

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5374833号
(P5374833)

(45) 発行日 平成25年12月25日 (2013.12.25)

(24) 登録日 平成25年10月4日 (2013.10.4)

(51) Int.Cl.

F I

C O 9 K 11/06 (2006.01)

H O 1 L 51/50 (2006.01)

C O 9 K 11/06 6 1 O

H O 5 B 33/14 B

H O 5 B 33/22 D

C O 9 K 11/06 6 2 O

C O 9 K 11/06 6 9 O

請求項の数 7 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2007-130779 (P2007-130779)
 (22) 出願日 平成19年5月16日 (2007.5.16)
 (65) 公開番号 特開2008-285561 (P2008-285561A)
 (43) 公開日 平成20年11月27日 (2008.11.27)
 審査請求日 平成22年4月8日 (2010.4.8)

(73) 特許権者 000003300
 東ソー株式会社
 山口県周南市開成町4560番地
 (72) 発明者 西山 正一
 山口県周南市土井2-15-4-303

審査官 横川 美穂

(56) 参考文献 特表2006-512395 (JP, A)
)
 国際公開第2005/056633 (WO, A1)
 国際公開第2007/119800 (WO, A1)

最終頁に続く

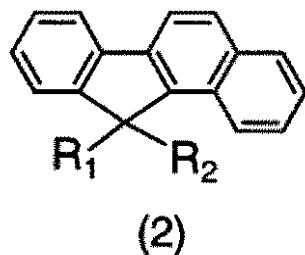
(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネセンス材料およびそれを用いた有機エレクトロルミネセンス素子

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記一般式(2)で表される有機基を部分構造として有し、且つ当該部分骨格の縮合環上の3位、7位、8位、9位、又は10位のいずれか一つの炭素原子にアミノ基が結合しており、薄膜での蛍光スペクトルの最大蛍光波長(以下、 λ_{max} と略す)における蛍光強度に対する($\lambda_{max} + 60\text{nm}$)における蛍光強度の比が0.15以下であることを特徴とする有機エレクトロルミネセンス材料。

【化1】

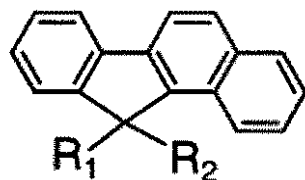


(式中、 R^1 、 R^2 は各々独立して炭素数1～8のアルキル基、または炭素数6～12のアリール基を表す。なお、 R^1 と R^2 は結合して環を形成してもよい。)

【請求項2】

下記一般式(2)

【化2】



(2)

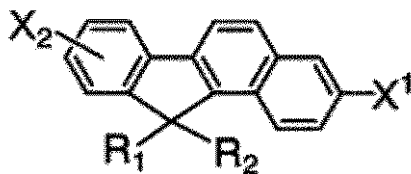
10

(式中、 R^1 、 R^2 は各々独立して炭素数1～8のアルキル基、または炭素数6～12のアリール基を表す。なお、 R^1 と R^2 は結合して環を形成してもよい。)

で表される有機基を部分構造として有し、薄膜での蛍光スペクトルの最大蛍光波長(以下、 λ_{max} と略す)における蛍光強度に対する($\lambda_{max} + 60\text{nm}$)における蛍光強度の比が0.15以下であり、且つ下記一般式(4)

20

【化3】



(4)

30

(式中、 X_1 、 X_2 は各々独立して水素原子、臭素原子、塩素原子またはヨウ素原子であり、少なくともいずれかはハロゲン原子である。また、 R_1 、 R_2 は各々独立して炭素数1～8のアルキル基、または炭素数6～12のアリール基を表す。なお、 R_1 と R_2 は結合して環を形成してもよい。)

で表されるハロゲン化合物をアミノ化して得られることを特徴とする、請求項1に記載の有機エレクトロルミネセンス材料。

40

【請求項3】

λ_{max} に対する($\lambda_{max} + 60\text{nm}$)の蛍光強度比が0.09以下であることを特徴とする請求項1又は請求項2記載の有機エレクトロルミネセンス材料。

【請求項4】

請求項1～3のいずれか一項に記載の有機エレクトロルミネセンス材料において、 R^1 および R^2 が各々独立して炭素数1～8のアルキル基であることを特徴とする有機エレクトロルミネセンス材料。

【請求項5】

一対の電極間に、請求項1～4のいずれか一項に記載の有機エレクトロルミネセンス材料を有機化合物層として少なくとも一層含むことを特徴とする有機エレクトロルミネセンス

50

素子。

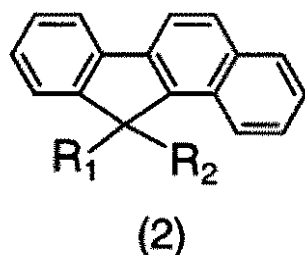
【請求項 6】

請求項 1 ～ 5 のいずれか一項に記載の有機エレクトロルミネセンス材料を含む有機化合物層が、発光層、正孔輸送層、正孔注入層のいずれかであることを特徴とする請求項 6 に記載の有機エレクトロルミネセンス素子。

【請求項 7】

下記一般式 (2)

【化 4】



(式中、 R^1 、 R^2 は各々独立して炭素数 1 ～ 8 のアルキル基、または炭素数 6 ～ 12 のアリール基を表す。なお、 R^1 と R^2 は結合して環を形成してもよい。)

で表される有機基を部分構造として有し、且つ当該部分骨格の縮合環上の 3 位、7 位、8 位、9 位、又は 10 位のいずれか一つの炭素原子にアミノ基が結合しており、薄膜での蛍光スペクトルの最大蛍光波長 (以下、 λ_{max} と略す) における蛍光強度に対する ($\lambda_{max} + 60 \text{ nm}$) における蛍光強度の比が 0.15 以下である有機エレクトロルミネセンス材料を用いることを特徴とする、有機 EL 素子の長寿命化方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、不純物濃度を低減した有機エレクトロルミネセンス材料およびそれを用いた有機エレクトロルミネセンス素子に関するものである。

【0002】

なお、以下、エレクトロルミネセンスを EL と略す。

【背景技術】

【0003】

有機 EL 素子は、高速応答性・高視野角・高効率の発光素子として精力的に研究がなされており、近年、実用化も始まっている。しかし、今なお、寿命・効率の面で満足できるレベルにはなく、さらなる長寿命・高効率を目指した開発が続けられている。

【0004】

特に問題となっている有機 EL 素子の劣化は、さらなる改善が必要となっている。最近、有機 EL 素子の初期輝度低下および経時的な劣化要因として、材料中の不純物が大きく影響していることが報告されている (例えば、特許文献 1 ～ 6 参照) 。

【0005】

中でも、特許文献 6 には、有機 EL 材料の不純物として、これら材料を製造する際の原料物質に由来する不純物や、その製造工程で生成する中間体或いは前駆体、さらには、ハロゲン化合物を用いる際の中間体としての未反応物が記載されている。そして、不純物の定量法としては、高速液体クロマトグラフィーがよいと記載されている。

【0006】

また、特許文献 3 には、クロスカップリング反応により生じうる不純物、例えば、同じ

反応種の間で結合したホモカップリング体、原料のハロゲン原子や金属原子が水素で置き換わったもの等を記載している。そして、その定量法は、やはり同じく高速液体クロマトグラフィーである。

【 0 0 0 7 】

【特許文献 1】特開 2 0 0 2 - 2 3 5 0 7 7 公報（特許請求の範囲）

【特許文献 2】特開 2 0 0 2 - 3 7 3 7 8 5 公報（特許請求の範囲）

【特許文献 3】特開 2 0 0 2 - 3 7 3 7 8 6 公報（特許請求の範囲）

【特許文献 4】特開 2 0 0 3 - 6 8 4 6 7 公報（特許請求の範囲）

【特許文献 5】特開 2 0 0 5 - 2 2 5 9 1 6 公報（特許請求の範囲）

【特許文献 6】W O 2 0 0 0 / 4 1 4 4 3 号公報（特許請求の範囲）

10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 8 】

高い効率を示す上記一般式（ 1 ）または（ 2 ）で表される有機基を部分構造として有する有機 E L 材料において、従来の高速液体クロマトグラフィーによる不純物の分析では、定量できない不純物があることが分かってきた。例えば、高速液体クロマトグラフィー分析で、同じ純度を示しているにも拘らず、E L 素子での評価では、色純度、寿命がかなり異なり、ロット間で E L 性能にバラツキが見られる場合があり、この不純物の挙動を解析しない限り、高効率・高寿命の素子を安定よく製造できないことが分かってきた。

【 0 0 0 9 】

20

本発明の目的は、不純物の少ない上記一般式（ 1 ）または（ 2 ）で表される有機基を部分構造として有する有機 E L 材料およびそれを用いた有機 E L 素子を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 0 】

本発明者らは鋭意検討した結果、一般式（ 1 ）または（ 2 ）で表される有機基を部分構造として有する有機 E L 材料において、薄膜での蛍光スペクトルの最大蛍光波長（ λ_{max} ）における蛍光強度に対する（ $\lambda_{max} + 60 \text{ nm}$ ）における蛍光強度の比が 0.2 未満であることを特徴とする有機 E L 材料が、効率および素子の劣化抑制の面で非常に優れていることを見出し、本発明を完成するに至った。

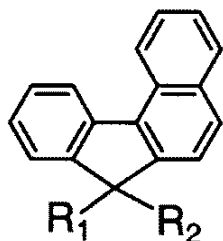
30

【 0 0 1 1 】

即ち、本発明は、下記一般式（ 1 ）または（ 2 ）で表される有機基を部分構造として有し、薄膜での蛍光スペクトルの最大蛍光波長（ λ_{max} ）における蛍光強度に対する（ $\lambda_{max} + 60 \text{ nm}$ ）における蛍光強度の比が 0.2 未満であることを特徴とする有機 E L 材料およびその用途に関するものである。

【 0 0 1 2 】

【化 1】



(1)



(2)

40

（式中、 R^1 、 R^2 は各々独立して炭素数 1 ~ 8 のアルキル基、または炭素数 6 ~ 12 のアリール基を表す。なお、 R^1 と R^2 は結合して環を形成してもよい。）

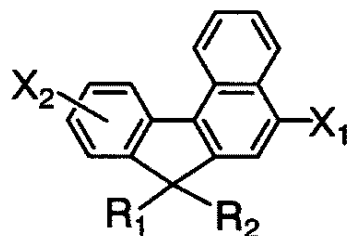
上記一般式（ 1 ）または（ 2 ）で表される有機基を部分構造として有する有機 E L 材料

50

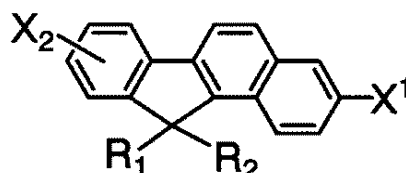
は、下記一般式(3)または(4)で表されるハロゲン化合物と、銅、パラジウムおよびニッケルのような遷移金属触媒存在下、有機金属化合物とのクロスカップリング反応、パラジウム触媒を用いたアミン化合物とのBuchwald-Hartwig反応(例えば、Journal of chemistry, 65, 1158-1174(2000)参照)、銅触媒を用いたアミン化合物とのUllmann反応等から合成することができる。

【0013】

【化2】



(3)



(4)

(式中、 X^1 , X^2 は各々独立して水素原子、臭素原子、塩素原子またはヨウ素原子であり、少なくともいずれかはハロゲン原子である。また、 R^1 , R^2 は各々独立して炭素数1~8のアルキル基、または炭素数6~12のアリール基を表す。なお、 R^1 と R^2 は結合して環を形成してもよい。)

ここで言うクロスカップリング反応とは、炭素-炭素結合を生成する反応であり、有機ホウ素化合物を用いた鈴木-宮浦反応(例えば、Tetrahedron, 58, 9633-9695(2002)参照)、有機スズ化合物を用いたStill反応、有機亜鉛化合物を用いたNegishi反応等(例えば、Palladium Reagents and Catalysts(2004) John Wiley & Sons, Ltd. 参照)が挙げられる。

【0014】

これら反応時の条件は、特に制限はない。しかし、これら反応で使用する遷移金属触媒に由来する金属残渣は、極力少ない方がよく、遷移金属触媒量は、上記一般式(3)または(4)で表されるハロゲン化合物1molに対して0.5mol%以下、より好ましくは0.2mol%以下である。

【0015】

さらに、このような公知の方法により得られる上記一般式(1)または(2)で表される有機EL材料は、シリカゲル、アルミナおよび活性白土等のクロマトグラフィー、再結晶、昇華精製等の精製操作を組み合わせるにより精製される。

【0016】

以下に合成される有機EL材料を例示するが、特にこれらの化合物に限定されるものではない。

【0017】

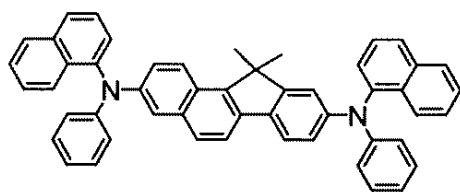
10

20

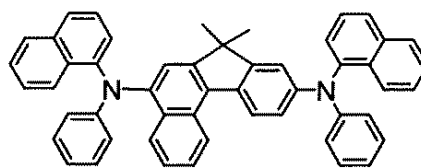
30

40

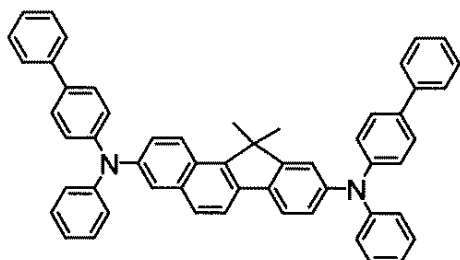
【化 3】



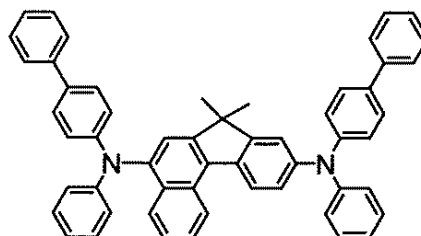
(A1)



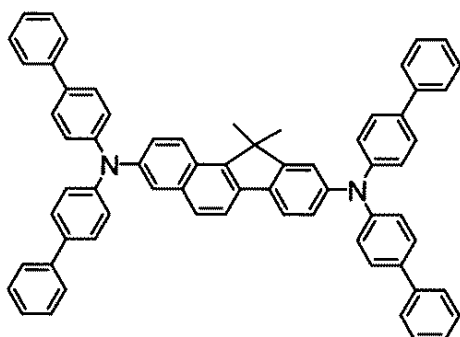
(A2)



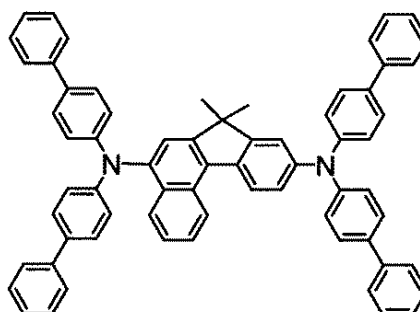
(A3)



(A4)



(A5)



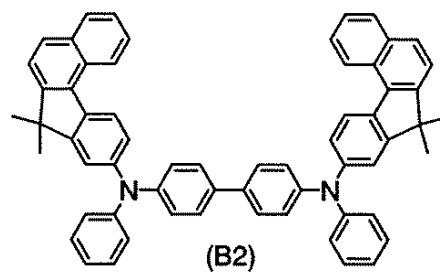
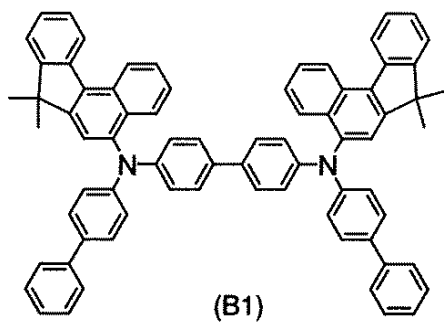
(A6)

【 0 0 1 8 】

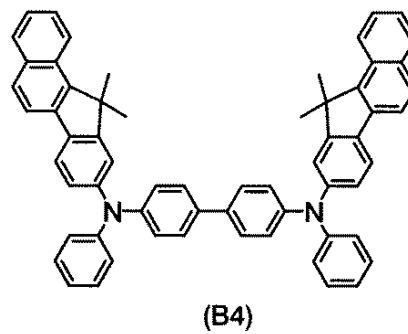
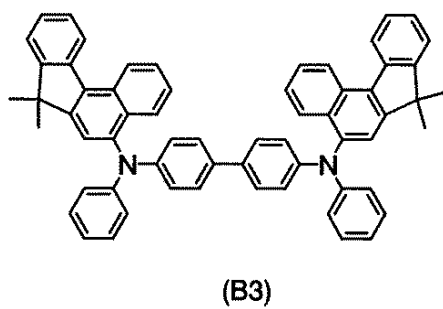
10

20

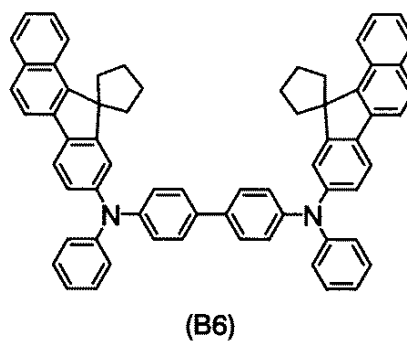
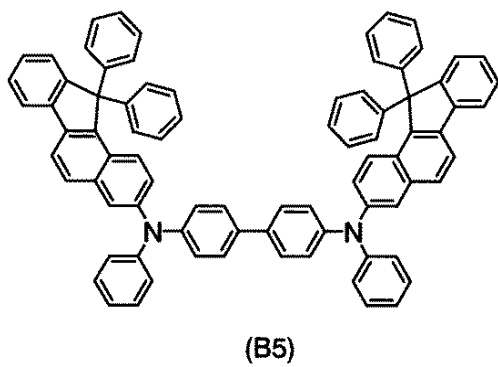
【化 4】



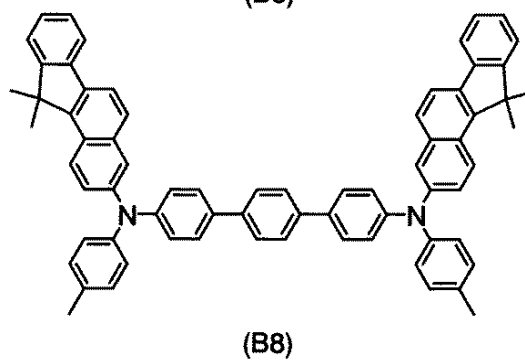
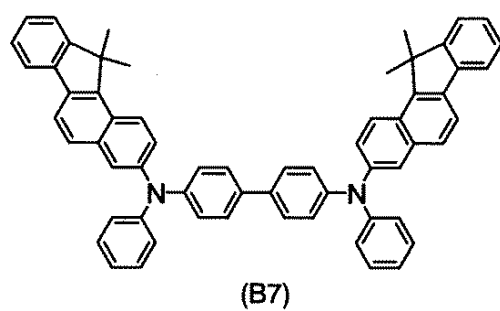
10



20

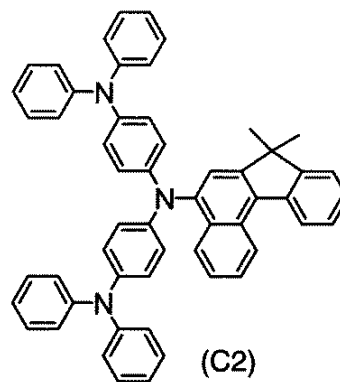
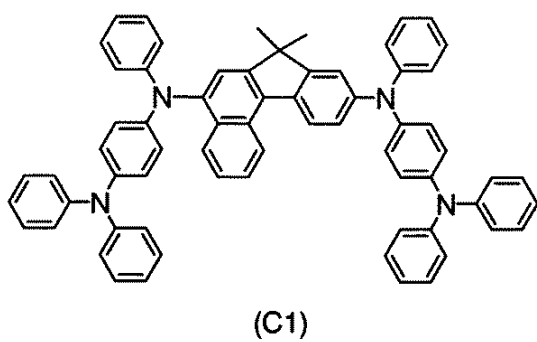


30

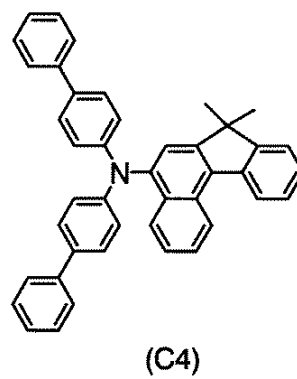
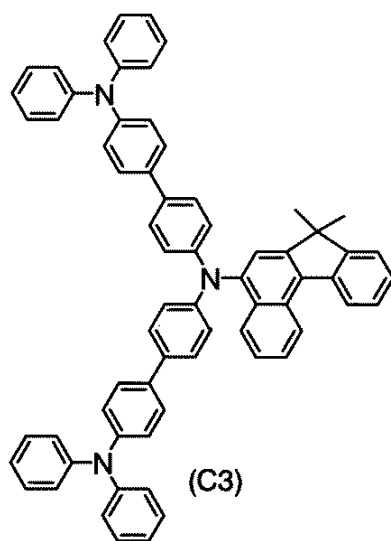


40

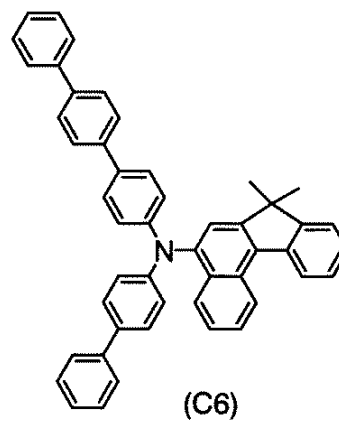
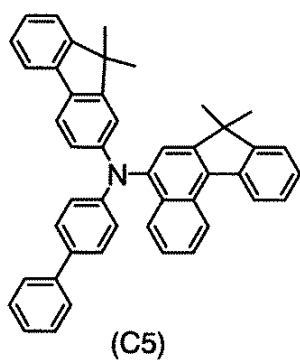
【化 5】



10



20

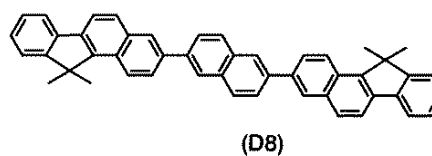
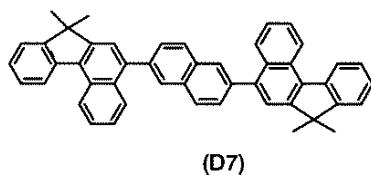
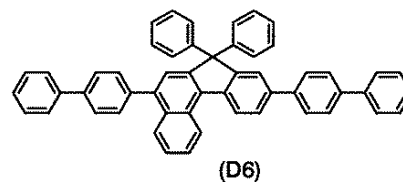
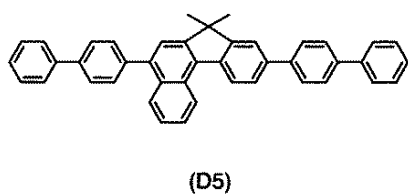
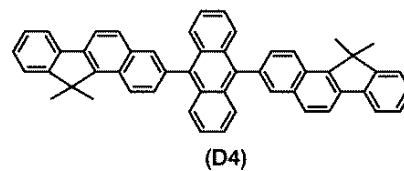
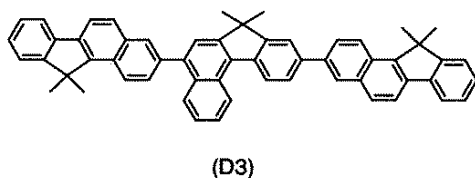
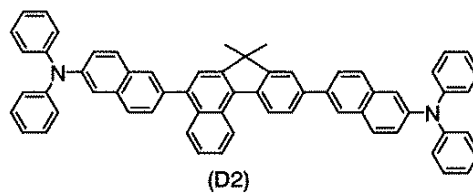
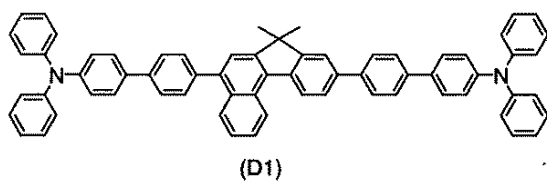


30

【 0 0 2 0 】

40

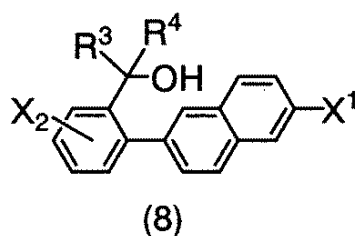
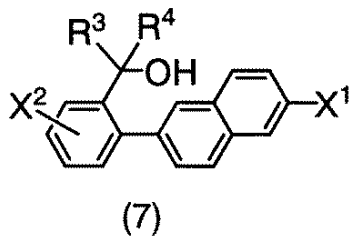
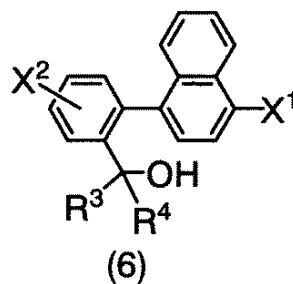
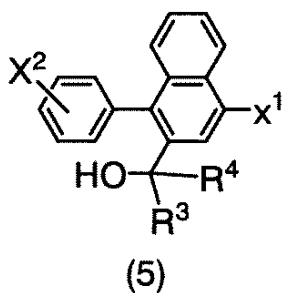
【化6】



上記化合物は、下記一般式(5)～(8)または(9)～(11)で表されるフェニルナフタレン誘導体の環化反応を経由して合成できる。

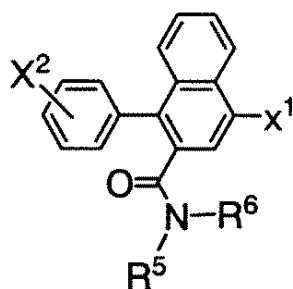
【0021】

【化7】

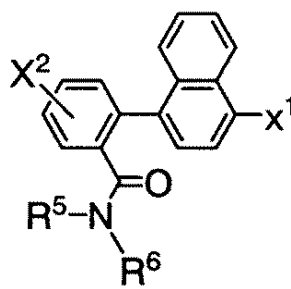


【0022】

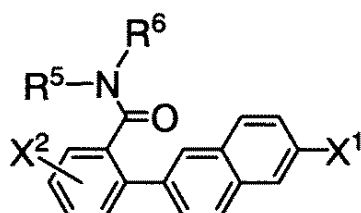
【化 8】



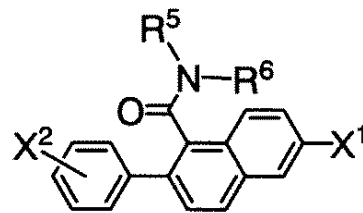
(9)



(10)



(11)



(12)

(式中、 X^1 、 X^2 は各々独立して水素原子、臭素原子、塩素原子またはヨウ素原子であり、少なくともいずれかはハロゲン原子である。また、 $R^3 \sim R^6$ は各々独立して炭素数1～8のアルキル基、または炭素数6～12のアリール基を表す。なお、 R^3 と R^4 または R^5 と R^6 は結合して環を形成してもよい。)

上記一般式(5)～(8)の環化反応は、酸触媒、有機溶媒中で実施される。酸触媒としては、ブレンステッド酸またはルイス酸であり、好ましくはルイス酸である。ルイス酸の具体例としては、塩化鉄(III)、臭化鉄(III)等の鉄化合物、塩化亜鉛、臭化亜鉛等の亜鉛化合物、塩化ジルコニウム等のジルコニウム化合物、塩化チタン、臭化チタン、チタニウムエトキシド等のチタン化合物、塩化アルミニウム、臭化アルミニウム等のアルミニウム化合物、三フッ化ホウ素、三フッ化ホウ素・エーテル錯体、三フッ化ホウ素・酢酸錯体、三臭化ホウ素等のホウ素化合物、塩化スカンジウム、塩化ランタン等のランタノイド金属塩等が挙げられる。中でもホウ素化合物が好ましい。

【0023】

酸触媒の使用量は、上記一般式(5)～(8)のいずれかで表されるフェニルナフタレン誘導体1molに対して、通常、0.1～20倍molである。また、使用される有機溶媒は、反応を阻害しないものであれば特に制限はないが、通常、ジクロロメタン、クロロホルム、四塩化炭素等のハロゲン系溶媒が好ましい。

【0024】

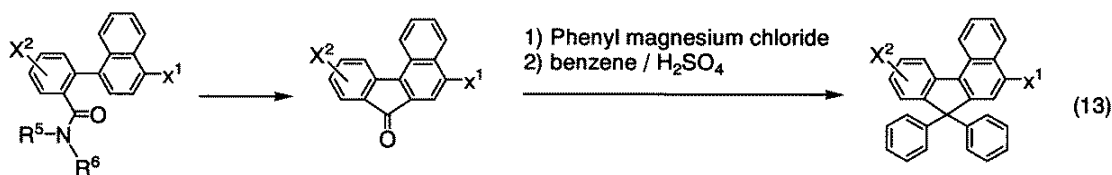
また、上記一般式(9)～(12)で表されるフェニルナフタレン誘導体の環化反応は、強塩基存在下、有機溶媒中で実施される(例えば、Journal of Organic Chemistry, 56, 1683-1685(1991)参照)。強塩基としては、前記文献に記載されているようなtert-ブチルリチウム、リチウムジイソプロピルアミド等が挙げられる。有機溶媒としては、反応を阻害しないものであれば特に制限はないが、通常、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル系溶媒が好ましい。

【0025】

なお、上記一般式(9)～(12)のいずれかで表されるフェニルナフタレン誘導体の環化反応により、対応するベンゾフルオレノン誘導体が生ずるが、例えば、上記一般式(3)または(4)で表されるハロゲン化合物への変換(例えば、 R^3 、 R^4 =フェニル)は、公知のグリニヤール反応およびフリーデル・クラフト反応を経て合成される(下式(13)参照)。

【 0 0 2 6 】

【 化 9 】



前述の環化反応により、95%以上の純度で目的とする上記一般式(3)または(4)で表されるハロゲン化合物が得られる。しかし、このまま次工程のクロスカップリング反応および/またはアミノ化反応を経て、再結晶、クロマトグラフィーまたは昇華による精製を行っても、高純度の上記一般式(1)または(2)で表される有機基を部分構造として有する有機EL材料が得られないばかりか、素子特性でも良好な結果が得られない。

10

【 0 0 2 7 】

特にアミノ化反応により合成される有機EL材料(例えば、上記例示化合物(A1)~(A6)、(B1)~(B8)、(C1)~(C6))は、見かけの純度が高くても、素子特性、特に素子寿命の低下速度が大きい。

【 0 0 2 8 】

前述の環化反応生成物は非常に複雑であり、必ずしも全て同定はできていないが、質量分析により、上記一般式(3)または(4)で表されるハロゲン化合物以外に、例えば、末端にオレフィン基または三級アルキル基を有する化合物、二量化した化合物、或いは重合した粘性化合物等の存在が示唆されている。これら不純物を再結晶、クロマトグラフィー等の公知の方法で精製し、高速液体クロマトグラフィー分析での不純物濃度を0.5面積%以下に低減させたハロゲン化合物を用いて、クロスカップリング反応および/またはアミノ化反応を行って得られた有機EL材料と、そうでない有機EL材料とを比較した場合、高速液体クロマトグラフィー分析で同じ純度を示しても、蛍光スペクトルにおいて、明らかに長波長成分のスペクトルが異なることが判明した。長波長成分のスペクトルが異なるとは、薄膜での蛍光スペクトルの最大蛍光波長(λ_{max})における蛍光強度に対する($\lambda_{max} + 60\text{nm}$)における蛍光強度の比、即ち、 $\text{蛍光強度}_{\lambda_{max} + 60} / \text{蛍光強度}_{\lambda_{max}}$ が0.2未満であるかないかを指す。 $\text{蛍光強度}_{\lambda_{max} + 60} / \text{蛍光強度}_{\lambda_{max}}$ が0.2未満であることを満たす有機EL材料を用いると、EL素子の効率・寿命は向上することが分かった。

20

30

【 0 0 2 9 】

なお、ここで言う薄膜での蛍光スペクトルは、粉末での蛍光スペクトルを指す。

【 0 0 3 0 】

このように上記(1)または(2)で表される有機基を部分構造として有する有機EL材料の薄膜での $\text{蛍光強度}_{\lambda_{max} + 60} / \text{蛍光強度}_{\lambda_{max}}$ が0.2未満であることにより、非常に高効率・高寿命の有機EL素子が可能となる。

【 0 0 3 1 】

本発明の上記一般式(1)または(2)で表される有機基を部分構造とする有機EL材料は、正孔注入層、正孔輸送層、発光層、電子輸送層の少なくともいずれかの層に使用されるが、好ましくは正孔注入層、正孔輸送層、発光層である。

40

【 発明の効果 】

【 0 0 3 2 】

本発明による上記一般式(1)または(2)で表される有機基を部分構造として有する有機EL材料は、さらなる低電圧駆動と高い電力効率を達成し、加えてそれからなる有機EL素子の耐久性向上が期待できる。

【 実施例 】

【 0 0 3 3 】

以下、本発明を実施例に基づき、さらに詳細に説明する。

【 0 0 3 4 】

50

高速液体クロマトグラフィー（HPLC）分析は、東ソー製 LC-8020シリーズ（CCPM-II型ポンプ、UV-8020型UV検出器、CO-8020型カラムオープン）を使用し、移動層としてアセトニトリル：テトラヒドロフラン＝9：1（体積比）、分析カラムとしてInertsil ODS-3V（4.5 mm i.d. × 250 mm）を用いた。なお、流速は1 ml / 分、測定波長は254 nm、カラム温度は45℃、注入量は5 µlとした。

【0035】

蛍光スペクトルは、めのう乳鉢で粉碎した試料を粉末セルに充填し、日立製 F-2500を用いて、室温（大気中）、励起波長340 nmの条件下で測定した。

【0036】

¹H-NMR測定、¹³C-NMR測定およびFDMS測定は、各々バリアン社製 Gemini 200、日立製作所製 M-80Bを使用して実施した。

【0037】

合成例 1

2-ブロモ-6-(2-ヒドロキシイソプロピル)フェニル-ナフタレン 26.7 g (78 mmol)、クロロホルム570 mlを窒素置換した1 L 3つ口フラスコに入れ、この溶液に窒素気流下で三フッ化ホウ素・ジエチルエーテル錯体 14.5 g (102 mmol)を10分間かけて滴下した。滴下終了後、50℃まで昇温し、2時間攪拌した。室温まで冷却後、純水にて分液・洗浄し、得られた有機層を無水硫酸マグネシウムで乾燥した。濃縮後に得られた残渣をシリカゲルクロマトグラフィー（ヘキサン/トルエン＝1/1（体積比））で精製後、ヘキサンで洗浄することにより、黄色粉末として13.5 g（収率49%）を得た。得られた粉末のHPLC純度は99.4%であった。本サンプルをAとする。

【0038】

さらに、トルエン/ヘキサン＝1/1（体積比）溶液から再結晶を2回行い、無色のハロゲン化合物を純度99.7%で得た。本サンプルをBとする。

【0039】

合成例 2（化合物[B7]の合成）

100 mlナス型フラスコに、合成例1で得たハロゲン化合物（サンプルAまたはB）3.0 g（9.3 mmol）、N,N'-ジフェニルベンジジン 1.54 g（4.6 mmol）、ナトリウム-tert-ブトキシド 1.1 g（11.5 mmol）およびキシレン80 mlを導入して懸濁させ、窒素で系内を置換した。さらに、窒素雰囲気下、酢酸パラジウム4.2 mg（0.019 mmol, 0.2 mol%）およびトリ-tert-ブチルホスフィン 12 mgを添加し、125℃に加熱した。所定温度で5時間熟成した後、反応液を室温まで冷却した。水40 mlを添加後、ジクロロメタンで抽出を行い、有機相を水洗後、濃縮した。

【0040】

比較例 1

合成例1のサンプルA（HPLC純度99.4%）を用い、合成例2に準じて目的物を合成した。得られた濃縮液をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（トルエン）にて精製し、濃縮した。その後、10 mlのトルエンに溶解後、あらかじめ用意したメタノール溶液に滴下して、生成した沈殿を濾過した。真空乾燥することにより、3.4 gの化合物[B7]を得た（純度97.8%、収率89%）。

【0041】

さらに、0.8 gを340 × 10⁻³ Paで5時間昇華精製を行い、0.67 gのサンプルCを得た。HPLC分析での純度は99.3%であった。得られた化合物[B7]の蛍光スペクトルを図1に示す。蛍光強度 $\lambda_{max} + 60$ / 蛍光強度 λ_{max} （以下、PL強度比と略す）は0.26であった。

【0042】

<素子作製>

10

20

30

40

50

厚さ130 nmのITO透明電極を有するガラス基板をアセトン、イソプロピルアルコールで順次超音波洗浄し、次いで、イソプロピルアルコールで煮沸洗浄した後、乾燥した。さらに、UV/オゾン処理したものを透明導電性支持基板として使用した。ITO透明電極上に、銅フタロシアニンを真空蒸着法により25 nmの膜厚で成膜した。次に、比較例1で得られた化合物[B7]を真空蒸着法により45 nmの膜厚で成膜し、正孔輸送層を形成した。次に、アルミニウムトリスキノリノール錯体を真空蒸着法により60 nmの膜厚で成膜し、電子輸送層を形成した。なお、上記有機化合物の蒸着条件は、真空度 1.0×10^{-4} Pa、成膜速度0.3 nm/秒の同一条件で成膜した。

【0043】

次に、陰極としてLiFを0.5 nm、Alを100 nm蒸着し、金属電極を形成した。

【0044】

さらに、窒素雰囲気下、保護用ガラス基板を重ね、UV硬化樹脂で封止した。このようにして得られたEL素子に、ITO電極を正極、LiF-Al電極を負極にして、電流密度20 mA/cm²でのEL素子評価を行った。その際の電圧、電流効率はそれぞれ5.6 V、4.5 cd/Aであった。また、輝度半減寿命は1000時間であった。結果を表1に示す。

【0045】

比較例2

比較例1でシリカゲルクロマトグラフィーにより精製して得られた濃縮液を再度シリカゲルクロマトグラフィーで2回精製した。その後、比較例1と同様な再沈操作を行い、3.2 gの化合物[B7]を得た(純度98.1%, 収率86%)。

【0046】

その後、1.0 gを 340×10^{-3} Paで昇華精製を2回を行い、0.59 gの化合物[B7]を得た。HPLC分析での純度は99.8%であった。比較例1と同様な素子を作製し、EL素子进行评估した。結果を表1に示す。

【0047】

実施例1

合成例1のサンプルB(HPLC純度99.7%)を用い、合成例2に準じて目的物を合成した。比較例1と同様な操作を行い、99.8%の化合物[B7]を得た。

【0048】

比較例1と同様な素子を作製し、EL素子进行评估した。結果を表1に示す。

【0049】

実施例2

実施例1で得られたものを再度同一条件下で昇華精製を行い、HPLC純度99.9%のサンプルを得た。得られた化合物[B7]の蛍光スペクトルを図1に示す。PL強度比は0.09であった。比較例1と同様な素子を作製し、EL素子进行评估した。結果を表1に示す。

【0050】

【表1】

	ハロゲン化合物		有機EL材 純度(%)	PL強度比	EL性能評価		素子寿命 (hr)
	化合物	(純度)[%]			電圧(V)	効率(cd/A)	
比較例1	A	(99.4)	99.3	0.26	5.6	4.5	1000
比較例2	A	(99.4)	99.8	0.20	5.5	4.5	1200
実施例1	B	(99.7)	99.8	0.14	5.3	4.7	1900
実施例2	B	(99.7)	99.9	0.09	5.2	4.8	2300

10

20

30

40

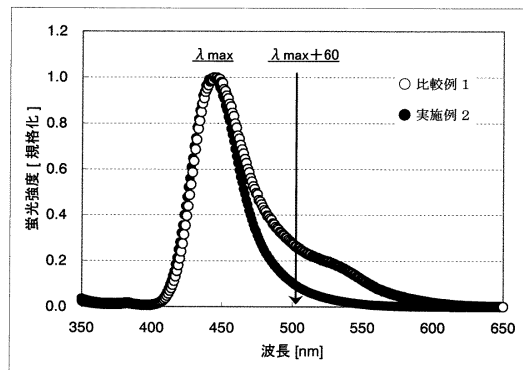
50

【図面の簡単な説明】

【 0 0 5 1 】

【図 1】 比較例 1 と実施例 2 で得られた化合物 [B 7] の蛍光スペクトルを示す。

【 図 1 】



フロントページの続き

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)

C 0 9 K 1 1 / 0 6

H 0 1 L 5 1 / 5 0

C A p l u s (S T N)

R E G I S T R Y (S T N)

专利名称(译)	有机电致发光材料和使用其的有机电致发光器件		
公开(公告)号	JP5374833B2	公开(公告)日	2013-12-25
申请号	JP2007130779	申请日	2007-05-16
[标]申请(专利权)人(译)	东曹株式会社		
申请(专利权)人(译)	Tosoh公司		
当前申请(专利权)人(译)	Tosoh公司		
[标]发明人	西山正一		
发明人	西山 正一		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50		
FI分类号	C09K11/06.610 H05B33/14.B H05B33/22.D C09K11/06.620 C09K11/06.690		
F-TERM分类号	3K107/AA01 3K107/BB01 3K107/CC03 3K107/CC12 3K107/CC22 3K107/DD59 3K107/DD71 3K107/DD74 3K107/FF13		
其他公开文献	JP2008285561A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

要解决的问题：提供具有高效率 and 长寿命以及减少杂质质量的有机电致发光元件。解决方案：该电致发光材料具有由式1或2表示的有机基团[其中，R₁，R₂各自独立地为1-8C烷基或6-12C芳基，条件是R₁，R₂可通过键合形成环]作为部分结构用于元件的发光层，空穴传输层和空穴注入层中的任何一个。

