

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2018-510495

(P2018-510495A)

(43) 公表日 平成30年4月12日 (2018.4.12)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H O 1 L 51/50 (2006.01)	H O 5 B 33/14 B	3 K 1 0 7
C O 7 D 403/10 (2006.01)	H O 5 B 33/22 B	4 C O 6 3
	C O 7 D 403/10 C S P	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 41 頁)

(21) 出願番号	特願2017-538980 (P2017-538980)	(71) 出願人	509266480
(86) (22) 出願日	平成28年1月21日 (2016.1.21)		ローム・アンド・ハース・エレクトロニッ
(85) 翻訳文提出日	平成29年7月24日 (2017.7.24)		ク・マテリアルズ・コリア・リミテッド
(86) 国際出願番号	PCT/KR2016/000666		大韓民国 331-980 チュンチョン
(87) 国際公開番号	W02016/129819		ナムード チョナンシー ソブクーク 3
(87) 国際公開日	平成28年8月18日 (2016.8.18)		コンダン 1-ロ 56
(31) 優先権主張番号	10-2015-0021675	(74) 代理人	110000589
(32) 優先日	平成27年2月12日 (2015.2.12)		特許業務法人センダ国際特許事務所
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)	(72) 発明者	ヒーリョン・カン
(31) 優先権主張番号	10-2016-0002161		大韓民国 18449 キョンギード フ
(32) 優先日	平成28年1月7日 (2016.1.7)		ァソンシー サムスン 1-ロ 5-ジル
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)		20

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 有機電界発光化合物及びそれを含む有機電界発光デバイス

(57) 【要約】

本発明は、有機電界発光化合物及びそれを含む有機電界発光デバイスに関する。本発明に従った有機電界発光化合物は、発光層または電子緩衝層中に含まれ得、低い駆動電圧、優れた電流及び電力効率、ならびに大幅に改善された動作寿命を有する有機電界発光デバイスを製作するに有効である。

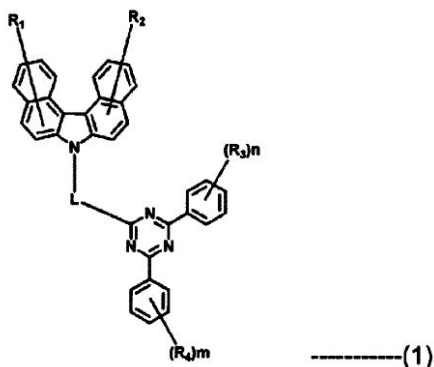
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

以下の式 1 により表される有機電界発光化合物であって、

【化 1】



式中、

L は、置換もしくは非置換の (C 6 - C 3 0) アリーレンを表し、

R₁ ~ R₄ は、それぞれ独立して、水素、重水素、ハロゲン、シアノ、置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルキル、置換もしくは非置換の (C 6 - C 3 0) アリール、置換もしくは非置換の 3 ~ 3 0 員ヘテロアリール、置換もしくは非置換の (C 3 - C 3 0) シクロアルキル、置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルコキシ、置換もしくは非置換のトリ (C 1 - C 3 0) アルキルシリル、置換もしくは非置換のジ (C 1 - C 3 0) アルキル (C 6 - C 3 0) アリールシリル、置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルキルジ (C 6 - C 3 0) アリールシリル、置換もしくは非置換のトリ (C 6 - C 3 0) アリールシリル、置換もしくは非置換のモノもしくはジ (C 1 - C 3 0) アルキルアミノ、置換もしくは非置換のモノもしくはジ (C 6 - C 3 0) アリールアミノ、または置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルキル (C 6 - C 3 0) アリールアミノを表すか、あるいは、隣接する置換基 (複数可) に連結して、窒素、酸素、及び硫黄から選択される少なくとも 1 個のヘテロ原子で炭素原子 (複数可) が置換され得る、置換または非置換の、単環式または多環式の、(C 3 - C 3 0) 脂環式環または芳香族環を形成し、

前記ヘテロアリールは、B、N、O、S、Si、及び P から選択される少なくとも 1 個のヘテロ原子を含有し、

n 及び m は、0 ~ 3 の整数を表す、有機電界発光化合物。

【請求項 2】

R₁ ~ R₄ 中、前記置換された (C 1 - C 3 0) アルキル、前記置換された (C 6 - C 3 0) アリール、前記置換された 3 ~ 3 0 員ヘテロアリール、前記置換された (C 3 - C 3 0) シクロアルキル、前記置換された (C 1 - C 3 0) アルコキシ、前記置換されたトリ (C 1 - C 3 0) アルキルシリル、前記置換されたジ (C 1 - C 3 0) アルキル (C 6 - C 3 0) アリールシリル、前記置換された (C 1 - C 3 0) アルキルジ (C 6 - C 3 0) アリールシリル、前記置換されたトリ (C 6 - C 3 0) アリールシリル、前記置換されたモノまたはジ (C 1 - C 3 0) アルキルアミノ、前記置換されたモノまたはジ (C 6 - C 3 0) アリールアミノ、前記置換された (C 1 - C 3 0) アルキル (C 6 - C 3 0) アリールアミノ、及び前記置換された単環式または多環式の、(C 3 - C 3 0) 脂環式環または芳香族環の前記置換基は、それぞれ独立して、重水素、ハロゲン、シアノ、カルボキシル、ニトロ、ヒドロキシル、(C 1 - C 3 0) アルキル、ハロ (C 1 - C 3 0) アルキル、(C 2 - C 3 0) アルケニル、(C 2 - C 3 0) アルキニル、(C 1 - C 3 0) アルコキシ、(C 1 - C 3 0) アルキルチオ、(C 3 - C 3 0) シクロアルキル、(C 3 - C 3 0) シクロアルケニル、3 ~ 7 員ヘテロシクロアルキル、(C 6 - C 3 0) アリールオキシ、(C 6 - C 3 0) アリールチオ、非置換または (C 6 - C 3 0) アリールで置換された 5 ~ 3 0 員ヘテロアリール、非置換または 5 ~ 3 0 員ヘテロアリールで置換された (C 6 - C 3 0) アリール、トリ (C 1 - C 3 0) アルキルシリル、トリ (C 6 - C 3 0)

アリーールシリル、ジ(C 1 - C 3 0)アルキル(C 6 - C 3 0)アリーールシリル、(C 1 - C 3 0)アルキルジ(C 6 - C 3 0)アリーールシリル、アミノ、モノまたはジ(C 1 - C 3 0)アルキルアミノ、モノまたはジ(C 6 - C 3 0)アリーールアミノ、(C 1 - C 3 0)アルキル(C 6 - C 3 0)アリーールアミノ、(C 1 - C 3 0)アルキルカルボニル、(C 1 - C 3 0)アルコキシカルボニル、(C 6 - C 3 0)アリーールカルボニル、ジ(C 6 - C 3 0)アリーールボロニル、ジ(C 1 - C 3 0)アルキルボロニル、(C 1 - C 3 0)アルキル(C 6 - C 3 0)アリーールボロニル、(C 6 - C 3 0)アリーール(C 1 - C 3 0)アルキル、及び(C 1 - C 3 0)アルキル(C 6 - C 3 0)アリーールからなる群から選択される少なくとも1つである、請求項1に記載の有機電界発光化合物。

【請求項3】

Lは、置換または非置換の(C 6 - C 2 0)アリーレンを表し、R₁ ~ R₄は、それぞれ独立して、水素、または置換もしくは非置換の(C 6 - C 2 0)アリーールを表すか、あるいは、隣接する置換基(複数可)に連結して、窒素、酸素、及び硫黄から選択される少なくとも1個のヘテロ原子で炭素原子(複数可)が置換され得る、置換または非置換の、単環式または多環式の、(C 6 - C 2 0)脂環式環または芳香族環を形成する、請求項1に記載の有機電界発光化合物。

【請求項4】

Lは、非置換または(C 1 - C 6)アルキルもしくは(C 6 - C 1 2)アリーールで置換された(C 6 - C 1 2)アリーレンを表し、R₁ ~ R₄は、それぞれ独立して、水素または非置換の(C 6 - C 1 2)アリーールを表すか、あるいは、隣接する置換基(複数可)に連結して、窒素、酸素、及び硫黄から選択される少なくとも1個のヘテロ原子で炭素原子(複数可)が置換され得る、非置換または(C 1 - C 6)アルキルもしくは(C 6 - C 1 2)アリーールで置換された単環式または多環式の、(C 6 - C 1 5)脂環式環または芳香族環を形成する、請求項1に記載の有機電界発光化合物。

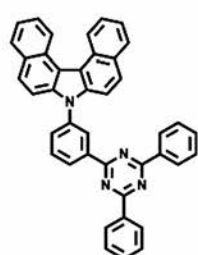
【請求項5】

式1により表される前記化合物は、以下からなる群から選択される、請求項1に記載の有機電界発光化合物。

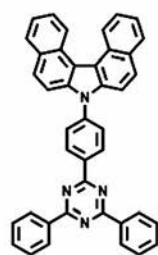
10

20

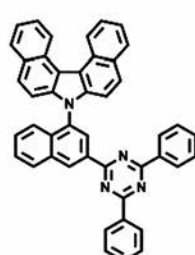
【化 2 - 1】



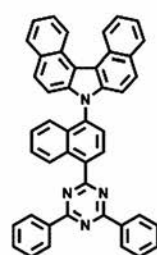
C-1



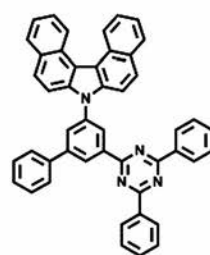
C-2



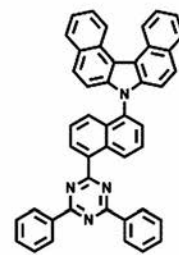
C-3



C-4

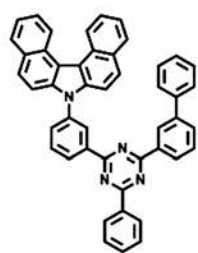


C-5

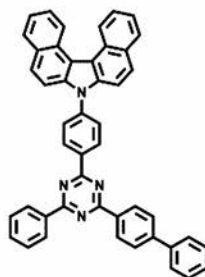


C-6

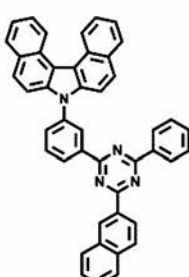
10



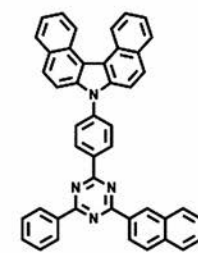
C-7



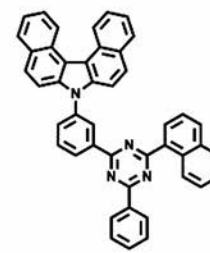
C-8



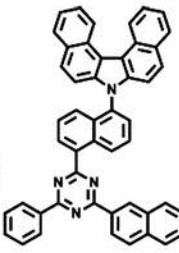
C-9



C-10

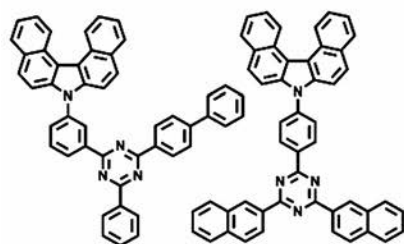


C-11

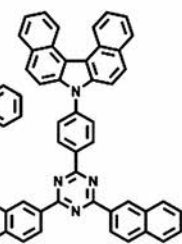


C-12

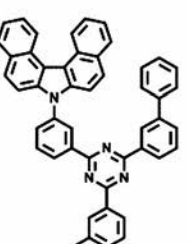
20



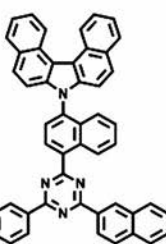
C-13



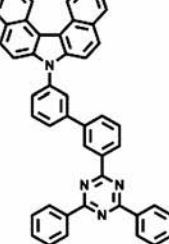
C-14



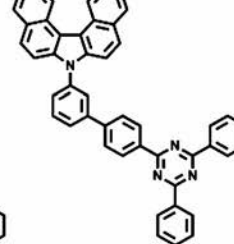
C-15



C-16

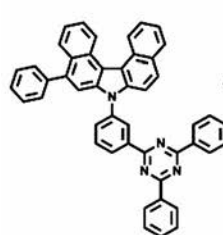


C-17

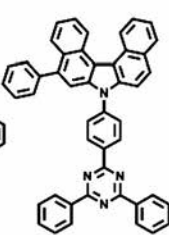


C-18

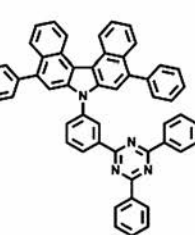
30



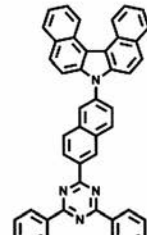
C-19



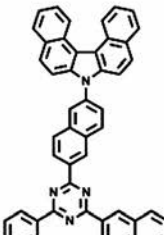
C-20



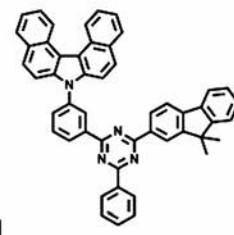
C-21



C-22

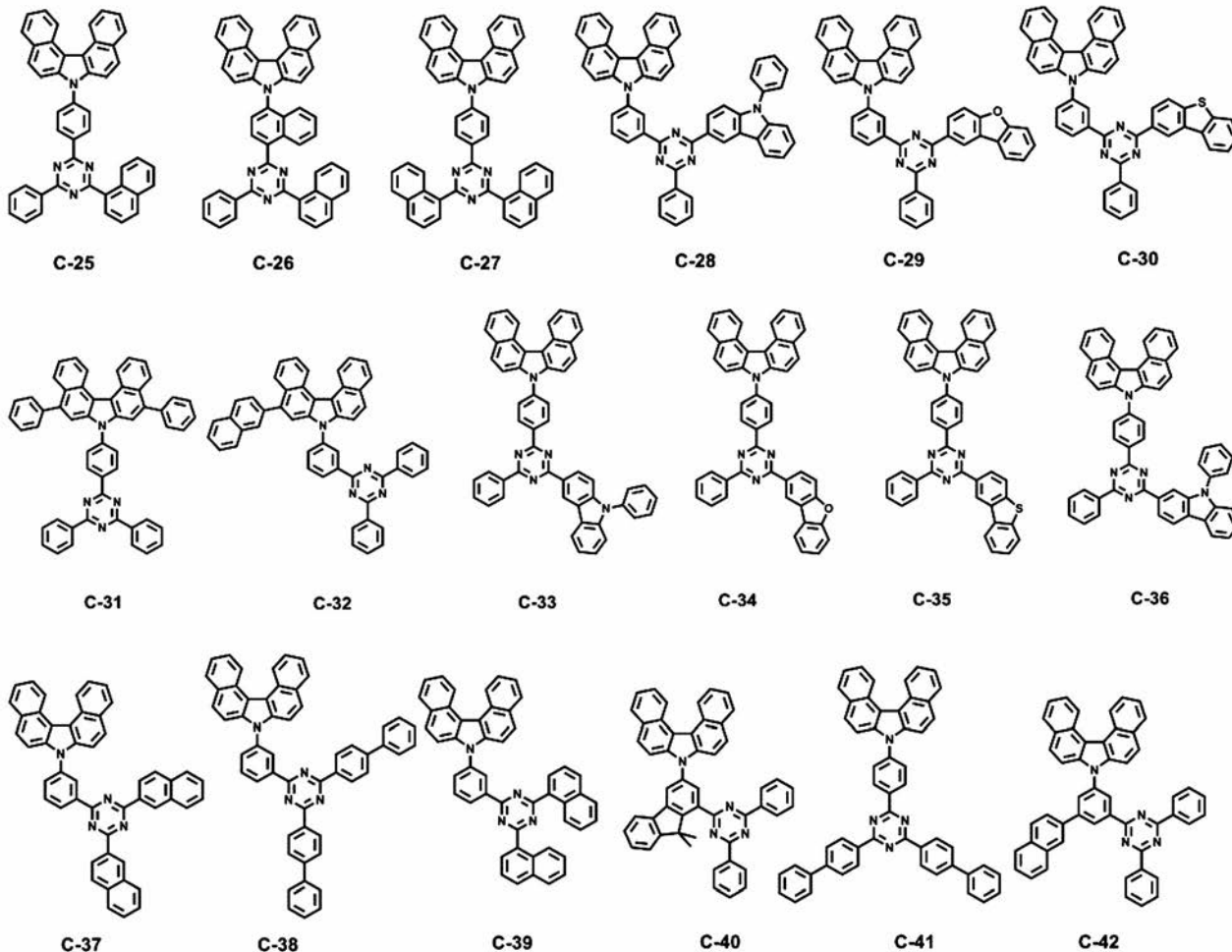


C-23



C-24

【化 2 - 2】



10

20

【請求項 6】

請求項 1 に記載の有機電界発光化合物を含む有機電界発光デバイス。

【請求項 7】

30

前記有機電界発光化合物は、電子緩衝層中に含まれる、請求項 6 に記載の有機電界発光デバイス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、有機電界発光化合物及びそれを含む有機電界発光デバイスに関する。

【背景技術】

【0002】

電界発光デバイス（EL デバイス）は、より広い視角、より優れたコントラスト比、及びより高速な応答時間を提供するという利点を有する、自己発光デバイスである。最初の有機 EL デバイスは、発光層を形成するための材料として芳香族ジアミン小分子とアルミニウム錯体とを用いることによって、Eastman Kodak によって開発された [Appl. Phys. Lett. 51, 913, 1987]。

40

【0003】

有機電界発光デバイスは、電気を有機電界発光材料に適用することにより、電気エネルギーを光に変化させるデバイスであり、概して、アノード、カソード、及びアノードとカソードとの間の有機層を含む構造を有する。有機 EL デバイスの有機層は、正孔注入層、正孔輸送層、電子阻止層、発光層（ホスト材料及びドープ材料を含む）、電子緩衝層、正孔阻止層、電子輸送層、電子注入層等で構成される場合があり、有機層のために使用される材料は、それらの機能によって、正孔注入材料、正孔輸送材料、電子阻止材料、発

50

光材料、電子緩衝材料、正孔阻止材料、電子輸送材料、電子注入材料等に分類される。有機 E L デバイスにおいては、電圧の適用により、正孔がアノードから発光層に注入され、電子がカソードから発光層に注入され、高エネルギーの励起子が正孔及び電子の再結合により形成される。このエネルギーにより有機発光化合物は励起状態に到達し、有機発光化合物の励起状態が基底状態に戻ることに起因するエネルギーにより光が発されるため、発光が生じる。

【 0 0 0 4 】

有機 E L デバイスにおいて発光効率を決定する最も重要な因子は、発光材料である。発光材料は、高い量子効率、高い電子及び正孔移動度を有しなければならない。かつ形成された発光材料層は、均一で安定していなければならない。発光材料は、発光の色に応じて青色、緑色、及び赤色発光材料に、加えて、黄色または橙色発光材料に分類される。加えて、発光材料はまた、それらの機能に応じて、ホスト材料及びドーパント材料に分類され得る。近年、高い効率及び長い寿命を提供する有機 E L デバイスの開発は、緊急課題である。具体的に、O L E D の中型または大型パネルに対する E L 特性要件を考慮すると、従来の材料よりも良好な特性を示す材料が緊急に開発されなければならない。固体状態での溶媒としての機能を果たし、エネルギーを移動させるホスト材料は、高い純度及び真空蒸着に適した分子量を有する必要がある。さらに、ホスト材料は、熱安定性を達成するための高いガラス転移温度及び高い熱分解温度、長い寿命を達成するための高い電気化学的安定性、非晶質薄膜を形成する容易さ、隣接する層の材料への良好な接着力、ならびに他の層への非移行性を有する必要がある。

10

20

【 0 0 0 5 】

これまで、蛍光ホスト材料がホスト材料として広く使用されてきた。青色蛍光ホスト材料に関して、4, 4'-ビス(2, 2'-ジフェニルビニル)-1, 1'-ビフェニル(D P V B i)を使用した I d e m i t s u K o s a n の青色発光材料系、及びジナフチルアントラセン及びテトラ(t-ブチル)ペリレンを使用した E a s t m a n K o d a k の青色発光材料系等が知られている。しかしながら、デバイスにおいて改善された特性を有する青色蛍光ホスト材料を開発するために、これまで多くの研究が実施されてきた。

【 0 0 0 6 】

韓国特許出願公開第 2 0 0 8 - 0 0 4 7 2 1 0 号は、アリール基がベンゾカルバゾールまたはジベンゾカルバゾール構造に結合される化合物、及びそれを含む有機 E L デバイスを開示する。韓国特許出願公開第 2 0 1 3 - 0 1 3 0 7 4 7 号は、2つ以上のカルバゾール誘導体残基及び窒素含有芳香族複素環からなる芳香族複素環誘導体、ならびにそれを含む有機 E L デバイスを開示する。加えて、韓国特許出願公開第 2 0 1 0 - 0 0 1 5 5 8 1 号は、窒素含有芳香族炭化水素基または芳香族複素環基がピリミジン環またはトリアジン環に結合される、有機電界発光化合物、及びそれを含む有機 E L デバイスを開示する。しかしながら、上記の参考文献に開示された化合物よりも優れた発光効率及び寿命特性を有する化合物の必要性が、絶えず表面化している。

30

【 0 0 0 7 】

したがって、上記の必要性を満たす化合物の取得に取り組んだ後、本発明者らは、有機 E L デバイスを製作により好適な、ジベンゾカルバゾール及びジアリールトリアジンがアリール基を介して結合される特定の構造の化合物が、従来の有機電界発光化合物と比較して効率及び寿命を改善したことを発見した。

40

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 8 】

本発明の目的は、優れた効率及び改善された寿命を有する有機電界発光デバイスを製作することができる、有機電界発光化合物を提供することである。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 9 】

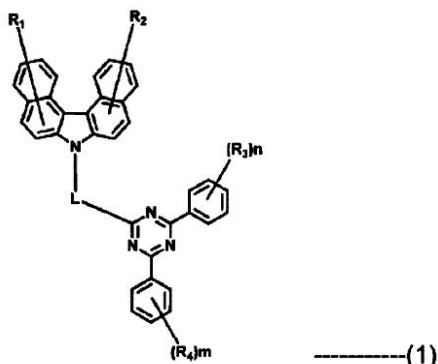
本発明者らは、上記の目的が、以下の式 1 によって表される有機電界発光化合物によっ

50

て達成され得ることを発見した。

【 0 0 1 0 】

【 化 1 】



10

【 0 0 1 1 】

式中、

L は、置換もしくは非置換の (C 6 - C 3 0) アリーレンを表し、

R₁ ~ R₄ は、それぞれ独立して、水素、重水素、ハロゲン、シアノ、置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルキル、置換もしくは非置換の (C 6 - C 3 0) アリール、置換もしくは非置換の 3 ~ 3 0 員ヘテロアリール、置換もしくは非置換の (C 3 - C 3 0) シクロアルキル、置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルコキシ、置換もしくは非置換のトリ (C 1 - C 3 0) アルキルシリル、置換もしくは非置換のジ (C 1 - C 3 0) アルキル (C 6 - C 3 0) アリールシリル、置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルキルジ (C 6 - C 3 0) アリールシリル、置換もしくは非置換のトリ (C 6 - C 3 0) アリールシリル、置換もしくは非置換のモノもしくはジ (C 1 - C 3 0) アルキルアミノ、置換もしくは非置換のモノもしくはジ (C 6 - C 3 0) アリールアミノ、または置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルキル (C 6 - C 3 0) アリールアミノを表すか、あるいは、隣接する置換基 (複数可) に連結して、窒素、酸素、及び硫黄から選択される少なくとも 1 個のヘテロ原子で炭素原子 (複数可) が置換され得る、置換または非置換の、単環式または多環式の、(C 3 - C 3 0) 脂環式環または芳香族環を形成し、

20

ヘテロアリールは、B、N、O、S、Si、及び P から選択される少なくとも 1 個のヘテロ原子を含有し、

30

n 及び m は、0 ~ 3 の整数を表す。

【 発 明 の 効 果 】

【 0 0 1 2 】

本発明の有機電界発光化合物を、発光層のホストとして使用することにより、効率及び寿命は、従来の有機電界発光化合物と比較して大幅に改善される。具体的に、高い輝度においてでさえ高い効率を維持し、かつ大幅に改善された寿命を有することにより、本発明の有機電界発光化合物は、高分解能に対する高まる需要を必要とする近年の傾向において、より好適な特性を示す。

40

【 発 明 を 実 施 す る た め の 形 態 】

【 0 0 1 3 】

以下、本発明が詳細に記載される。しかしながら、以下の記載は本発明の説明を目的とするものであり、決して本発明の範囲の制限を目的とするものではない。

【 0 0 1 4 】

本発明は、式 1 の有機電界発光化合物、この化合物を含む有機電界発光材料、及びこの材料を含む有機電界発光デバイスに関する。

【 0 0 1 5 】

上記の式 1 中、好ましくは、L は、置換または非置換の (C 6 - C 2 0) アリーレンを表し、R₁ ~ R₄ は、それぞれ独立して、水素、または置換もしくは非置換の (C 6 - C 2 0) アリールを表すか、あるいは、隣接する置換基 (複数可) に連結して、窒素、酸素

50

、及び硫黄から選択される少なくとも1個のヘテロ原子で炭素原子（複数可）が置換され得る、置換または非置換の、単環式または多環式の、（C₆-C₂₀）脂環式環または芳香族環を形成する。

【0016】

上記の式1中、より好ましくは、Lは、非置換または（C₁-C₆）アルキルもしくは（C₆-C₁₂）アリールで置換された（C₆-C₁₂）アリーレンを表し、R₁～R₄は、それぞれ独立して、水素または非置換の（C₆-C₁₂）アリールを表すか、あるいは、隣接する置換基（複数可）に連結して、窒素、酸素、及び硫黄から選択される少なくとも1個のヘテロ原子で炭素原子（複数可）が置換され得る、非置換または（C₁-C₆）アルキルもしくは（C₆-C₁₂）アリールで置換された単環式または多環式の、（C₆-C₁₅）脂環式環または芳香族環を形成する。

10

【0017】

本明細書において、「（C₁-C₃₀）アルキル」は、鎖を構成する1～30個の炭素原子を有する直鎖または分岐鎖アルキルを意味し、この中で炭素原子の数は好ましくは1～20個、より好ましくは1～10個であり、メチル、エチル、n-プロピル、イソプロピル、n-ブチル、イソブチル、tert-ブチル等が挙げられる。「（C₂-C₃₀）アルケニル」は、鎖を構成する2～30個の炭素原子を有する直鎖または分岐鎖アルケニルを意味し、この中で炭素原子の数は好ましくは2～20個、より好ましくは2～10個であり、ビニル、1-プロペニル、2-プロペニル、1-ブテニル、2-ブテニル、3-ブテニル、2-メチルブト-2-エニル等が挙げられる。「（C₂-C₃₀）アルキニル」は、鎖を構成する2～30個の炭素原子を有する直鎖または分岐鎖アルキニルを意味し、この中で炭素原子の数は好ましくは2～20個、より好ましくは2～10個であり、エチニル、1-プロピニル、2-プロピニル、1-ブチニル、2-ブチニル、3-ブチニル、1-メチルペン-2-イニル等が挙げられる。「（C₁-C₃₀）アルコキシ」は、鎖を構成する1～30個の炭素原子を有する直鎖または分岐鎖アルコキシを意味し、この中で炭素原子の数は好ましくは1～20個、より好ましくは1～10個であり、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、イソプロポキシ、1-エチルプロポキシ等が挙げられる。「（C₃-C₃₀）シクロアルキル」は、3～30個の環骨格炭素原子を有する単環式または多環式炭化水素であり、この中で炭素原子の数は好ましくは3～20個、より好ましくは3～7個であり、シクロプロピル、シクロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシル等が挙げられる。「5～7員ヘテロシクロアルキル」は、B、N、O、S、Si、及びP、好ましくはO、S、及びNから選択される少なくとも1個のヘテロ原子を含む、5～7個の環骨格原子を有するシクロアルキルであり、ピロリジン、チオラン、テトラヒドロピラン等が挙げられる。「（C₆-C₃₀）アリール（エン）」は、6～30個の環骨格炭素原子を有する芳香族炭化水素に由来する、単環式環または縮合環であり、この中で炭素原子の数は好ましくは6～20個、より好ましくは6～15個であり、フェニル、ビフェニル、テルフェニル、ナフチル、フルオレニル、フェナントレニル、アントラセニル、インデニル、トリフェニレニル、ピレニル、テトラセニル、ペリレニル、クリセニル、ナフタセニル、フルオランテニル等が挙げられる。「3～30員ヘテロアリール（エン）」は、3～30個の環骨格原子を有するアリールであり、この中で原子の数は、好ましくは3～20個、より好ましくは3～15個であり、B、N、O、S、Si、及びPからなる群から選択される少なくとも1個、好ましくは1～4個のヘテロ原子を含み、単環式環または少なくとも1つのベンゼン環と縮合した縮合環であり、部分的に飽和であり得、少なくとも1つのヘテロアリールまたはアリール基を単結合（複数可）によってヘテロアリール基に連結させることによって形成されるものであり得、フリル、チオフェニル、ピロリル、イミダゾリル、ピラゾリル、チアゾリル、チアジアゾリル、イソチアゾリル、イソオキサゾリル、オキサゾリル、オキサジアゾリル、トリアジニル、テトラジニル、トリアゾリル、テトラゾリル、フラザニル、ピリジニル、ピラジニル、ピリミジニル、ピリダジニル等を含む単環式環型ヘテロアリール、ならびにベンゾフラニル、ベンゾチオフェニル、イソベンゾフラニル、ジベンゾフラニル、ジベンゾチオフェニル、ベンゾイミダゾリル、ベンゾチ

20

30

40

50

アゾリル、ベンゾイソチアゾリル、ベンゾイソオキサゾリル、ベンゾオキサゾリル、イソインドリル、インドリル、インダゾリル、ベンゾチアジアゾリル、キノリル、イソキノリル、シノリニル、キナゾリニル、キノキサリニル、カルバゾリル、フェノキサジニル、フェナントリジニル、ベンゾジオキサソリル等を含む縮合環型ヘテロアリールが挙げられる。さらに、「ハロゲン」としては、F、Cl、Br、及びIが挙げられる。

【0018】

本明細書において、「置換もしくは非置換の」という表現における「置換」とは、ある特定の官能基内の水素原子が、別の原子または基、すなわち置換基で置換されることを意味する。本発明において、式1の $R_1 \sim R_4$ 中、置換された(C1 - C30)アルキル、置換された(C6 - C30)アリール、置換された3 ~ 30員ヘテロアリール、置換された(C3 - C30)シクロアルキル、置換された(C1 - C30)アルコキシ、置換されたトリ(C1 - C30)アルキルシリル、置換されたジ(C1 - C30)アルキル(C6 - C30)アリールシリル、置換された(C1 - C30)アルキルジ(C6 - C30)アリールシリル、置換されたトリ(C6 - C30)アリールシリル、置換されたモノまたはジ(C1 - C30)アルキルアミノ、置換されたモノまたはジ(C6 - C30)アリールアミノ、置換された(C1 - C30)アルキル(C6 - C30)アリールアミノ、及び置換された単環式または多環式の、(C3 - C30)脂環式環または芳香族環の置換基は、それぞれ独立して、重水素、ハロゲン、シアノ、カルボキシル、ニトロ、ヒドロキシル、(C1 - C30)アルキル、ハロ(C1 - C30)アルキル、(C2 - C30)アルケニル、(C2 - C30)アルキニル、(C1 - C30)アルコキシ、(C1 - C30)アルキルチオ、(C3 - C30)シクロアルキル、(C3 - C30)シクロアルケニル、3 ~ 7員ヘテロシクロアルキル、(C6 - C30)アリールオキシ、(C6 - C30)アリールチオ、非置換または(C6 - C30)アリールで置換された5 ~ 30員ヘテロアリール、非置換または5 ~ 30員ヘテロアリールで置換された(C6 - C30)アリール、トリ(C1 - C30)アルキルシリル、トリ(C6 - C30)アリールシリル、ジ(C1 - C30)アルキル(C6 - C30)アリールシリル、(C1 - C30)アルキルジ(C6 - C30)アリールシリル、アミノ、モノまたはジ(C1 - C30)アルキルアミノ、モノまたはジ(C6 - C30)アリールアミノ、(C1 - C30)アルキル(C6 - C30)アリールアミノ、(C1 - C30)アルキルカルボニル、(C1 - C30)アルコキシカルボニル、(C6 - C30)アリールカルボニル、ジ(C6 - C30)アリールボロニル、ジ(C1 - C30)アルキルボロニル、(C1 - C30)アルキル(C6 - C30)アリールボロニル、(C6 - C30)アリール(C1 - C30)アルキル、及び(C1 - C30)アルキル(C6 - C30)アリールからなる群から選択される少なくとも1つである。

【0019】

式1により表される有機電界発光化合物は、以下の化合物を含むがこれらに限定されない。

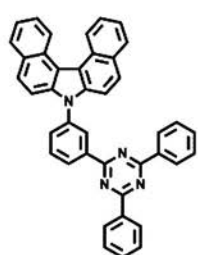
【0020】

10

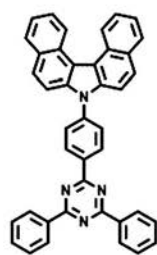
20

30

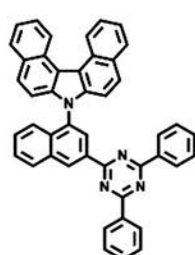
【化 2 - 1】



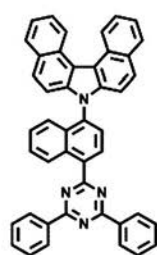
C-1



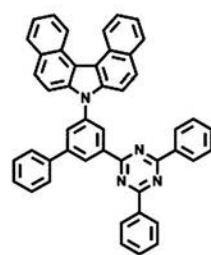
C-2



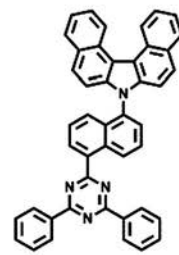
C-3



C-4

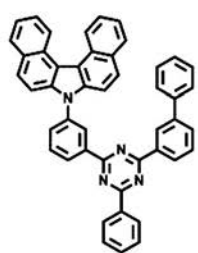


C-5

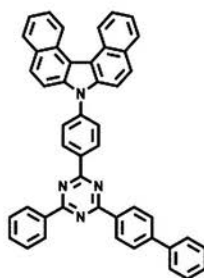


C-6

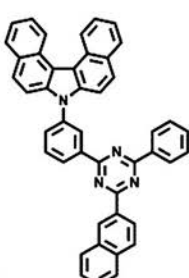
10



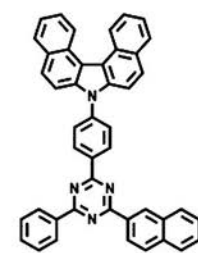
C-7



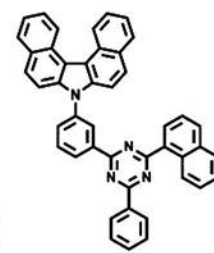
C-8



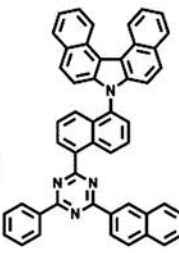
C-9



C-10

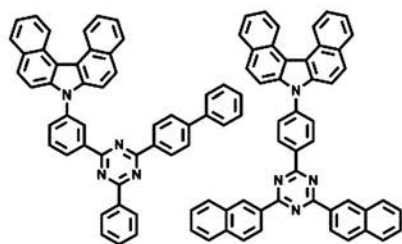


C-11

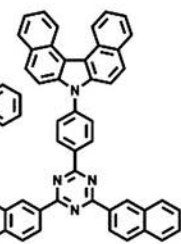


C-12

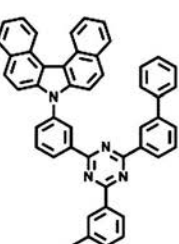
20



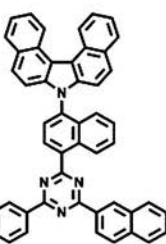
C-13



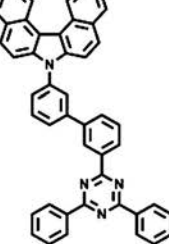
C-14



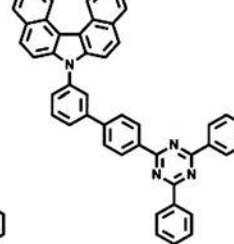
C-15



C-16

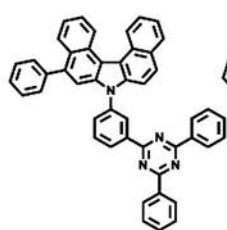


C-17

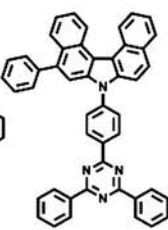


C-18

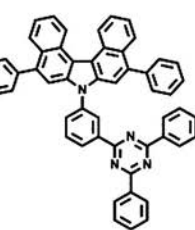
30



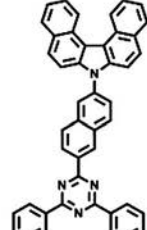
C-19



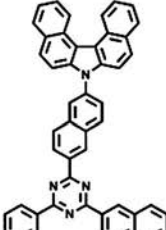
C-20



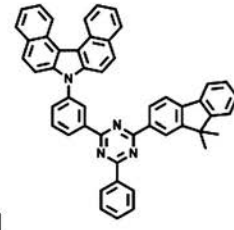
C-21



C-22

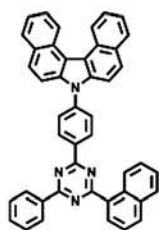


C-23

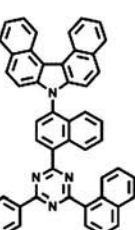


C-24

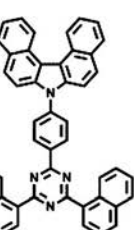
40



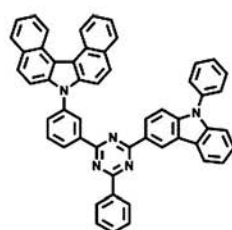
C-25



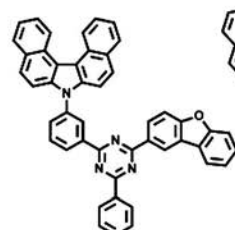
C-26



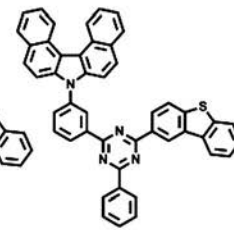
C-27



C-28



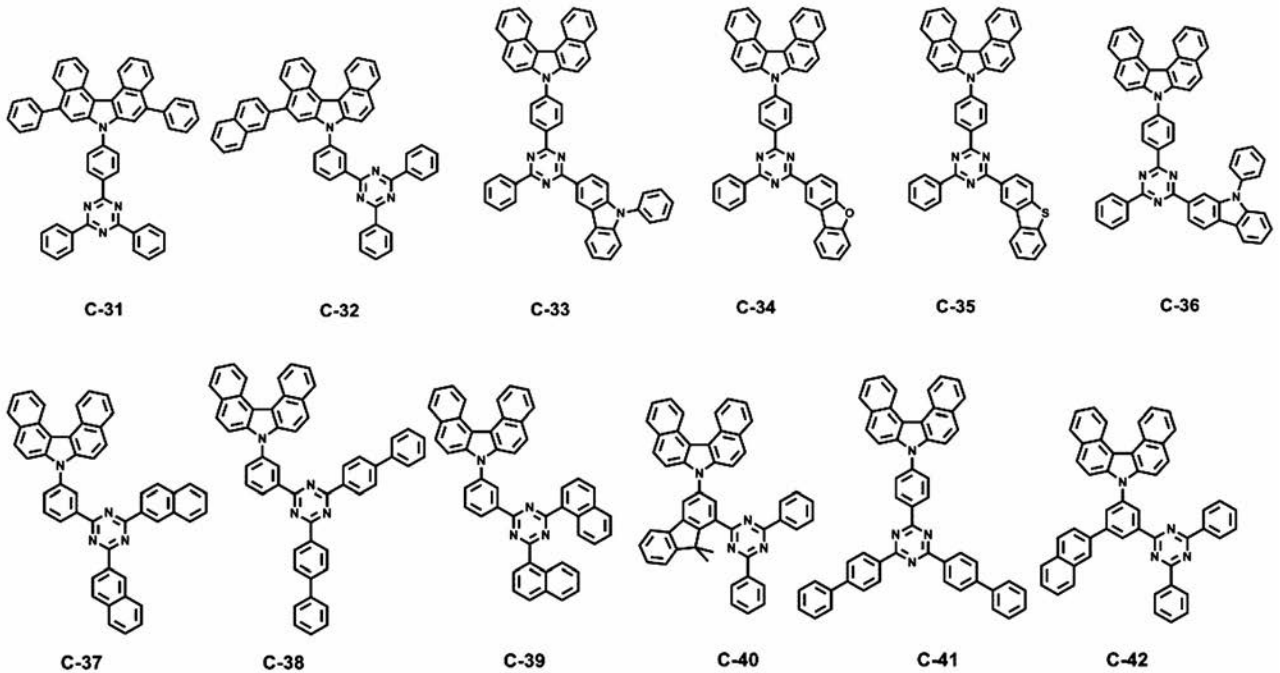
C-29



C-30

【 0 0 2 1】

【化 2 - 2】



10

【 0 0 2 2】

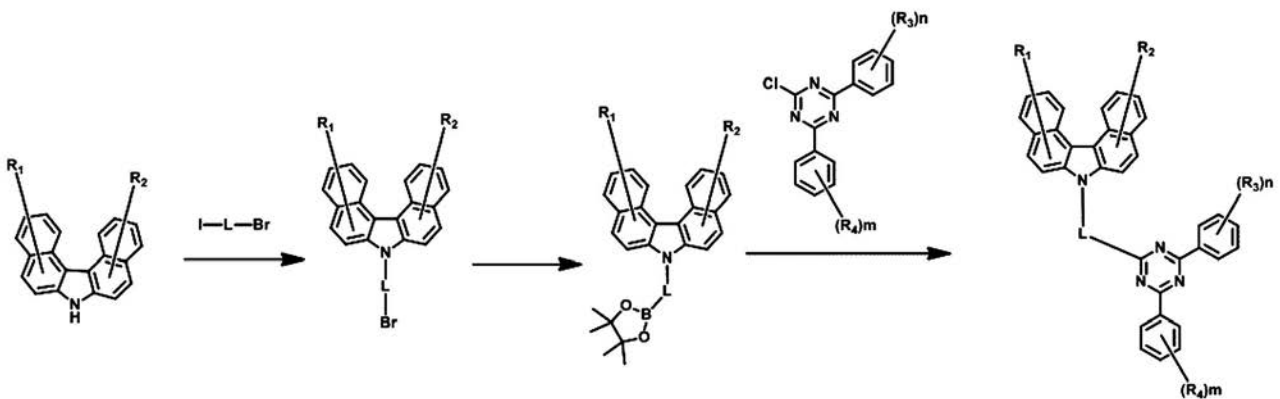
20

本発明の有機電界発光化合物は、当業者に既知の合成方法により調製され得る。例えば、それは、以下の反応スキームに従って調製され得る。

【 0 0 2 3】

【化 3】

[反応スキーム 1]



30

【 0 0 2 4】

式中、L、 $R_1 \sim R_4$ 、m、及びnは、式1で定義される通りである。

【 0 0 2 5】

40

本発明は、式1の有機電界発光化合物を含む有機電界発光材料及びこの材料を含む有機電界発光デバイスを提供する。

【 0 0 2 6】

上記の材料は、本発明に従った有機電界発光化合物単独で構成され得るか、または有機電界発光材料において一般的に使用される従来の材料をさらに含むことができる。

【 0 0 2 7】

有機電界発光デバイスは、第1の電極、第2の電極、及び第1の電極と第2の電極との間の少なくとも1つの有機層を備える。有機層は、式1の少なくとも1つの有機電界発光化合物を含んでもよい。

【 0 0 2 8】

50

第 1 及び第 2 の電極のうち一方はアノードであり得、他方はカソードであり得る。有機層は発光層を含み、正孔注入層、正孔輸送層、電子輸送層、電子緩衝層、電子注入層、中間層、正孔阻止層、及び電子阻止層からなる群から選択される少なくとも 1 つの層をさらに含んでもよい。

【 0 0 2 9 】

本発明の式 1 の有機電界発光化合物は、ホスト材料として発光層中に含まれ得るか、または電子緩衝層中に含まれ得る。好ましくは、発光層は、少なくとも 1 つのドーパントを含んでもよい。必要に応じて、式 1 の有機電界発光化合物以外の化合物は、第 2 のホスト材料として含まれ得る。

【 0 0 3 0 】

本発明の別の実施形態は、有機電界発光デバイスを製作するための材料を提供する。材料は、第 1 のホスト材料と第 2 のホスト材料とを含み、第 1 のホスト材料は、本発明の有機電界発光化合物を含む。本明細書において、第 2 のホスト材料に対する第 1 のホスト材料の重量比は、1 : 99 ~ 99 : 1 の範囲内である。

【 0 0 3 1 】

第 2 のホスト材料は、既知のリン光性ホストのうちのいずれかであってもよい。好ましくは、化合物は、以下の式 2 ~ 6 の化合物からなる群から選択されてもよい。

【 0 0 3 2 】

【化 4】



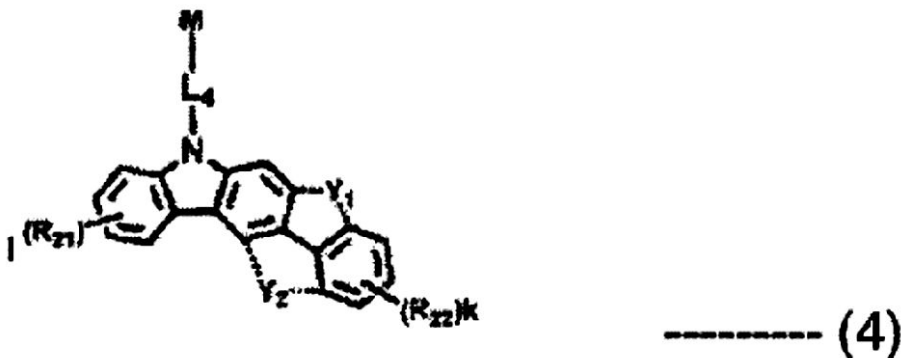
【 0 0 3 3 】

【化 5】



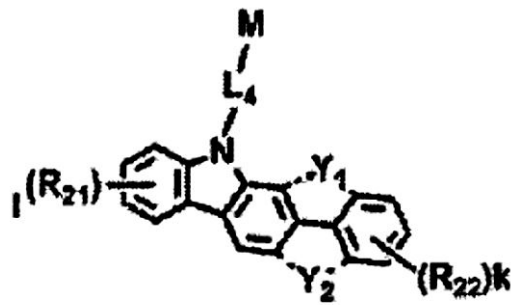
【 0 0 3 4 】

【化 6】



【 0 0 3 5 】

【化 7】

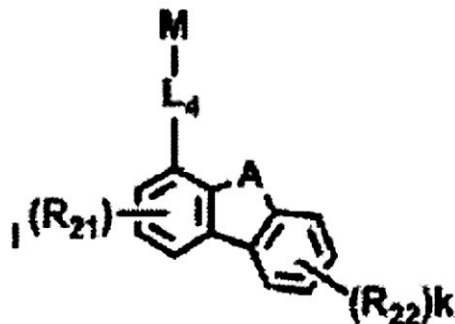


----- (5)

10

【 0 0 3 6 】

【化 8】



----- (6)

20

【 0 0 3 7 】

式中、C_zは、以下の構造を表し、

【 0 0 3 8 】

【化 9】



30

【 0 0 3 9 】

Aは、-O-または-S-を表し、

R₂₁ ~ R₂₄は、それぞれ独立して、水素、重水素、ハロゲン、置換もしくは非置換の(C₁ - C₃₀)アルキル、非置換の(C₆ - C₃₀)アリーの置換されたもの、置換もしくは非置換の5 ~ 30員ヘテロアールを表すか、または-SiR₂₅R₂₆R₂₇、R₂₅ ~ R₂₇は、それぞれ独立して、置換もしくは非置換の(C₁ - C₃₀)アルキル、もしくは置換もしくは非置換の(C₆ - C₃₀)アールを表し、

40

L₄は、単結合、置換もしくは非置換の(C₆ - C₃₀)アール、または置換もしくは非置換の5 ~ 30員ヘテロアールを表し、

Mは、置換もしくは非置換の(C₆ - C₃₀)アール、または置換もしくは非置換の5 ~ 30員ヘテロアールを表し、

Y₁及びY₂は、それぞれ独立して、-O-、-S-、-N(R₄₁)-、または-C(R₄₂)(R₄₃)-を表し、ただし、Y₁及びY₂が同時に存在しないことを条件とし、

R₄₁ ~ R₄₃は、それぞれ独立して、置換もしくは非置換の(C₁ - C₃₀)アルキ

50

ル、置換もしくは非置換の(C₆ - C₃₀)アリール、または置換もしくは非置換の5 ~ 30員ヘテロアリールを表し、R₄₂及びR₄₃は、同じでも異なってもよく、

i 及び j は、それぞれ独立して、1 ~ 3の整数を表し、

k、l、m、及び n は、それぞれ独立して、0 ~ 4の整数を表し、

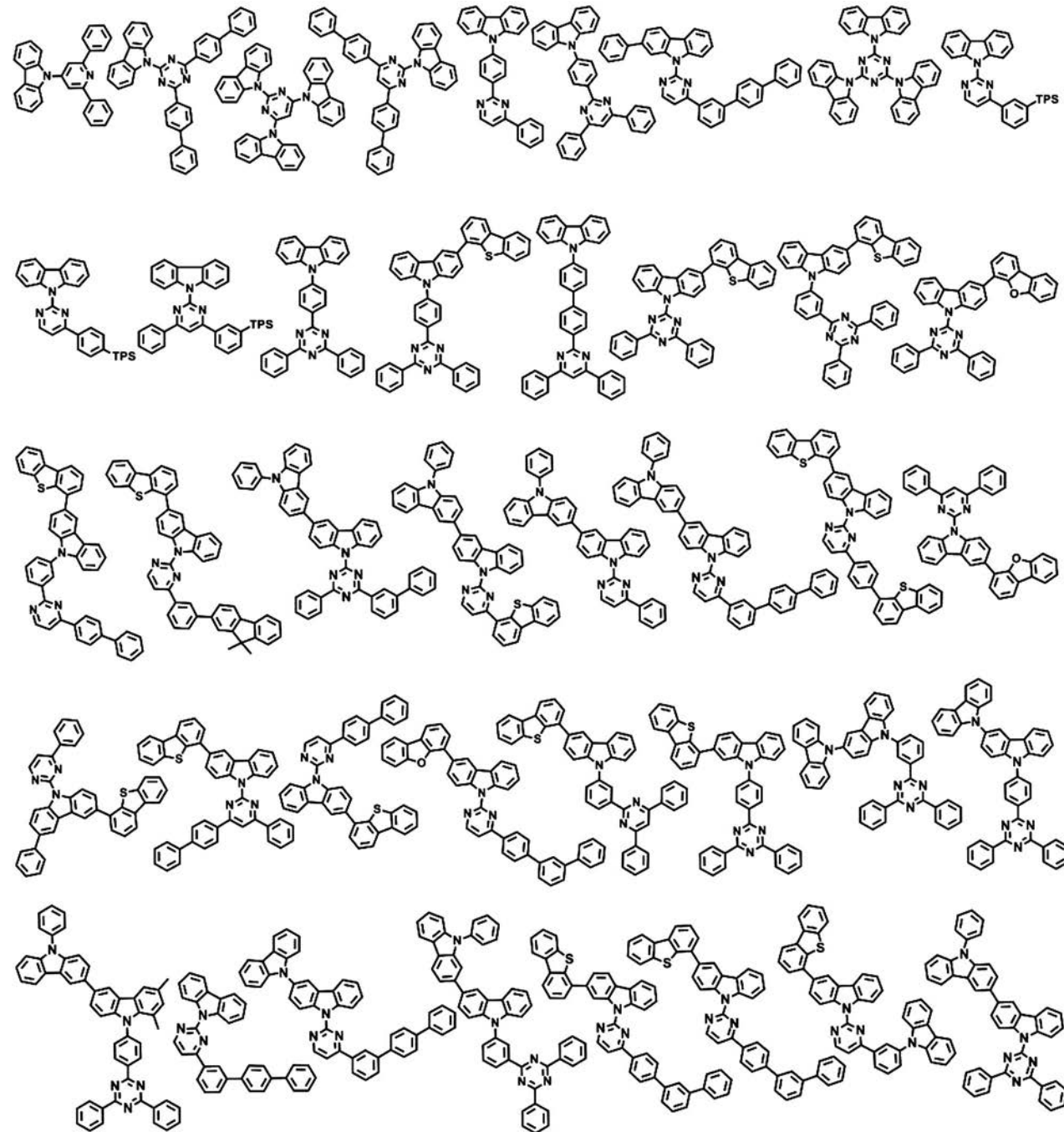
ここで、i、j、k、l、m、または n は、2以上の整数であり、各(C_z - L₄)、各(C_z)、各R₂₁、各R₂₂、各R₂₃、または各R₂₄は、同じでも異なってもよい。

【0040】

具体的には、第2のホスト材料の好ましい例は、以下の通りである。

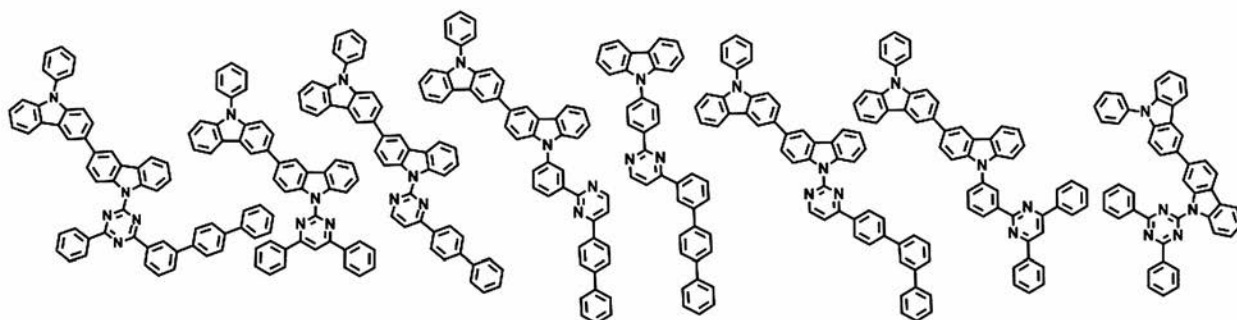
【0041】

【化10-1】

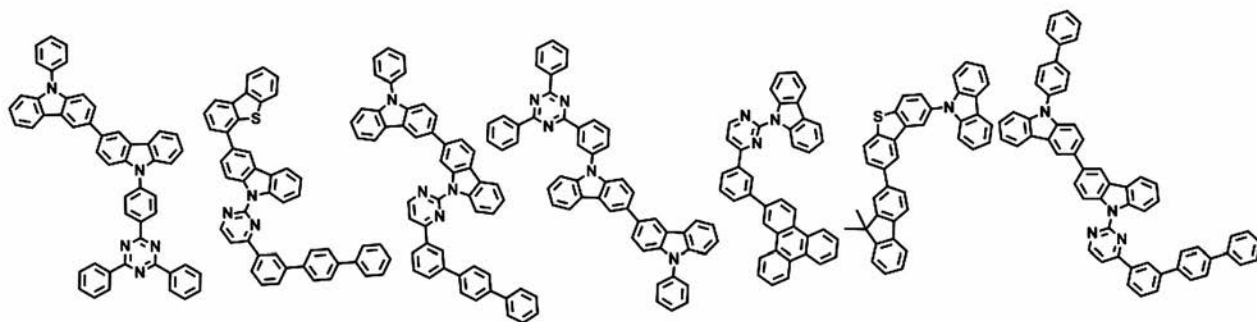


【0042】

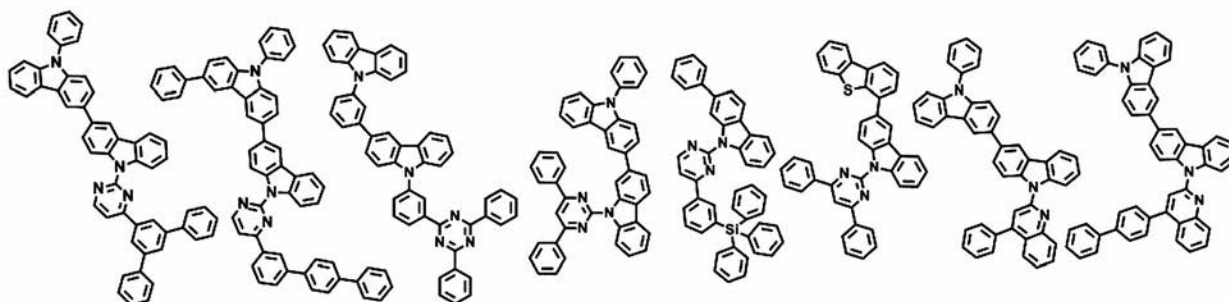
【化 1 0 - 2】



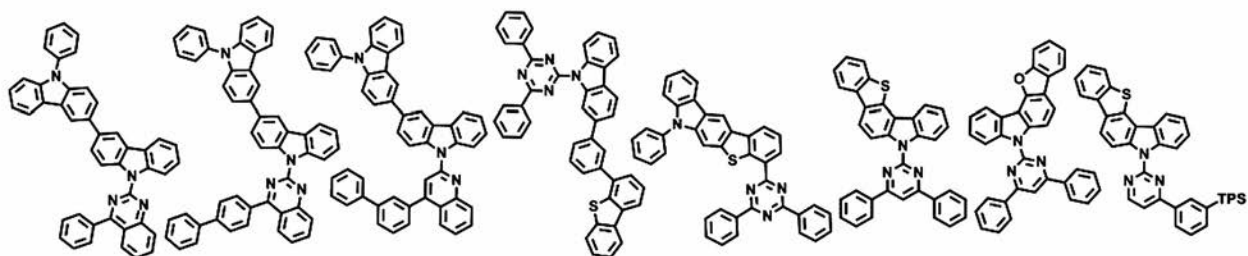
10



20



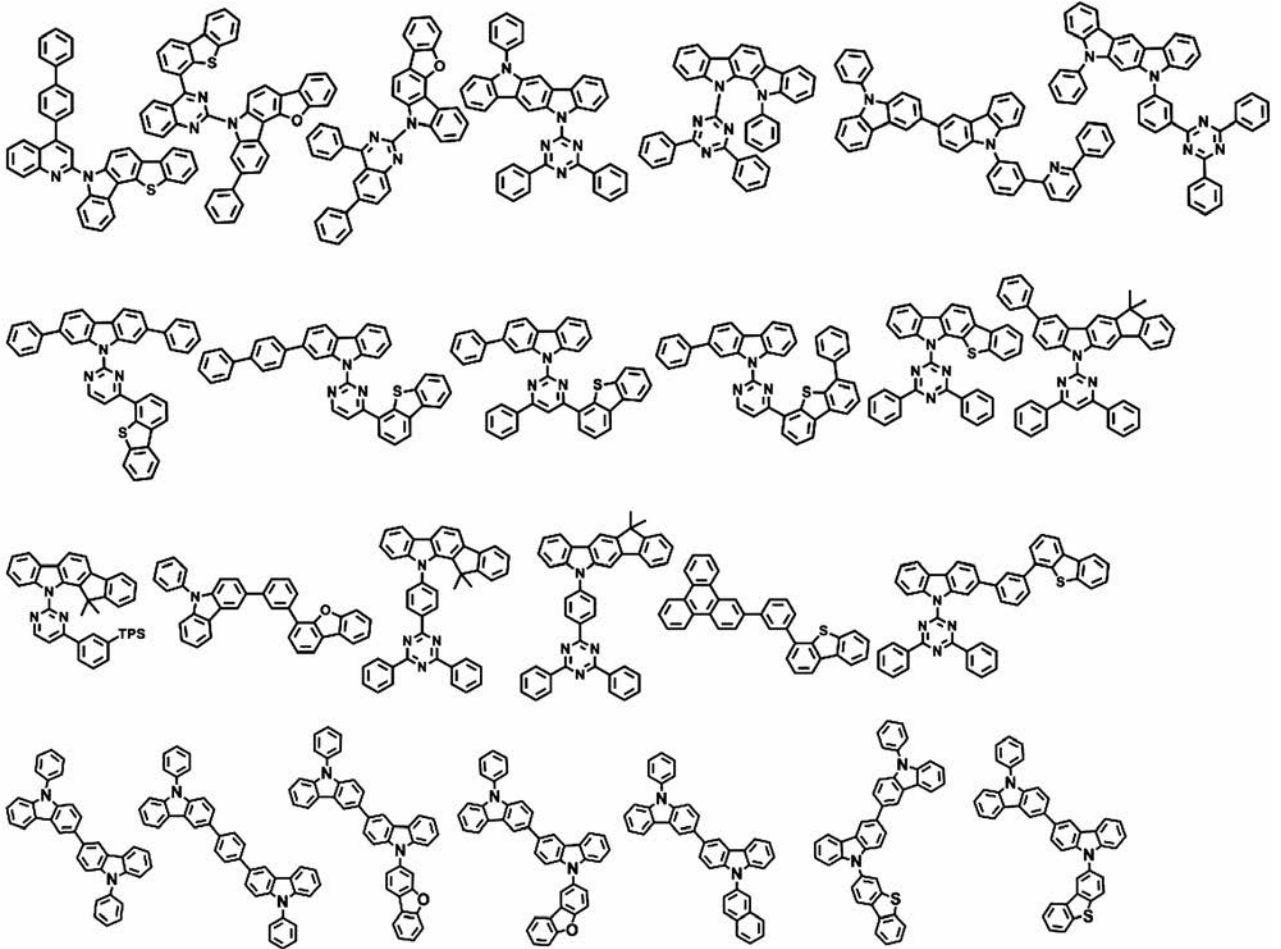
30



40

【 0 0 4 3】

【化 1 0 - 3】



10

20

【 0 0 4 4】

[式中、TPSは、トリフェニルシリル基を表す]

【 0 0 4 5】

本発明で使用されるドーパントは、好ましくは、少なくとも1つのリン光性ドーパントである。本発明に従った有機電界発光デバイスに適用されるドーパント材料は限定されないが、好ましくは、イリジウム、オスミウム、銅、及び白金の金属化錯体化合物、より好ましくは、イリジウム、オスミウム、銅、及び白金のオルト金属化錯体化合物、さらにより好ましくは、オルト金属化イリジウム錯体化合物から選択される。

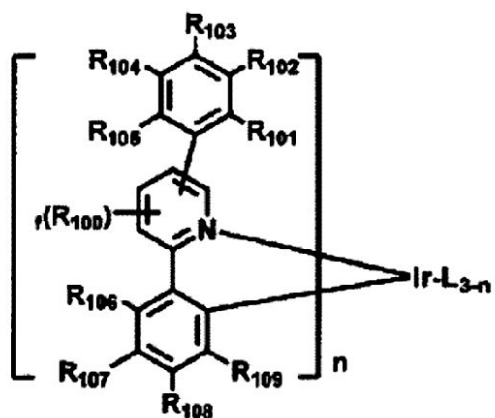
30

【 0 0 4 6】

本発明の有機電界発光デバイス内に含まれるドーパントは、好ましくは、以下の式7～9の化合物からなる群から選択される。

【 0 0 4 7】

【化 1 1】

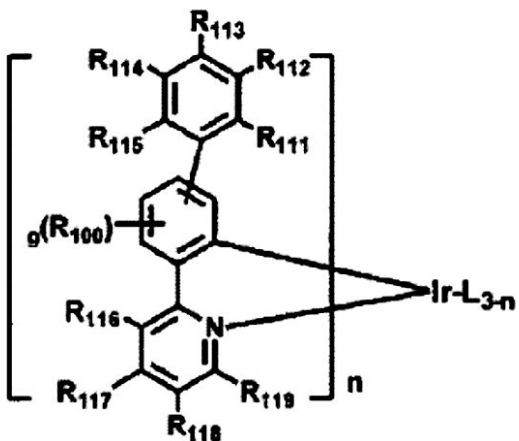


----- (7)

10

【 0 0 4 8】

【化 1 2】

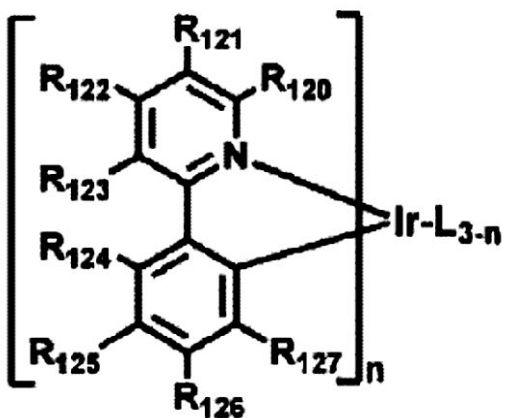


----- (8)

20

【 0 0 4 9】

【化 1 3】



----- (9)

30

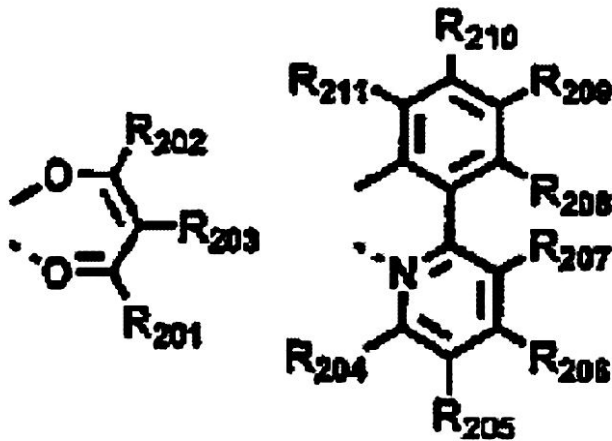
40

【 0 0 5 0】

式中、Lは、以下の構造から選択され、

【 0 0 5 1】

【化 1 4】



10

【 0 0 5 2】

R_{100} は、水素、置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルキル、または置換もしくは非置換の (C 3 - C 3 0) シクロアルキルを表し、

$R_{101} \sim R_{109}$ 及び $R_{111} \sim R_{123}$ は、それぞれ独立して、水素、重水素、ハロゲン、非置換もしくはハロゲン (複数可) で置換された (C 1 - C 3 0) アルキル、置換もしくは非置換の (C 3 - C 3 0) シクロアルキル、シアノ、または置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルコキシを表し、 $R_{120} \sim R_{123}$ の隣接する置換基は互いに連結して、縮合環、例えば、キノリンを形成してもよく、

20

$R_{124} \sim R_{127}$ は、それぞれ独立して、水素、重水素、ハロゲン、置換もしくは非置換の (C 1 - C 3 0) アルキル、または置換もしくは非置換の (C 6 - C 3 0) アリールを表し、ここで、 $R_{124} \sim R_{127}$ はアリールであり、 $R_{124} \sim R_{127}$ の隣接する置換基は互いに連結して、縮合環、例えば、フルオレンを形成してもよく、

$R_{201} \sim R_{211}$ は、それぞれ独立して、水素、重水素、ハロゲン、非置換もしくはハロゲン (複数可) で置換された (C 1 - C 3 0) アルキル、置換もしくは非置換の (C 3 - C 3 0) シクロアルキル、または置換もしくは非置換の (C 6 - C 3 0) アリールを表し、

30

f 及び g は、それぞれ独立して、1 ~ 3 の整数を表し、 f または g が 2 以上の整数である場合、各 R_{100} は同じでも異なってもよく、

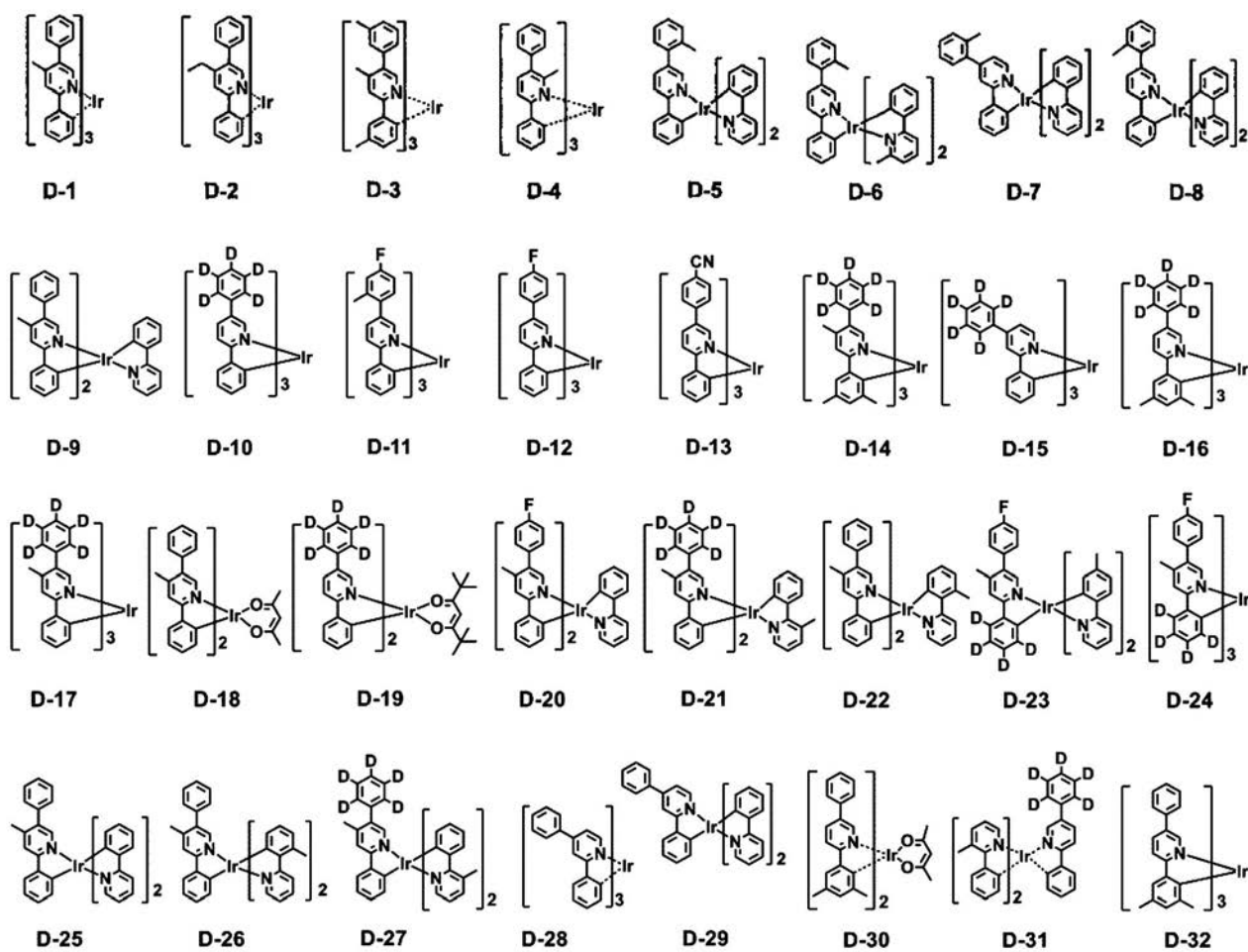
n は、1 ~ 3 の整数を表す。

【 0 0 5 3】

具体的には、リン光性ドーパント材料は、以下を含む。

【 0 0 5 4】

【化 1 5 - 1】

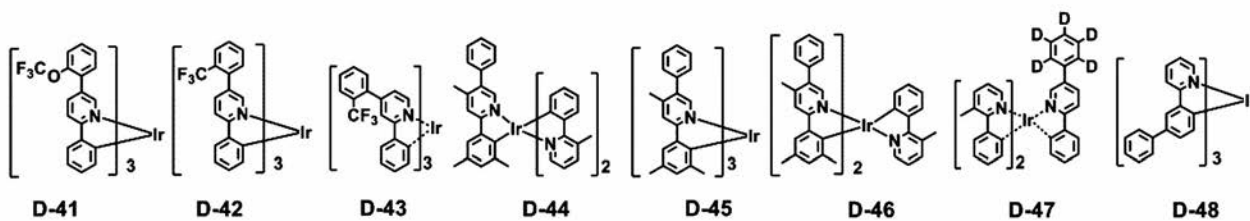
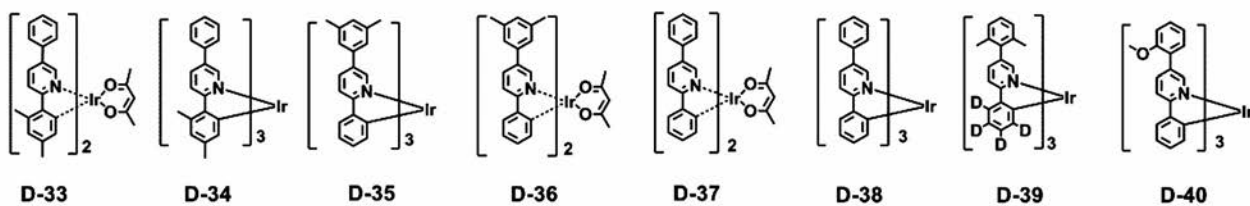


10

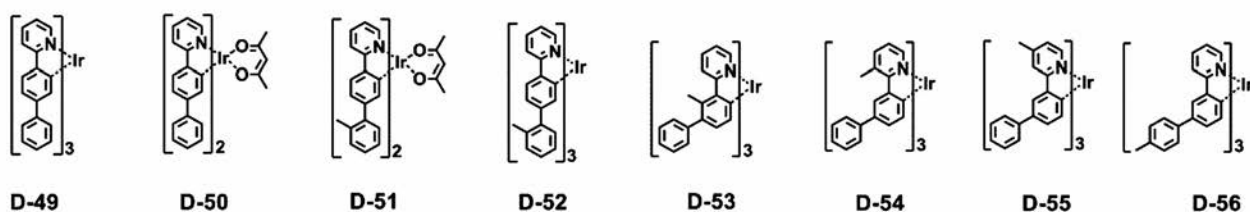
20

【 0 0 5 5 】

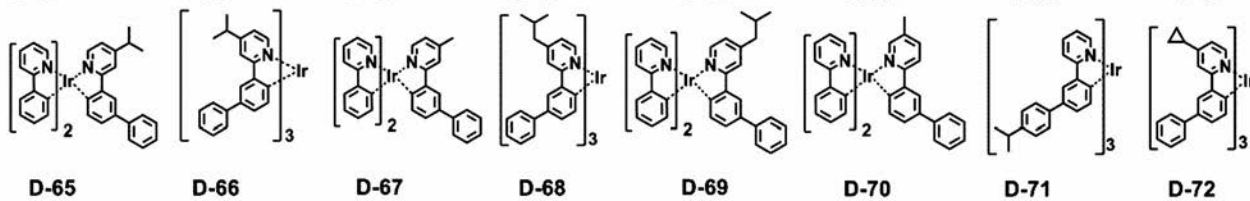
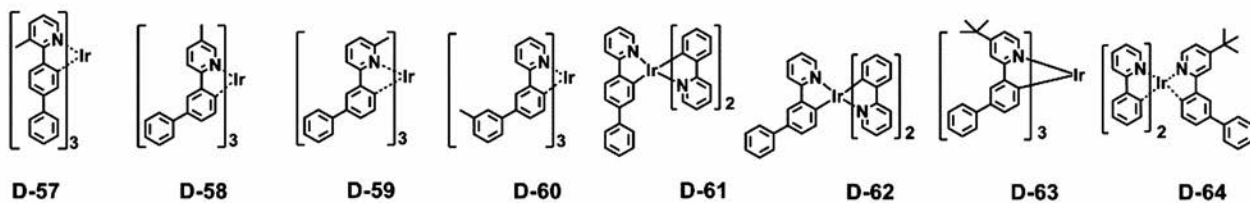
【化 1 5 - 2】



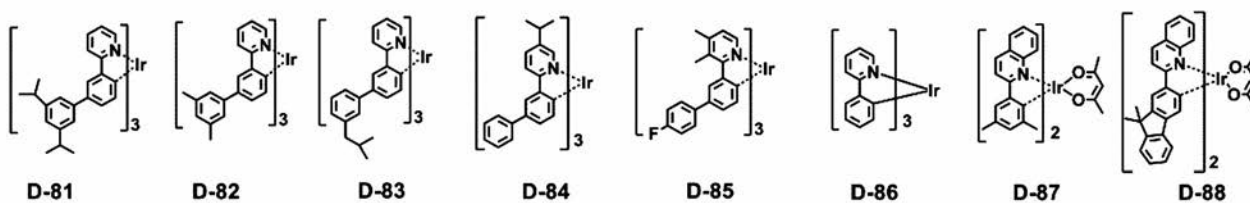
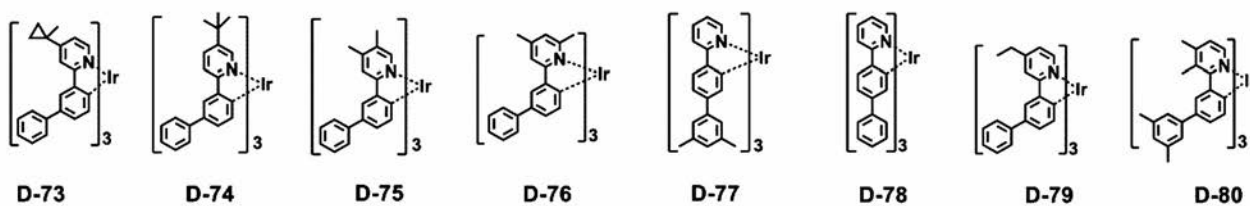
10



20



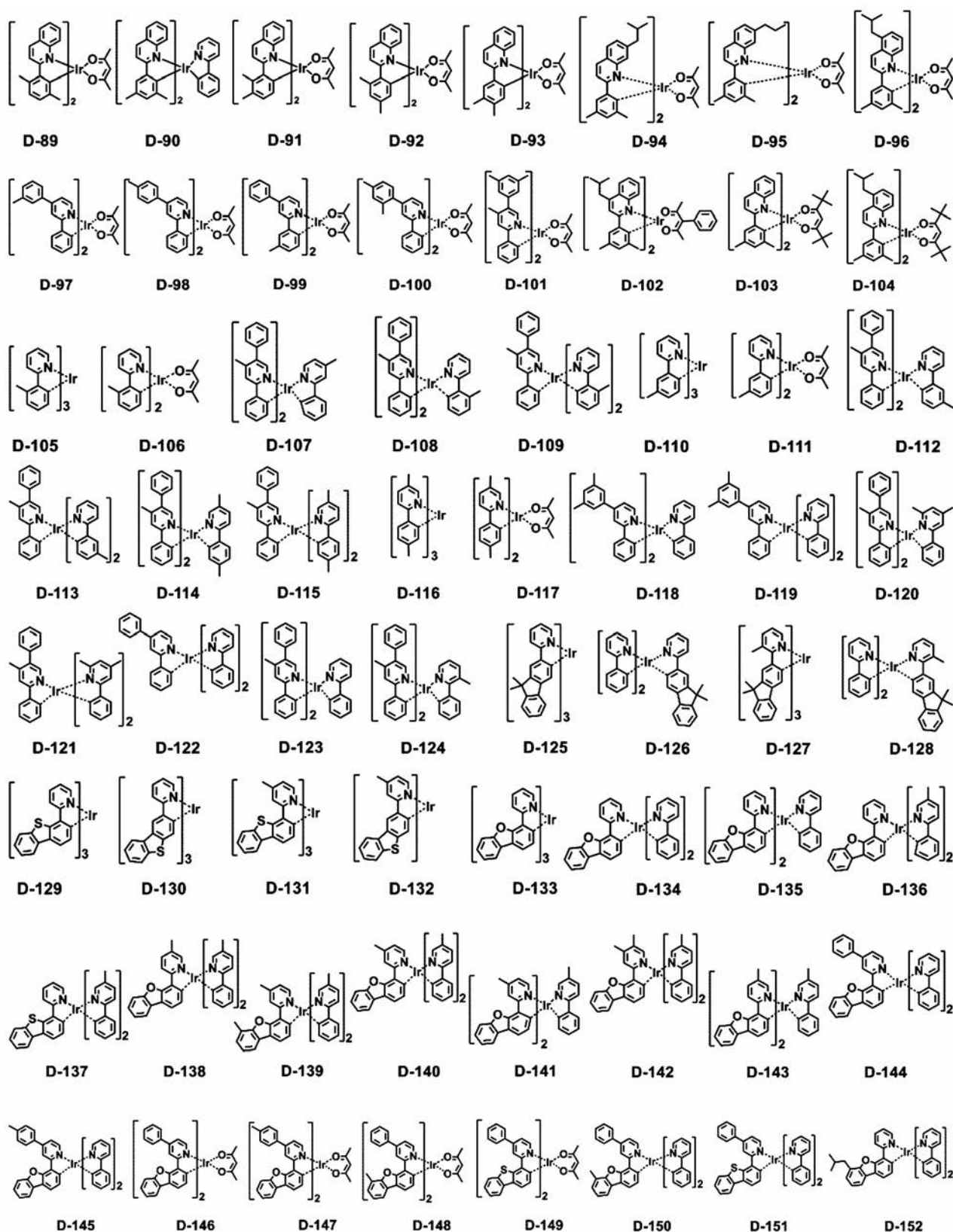
30



40

【 0 0 5 6 】

【化 1 5 - 3】



10

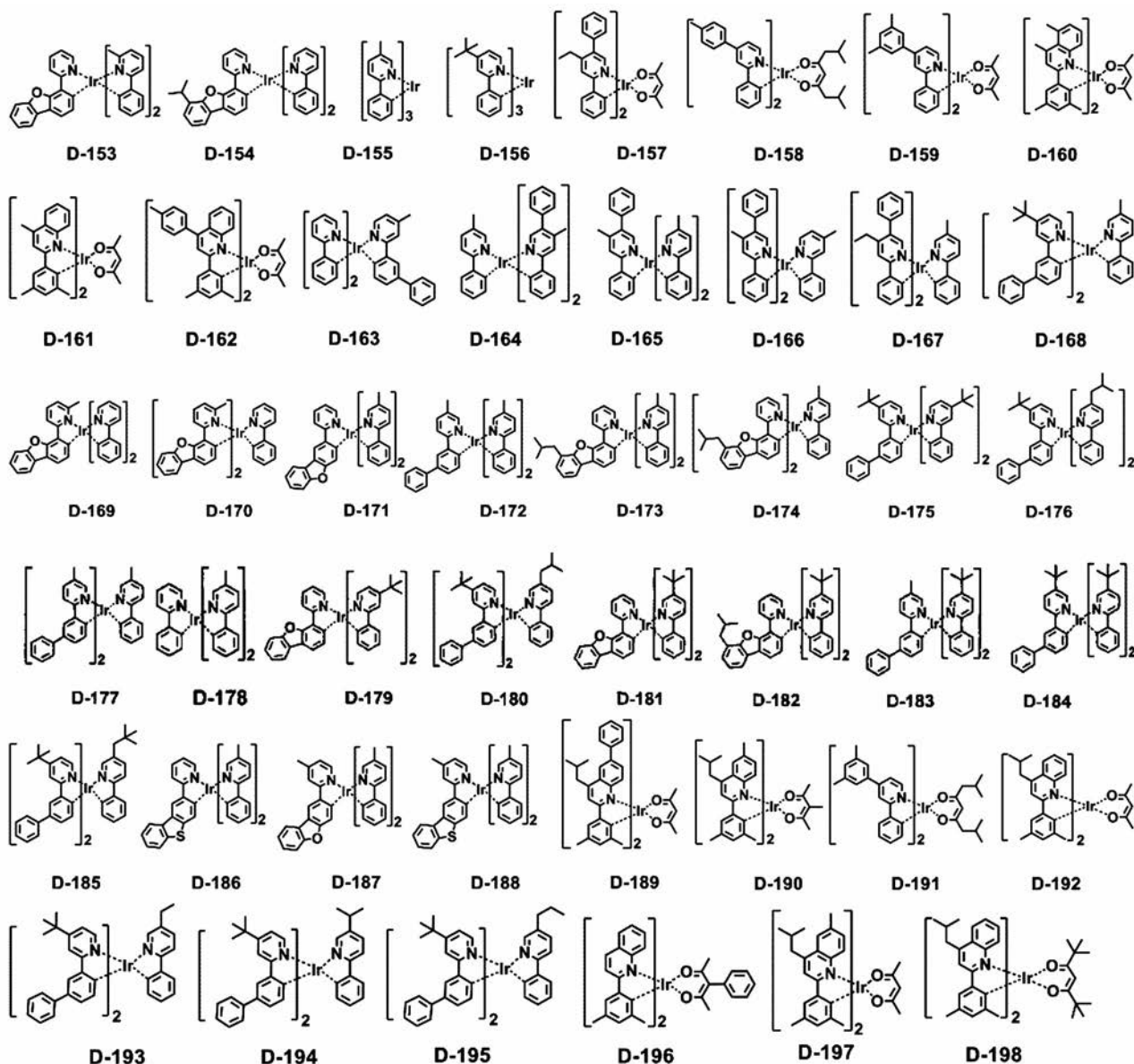
20

30

40

【 0 0 5 7 】

【化 1 5 - 4】



10

20

30

【0058】

本発明に従った有機電界発光デバイスは、式 1 により表される有機電界発光化合物に加えて、アリールアミン系化合物及びスチリルアリールアミン系化合物からなる群から選択される少なくとも 1 つの化合物をさらに含んでもよい。

【0059】

本発明に従った有機電界発光デバイスにおいて、有機層は、周期表の第 1 族の金属、第 2 族の金属、第 4 周期の遷移金属、第 5 周期の遷移金属、ランタニド、及び d 遷移元素の有機金属からなる群から選択される少なくとも 1 つの金属、または該金属を含む少なくとも 1 つの錯体化合物をさらに含み得る。有機層は、発光層と電荷発生層とをさらに含んでもよい。

40

【0060】

加えて、本発明に従った有機電界発光デバイスは、本発明に従った有機電界発光化合物の他に、当該技術分野において既知の青色電界発光化合物、赤色電界発光化合物、または緑色電界発光化合物を含む、少なくとも 1 つの発光層をさらに含むことにより、白色光を放出し得る。また、必要に応じて、黄色または橙色発光層がデバイス内に含まれ得る。

【0061】

本発明に従って、少なくとも 1 つの層（以下、「表面層」）は、好ましくは、一方または両方の電極（複数可）の内側表面（複数可）上に配置され、カルコゲニド層、金属ハロ

50

ゲン化合物層、及び金属酸化物層から選択される。具体的には、シリコンまたはアルミニウムのカルコゲニド（酸化物を含む）層が、好ましくは、電界発光媒体層のアノード表面上に配置され、金属ハロゲン化合物層または金属酸化物層が、好ましくは、電界発光媒体層のカソード表面上に配置される。そのような表面層は、有機電界発光デバイスの動作安定性をもたらす。好ましくは、該カルコゲニドは、 SiO_x （ $1 < x < 2$ ）、 AlO_x （ $1 < x < 1.5$ ）、 SiON 、 SiAlON 等を含み、該金属ハロゲン化合物は、 LiF 、 MgF_2 、 CaF_2 、希土類金属フッ化物等を含み、該金属酸化物は、 Cs_2O 、 Li_2O 、 MgO 、 SrO 、 BaO 、 CaO 等を含む。

【0062】

本発明に従った有機電界発光デバイスにおいて、電子輸送化合物と還元性ドーパントとの混合領域、または正孔輸送化合物と酸化性ドーパントとの混合領域が、好ましくは、一対の電極の少なくとも1つの表面上に配置され得る。この場合、電子輸送化合物はアニオンに還元され、したがって、電子を注入して混合領域から電界発光媒体へと輸送することがより容易になる。さらに、正孔輸送化合物はカチオンに酸化され、したがって、正孔を注入して混合領域から電界発光媒体へと輸送することがより容易になる。好ましくは、酸化性ドーパントには、様々なルイス酸及び受容体化合物が含まれ、還元性ドーパントには、アルカリ金属、アルカリ金属化合物、アルカリ土類金属、希土類金属、及びそれらの混合物が含まれる。還元性ドーパント層は、2つ以上の電界発光層を有し、白色光を放出する、電界発光デバイスを調製するために、電荷発生層として用いられ得る。

【0063】

本発明に従った有機電界発光デバイスの各層を形成するために、真空蒸着法、スパッタリング法、プラズマ及びイオンめっき法等の乾式フィルム形成法、またはスピンコーティング法、ディップコーティング法、及びフローコーティング法等の湿式フィルム形成法が使用され得る。

【0064】

湿式フィルム形成法を使用する場合、各層を形成する材料を、エタノール、クロロホルム、テトラヒドロフラン、ジオキサン等の任意の好適な溶媒に溶解または拡散することにより、薄膜が形成され得る。溶媒は、各層を形成する材料が溶解または拡散され得、フィルム形成能力に問題がない、任意の溶媒であってもよい。

【実施例】

【0065】

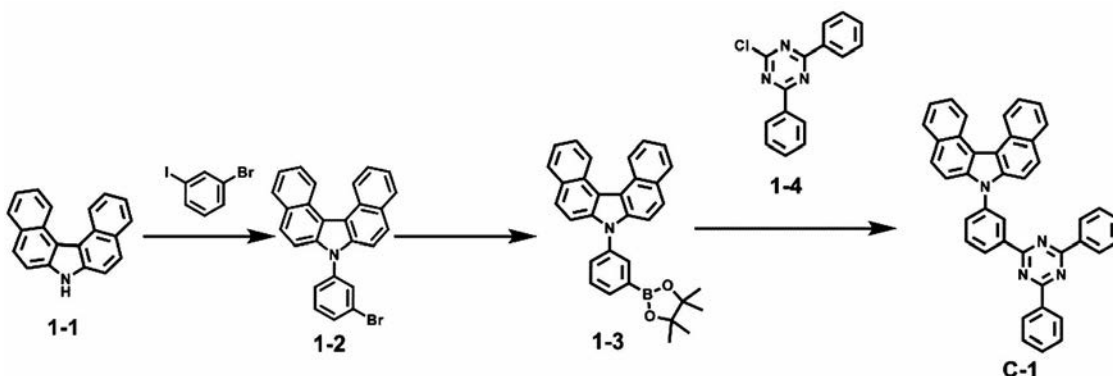
これより、有機電界発光化合物、化合物の調製方法、及び本有機電界発光化合物を含む本デバイスの特性を、以下の実施例を参照して詳細に説明する。

【0066】

実施例1：化合物C-1の調製

【0067】

【化16】



【0068】

化合物1-2の調製

フラスコ内でトルエン500mLに、化合物1-1（7H-ベンゾ[*c*]カルバゾール

10

20

30

40

50

、17.6 g、65.8 mmol)、3-ヨード-1-ブロモベンゼン(23 g、78.9 mmol)、CuI(6.3 g、33 mmol)、エチレンジアミン(EDA)(9 mL、130 mmol)、及び K_3PO_4 (42 g、197.4 mmol)を溶解した後、混合物を120 で5時間還流させた。反応を完了した後、有機層を酢酸エチル(EA)で抽出し、硫酸マグネシウムを使用して残留水分を除去し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物1-2(20 g、収率：71%)を得た。

【0069】

化合物1-3の調製

フラスコ内でジオキサン300 mLに、化合物1-2(15 g、35.3 mmol)、4,4,4',4',5,5,5',5'-オクタメチル-2,2'-ビ(1,3,2-ジオキサボロラン)(14 g、53 mmol)、酢酸カリウム(KOAc)(11 g、106 mmol)、及びビス(トリフェニルホスフィン)パラジウム(II)ジクロリド($Pd(PPh_3)_2Cl_2$)(2.5 g、0.0035 mmol)を溶解した後、混合物を還流させた。反応を完了した後、有機層をEAで抽出し、硫酸マグネシウムを使用して残留水分を除去し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物1-3(10 g、収率：61%)を得た。

【0070】

化合物C-1の調製

フラスコ内でトルエン、エタノール(EtOH)、及び H_2O の混合溶媒に、化合物1-3(10 g、21.7 mmol)、化合物1-4(12 g、0.043 mmol)、テトラキス(トリフェニルホスフィン)パラジウム($Pd(PPh_3)_4$)(1.3 g、1.0 mmol)、及び K_2CO_3 (8.8 g、65 mmol)を溶解した後、混合物を120 で1日還流させた。反応を完了した後、有機層をEAで抽出し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物C-1(7.8 g、収率：48%)を得た。

【0071】

[表]

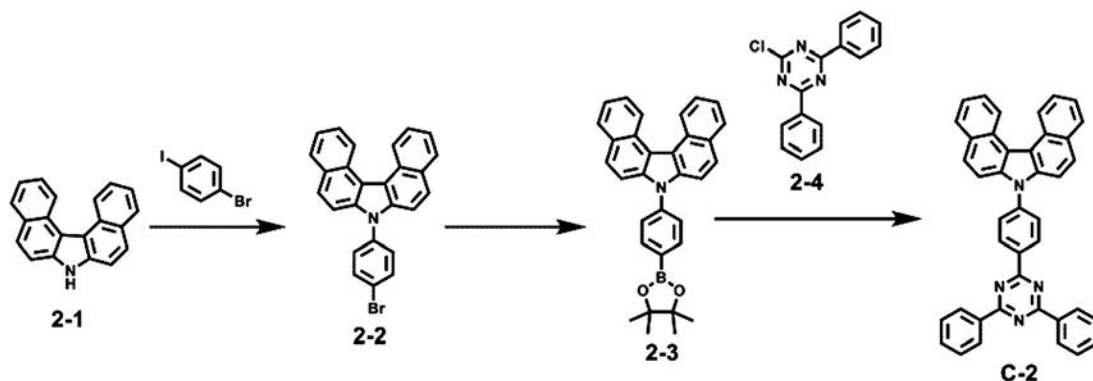
	MW	UV	PL	M. P.
C-1	574.67	334 nm	482 nm	292°C

【0072】

実施例2：化合物C-2の調製

【0073】

【化17】



【0074】

化合物2-2の調製

フラスコ内でトルエン500 mLに、化合物2-1(7H-ベンゾ[c]カルバゾール、17.6 g、65.8 mmol)、4-ヨード-1-ブロモベンゼン(23 g、78.9 mmol)、CuI(6.3 g、33 mmol)、EDA(9 mL、130 mmol)、及び K_3PO_4 (42 g、197.4 mmol)を溶解した後、混合物を120 で5時間還流させた。反応を完了した後、有機層をEAで抽出し、硫酸マグネシウムを使用し

て残留水分を除去し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 2 - 2 (20 g、収率：71 %) を得た。

【0075】

化合物 2 - 3 の調製

フラスコ内でジオキサン 300 mL に、化合物 2 - 2 (15 g、35.3 mmol)、4, 4, 4', 4', 5, 5, 5', 5' - オクタメチル - 2, 2' - ビ(1, 3, 2 - ジオキサボロラン) (14 g、53 mmol)、KOAc (11 g、106 mmol)、及び Pd (PPh₃)₂ Cl₂ (2.5 g、0.0035 mmol) を溶解した後、混合物を還流させた。反応を完了した後、有機層を EA で抽出し、硫酸マグネシウムを使用して残留水分を除去し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 2 - 3 (10 g、収率：61 %) を得た。

10

【0076】

化合物 C - 2 の調製

フラスコ内でトルエン、エタノール、及び H₂O の混合溶媒に、化合物 2 - 3 (10 g、21.7 mmol)、化合物 2 - 4 (12 g、0.043 mmol)、Pd (PPh₃)₄ (1.3 g、1.0 mmol)、及び K₂CO₃ (8.8 g、65 mmol) を溶解した後、混合物を 120 で 1 日還流させた。反応を完了した後、有機層を EA で抽出し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 C - 2 (3.7 g、収率：88 %) を得た。

20

【0077】

[表]

	MW	UV	PL	M. P.
C - 2	574.67	344 nm	473 nm	323°C

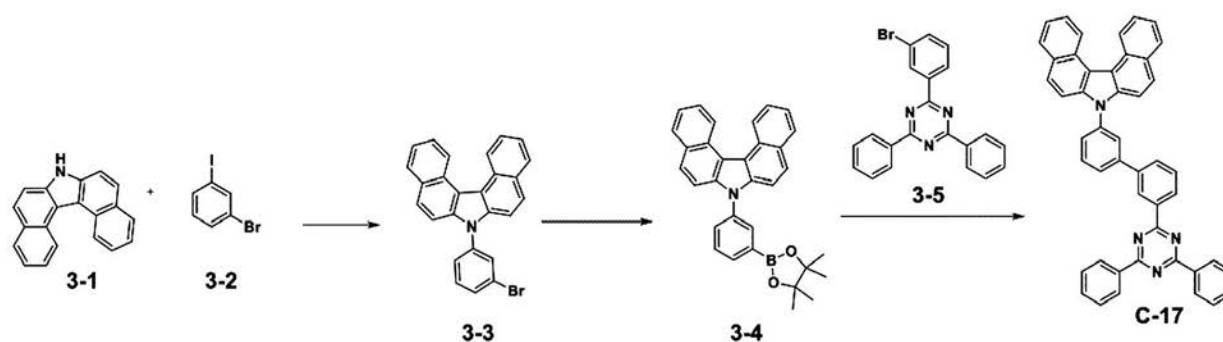
【0078】

実施例 3：化合物 C - 17 の調製

【0079】

【化 18】

30



【0080】

化合物 3 - 3 の調製

フラスコに 7H - ベンゾ[c , g]カルバゾール (20 g、74.80 mmol)、1 - ブロモ - 3 - ヨードベンゼン (23.7 mL、187.00 mmol)、CuI (7.1 g、37.4 mmol)、K₃PO₄ (39.7 g、187.00 mmol)、及びトルエン 380 mL を導入した後、混合物を 120 で 2 時間還流させた。反応を完了した後、混合物をジクロロメタン (DCM) で濾過し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 3 - 3 (23.6 g、収率：75 %) を得た。

40

【0081】

化合物 3 - 4 の調製

フラスコ内で 1, 4 - ジオキサン 830 mL に、化合物 3 - 3 (70 g、165.80

50

mmol)、ピナコラトジボロン(51g、198.9mmol)、 $\text{PdCl}_2(\text{PPh}_3)_2$ (5.8g、8.29mmol)、及び KOAc (33g、331.60mmol)を溶解した後、混合物を1日還流下で撹拌した。次いで、混合物をEAで抽出し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物3-4(69g、収率：88%)を得た。

【0082】

化合物C-17の調製

フラスコ内でトルエン75mL、EtOH 20mL、及び H_2O 20mLの混合溶媒に、化合物3-4(7.0g、14.90mmol)、化合物3-5(7.0g、17.90mmol)、 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$ (860mg、0.75mmol)、及び K_2CO_3 (6.2g、44.70mmol)を溶解した後、混合物を1時間還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、メタノール(MeOH)をそれに添加し、固体を濾過し、トルエンで再結晶させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物C-17(4.6g、収率：47%)を得た。

10

【0083】

[表]

	MW	UV	PL	M. P.
C-17	650.77	378nm	393nm	267°C

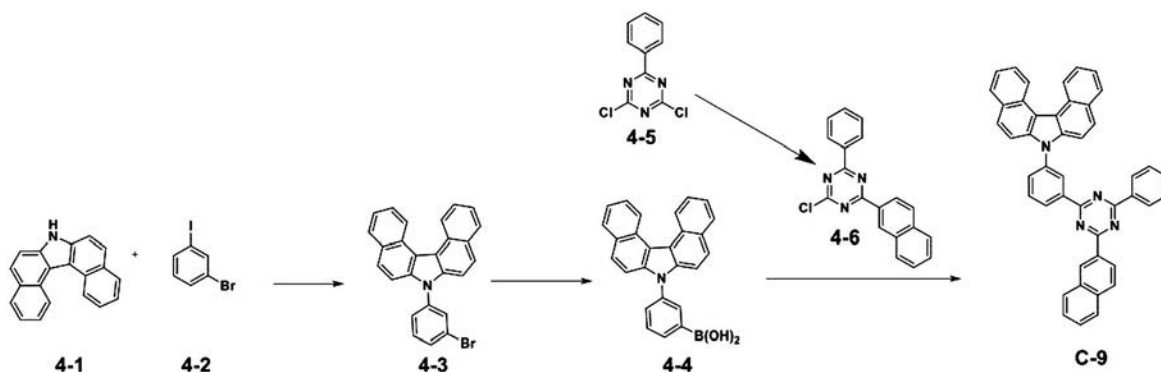
【0084】

実施例4：化合物C-9の調製

20

【0085】

【化19】



30

【0086】

化合物4-3の調製

フラスコに7H-ジベンゾ[c,g]カルバゾール(20g、74.80mmol)、1-ブロモ-3-ヨードベンゼン(23.7mL、187.00mmol)、 CuI (7.1g、37.4mmol)、 K_3PO_4 (39.7g、187.00mmol)、及びトルエン380mLを導入し、溶媒に溶質を溶解した後、混合物を120℃で2時間還流させた。反応を完了した後、混合物をDCMで濾過し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物4-3(23.6g、収率：75%)を得た。

40

【0087】

化合物4-4の調製

フラスコ内でテトラヒドロフラン(THF)280mLに、化合物4-3(24.0g、55.90mmol)及びn-BuLi(34mL、83.80mmol)を溶解した後、混合物を-78℃で1時間撹拌した。次いで、ホウ酸トリメチル($\text{B}(\text{OMe})_3$)(9.4mL、83.80mmol)を混合物に滴下し、混合物を室温で4時間撹拌した。次いで、混合物をEAで抽出し、固体をヘキサン(HeX)で濾過して、化合物4-4(15.9g、収率：74%)を得た。

【0088】

50

化合物 4 - 6 の調製

フラスコに、化合物 4 - 5 (20 g、88.5 mmol)、2 - ナフチルボロン酸 (16.7 g、97.3 mmol)、 $\text{PdCl}_2(\text{PPh}_3)_2$ (2.0 g、2.92 mmol)、 Na_2CO_3 (23.5 g、221.3 mmol)、THF 440 mL、及び H_2O 150 mL を導入した後、混合物を 65 で 2 時間撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、蒸留水をそれに添加した。反応を完了した後、有機層を EA で抽出し、硫酸マグネシウムを使用して残留水分を除去し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 4 - 6 (21 g、収率：81%) を得た。

【0089】

化合物 C - 9 の調製

フラスコ内でトルエン 50 mL、EtOH 12 mL、及び H_2O 12 mL の混合溶媒に、化合物 4 - 4 (4.0 g、10.30 mmol)、化合物 4 - 6 (4.9 g、15.50 mmol)、 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$ (600 mg、0.52 mmol)、及び K_2CO_3 (4.3 g、30.90 mmol) を溶解した後、混合物を 4 時間還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、MeOH をそれに添加し、固体を濾過し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 C - 9 (5.6 g、収率：67%) を得た。

【0090】

[表]

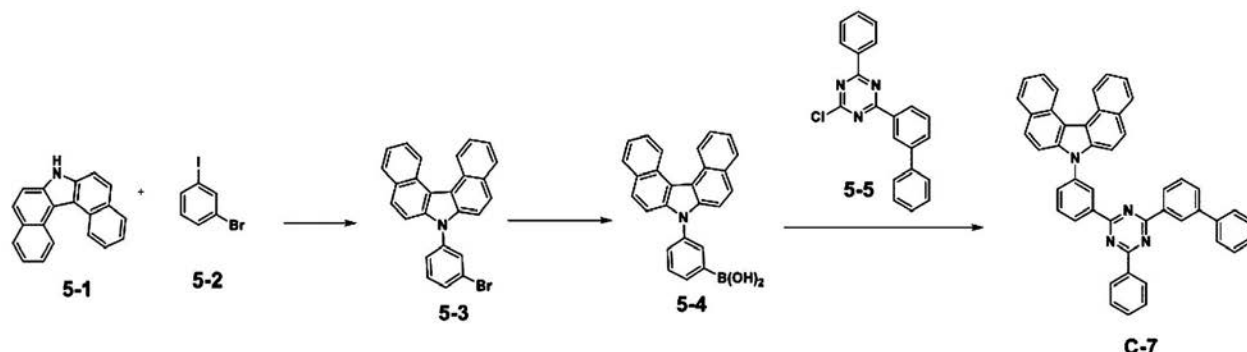
	MW	UV	PL	M. P.
C-9	624.73	376 nm	481 nm	200.6°C

【0091】

実施例 5：化合物 C - 7 の調製

【0092】

【化20】



【0093】

化合物 5 - 3 の調製

フラスコに 7H - ジベンゾ [c, g] カルバゾール (20 g、74.80 mmol)、1 - ブロモ - 3 - ヨードベンゼン (23.7 mL、187.00 mmol)、 CuI (7.1 g、37.4 mmol)、 K_3PO_4 (39.7 g、187.00 mmol)、及びトルエン 380 mL を導入し、溶媒に溶質を溶解した後、混合物を 120 で 2 時間還流させた。反応を完了した後、混合物を DCM で濾過し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 5 - 3 (23.6 g、収率：75%) を得た。

【0094】

化合物 5 - 4 の調製

フラスコ内で THF 280 mL に、化合物 5 - 3 (24.0 g、55.90 mmol) 及び *n*-BuLi (34 mL、83.80 mmol) を溶解した後、混合物を -78 で 1 時間撹拌した。次いで、 $\text{B}(\text{OMe})_3$ (9.4 mL、83.80 mmol) を混合物に滴下し、混合物を室温で 4 時間撹拌した。次いで、混合物を EA で抽出し、固体を Hex で濾過して、化合物 5 - 4 (15.9 g、収率：74%) を得た。

【 0 0 9 5 】

化合物 C - 7 の調製

フラスコ内でトルエン 65 mL、EtOH 16 mL、及び H₂O 16 mL の混合溶媒に、化合物 5 - 4 (5.0 g、12.90 mmol)、化合物 5 - 5 (6.7 g、19.40 mmol)、Pd(PPh₃)₄ (745 mg、0.66 mmol)、及び K₂CO₃ (5.3 g、38.70 mmol) を溶解した後、混合物を 1 時間還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、混合物を EA で抽出し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 C - 7 (3.8 g、収率：45%) を得た。

【 0 0 9 6 】

[表]

10

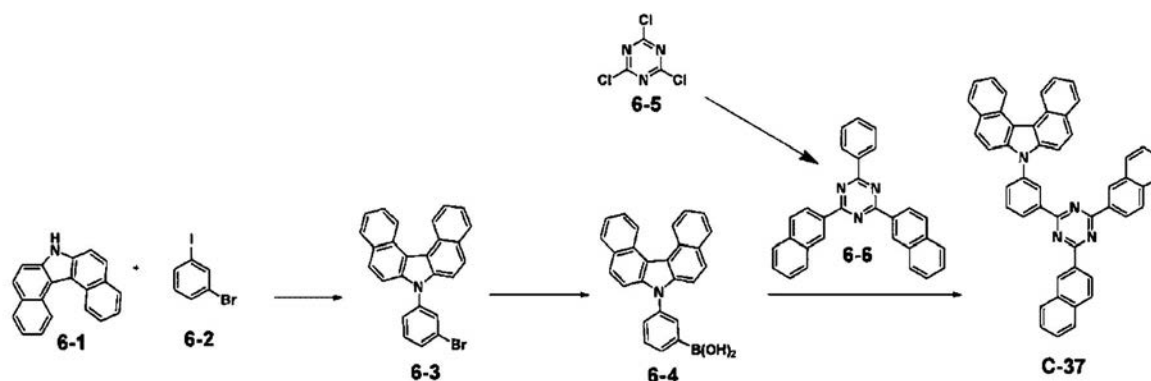
	MW	UV	PL	M. P.
C - 7	650.77	324 nm	393 nm	146.6°C

【 0 0 9 7 】

実施例 6：化合物 C - 37 の調製

【 0 0 9 8 】

【 化 2 1 】



20

【 0 0 9 9 】

化合物 6 - 3 の調製

フラスコに 7H - ジベンゾ [c, g] カルバゾール (20 g、74.80 mmol)、1 - ブロモ - 3 - ヨードベンゼン (23.7 mL、187.00 mmol)、CuI (7.1 g、37.4 mmol)、K₃PO₄ (39.7 g、187.00 mmol)、及びトルエン 380 mL を導入し、溶媒に溶質を溶解した後、混合物を 120 °C で 2 時間還流させた。反応を完了した後、混合物を DCM で濾過し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 6 - 3 (23.6 g、収率：75%) を得た。

30

【 0 1 0 0 】

化合物 6 - 4 の調製

フラスコ内で THF 280 mL に、化合物 6 - 3 (24.0 g、55.90 mmol) 及び n - BuLi (34 mL、83.80 mmol) を溶解した後、混合物を -78 °C で 1 時間撹拌した。次いで、B(OMe)₃ (9.4 mL、83.80 mmol) を混合物に滴下し、混合物を室温で 4 時間撹拌した。次いで、混合物を EA で抽出し、固体を Hex で濾過して、化合物 6 - 4 (15.9 g、収率：74%) を得た。

40

【 0 1 0 1 】

化合物 6 - 6 の調製

フラスコ内でトルエン 540 mL 及び H₂O 135 mL の混合溶媒に、化合物 6 - 5 (20 g、108.5 mmol)、2 - ナフチルボロン酸 (37.3 g、216.9 mmol)、PdCl₂(PPh₃)₂ (2.3 g、3.3 mmol)、及び Na₂CO₃ (28.7 g、271.3 mmol) を溶解した後、混合物を 95 °C で 2 時間撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、蒸留水をそれに添加した。反応を完了した後、有機層を酢酸エチルで抽出し、硫酸マグネシウムを使用して残留水分を除去し、乾燥させ、カラムクロ

50

マトグラフィで分離して、化合物 6 - 6 (9 g、収率：21%) を得た。

【0102】

化合物 C - 37 の調製

フラスコ内でトルエン 65 mL、EtOH 16 mL、及び H₂O 16 mL の混合溶媒に、化合物 6 - 4 (5.0 g、12.9 mmol)、化合物 6 - 6 (5.7 g、15.50 mmol)、Pd (PPh₃)₄ (745 mg、0.65 mmol)、及び K₂CO₃ (5.3 g、38.70 mmol) を溶解した後、混合物を 4 時間還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、MeOH をそれに添加し、固体を濾過し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 C - 37 (3.7 g、収率：43%) を得た。

【0103】

[表]

	MW	UV	PL	M. P.
C - 37	674.79	340 nm	489 nm	290.5°C

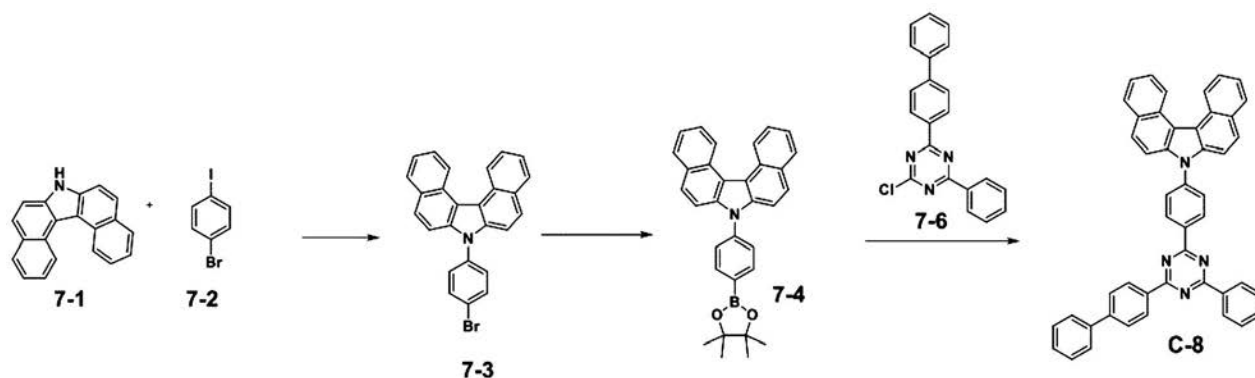
10

【0104】

実施例 7：化合物 C - 8 の調製

【0105】

【化 2 2】



20

【0106】

化合物 7 - 3 の調製

フラスコに 7H - ジベンゾ [c , g] カルバゾール (45 g、168.0 mmol)、1 - ブロモ - 4 - ヨードベンゼン (95 g、336.0 mmol)、CuI (16 g、84 mmol)、EDA (22.5 mL、336 mmol)、K₃PO₄ (89 g、420.00 mmol)、及びトルエン 840 mL を導入し、溶媒に溶質を溶解した後、混合物を 120 °C で 2 時間還流させた。反応を完了した後、混合物を DCM で濾過し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 7 - 3 (41.8 g、収率：59%) を得た。

30

【0107】

化合物 7 - 4 の調製

フラスコ内で 1,4 - ジオキサン 85 mL に、化合物 7 - 3 (7.2 g、17.0 mmol)、ピナコラトジボロン (5.2 g、20.5 mmol)、PdCl₂ (PPh₃)₂ (1.2 g、1.7 mmol)、及び KOAc (3.4 g、34.0 mmol) を溶解した後、混合物を 3 時間還流下で撹拌した。次いで、混合物を EA で抽出し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 7 - 4 (6.4 g、収率：80%) を得た。

40

【0108】

化合物 C - 8 の調製

フラスコ内でトルエン 63 mL、EtOH 16 mL、及び H₂O 16 mL の混合溶媒に、化合物 7 - 4 (5.9 g、12.60 mmol)、化合物 7 - 6 (4.3 g、12.60 mmol)、Pd (PPh₃)₄ (728 mg、0.63 mmol)、及び K₂CO₃ (3.5 g、25.20 mmol) を溶解した後、混合物を 2 時間還流下で撹拌した

50

。混合物を室温まで冷却した後、MeOHをそれに添加し、固体を濾過し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物C-8(4.0g、収率：49%)を得た。

【0109】

[表]

	MW	UV	PL	M. P.
C-8	650.77	392nm	473nm	225.5℃

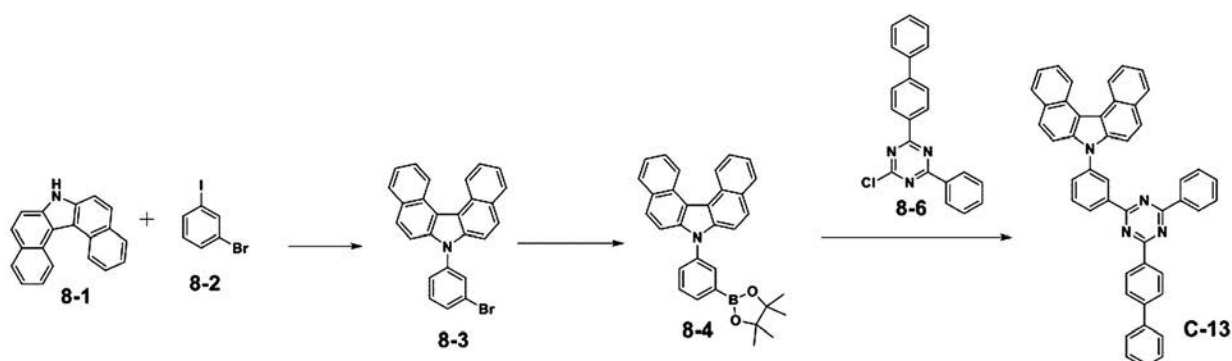
【0110】

実施例8：化合物C-13の調製

10

【0111】

【化23】



20

【0112】

化合物8-3の調製

フラスコに7H-ジベンゾ[c,g]カルバゾール(20g、74.80mmol)、1-ブロモ-3-ヨードベンゼン(23.7mL、187.00mmol)、CuI(7.1g、37.4mmol)、K₃PO₄(39.7g、187.00mmol)、及びトルエン380mLを導入し、溶媒に溶質を溶解した後、混合物を120℃で2時間還流させた。反応を完了した後、混合物をDCMで濾過し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物8-3(23.6g、収率：75%)を得た。

30

【0113】

化合物8-4の調製

フラスコ内で1,4-ジオキサン85mLに、化合物8-3(7.2g、17.0mmol)、ピナコラトジボロン(5.2g、20.5mmol)、PdCl₂(PPh₃)₂(1.2g、1.7mmol)、及びKOAc(3.4g、34.0mmol)を溶解した後、混合物を3時間還流下で撹拌した。次いで、混合物をEAで抽出し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物8-4(6.4g、収率：80%)を得た。

【0114】

化合物C-13の調製

フラスコ内でTHF 63mL及びH₂O 23mLの混合溶媒に、化合物8-4(5.5g、11.60mmol)、化合物8-6(4.0g、11.60mmol)、Pd(PPh₃)₄(670mg、0.58mmol)、及びNaHCO₃(2.0g、23.20mmol)を溶解した後、混合物を2時間還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、MeOHをそれに添加し、固体を濾過し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物C-13(4.0g、収率：57%)を得た。

40

【0115】

[表]

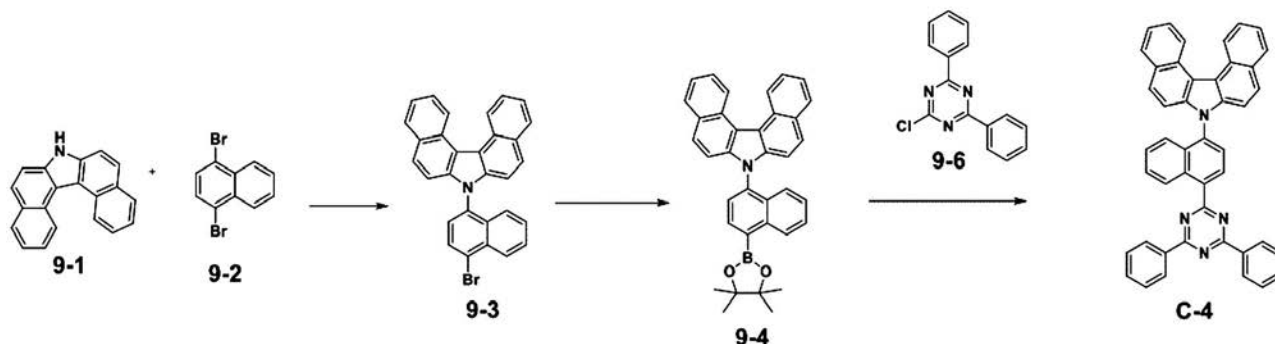
	MW	UV	PL	M. P.
C-13	650.77	382 nm	485 nm	242.2°C

【0116】

実施例9：化合物C-4の調製

【0117】

【化24】



10

化合物9-3の調製

フラスコに7H-ジベンゾ[*c*,*g*]カルバゾール(20g、74.80mmol)、1,4-ジブロモナフタレン(53.5g、187.00mmol)、 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (1.9g、7.5mmol)、 K_2CO_3 (20.7g、149.60mmol)、及び1,2-ジクロロベンゼン374mLを導入し、溶媒に溶質を溶解した後、混合物を200で2日間還流させた。反応を完了した後、混合物をDCMで濾過し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物9-3(14.9g、収率：42%)を得た。

20

【0118】

化合物9-4の調製

フラスコ内で1,4-ジオキサン158mLに、化合物9-3(14.9g、31.5mmol)、ピナコラトジボロン(9.6g、37.9mmol)、 $\text{PdCl}_2(\text{PPh}_3)_2$ (2.2g、3.2mmol)、及びKOAc(6.2g、63.0mmol)を溶解した後、混合物を5時間還流下で撹拌した。次いで、混合物をMCで抽出し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物9-4(8.6g、収率：52%)を得た。

30

【0119】

化合物C-4の調製

フラスコ内でトルエン40mL、EtOH 10mL、及び H_2O 10mLの混合溶媒に、化合物9-4(4.0g、7.70mmol)、化合物9-6(2.5g、9.20mmol)、 $\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$ (445mg、0.39mmol)、及び K_2CO_3 (2.2g、15.40mmol)を溶解した後、混合物を4時間還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、MeOHをそれに添加し、固体を濾過し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物C-4(3.1g、収率：65%)を得た。

40

【0120】

[表]

	MW	UV	PL	M. P.
C-4	624.73	392 nm	511 nm	292.7°C

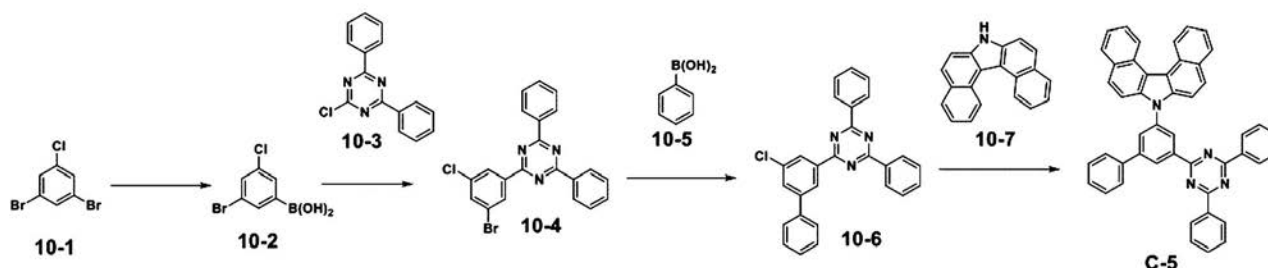
【0121】

実施例10：化合物C-5の調製

【0122】

50

【化 2 5】



【 0 1 2 3 】

10

化合物 10 - 2 の調製

フラスコ内でトルエン 555 mL 及び THF 185 mL の混合溶媒に、化合物 10 - 1 (40.0 g、147.96 mmol) 及び *n*-BuLi (71 mL、177.55 mmol) を溶解した後、混合物を -78 °C で 1 時間撹拌した。次いで、B(OiPr)₃ (40.0 mL、177.55 mmol) を混合物に滴下し、混合物を室温で 3 時間撹拌した。次いで、混合物を EA で抽出し、固体を Hex で濾過して、化合物 10 - 2 (11.5 g、収率：33%) を得た。

【 0 1 2 4 】

化合物 10 - 4 の調製

フラスコ内でトルエン 140 mL、EtOH 35 mL、及び H₂O 35 mL の混合溶媒に、化合物 10 - 2 (6.7 g、28.50 mmol)、化合物 10 - 3 (15.2 g、57.0 mmol)、Pd(PPh₃)₄ (1.6 g、1.43 mmol)、及び K₂CO₃ (7.9 g、57.00 mmol) を溶解した後、混合物を 3 時間還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、MeOH をそれに添加し、固体を濾過し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 10 - 4 (8.8 g、収率：73%) を得た。

20

【 0 1 2 5 】

化合物 10 - 6 の調製

フラスコ内でトルエン 100 mL、EtOH 25 mL、及び H₂O 25 mL の混合溶媒に、化合物 10 - 4 (8.3 g、19.6 mmol)、フェニルボロン酸 (2.9 g、23.6 mmol)、Pd(PPh₃)₄ (1.2 g、0.98 mmol)、及び K₂CO₃ (5.4 g、39.20 mmol) を溶解した後、混合物を 4 時間還流下で撹拌した。次いで、混合物を室温まで冷却し、EA で抽出し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 10 - 6 (6.2 g、収率：67%) を得た。

30

【 0 1 2 6 】

化合物 C - 5 の調製

フラスコ内で *o*-キシレン 64 mL に、化合物 10 - 6 (5.4 g、12.86 mmol)、化合物 10 - 7 (3.8 g、14.10 mmol)、Pd₂(dba)₃ (589 mg、0.64 mmol)、2 - ジシクロヘキシルホスフィノ - 2', 6' - ジメトキシビフェニル (S-phos) (528 mg、1.29 mmol)、及び NaOtBu (1.9 g、19.29 mmol) を溶解した後、混合物を 6 時間還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、MeOH をそれに添加し、固体を濾過し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 C - 5 (5.7 g、収率：68%) を得た。

40

【 0 1 2 7 】

[表]

	MW	UV	PL	M. P.
C - 5	650.77	378 nm	485 nm	307.7 °C

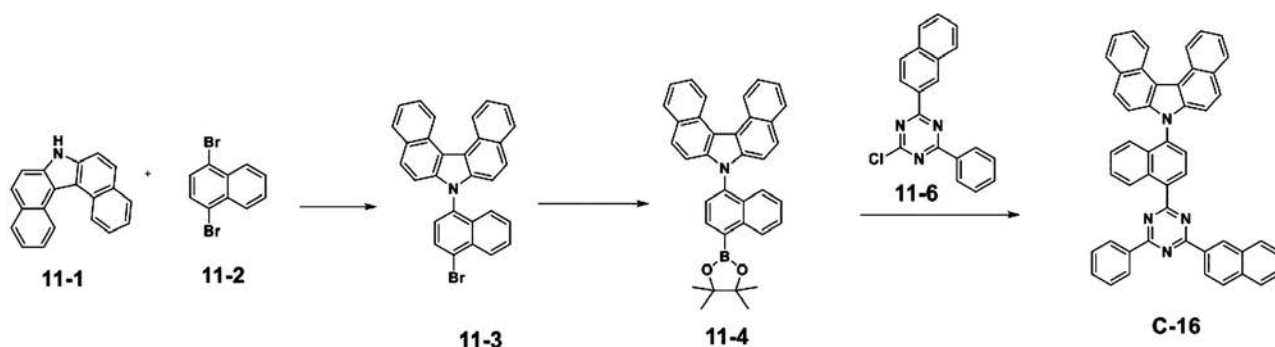
【 0 1 2 8 】

実施例 11：化合物 C - 16 の調製

50

【 0 1 2 9 】

【 化 2 6 】



10

【 0 1 3 0 】

化合物 1 1 - 3 の調製

フラスコに 7 H - ジベンゾ [c , g] カルバゾール (2 0 g 、 7 4 . 8 0 m m o l) 、 1 , 4 - ジブロモナフタレン (5 3 . 5 g 、 1 8 7 . 0 0 m m o l) 、 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ (1 . 9 g 、 7 . 5 m m o l) 、 K_2CO_3 (2 0 . 7 g 、 1 4 9 . 6 0 m m o l) 、 及び 1 , 2 - ジクロロベンゼン 3 7 4 m L を導入し、溶媒に溶質を溶解した後、混合物を 2 0 0 で 2 日間還流させた。反応を完了した後、混合物を D C M で濾過し、乾燥させ、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 1 1 - 3 (1 4 . 9 g 、 収率 : 4 2 %) を得た。

20

【 0 1 3 1 】

化合物 1 1 - 4 の調製

フラスコ内で 1 , 4 - ジオキサン 1 5 8 m L に、化合物 1 1 - 3 (1 4 . 9 g 、 3 1 . 5 m m o l) 、 ピナコラトジボロン (9 . 6 g 、 3 7 . 9 m m o l) 、 $PdCl_2(PPh_3)_2$ (2 . 2 g 、 3 . 2 m m o l) 、 及び $KOAc$ (6 . 2 g 、 6 3 . 0 m m o l) を溶解した後、混合物を 5 時間還流下で撹拌した。次いで、混合物を M C で抽出し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 1 1 - 4 (8 . 6 g 、 収率 : 5 2 %) を得た。

【 0 1 3 2 】

化合物 C - 1 6 の調製

フラスコ内でトルエン 6 0 m L 、 E t O H 1 5 m L 、 及び H_2O 1 5 m L の混合溶媒に、化合物 1 1 - 4 (5 . 7 g 、 1 0 . 9 7 m m o l) 、 化合物 1 1 - 6 (4 . 2 g 、 1 3 . 2 0 m m o l) 、 $Pd(PPh_3)_4$ (6 3 4 m g 、 0 . 5 5 m m o l) 、 及び K_2CO_3 (3 . 0 g 、 2 1 . 9 4 m m o l) を溶解した後、混合物を 2 時間 3 0 分還流下で撹拌した。混合物を室温まで冷却した後、M e O H をそれに添加し、固体を濾過し、カラムクロマトグラフィで分離して、化合物 C - 1 6 (5 . 1 g 、 収率 : 6 9 %) を得た。

30

【 0 1 3 3 】

[表]

	MW	UV	PL	M. P.
C - 1 6	6 7 4 . 8 1	4 1 2 n m	5 8 5 n m	2 8 1 . 9 ° C

40

【 0 1 3 4 】

デバイス実施例 1 - 1 ~ 1 - 1 2 : ホストとして本発明に従った有機電界発光化合物を含む有機電界発光デバイスの製作

本発明に従った有機電界発光化合物を含む O L E D デバイスを製作した。有機発光ダイオード (O L E D) デバイス用のガラス基材 (G E O M A T E C 、 J a p a n) 上の透明電極酸化インジウムスズ (I T O) の薄膜 (1 0 Ω / sq) を、連続してトリクロロエチレン、アセトン、エタノール、及び蒸留水を用いた超音波洗浄に供し、次いでイソプロパノール中に保管した。次に、真空蒸着装置の基材ホルダ上に I T O 基材を載置した。N⁴ , N⁴' - ジフェニル - N⁴ , N⁴' - ビス (9 - フェニル - 9 H - カルバゾール - 3 -

50

イル) - [1 , 1' - ビフェニル] - 4 , 4' - ジアミンを該真空蒸着装置のセル内に導入し、次いで該装置のチャンバ内の圧力を 10^{-6} トルに制御した。その後、このセルに電流を印加して上記の導入された材料を蒸発させ、それにより、80 nmの厚さを有する第1の正孔注入層をITO基材上に形成した。次いで、ジピラジノ[2 , 3 - f : 2' , 3' - h] キノキサリン - 2 , 3 , 6 , 7 , 10 , 11 - ヘキサカルボニトリルを該真空蒸着装置の別のセル内に導入し、このセルに電流を印加することにより蒸発させ、それにより、5 nmの厚さを有する第2の正孔注入層を第1の正孔注入層上に形成した。N - ([1 , 1' - ビフェニル] - 4 - イル) - 9 , 9 - ジメチル - N - (4 - (9 - フェニル - 9 H - カルバゾール - 3 - イル) フェニル) - 9 H - フルオレン - 2 - アミンを該真空蒸着装置の別のセル内に導入し、このセルに電流を印加することにより蒸発させ、それにより、10 nmの厚さを有する第1の正孔輸送層を第2の正孔注入層上に形成した。N - (4 - (9 , 9 - ジフェニル - 9 H , 9' H - [2 , 9' - ビフルオレン] - 9' - イル) フェニル) - 9 , 9 - ジメチル - N - フェニル - 9 H - フルオレン - 2 - アミンを該真空蒸着装置の別のセル内に導入し、このセルに電流を印加することにより蒸発させ、それにより、60 nmの厚さを有する第2の正孔輸送層を第1の正孔輸送層上に形成した。その後、以下の表1に列挙されるホスト化合物をホストとして真空蒸着装置の1つのセル内に導入し、化合物D - 96をドーパントとして別のセル内に導入した。これら2つの材料を、ホスト及びドーパントの総量に基づき3重量%のドーピング量(ドーパントの量)で蒸着させて、40 nmの厚さを有する発光層を第2の正孔輸送層上に形成した。次いで、2 , 4 - ビス(9 , 9 - ジメチル - 9 H - フルオレン - 2 - イル) - 6 - (ナフタレン - 2 - イル) - 1 , 3 , 5 - トリアジン及びリチウムキノレートを、別の2つのセル内に導入し、同時に蒸発させ、蒸着させて、30 nmの厚さを有する電子輸送層を発光層上に形成した。次に、リチウムキノレートを、2 nmの厚さを有する電子注入層として電子輸送層上に蒸着させた後、80 nmの厚さを有するAlカソードを、別の真空蒸着装置によって電子注入層上に蒸着させた。このようにして、OLEDデバイスを製作した。

10

20

30

40

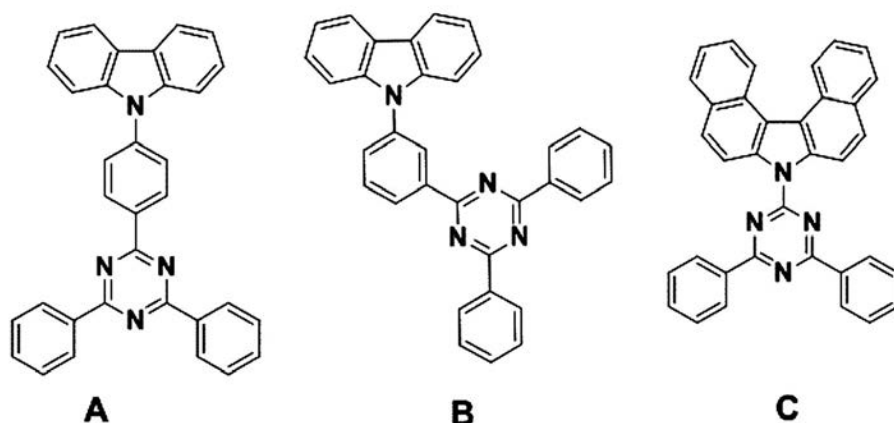
【0135】

比較例1 - 1 ~ 1 - 3 : ホストとして従来の有機電界発光材料を含む有機電界発光デバイスの製作

以下の化合物を発光材料のホストとして使用したことを除き、上記のデバイス実施例と同じ方式でOLEDデバイスを製作した。

【0136】

【化27】



【0137】

デバイス実施例1 - 1 ~ 1 - 12 及び比較例1 - 1 ~ 1 - 3 において製作された有機電界発光デバイスの評価結果が、以下の通り表1に示される。

【0138】

【表 1】

[表 1]

	ホスト	電圧 (V)	効率 (cd/A)	寿命 T98 (時間)	色
デバイス実施例 1-1	C-1	4.6	26.0	14	赤色
デバイス実施例 1-2	C-2	4.9	29.0	20	赤色
デバイス実施例 1-3	C-9	5.1	27.4	25	赤色
デバイス実施例 1-4	C-7	5.3	27.2	11	赤色
デバイス実施例 1-5	C-37	4.9	26.9	8	赤色
デバイス実施例 1-6	C-10	4.6	25.4	12	赤色
デバイス実施例 1-7	C-11	5.2	28.8	28	赤色
デバイス実施例 1-8	C-8	4.4	23.0	9	赤色
デバイス実施例 1-9	C-13	4.7	26.5	12	赤色
デバイス実施例 1-10	C-4	4.7	24.9	42	赤色
デバイス実施例 1-11	C-5	4.7	24.9	20	赤色
デバイス実施例 1-12	C-16	5.1	24.1	38	赤色
比較例 1-1	A	4.6	23.2	0	赤色
比較例 1-2	B	5.5	19.3	0	赤色
比較例 1-3	C	5.4	24.0	2	赤色

10

20

【0139】

表 1 中の駆動電圧、効率、及び色座標のデータは 5,000 ニットの輝度に基づき、寿命データは、5,000 ニット及び定電流で輝度が 100% から 98% に低減されるのにかかった時間である。

【0140】

比較例 2-1：電子緩衝層を備えない青色発光有機電界発光デバイスの製作

OLED デバイスを以下の通り製作した。有機発光ダイオード (OLED) デバイス用のガラス基材 (GEOMATEC、Japan) 上の透明電極酸化インジウムスズ (ITO) の薄膜 (10 Ω/sq) を、連続してアセトン、エタノール、及び蒸留水を用いた超音波洗浄に供し、次いでイソプロパノール中に保管した。次に、真空蒸着装置の基材ホルダ上に ITO 基材を載置した。N⁴, N^{4'}-ジフェニル-N⁴, N^{4'}-ビス(9-フェニル-9H-カルバゾール-3-イル)-[1,1'-ビフェニル]-4,4'-ジアミンを該真空蒸着装置のセル内に導入し、次いで該装置のチャンバ内の圧力を 10⁻⁶ トルに制御した。その後、このセルに電流を印加して上記の導入された材料を蒸発させ、それにより、60 nm の厚さを有する第 1 の正孔注入層を ITO 基材上に形成した。次いで、1,4,5,8,9,12-ヘキサアザトリフェニレン-ヘキサカルボニトリル (HAT-CN) を該真空蒸着装置の別のセル内に導入し、このセルに電流を印加することにより蒸発させ、それにより、5 nm の厚さを有する第 2 の正孔注入層を第 1 の正孔注入層上に形成した。N-([1,1'-ビフェニル]-4-イル)-9,9-ジメチル-N-(4-(9-フェニル-9H-カルバゾール-3-イル)フェニル)-9H-フルオレン-2-アミンを該真空蒸着装置の別のセル内に導入し、このセルに電流を印加することにより蒸発させ、それにより、20 nm の厚さを有する第 1 の正孔輸送層を第 2 の正孔注入層上に形成した。以下のような 9-(ナフタレン-2-イル)-3-(4-(9-フェニル-9H-カルバゾール-3-イル)フェニル)-9H-カルバゾール (HT-2) を該真空蒸着装置の別のセル内に導入し、このセルに電流を印加することにより蒸発させ、それにより、5 nm の厚さを有する第 2 の正孔輸送層を第 1 の正孔輸送層上に形成した。その後、以下のような化合物 BH-1 をホストとして真空蒸着装置の 1 つのセル内に導入し、

30

40

50

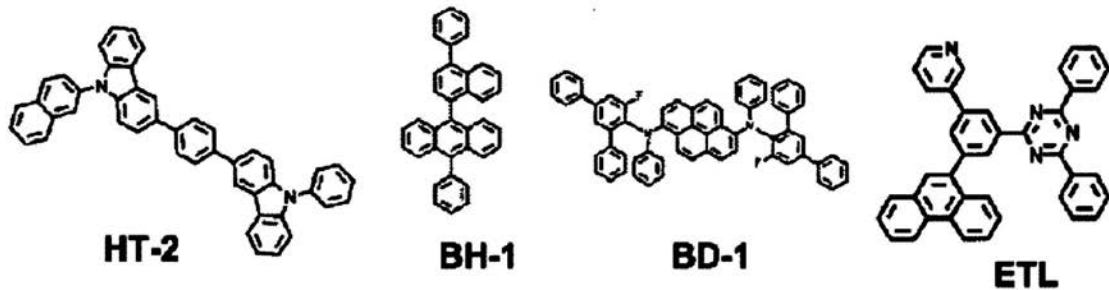
以下のような化合物 BD - 1 をドーパントとして別のセル内に導入した。これら 2 つの材料を異なる速度で蒸発させ、ホスト及びドーパントの総量に基づき 2 重量 % のドーピング量（ドーパントの量）で蒸着させて、20 nm の厚さを有する発光層を第 2 の正孔輸送層上に形成した。次いで、2 - (3 - (フェナントレン - 9 - イル) - 5 - (ピリジン - 3 - イル)フェニル) - 4, 6 - ジフェニル - 1, 3, 5 - トリアジン及びリチウムキノレート、別の 2 つのセル内に導入し、それぞれ 50 重量 % の量で同じ速度で蒸発させ、蒸着させて、35 nm の厚さを有する電子輸送層を発光層上に形成した。次に、リチウムキノレートを、2 nm の厚さを有する電子注入層として電子輸送層上に蒸着させた後、80 nm の厚さを有する Al カソードを、別の真空蒸着装置によって電子注入層上に蒸着させた。このようにして、OLED デバイスを製作した。OLED デバイスを製作するために使用した全ての材料は、 10^{-6} トルの真空昇華により精製した。

【0141】

OLED の 1,000 ニットの輝度での駆動電圧、CIE 色座標、ならびに 2,000 ニット及び定電流で輝度が 100 % から 90 % に低減されるのにかった時間が、以下の表 2 に示される。

【0142】

【化 28】



【0143】

比較例 2 - 2、ならびにデバイス実施例 2 - 1 及び 2 - 2：本発明に従った青色発光有機電界発光デバイスの製作

電子輸送層の厚さを 30 nm に低減したこと、及び 5 nm の電子緩衝層を発光層と電子輸送層との間に挿入したことを除き、OLED デバイスを比較実施例 2 - 1 と同じ様式で製作した。比較例 2 - 2 ならびにデバイス実施例 2 - 1 及び 2 - 2 において製作されたデバイスの評価結果が、以下の通り表 2 に示される。

【0144】

【表 2】

[表 2]

	電子緩衝層	電圧 (V)	色	寿命 (%)
比較例 2 - 1	—	4.2	青色	38.7
比較例 2 - 2	C	4.0	青色	34.0
デバイス実施例 2 - 1	C-1	4.6	青色	57.8
デバイス実施例 2 - 2	C-2	4.4	青色	64.1

【0145】

現在使用されている青色蛍光材料は、いくつかの問題を有する。第一に、パネルを製作するプロセス中に高温に曝露されたとき、青色蛍光発光デバイスの電流特性は変化して、輝度の変化の問題を引き起こし、発光層と電子注入層との間の界面特性の低下は、輝度及び寿命の減少を引き起こす。第二に、アントラセン系青色蛍光ホスト及びピレン系ドーパ

ントを含むデバイスの場合、ホストの LUMO（最低空軌道）エネルギーの絶対値（ A_h ）は、ドープアントの絶対値（ A_d ）よりも高く、正孔トラップは、電子輸送層と蛍光発光層との間の界面発光により効率が高まるように拡大されるが、寿命が減少するという点で問題がある。

【0146】

元々、LUMOエネルギー及びHOMO（最高被占軌道）エネルギーレベルは、負の値を有する。しかしながら、便宜上、LUMOエネルギーレベル及びHOMOエネルギーレベルは、本発明において絶対値で表される。加えて、LUMOエネルギーレベルの値は、絶対値に基づき比較される。本発明において、密度汎関数理論（DFT）により測定される値が、LUMOエネルギーレベル及びHOMOエネルギーレベルのために使用される。

10

【0147】

本発明に従った青色有機電界発光デバイスにおいて、電子緩衝層を間に置くことによって、電子注入は制御され、発光層と電子注入層との間の界面特性は改善され、したがって、寿命特性に焦点が絞られる。具体的には、有機電界発光デバイスにおいて電子緩衝層を間に置くことによって、発光層と電子輸送ゾーンとの間のLUMOエネルギーレベルに従った電子親和力の差により、電子注入及び輸送が制御され得る。

【0148】

本発明に従った有機電界発光デバイスにおいて、電子緩衝層のLUMOエネルギーレベルは、ホスト化合物のLUMOエネルギーレベルよりも高くあり得る。具体的には、電子緩衝層とホスト化合物との間のLUMOエネルギーレベルの差は0.4 eV以下であり得る。例えば、電子緩衝層及びホスト化合物のLUMOエネルギーレベルはそれぞれ、2.0 eV及び1.6 eVであり得、したがって、LUMOエネルギーレベルの差は0.4 eVであり得る。ホスト化合物と電子緩衝層との間のそのようなLUMOバリアにより、電子緩衝層を備えないデバイスと比較して、改善された寿命特性が示され得る。これは、デバイス内の界面特性の低下が、電子緩衝層による電子注入制御効果を通じて緩和されるためである。

20

【0149】

表2に示されるように、本発明の電子緩衝層の電子注入制御効果により、デバイス実施例2-1及び2-2は、電子緩衝層を備えない比較例2-1及び2-2よりも良好な寿命特性を示した。これらの結果は、長い寿命を必要とするフレキシブルディスプレイまたは照明デバイスの分野において、これから有効に使用され得る。

30

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/KR2016/000666
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C07D 251/24 (2006.01) C07D 307/91 (2006.01) C07D 333/76 (2006.01) C07C 13/567 (2006.01) C09K 11/06 (2006.01) H01L 51/50 (2006.01)		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
STN: CAPlus, Registry: Substructure search of formula 1.		
Google: Inventor/Applicant and Keywords: electroluminescent; and/or OLED; and/or device; and/or light; and/or emit.		
Espacenet: Inventor/Applicant and Keywords: electroluminescent and/or OLED.		
Applicant(s)/Inventor(s) name searched in internal databases provided by IP Australia.		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	Documents are listed in the continuation of Box C	
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C ☒ See patent family annex		
* "A"	Special categories of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	
Date of the actual completion of the international search 17 March 2016		Date of mailing of the international search report 17 March 2016
Name and mailing address of the ISA/AU AUSTRALIAN PATENT OFFICE PO BOX 200, WODEN ACT 2606, AUSTRALIA Email address: pct@ipaustalia.gov.au		Authorised officer Marica Nikac AUSTRALIAN PATENT OFFICE (ISO 9001 Quality Certified Service) Telephone No. +61 2 62832087

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No.
C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		PCT/KR2016/000666
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2013/105747 A1 (DUKSAN HIGH METAL CO., LTD.) 18 July 2013 Abstract; page 2; compounds 5-12, 6-12, 7-12 and 8-12, pages 14-16; Examples 1-5, pages 71-89; paragraph [557], page 91	1-4, 6-7
X	WO 2013/122364 A2 (DUKSAN HIGH METAL CO., LTD.) 22 August 2013 Abstract; formulae 21, 22, 25 and 26, pages 9-10; Examples 1-6 and Tables, pages 85-113; paragraphs [296]-[297], page 67; paragraph [134], page 49; Sub 6 (a-e), 7 (a-e), 11 (a-e) and 12 (a-e), pages 57-58, 63-65, Sub 13, compound 13-10, page 66; paragraph [403], page 113	1-4, 6-7
A	WO 2014/104720 A1 (ROHM AND HAAS ELECTRONIC MATERIALS KOREA LTD.) 03 July 2014 Abstract; formula 1, pages 2-3; compounds C-109, C-114 and C-116, page 11	1-7
P,X	WO 2015/174738 A1 (ROHM AND HAAS ELECTRONIC MATERIALS KOREA LTD.) 19 November 2015 Abstract; page 3; paragraphs [17]-[18], pages 3-4; compounds H2-496, H2-497 and H2-498, pages 18-19; paragraph [175], pages 24-25	1-7
P,X	WO 2015/156587 A1 (ROHM AND HAAS ELECTRONIC MATERIALS KOREA LTD.) 15 October 2015 Abstract; page 3; compounds of formula 9, page 6; compounds H2-496 to H2-532 and H2-665, pages 24-25; paragraph [232], page 35	1-7

Form PCT/ISA/210 (fifth sheet) (July 2009)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No.	
Information on patent family members		PCT/KR2016/000666	
This Annex lists known patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The Australian Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.			
Patent Document/s Cited in Search Report		Patent Family Member/s	
Publication Number	Publication Date	Publication Number	Publication Date
WO 2013/105747 A1	18 July 2013	WO 2013105747 A1	18 Jul 2013
		KR 20130083817 A	23 Jul 2013
WO 2013/122364 A2	22 August 2013	WO 2013122364 A2	22 Aug 2013
		KR 20130092939 A	21 Aug 2013
		KR 20130093460 A	22 Aug 2013
		KR 20130093541 A	22 Aug 2013
		KR 20130139412 A	23 Dec 2013
		KR 20140064463 A	28 May 2014
		TW 201336848 A	16 Sep 2013
		TW I494315 B	01 Aug 2015
WO 2014/104720 A1	03 July 2014	WO 2014104720 A1	03 Jul 2014
		CN 104870434 A	26 Aug 2015
		KR 20140082351 A	02 Jul 2014
		TW 201435043 A	16 Sep 2014
WO 2015/174738 A1	19 November 2015	WO 2015174738 A1	19 Nov 2015
		KR 20150130928 A	24 Nov 2015
WO 2015/156587 A1	15 October 2015	WO 2015156587 A1	15 Oct 2015
		KR 20150116776 A	16 Oct 2015
End of Annex			
Due to data integration issues this family listing may not include 10 digit Australian applications filed since May 2001. Form PCT/ISA/210 (Family Annex)(July 2009)			

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ

(72)発明者 ジン・リ・ホン

大韓民国 1 8 4 4 9 キョンギ - ド ファソン - シ サムスン 1 - ロ 5 - ジル 2 0

(72)発明者 ビトナリ・キム

大韓民国 1 8 4 4 9 キョンギ - ド ファソン - シ サムスン 1 - ロ 5 - ジル 2 0

(72)発明者 サン・ヒー・チョ

大韓民国 1 8 4 4 9 キョンギ - ド ファソン - シ サムスン 1 - ロ 5 - ジル 2 0

Fターム(参考) 3K107 AA01 CC04 CC21 CC35 DD59 DD68 DD74 DD78

4C063 AA01 BB06 CC43 DD08 EE10

专利名称(译)	有机电致发光化合物和含有它的有机电致发光器件		
公开(公告)号	JP2018510495A	公开(公告)日	2018-04-12
申请号	JP2017538980	申请日	2016-01-21
[标]申请(专利权)人(译)	罗门哈斯电子材料有限公司		
申请(专利权)人(译)	罗门哈斯电子材料有限公司韩国		
[标]发明人	ヒーリョンカン ジンリホン ビトナリキム サンヒーチョ		
发明人	ヒーリョン・カン ジン・リ・ホン ビトナリ・キム サン・ヒー・チョ		
IPC分类号	H01L51/50 C07D403/10		
CPC分类号	C07D209/82 C07D251/24 C07D403/10 C07D405/14 C07D409/14 C09B57/00 C09B57/008 C09B57/10 C09K11/06 H01L51/0052 H01L51/0058 H01L51/0067 H01L51/0072 H01L51/0085 H01L51/5016 H01L51/5024		
FI分类号	H05B33/14.B H05B33/22.B C07D403/10.CSP		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/CC04 3K107/CC21 3K107/CC35 3K107/DD59 3K107/DD68 3K107/DD74 3K107/DD78 4C063/AA01 4C063/BB06 4C063/CC43 4C063/DD08 4C063/EE10		
优先权	1020150021675 2015-02-12 KR 1020160002161 2016-01-07 KR		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及有机电致发光化合物和包含该化合物的有机电致发光器件。根据本发明的有机电致发光化合物可以包含在发光层或电子缓冲层中，以生产具有低驱动电压，优异的电流和功率效率并且显著改善的使用寿命的有机电致发光器件。这是有效的。[选择图]无

(19) 日本国特許庁 (JP)		(12) 公 表 特 許 公 報 (A)	(11) 特許出願公表番号 特表2018-510495 (P2018-510495A)
		(43) 公表日	平成30年4月12日 (2018. 4. 12)
(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)	
H 0 1 L 5 1 / 5 0	(2006.01)	H 0 5 B 3 3 / 1 4	3 K 1 0 7
C 0 7 D 4 0 3 / 1 0	(2006.01)	H 0 5 B 3 3 / 2 2	4 C 0 6 3
		C 0 7 D 4 0 3 / 1 0	C S P
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 41 頁)			
(21) 出願番号	特願2017-538980 (P2017-538980)	(71) 出願人	509266480
(86) (22) 出願日	平成28年1月21日 (2016. 1. 21)		ローム・アンド・ハース・エレクトロニッ
(86) 翻訳文提出日	平成29年7月24日 (2017. 7. 24)		ク・マテリアルズ・コリア・リミテッド
(86) 国際出願番号	PCT/KR2016/000666		大韓民国 3 3 1 - 9 8 0 チュンチョン
(87) 国際公開番号	W02016/129819		ナムード チョナシ ソブクーク 3
(87) 国際公開日	平成28年8月18日 (2016. 8. 18)		コンダン 1 - ロ 5 6
(31) 優先権主張番号	10-2015-0021675	(74) 代理人	110000589
(32) 優先日	平成27年2月12日 (2015. 2. 12)		特許業務法人センタ国際特許事務所
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)	(72) 発明者	ヒーリョン・カン
(31) 優先権主張番号	10-2016-0002161		大韓民国 1 8 4 4 9 キョンギード フ
(32) 優先日	平成28年1月7日 (2016. 1. 7)		ァソンシ サムスン 1 - ロ 5 - ジル
(33) 優先権主張国	韓国 (KR)		2 0
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 有機電界発光化合物及びそれを含む有機電界発光デバイス