002037157	申请日	2002-02-14
[标]申请(专利权)人(译)	三井化学株式会社		
申请(专利权)人(译)	三井化学株式会社		
[标]发明人	中塚正勝 島村武彦 石田努 田辺良満 戸谷由之		
发明人	中塚 正勝 島村 武彦 石田 努 田辺 良満 戸谷 由之		
IPC分类号	H01L51/50 C07D409/10 C07D413/10 C07D417/10 C09K11/06 H05B33/14 H05B33/22		
FI分类号	C07D409/10 C07D413/10 C07D417/10 H05B33/14.A H05B33/22.D C09K11/06.690		
F-TERM分类号	3K007/AB02 3K007/AB11 3K007/DB03 4C063/AA01 4C063/BB06 4C063/CC92 4C063/DD08 4C063/DD54 4C063/DD64 4C063/EE05 4C063/EE10 3K107/AA01 3K107/CC21 3K107/DD71 3K107/DD78		
其他公开文献	JP4132859B2		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供一种适用于有机电致发光器件的空穴注入/传输材料的新型胺化合物。通式(1)表示的胺化合物。[化学1] (式中，X表示取代或未取代的-N-咪唑基，取代或未取代的-N-苯恶嗪基，或者取代或未取代的-N-吩噻嗪基，Ar1和Ar2分别独立地表示取代或未取代的联苯基或取代或未取代的萘基)

【化1】

