

(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2012-532111
(P2012-532111A)

(43) 公表日 平成24年12月13日(2012.12.13)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C O 7 C 211/61 (2006.01)	C O 7 C 211/61 C S P	3 K 1 0 7
C O 9 K 11/06 (2006.01)	C O 9 K 11/06 6 2 0	4 C 2 0 4
C O 7 D 209/86 (2006.01)	C O 9 K 11/06 6 4 5	4 H 0 0 6
H O 1 L 51/50 (2006.01)	C O 7 D 209/86	
	H O 5 B 33/14 B	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 32 頁) 最終頁に続く		

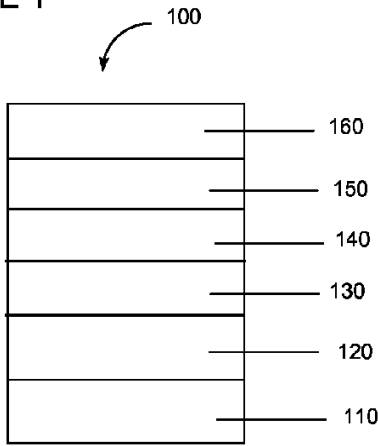
(21) 出願番号 特願2012-517888 (P2012-517888)	(71) 出願人 390023674 イー・アイ・デュポン・ドウ・ヌムール・ アンド・カンパニー E. I. DU PONT DE NEMO URS AND COMPANY アメリカ合衆国、デラウェア州、ウイルミ ントン、マーケット・ストリート 100 7
(86) (22) 出願日 平成22年6月30日 (2010.6.30)	(74) 代理人 110001243 特許業務法人 谷・阿部特許事務所
(85) 翻訳文提出日 平成23年12月27日 (2011.12.27)	(72) 発明者 ガオ ウェイイン アメリカ合衆国 19350 ペンシルベ ニア州 ランデンバーグ チェーンゲート サークル 223
(86) 国際出願番号 PCT/US2010/040578	
(87) 国際公開番号 W02011/002870	
(87) 国際公開日 平成23年1月6日 (2011.1.6)	
(31) 優先権主張番号 61/222, 244	
(32) 優先日 平成21年7月1日 (2009.7.1)	
(33) 優先権主張国 米国 (US)	
最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 ルミネセンス用途のクリセン化合物

(57) 【要約】

本開示は、エレクトロルミネッセンス用途に有用なクリ
セン化合物に関する。本発明は、活性層がそのようなク
リセン化合物を含む電子デバイスにも関する。

FIGURE 1

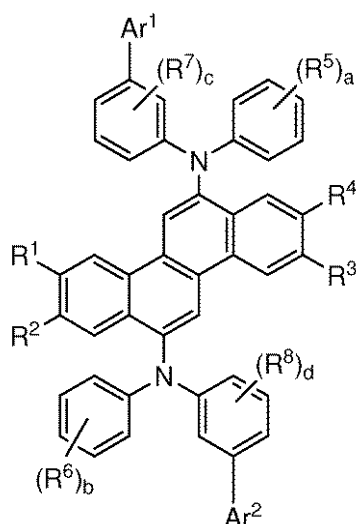


【特許請求の範囲】

【請求項 1】

式 I :

【化 1】



式 I

10

(式中 :

20

R^1 、 R^2 、 R^3 、および R^4 は、同じまたは異なるものであって、H、D、アルキル、およびシリルからなる群から選択され、 R^1 基と R^2 基、または R^3 基と R^4 基は、互いに結合して5または6員の脂肪族環を形成することができ；

R^5 および R^6 は、同じまたは異なるものであって、D、アルキル、シリル、フェニル、ナフチル、N - カルバゾリル、およびフルオレニルからなる群から選択され；

R^7 および R^8 は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、D、アルキル、アルコキシ、シリル、シロキサン、フェニル、ビフェニル、およびN - カルバゾリルからなる群から選択されるか、あるいは隣接する2つの R^7 基または隣接する2つの R^8 基が互いに結合してナフチル基を形成することができるかであり；

Ar^1 および Ar^2 は、同じまたは異なるものであって、アリール基であり；

30

a および b は、同じまたは異なるものであって、1 ~ 5 の整数であり；

c および d は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 4 の整数である）で表される化合物。

【請求項 2】

R^7 および R^8 が、出現ごとに同じまたは異なるものであって、D、フェニル、ビフェニル、およびN - カルバゾリルからなる群から選択されるか、あるいは隣接する2つの R^7 基または隣接する2つの R^8 基が互いに結合してナフチル基を形成することができるかである、請求項 1 に記載の化合物。

【請求項 3】

R^1 が、イソプロピル、2 - ブチル、t - ブチル、および2 - (2 - メチル) - ブチルからなる群から選択される分枝炭化水素アルキル基であり、 R^2 から R^4 がHである、請求項 1 に記載の化合物。

40

【請求項 4】

R^1 および R^2 を合わせたものがシクロペンチルおよびシクロヘキシルからなる群から選択される脂肪族環を形成し、 R^3 および R^4 がHである、請求項 1 に記載の化合物。

【請求項 5】

R^1 から R^4 のそれぞれがHである、請求項 1 に記載の化合物。

【請求項 6】

R^5 および R^6 が、1 ~ 6 個の炭素原子を有する炭化水素アルキル基である、請求項 1 に記載の化合物。

50

【請求項 7】

a = b = 1 または 2 である、請求項 1 に記載の化合物。

【請求項 8】

R⁵ および R⁶ が、o - フェニル基、m - フェニル基、m - N - カルバゾリル基、および 2 - フルオレニル基からなる群から選択される芳香族基である、請求項 1 に記載の化合物。

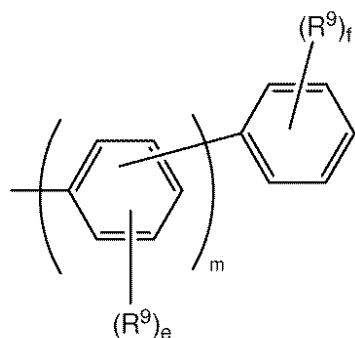
【請求項 9】

R⁷ および R⁸ が、1 ~ 10 個の炭素原子を有する炭化水素アルキル基からなる群から選択される、請求項 1 に記載の化合物。

【請求項 10】

Ar¹ および Ar² が、フェニル、ナフチル、N - カルバゾリル、N - カルバゾリルフェニル、および式 I I :

【化 2】



式 II

10

20

(式中：

R⁹ は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、D、アルキル、アルコキシ、シリル、シロキサン、およびアリアルからなる群から選択され；

e は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 4 の整数であり；

f は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 5 の整数であり；

m は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 6 の整数である)

で表される基からなる群から選択される、請求項 1 に記載の化合物。

30

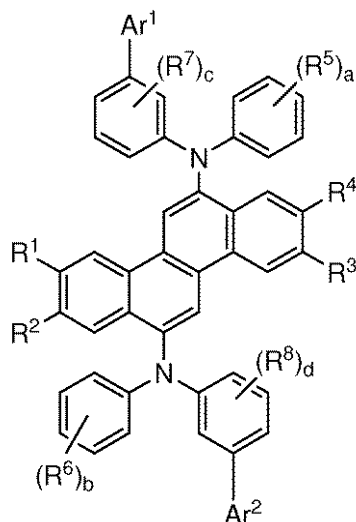
【請求項 11】

E 1 から E 7 から選択される化合物。

【請求項 12】

第 1 の電気接触層と、第 2 の電気接触層と、それらの間の少なくとも 1 つの活性層とを含む有機電子デバイスであって、前記活性層が式 I :

【化 3】



式 I

10

(式中：

R^1 、 R^2 、 R^3 および R^4 は、同じまたは異なるものであって、H、D、アルキル、およびシリルからなる群から選択され、 R^1 基と R^2 基、または R^3 基と R^4 基は、互いに結合して5または6員の脂肪族環を形成することができ；

20

R^5 および R^6 は、同じまたは異なるものであって、D、アルキル、シリル、フェニル、ナフチル、N - カルバゾリル、およびフルオレニルからなる群から選択され；

R^7 および R^8 は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、D、アルキル、アルコキシ、シリル、シロキサン、フェニル、ビフェニル、およびN - カルバゾリルからなる群から選択されるか、あるいは隣接する2つの R^7 基または隣接する2つの R^8 基が互いに結合してナフチル基を形成することができるかであり；

Ar^1 および Ar^2 は、同じまたは異なるものであって、アリール基であり；

a および b は、同じまたは異なるものであって、1 ~ 5 の整数であり；

c および d は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 4 の整数である）で表される化合物を含む、有機電子デバイス。

30

【請求項 1 3】

R^7 および R^8 が、出現ごとに同じまたは異なるものであって、D、フェニル、ビフェニル、およびN - カルバゾリルからなる群から選択されるか、あるいは隣接する2つの R^7 基または隣接する2つの R^8 基が互いに結合してナフチル基を形成することができるかである、請求項 1 2 に記載のデバイス。

【請求項 1 4】

R^1 から R^4 がHである、請求項 1 2 に記載のデバイス。

【請求項 1 5】

R^5 および R^6 が、1 ~ 6 個の炭素原子を有する炭化水素アルキル基である、請求項 1 2 に記載のデバイス。

40

【請求項 1 6】

R^5 および R^6 が、o - フェニル基、m - フェニル基、m - N - カルバゾリル基、および2 - フルオレニル基からなる群から選択される芳香族基である、請求項 1 2 に記載のデバイス。

【請求項 1 7】

式 I の化合物が E 1 ~ E 7 から選択される、請求項 1 2 に記載のデバイス。

【請求項 1 8】

前記活性層が、光活性層であり、ホスト材料をさらに含む、請求項 1 2 に記載のデバイス。

【請求項 1 9】

50

前記第 1 の電気接触層と前記活性層との間に緩衝層をさらに含む、請求項 18 に記載のデバイス。

【請求項 20】

前記緩衝層が、少なくとも 1 種類の導電性ポリマーと少なくとも 1 種類のフッ素化酸ポリマーとを含む、請求項 19 に記載のデバイス。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連出願

本出願は、米国特許法第 119 (e) 条に基づき、その記載内容全体が参照により援用される 2009 年 7 月 1 日に提出された米国仮特許出願第 61/222,244 号明細書の優先権を主張する。

【0002】

本開示は、エレクトロルミネッセンスのクリセン化合物に関する。本発明は、活性層がこのようなクリセン化合物を含む電子デバイスにも関する。

【背景技術】

【0003】

ディスプレイを構成する発光ダイオードなどの光を発する有機電子デバイスは、多くの異なる種類の電子装置中に存在する。すべてのこのようなデバイスにおいては、2つの電気接触層の間に有機活性層が挟まれている。少なくとも1つの電気接触層は、光が電気接触層を通過できるように光透過性である。電気接触層に電気を印加すると、有機光活性層は、光透過性電気接触層を透過する光を発する。

【0004】

発光ダイオード中の活性成分として有機エレクトロルミネッセンス化合物が使用されることが知られている。アントラセン、チアジアゾール誘導体、およびクマリン誘導体などの単純な有機分子はエレクトロルミネッセンスを示すことが知られている。半導体共役ポリマーもエレクトロルミネッセンス成分として使用されており、たとえば、米国特許第 5,247,190 号明細書、米国特許第 5,408,109 号明細書、および欧州特許出願公開第 443,861 号明細書に開示されている。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかし、エレクトロルミネッセンス化合物、特に青色発光の化合物が引き続き必要とされている。

【課題を解決するための手段】

【0006】

式 I :

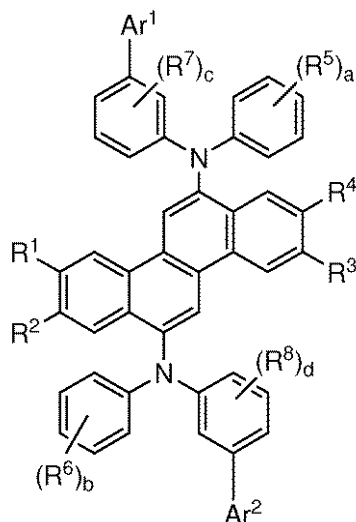
【0007】

10

20

30

【化 1】



式 I

10

【 0 0 0 8 】

(式中 :

R^1 、 R^2 、 R^3 、および R^4 は、同じまたは異なるものであって、H、D、アルキル、およびシリルからなる群から選択され、 R^1 基と R^2 基、または R^3 基と R^4 基は、互いに結合して 5 または 6 員の脂肪族環を形成することができ；

20

R^5 および R^6 は、同じまたは異なるものであって、D、アルキル、シリル、フェニル、ナフチル、N - カルバゾリル、およびフルオレニルからなる群から選択され；

R^7 および R^8 は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、D、アルキル、アルコキシ、シリル、シロキサン、フェニル、ビフェニル、および N - カルバゾリルからなる群から選択されるか、あるいは隣接する 2 つの R^7 基または隣接する 2 つの R^8 基が互いに結合してナフチル基を形成することができるかであり；

Ar^1 および Ar^2 は、同じまたは異なるものであって、アリール基であり；

a および b は、同じまたは異なるものであって、1 ~ 5 の整数であり；

30

c および d は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 4 の整数である)
で表される化合物を提供する。

【 0 0 0 9 】

R^7 および R^8 が、D、フェニル、ビフェニル、および N - カルバゾリルからなる群から選択されるか、あるいは隣接する 2 つの R^7 基または隣接する 2 つの R^8 基が互いに結合してナフチル基を形成することができるかである式 I の化合物も提供される。

【 0 0 1 0 】

式 I の化合物を含む活性層を含む電子デバイスも提供される。

【 0 0 1 1 】

本明細書において提示される概念の理解をすすめるために、添付の図面において実施形態を説明する。

40

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 2 】

【図 1】有機電子デバイスの一例の図である。

【 0 0 1 3 】

当業者であれば理解しているように、図面中の物体は、平易かつ明快にするために示されており、必ずしも縮尺通りに描かれているわけではない。たとえば、実施形態を理解しやすいようにするために、図面中の一部の物体の寸法が他の物体よりも誇張されている場合がある。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 4 】

50

多数の態様および実施形態が本明細書において開示されるが、これらは例示的で非限定的なものである。本明細書を読めば、当業者には、本発明の範囲から逸脱しない他の態様および実施形態が可能であることが理解されよう。

【0015】

任意の1つ以上の実施形態の他の特徴および利点は、以下の詳細な説明および特許請求の範囲から明らかとなるであろう。この詳細な説明では、最初に、用語の定義および説明を扱い、続いて、クリセン化合物、電子デバイス、そして最後に実施例を扱う。

【0016】

1. 用語の定義および説明

以下に説明する実施形態の詳細を扱う前に、一部の用語について定義または説明を行う。

10

【0017】

本明細書において使用される場合、用語「脂肪族環」は、非局在化電子を有さない環状基を意味することを意図している。ある実施形態においては、脂肪族環は不飽和を有さない。ある実施形態においては、この環は1つの二重結合または三重結合を有する。

【0018】

用語「アルキル」は、1つの結合点を有する脂肪族炭化水素から誘導される基を意味することを意図しており、線状、分枝状、または環状の基が含まれる。この用語は、ヘテロアルキル類を含むことを意図している。用語「炭化水素アルキル」は、ヘテロ原子を全く有さないアルキル基を意味する。ある実施形態においては、アルキル基は1～20個の炭素原子を有する。

20

【0019】

用語「アリール」は、1つの結合点を有する芳香族炭化水素から誘導される基を意味することを意図している。この用語は、1つの環を有する基、および1つの結合によって結合したり互いに縮合したりする場合がある複数の環を有する基を含んでいる。この用語は、ヘテロアリール類を含むことを意図している。用語「アリーレン」は、2つの結合点を有する芳香族炭化水素から誘導される基を意味することを意図している。ある実施形態においては、アリール基は3～60個の炭素原子を有する。

【0020】

用語「分枝アルキル」は、少なくとも1つの第2級または第3級炭素を有するアルキル基を意味する。用語「第2級アルキル」は、第2級炭素原子を有する分枝アルキル基を意味する。用語「第3級アルキル」は、第3級炭素原子を有する分枝アルキル基を意味する。ある実施形態においては、分枝アルキル基は、第2級または第3級炭素を介して結合する。

30

【0021】

用語「化合物」は、原子からなる分子から構成される非帯電物質であって、これらの原子が、物理的手段によって分離することができない物質を意味することを意図している。デバイス中の層に言及するために使用される場合、語句「隣接する」は、ある層が別の層のすぐ隣にあることを必ずしも意味するものではない。他方で、語句「隣接するR基」は、化学式中で互いに隣同士であるR基（すなわち、1つの結合によって連結した複数の原子上に存在する複数のR基）を意味するために使用される。接頭語「フルオロ」は、1つ以上の炭素原子がフッ素で置換されていることを示す。

40

【0022】

接頭語「ヘテロ」は、1つ以上の炭素原子が異なる原子で置換されていることを示している。ある実施形態においては、この異なる原子はN、O、またはSである。

【0023】

用語「層」は、用語「膜」と同義的に使用され、所望の領域を覆うコーティングを意味する。この用語は大きさによって限定されることはない。この領域は、デバイス全体の大きさであってもよいし、実際の視覚的表示などの特殊機能領域の小ささ、または1つのサブピクセルの小ささであってもよい。層および膜は、気相堆積、液相堆積（連続的技術お

50

よび不連続な技術)、および熱転写などの従来のあらゆる堆積技術によって形成することができる。連続堆積技術としては、スピンコーティング、グラビアコーティング、カーテンコーティング、浸漬コーティング、スロットダイコーティング、スプレーコーティング、および連続ノズルコーティングが挙げられるが、これらに限定されるものではない。不連続堆積技術としては、インクジェット印刷、グラビア印刷、およびスクリーン印刷が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0024】

用語「有機電子デバイス」または場合により単に「電子デバイス」は、1つ以上の有機半導体層または有機半導体材料を含むデバイスを意味することを意図している。

【0025】

用語「光活性」は、エレクトロルミネッセンスおよび/または感光性を示すあらゆる材料を意味する。

【0026】

用語「シロキサン」は、基 $(RO)_3Si-$ (式中、Rは、H、D、C1~20アルキル、またはフルオロアルキルである) を意味する。

【0027】

用語「シリル」は、基 R_3Si- (式中、Rは、H、D、C1~20アルキル、フルオロアルキル、またはアリールである) を意味する。ある実施形態においては、Rアルキル基中の1つ以上の炭素がSiで置換されている。ある実施形態においては、シリル基は $(\text{ヘキシル})_2Si(CH_3)CH_2CH_2Si(CH_3)_2$ - および $[CF_3(CF_2)_6CH_2CH_2]_2Si(CH_3)-$ である。

【0028】

特に明記しない限り、すべての基は、置換されることができるし、非置換であることもできる。ある実施形態においては、置換基は、D、ハライド、アルキル、アルコキシ、シリル、シロキサン、アリール、およびシアノからなる群から選択される。すべての基は、部分的または完全に重水素化されていてもよい。

【0029】

特に定義しない限り、本明細書において使用されるすべての技術用語および科学用語は、本発明が属する技術分野の当業者によって一般に理解されている意味と同じ意味を有する。本明細書に記載されているものと類似または同等の方法および材料を使用して、本発明の実施形態の実施または試験を行うことができるが、好適な方法および材料について以下に説明する。本明細書において言及されるあらゆる刊行物、特許出願、特許、およびその他の参考文献は、それらの記載内容全体が参照として援用される。矛盾が生じる場合には、定義を含めて本明細書に従うものとする。さらに、材料、方法、および実施例は、単に説明的なものであって、限定を意図したものではない。

【0030】

さらに、全体的にIUPAC番号方式が使用され、周期表の族は、左から右に1~18の番号が付けられる(CRC Handbook of Chemistry and Physics, 81st Edition, 2000)。

【0031】

2. クリセン化合物

本開示の一実施形態は式I:

【0032】

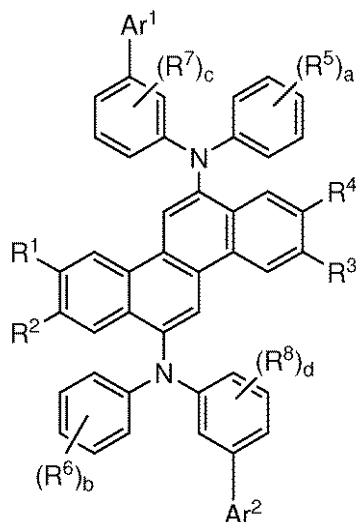
10

20

30

40

【化 2】



式 I

10

【0033】

(式中：

R^1 、 R^2 、 R^3 および R^4 は、同じまたは異なるものであって、H、D、アルキル、およびシリルからなる群から選択され、 R^1 基と R^2 基、または R^3 基と R^4 基は、互いに結合して5または6員の脂肪族環を形成することができ；

20

R^5 および R^6 は、同じまたは異なるものであって、D、アルキル、シリル、フェニル、ナフチル、カルbazolil、およびフルオレニルからなる群から選択され；

R^7 および R^8 は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、D、アルキル、アルコキシ、シリル、シロキサン、フェニル、ピフェニル、およびN-カルbazolilからなる群から選択されるか、あるいは隣接する2つの R^7 基または隣接する2つの R^8 基が互いに結合してナフチル基を形成することができるかであり；

Ar^1 および Ar^2 は、同じまたは異なるものであって、アリール基であり；

aおよびbは、同じまたは異なるものであって、1～5の整数であり；

cおよびdは、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0～4の整数である）

30

の組成物である。この化合物は青色発光が可能である。

【0034】

本明細書に記載のクリセン化合物は、アミノ窒素上にメタ置換フェニル環を有し、そのメタ置換基はアリール基である。本発明の化合物は、電子デバイス中で良好な寿命を示し、青色発光する。この色は、C. I. E. 色度図（国際照明委員会（Commission Internationale de l'Éclairage），1931）によるx座標およびy座標として求められる。「青色」とは、エレクトロルミネッセンスの色座標がx 0.145およびy 0.14であることを意味する。

【0035】

ある実施形態においては、 R^1 から R^4 は炭化水素アルキル基である。ある実施形態においては、 R^1 は分枝炭化水素アルキル基であり、 R^2 から R^4 はHである。ある実施形態においては、分枝炭化水素アルキル基は3～8個の炭素原子を有する。ある実施形態においては、分枝炭化水素アルキル基は、イソプロピルおよび2-ブチルからなる群から選択される第2級アルキルである。ある実施形態においては、分枝炭化水素アルキル基は、t-ブチルおよび2-(2-メチル)-ブチルからなる群から選択される第3級アルキルである。

40

【0036】

ある実施形態においては、 R^1 と R^2 とを合わせたもの、および R^3 と R^4 とを合わせたものが5または6員の脂肪族環を形成する。ある実施形態においては、この脂肪族環はシクロヘキシルおよびシクロペンチルからなる群から選択される。ある実施形態においては、

50

脂肪族環は1つ以上のアルキル置換基を有する。ある実施形態においては、 R^1 と R^2 とを合わせたものが5または6員の脂肪族環を形成し、 R^3 および R^4 はHである。

【0037】

ある実施形態においては、 R^1 から R^4 のそれぞれがHである。

【0038】

ある実施形態においては、 R^5 および R^6 は、直鎖または分枝アルキル基である。ある実施形態においては、 R^5 および R^6 は、直鎖または分枝炭化水素アルキル基である。ある実施形態においては、 R^5 および R^6 は、1～6個の炭素原子を有する炭化水素アルキル基である。ある実施形態においては、 $c = d = 1$ であり、 R^5 および R^6 は4位に存在する。用語「4位」は、窒素が結合した炭素に対してパラ位の炭素を意味する。ある実施形態においては、 $c = d = 2$ であり、 R^5 および R^6 は2位および4位に存在する。用語「2位」は、窒素が結合した炭素に対してオルト位の炭素を意味する。

10

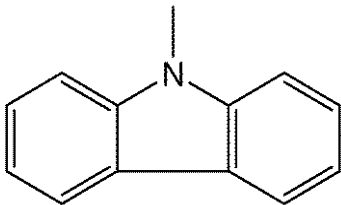
【0039】

ある実施形態においては、 R^5 および R^6 は、o-フェニル基、m-フェニル基、p-フェニル基、m-N-カルバゾリル基、p-N-カルバゾリル基、および2-フルオレニル基からなる群から選択される芳香族基である。m-N-カルバゾリルとは、対象分子のフェニル環の3位に結合した基

【0040】

【化3】

20



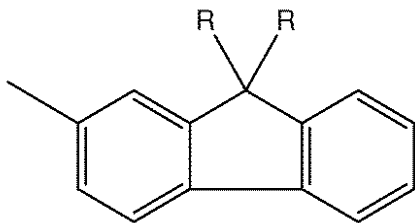
【0041】

を意味する。p-N-カルバゾリルとは、対象分子のフェニル環の4位に結合した上記基を意味する。2-フルオレニルとは、

【0042】

30

【化4】



【0043】

40

(式中、RはHまたはアルキルである)

の基を意味する。2-フルオレニル基は、窒素が結合した炭素に対してメタ位またはパラ位であることができる。上記の芳香族基は、D、アルキル基、シリル基、またはフェニル基でさらに置換されていてもよい。

【0044】

ある実施形態においては、 R^7 および R^8 は、1～10の炭素原子を有する炭化水素アルキル基から選択される。ある実施形態においては、aおよびbは1であり、 R^7 および R^8 は、窒素が結合した炭素に対してパラ位に存在する。ある実施形態においては、aおよびbは2であり、2つの R^7 基および R^8 基は、窒素が結合した炭素に対してパラ位またはオルト位に存在する。

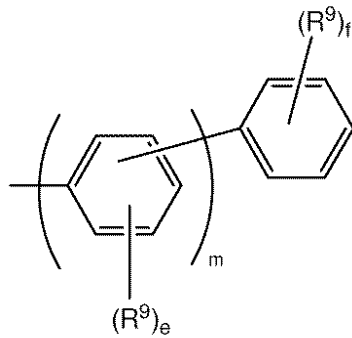
50

【 0 0 4 5 】

ある実施形態においては、 $A r^1$ および $A r^2$ は、フェニル、ナフチル、N - カルバゾリル、N - カルバゾリルフェニル、および式 I I :

【 0 0 4 6 】

【化 5】



式 II

10

【 0 0 4 7 】

(式中:

R^9 は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、D、アルキル、アルコキシ、シリル、シロキサン、およびアリールからなる群から選択され;

e は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 4 の整数であり;

f は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 5 の整数であり;

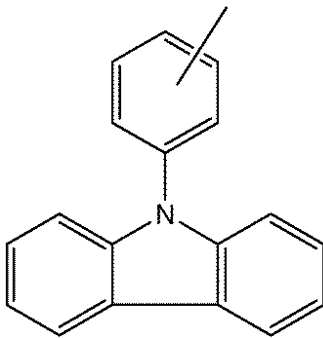
m は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、0 ~ 6 の整数である)

で表される基からなる群から選択される。「N - カルバゾリルフェニル」は、基

20

【 0 0 4 8 】

【化 6】



30

【 0 0 4 9 】

を意味する。カルバゾリルフェニル基は、窒素が結合した炭素に対してメタ位またはパラ位であることができる。この基は、D、アルキル基、シリル基、またはフェニル基でさらに置換されていてもよい。

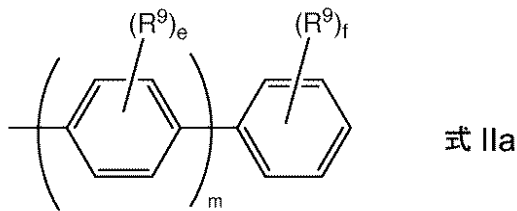
40

【 0 0 5 0 】

ある実施形態においては、 $A r^1$ および $A r^2$ は、式 I I a :

【 0 0 5 1 】

【化 7】



【 0 0 5 2 】

10

(式中、 R^9 、 e 、 f 、および m は前述の定義の通りである)で表される。

【 0 0 5 3 】

式 I のある実施形態においては、 R^7 および R^8 は、D、フェニル、ビフェニル、およびN-カルbazolリルからなる群から選択されるか、あるいは隣接する2つの R^7 基または隣接する2つの R^8 基が互いに結合してナフチル基を形成することができるかである。驚くべきことで予期せぬことに、これらの R^7 基および R^8 基を有する化合物は、深青色光を発することが分かった。この色は、C. I. E. 色度図 (国際照明委員会 (Commission Internationale de l'Éclairage), 1931) によりx座標およびy座標として決定される。「深青色」は、エレクトロルミネセンス (electroluminescence) の色座標がx 0.145およびy 0.128であることを意味する。深青色発光体は、多くのディスプレイ用途において所望の色域を実現するために必要となる。

20

【 0 0 5 4 】

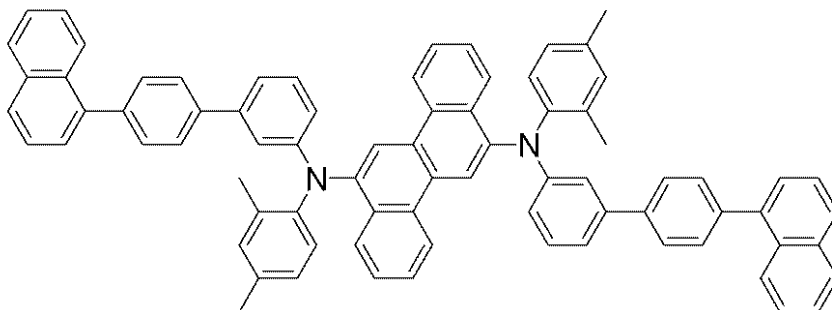
ある実施形態においては、本発明のクリセン化合物は化合物 E 1 から E 7 から選択される：

【 0 0 5 5 】

【化 8】

E1:

30



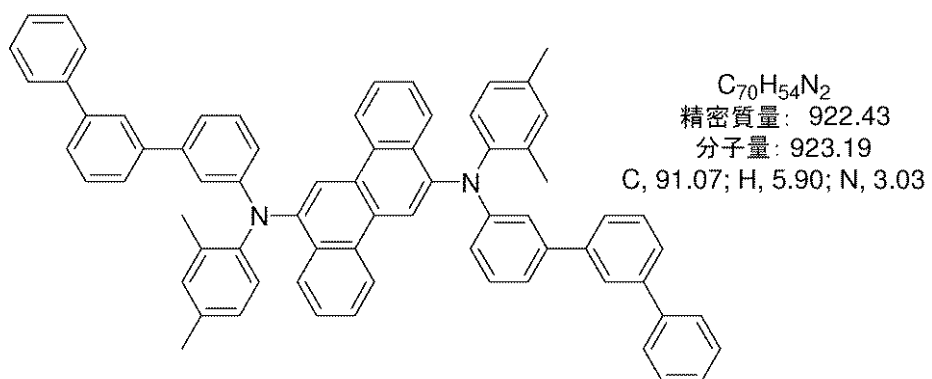
40

$C_{78}H_{58}N_2$
 精密質量: 1022.46
 分子量: 1023.31
 C, 91.55; H, 5.71; N, 2.74

【 0 0 5 6 】

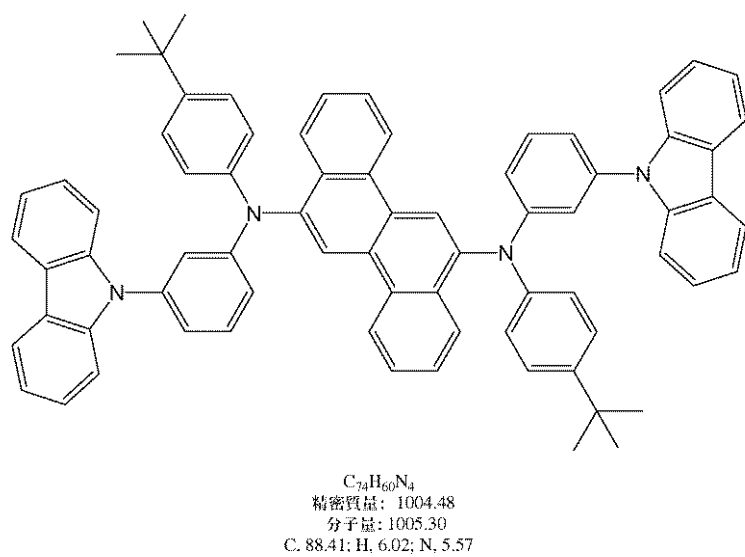
【化 9】

E2:



10

E3:



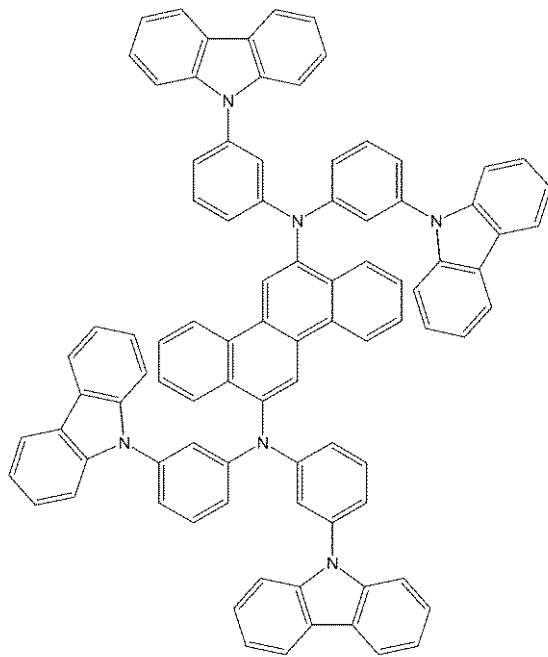
20

30

【 0 0 5 7 】

【化 1 0】

E4:

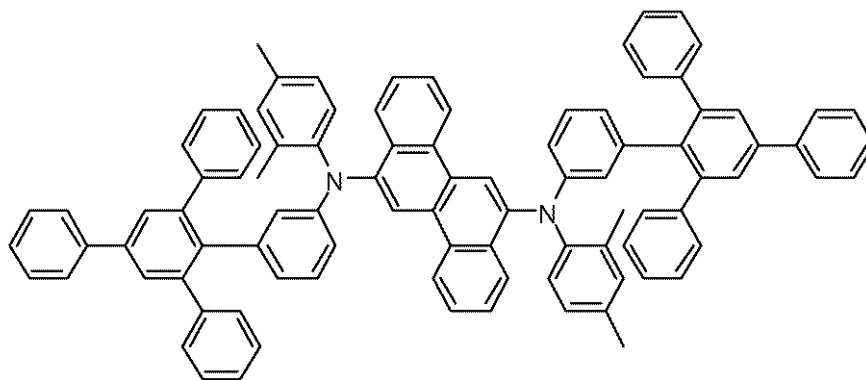


$C_{90}H_{50}N_8$
精密質量: 1222.47
分子量: 1223.46
C, 88.35; H, 4.78; N, 6.87

10

20

E5:



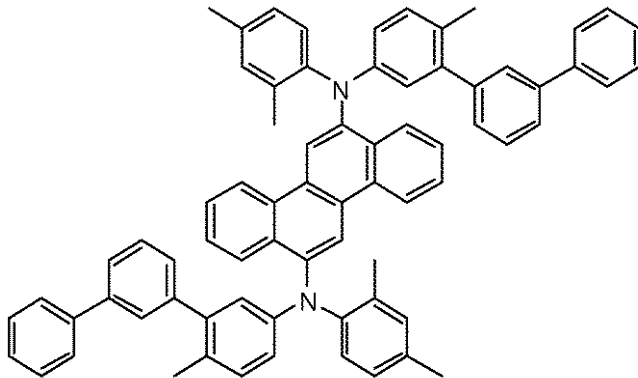
30

40

【 0 0 5 8 】

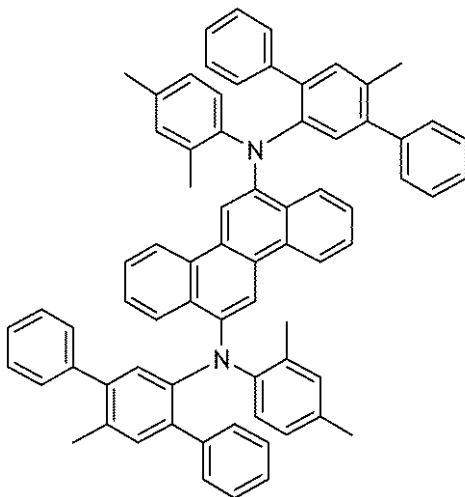
【化 1 1】

E6:



10

E7:



20

30

【0059】

本発明の新規クリセン類は、周知のカップリング反応および置換反応によって調製することができる。代表的な調製は実施例に示している。

【0060】

本発明に記載のクリセン化合物は、液相堆積技術を使用して膜を形成することができる。ホストマトリックス中に分散したこれらの材料の薄膜は、良好から優秀なフォトルミネッセンス特性および青色発光を示す。

40

【0061】

3. 電子デバイス

本明細書に記載の青色発光材料を含む1つ以上の層を有することが有益となりうる有機電子デバイスとしては、(1)電気エネルギーを放射線に変換するデバイス(たとえば、発光ダイオード、発光ダイオードディスプレイ、またはダイオードレーザー)、(2)電子的過程を介して信号を検出するデバイス(たとえば、光検出器、光導電セル、フォトレジスタ、光スイッチ、光トランジスタ、光電管、IR検出器)、(3)放射線を電気エネ

50

ルギーに変換するデバイス（たとえば、光起電力デバイスまたは太陽電池）、ならびに（４）１つ以上の有機半導体層を含む１つ以上の電子部品（たとえば、トランジスタまたはダイオード）を含むデバイスが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【００６２】

有機電子デバイス構造の一例を図１に示す。デバイス１００は、第１の電気接触層のアノード層１１０、および第２の電気接触層のカソード層１６０、並びにそれらの間の光活性層１４０を有する。アノードに隣接して緩衝層１２０が存在する。緩衝層に隣接して、正孔輸送材料を含む正孔輸送層１３０が存在する。カソードに隣接して、電子輸送材料を含む電子輸送層１５０が存在することができる。選択肢の１つとして、デバイスは、アノード１１０の隣に１つ以上の追加の正孔注入層または正孔輸送層（図示せず）、およびノ
10
またはカソード１６０の隣に１つ以上の追加の電子注入層または電子輸送層（図示せず）を使用することができる。

【００６３】

層１２０から１５０は、個別および集合的に活性層と呼ばれる。

【００６４】

一実施形態においては、種々の層は以下の範囲の厚さを有する：アノード１１０、５０
0～５０００、一実施形態においては１０００～２０００；緩衝層１２０、５０～２
000、一実施形態においては２００～１０００；正孔輸送層１３０、５０～２００
0、一実施形態においては２００～１０００；光活性層１４０、１０～２０００、
一実施形態においては１００～１０００；層１５０、５０～２０００、一実施形態に
20
おいては１００～１０００；カソード１６０、２００～１００００、一実施形態にお
いては３００～５０００。デバイス中の電子-正孔再結合領域の位置、したがってデバ
イスの発光スペクトルは、各層の相対厚さによって影響されうる。層の厚さの望ましい比
は、使用される材料の厳密な性質に依存する。

【００６５】

デバイス１００の用途に依存するが、光活性層１４０は、印加電圧によって励起する発
光層（発光ダイオード中または発光電気化学セル中など）、放射エネルギーに応答し、バ
イアス電圧の印加を使用してまたは使用せずに信号を発生する材料層（光検出器中など）
であってよい。光検出器の例としては、光導電セル、フォトレジスタ、光スイッチ、光ト
ランジスタ、および光電管、ならびに光起電力セルが挙げられ、これらの用語は、Mar
kus、John、Electronics and Nucleonics Dictionary、470および476（McGraw-Hill, Inc. 1966）に
30
記載されている。

【００６６】

a. 光活性層

式Ⅰのクリセン化合物は、層１４０中の光活性材料として有用である。これらの化合物
は単独で使用することもできるし、ホスト材料と組み合わせることもできる。

【００６７】

ある実施形態においては、ホストは、ビス縮合環状芳香族化合物である。

【００６８】

ある実施形態においては、ホストはアントラセン誘導体化合物である。ある実施形態に
おいては、この化合物は、式：



（式中：

A_nはアントラセン部分であり；

Lは二価の連結基である）

で表される。この式のある実施形態においては、Lは、単結合、-O-、-S-、-N(R)-、または芳香族基である。ある実施形態においては、A_nはモノ-またはジフェニ
50
ルアントリル部分である。

【００６９】

ある実施形態においては、ホストは、式：



式中：

A_n は、アントラセンまたは重水素化アントラセン部分であり；

A は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、芳香族基である）

で表される。

【0070】

ある実施形態においては、 A 基は、アントラセン部分の 9 位および 10 位に結合する。

ある実施形態においては、 A は、ナフチル、ナフチルフェニレン、ナフチルナフチレン、およびそれらの重水素化誘導体からなる群から選択される。ある実施形態においてはこの化合物は対称であり、ある実施形態においてはこの化合物は非対称である。

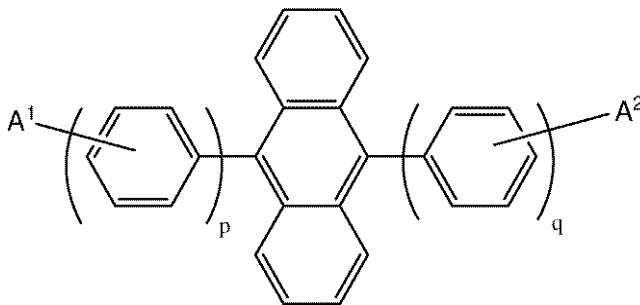
10

【0071】

ある実施形態においては、ホストは、式：

【0072】

【化 1 2】



20

【0073】

(式中：

A^1 および A^2 は、出現ごとに同じまたは異なるものであって、H、D、芳香族基、およびアルケニル基からなる群から選択されるか、あるいは A は 1 つ以上の縮合芳香環を表すことができるかのいずれかであり；

30

p および q は、同じまたは異なるものであって、1 ~ 3 の整数である）

で表される。ある実施形態においては、このアントラセン誘導体は非対称である。ある実施形態においては、 $p = 2$ および $q = 1$ である。ある実施形態においては、 A^1 および A^2 の少なくとも 1 つがナフチル基または重水素化ナフチル基である。

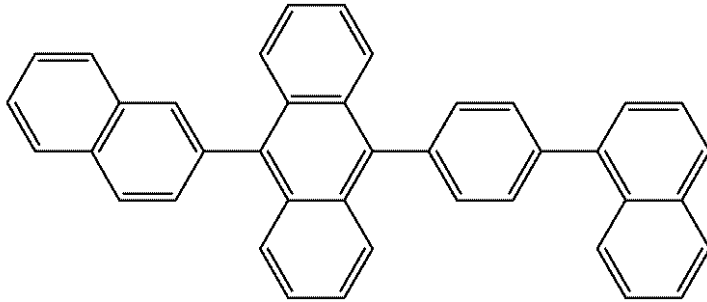
【0074】

ある実施形態においては、ホストは、

【0075】

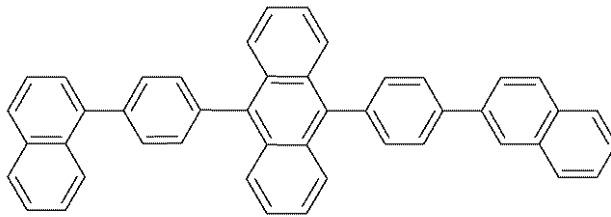
【化 1 3】

H1



10

H2



20

【 0 0 7 6 】

およびそれらの組み合わせからなる群から選択される。

【 0 0 7 7 】

式 I のクリセン化合物は、光活性層中の発光ドーパントとして有用であることに加えて、光活性層 140 中の別の発光ドーパントの電荷キャリアホストとして機能することもできる。本発明のクリセン化合物は、単独のホスト材料として使用することができるし、1種類以上の追加のホスト材料と組み合わせて使用することもできる。

30

【 0 0 7 8 】

b. 他のデバイス層

デバイス中の他の層は、そのような層中に有用であることが知られているあらゆる材料でできていてよい。

【 0 0 7 9 】

アノード 110 は、正電荷キャリアの注入に特に有効な電極である。アノードは、たとえば金属、混合金属、合金、金属酸化物、または混合金属酸化物を含有する材料でできていてもよいし、伝導性ポリマー、およびそれらの混合物であってもよい。好適な金属としては、11族金属、4～6族の金属、および8～10族の遷移金属が挙げられる。アノードが光透過性となるべき場合には、インジウムスズ酸化物などの12族、13族、および14族の金属の混合金属酸化物が一般に使用される。アノード 110 は、「Flexible light-emitting diodes made from soluble conducting polymer」、Nature 第357巻、pp 477-479 (1992年6月11日)に記載されるようなポリアニリンなどの有機材料を含むこともできる。アノードおよびカソードの少なくとも1つは、発生した光を観察できるように、少なくとも部分的に透明であることが望ましい。

40

【 0 0 8 0 】

緩衝層 120 は緩衝材料を含み、限定するものではないが、下にある層の平坦化、電荷輸送および/または電荷注入特性、酸素または金属イオンなどの不純物の捕捉、ならびに

50

有機電子デバイスの性能を促進または改善する他の特徴などの、1つまたは複数の機能を有機電子デバイス中で有することができる。緩衝材料は、ポリマー、オリゴマー、または小分子であってよい。これらは、溶液、分散体、懸濁液、エマルジョン、コロイド混合物、またはその他の組成物の形態であってよい液体から気相堆積または堆積することができる。

【0081】

緩衝層は、プロトン酸がドーブされることが多いポリアニリン(PANI)またはポリエチレンジオキシチオフェン(PEDOT)などのポリマー材料で形成され得る。プロトン酸は、たとえば、ポリ(スチレンスルホン酸)、ポリ(2-アクリルアミド-2-メチル-1-プロパンスルホン酸)などであってよい。

10

【0082】

緩衝層は、銅フタロシアニンやテトラシアフルバレン-テトラシアノキノジメタン系(TTF-TCNQ)などの電荷輸送化合物などを含むことができる。

【0083】

ある実施形態においては、緩衝層は、少なくとも1種類の導電性ポリマーおよび少なくとも1種類のフッ素化酸ポリマーを含む。このような材料は、たとえば、米国特許出願公開第2004-0102577号明細書、米国特許出願公開第2004-0127637号明細書、および米国特許出願公開第2005/205860号明細書に記載されている。

【0084】

層130の正孔輸送材料の例は、たとえば、Y. Wangにより、Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology、第4版、第18巻、p. 837-860、1996にまとめられている。正孔輸送分子および正孔輸送ポリマーの両方を使用することができる。一般に使用される正孔輸送分子は：N, N'-ジフェニル-N, N'-ビス(3-メチルフェニル)-[1, 1'-ビフェニル]-4, 4'-ジアミン(TPD)、1, 1'-ビス[(ジ-4-トリルアミノ)フェニル]シクロヘキサン(TAPC)、N, N'-ビス(4-メチルフェニル)-N, N'-ビス(4-エチルフェニル)-[1, 1'-(3, 3'-ジメチル)ビフェニル]-4, 4'-ジアミン(ETPD)、テトラキス(3-メチルフェニル)-N, N, N', N'-2, 5-フェニレンジアミン(PDA)、a-フェニル4-N, N-ジフェニルアミノスチレン(TPS)、p-(ジエチルアミノ)ベンズアルデヒドジフェニルヒドラゾン(DEH)、トリフェニルアミン(TPA)、ビス[4(N, N-ジエチルアミノ)-2-メチルフェニル](4-メチルフェニル)メタン(MPMP)、1-フェニル-3-[p-(ジエチルアミノ)スチリル]-5-[p-(ジエチルアミノ)フェニル]ピラゾリン(PPRまたはDEASP)、1, 2-trans-ビス(9H-カルバゾール-9-イル)シクロブタン(DCZB)、N, N, N', N'テトラキス(4-メチルフェニル)-(1, 1'-ビフェニル)-4, 4'-ジアミン(TTB)、N, N'-ビス(ナフタレン-1-イル)-N, N'-ビス-(フェニル)ベンジジン(-NPB)、および銅フタロシアニンなどのポルフィリン系化合物である。一般に使用される正孔輸送ポリマーは、ポリビニルカルバゾール、(フェニルメチル)ポリシラン、およびポリアニリンである。ポリスチレンおよびポリカーボネートなどのポリマー中に、上述のものなどの正孔輸送分子をドーブすることによって、正孔輸送ポリマーを得ることもできる。場合により、トリアリールアミンポリマー、特にトリアリールアミン-フルオレンコポリマーが使用される。場合により、これらのポリマーおよびコポリマーは架橋性である。

20

30

40

【0085】

層150中に使用可能な他の電子輸送材料の例としては、トリス(8-ヒドロキシキノラト)アルミニウム(Alq₃)などの金属キレート化オキシノイド化合物；ビス(2-メチル-8-キノリノラト)(p-フェニル-フェノラト)アルミニウム(III)(BAIQ)；ならびに2-(4-ビフェニル)-5-(4-t-ブチルフェニル)-1, 3, 4-オキサジアゾール(PBD)および3-(4-ビフェニル)-4-フェニル-

50

5 - (4 - t - ブチルフェニル) - 1 , 2 , 4 - トリアゾール (T A Z) 、および 1 , 3 , 5 - トリ (フェニル - 2 - ベンズイミダゾール) ベンゼン (T P B I) などのアゾール化合物 ; 2 , 3 - ビス (4 - フルオロフェニル) キノキサリンなどのキノキサリン誘導体 ; 9 , 10 - ジフェニルフェナントロリン (D P A) および 2 , 9 - ジメチル - 4 , 7 - ジフェニル - 1 , 10 - フェナントロリン (D D P A) などのフェナントロリン誘導体 ; ならびにそれらの混合物が挙げられる。層 150 は、電子輸送の促進と、層界面での励起子の消光を防止する緩衝層または閉じ込め層としての両方の機能を果たすことができる。好ましくは、この層は電子移動を促進し、励起子の消光を減少させる。

【 0086 】

カソード 160 は、電子または負電荷キャリアの注入に特に有効な電極である。カソードは、アノードよりも低い仕事関数を有するあらゆる金属または非金属であってよい。カソードの材料は、1 族のアルカリ金属 (たとえば、Li、Cs)、2 族 (アルカリ土類) 金属、12 族金属、たとえば希土類元素およびランタニド、ならびにアクチニドから選択することができる。アルミニウム、インジウム、カルシウム、バリウム、サマリウム、およびマグネシウム、ならびに組み合わせた材料を使用することができる。動作電圧を低下させるために、Li 含有有機金属化合物、LiF、および Li_2O を有機層とカソード層との間に堆積することもできる。

【 0087 】

有機電子デバイス中に別の層を有することが知られている。たとえば、注入される正電荷量を制御するため、および / または層のバンドギャップの整合性を促進するため、あるいは保護層として機能させるために、アノード 110 と緩衝層 120 との間に層 (図示せず) が存在してもよい。銅フタロシアニン、ケイ素酸窒化物、フルオロカーボン類、シラン類、または Pt などの金属の超薄層などの、当技術分野において周知の層を使用することができる。あるいは、アノード層 110、活性層 120、130、140、および 150、あるいはカソード層 160 の一部またはすべては、電荷キャリア輸送効率を増加させるために表面処理を行うことができる。各構成層の材料の選択は、好ましくは、高いエレクトロルミネッセンス効率を有するデバイスを得るために発光層中の正電荷および負電荷の釣り合いを取ることにによって決定される。

【 0088 】

各機能層は 2 つ以上の層で構成されてよいことを理解されたい。

【 0089 】

本発明のデバイスは、好適な基体上に個別の層を順次気相堆積するなどの種々の技術によって作製することができる。ガラス、プラスチック、および金属などの基体を使用することができる。熱蒸着、化学蒸着などの従来の気相堆積技術を使用することができる。あるいは、有機層は、限定するものではないが、スピンコーティング、浸漬コーティング、ロール・トゥ・ロール技術、インクジェット印刷、スクリーン印刷、グラビア印刷などの従来のコーティングまたは印刷技術を使用して、好適な溶媒中の溶液または分散体から適用することもできる。

【 0090 】

本発明は、2 つの電気接触層の間に少なくとも 1 つの活性層を含む電子デバイスであって、デバイスの少なくとも 1 つの活性層が式 1 のクリセン化合物を含む電子デバイスにも関する。多くの場合デバイスは追加の正孔輸送および電子輸送層を有する。

【 0091 】

高効率 LED を実現するために、正孔輸送材料の HOMO (最高被占分子軌道) がアノードの仕事関数に合わせられることが望ましく、電子輸送材料の LUMO (最低空分子軌道) がカソードの仕事関数に合わせられることが望ましい。材料の化学的適合性および昇華温度も、電子輸送材料および正孔輸送材料の選択における重要な考慮事項である。

【 0092 】

本明細書に記載のクリセン化合物を使用して作製されたデバイスの効率は、デバイス中の別の層を最適化することによってさらに改善できることを理解されたい。たとえば、C

10

20

30

40

50

a、Ba、またはLiFなどのより効率的なカソードを使用することができる。動作電圧を下げ量子効率を増加させる成形基体および新規な正孔輸送材料も利用可能である。種々の層のエネルギー準位を調整しエレクトロルミネッセンスを促進するために追加層を加えることもできる。

【0093】

本発明のクリセン化合物は、多くの場合、蛍光性およびフォトルミネッセンスであり、酸素感受性インジケータおよびバイオアッセイにおける蛍光インジケータなど、OLED以外の用途において有用となりうる。

【実施例】

【0094】

10

以下の実施例により、本発明の特定の特徴および利点を説明する。これらは、本発明の説明を意図するものであり、限定を意図するものではない。特に明記しない限り、すべてのパーセント値は重量を基準としている。

【0095】

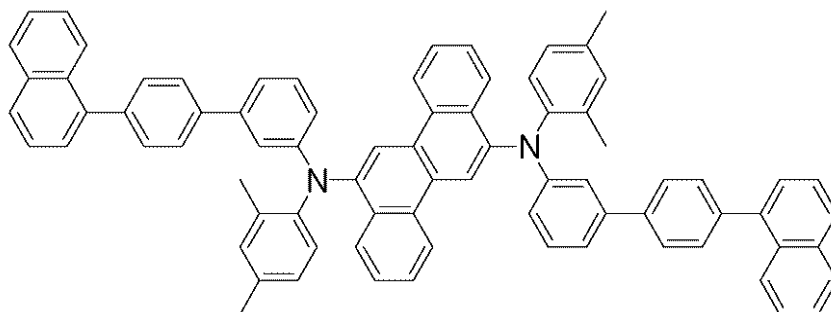
実施例 1

この実施例では、化合物E1であるN6，N12-ビス(2，4-ジメチルフェニル)-N6，N12-ビス(4'-(ナフタレン-1-イル)ビフェニル-4-イル)クリセン-6，12-ジアミンの調製を示す。

【0096】

【化14】

20



30

$C_{78}H_{58}N_2$
 精密質量: 1022.46
 分子量: 1023.31
 C, 91.55; H, 5.71; N, 2.74

【0097】

ドライボックス中で、6，12-ジプロモクリセン(0.27g、0.69mmol)、N-(2，4-ジメチルフェニル)-N-(4'-(ナフタレン-1-イル)ビフェニル-4-イル)アミン(0.60g、1.41mmol)、トリス(tert-ブチル)ホスフィン(0.042g、0.21mmol)、およびトリス(ジベンジリデンアセトン)ジパラジウム(0)(0.094g、0.103mmol)を丸底フラスコ中で混合し、20mlの乾燥トルエン中に溶解させた。得られた溶液を1分間攪拌した後、ナトリウムtert-ブトキシド(0.145g、1.51mmol)および10mlの乾燥トルエンを加えた。マントルヒーターを取り付け、反応物を60℃で18時間加熱した。次に反応混合物を室温まで冷却し、1インチのシリカゲルのプラグおよび1インチのセライトのプラグで濾過し、トルエン(500ml)で洗浄した。減圧下で揮発分を除去して黄色固体を得た。粗生成物を、ヘキサン中クロロホルムのグラジエント(0%から20%)を使用してシリカゲルカラムクロマトグラフィーによってさらに精製した。DCMおよびアセトニトリルから再結晶して、0.400g(60%)の生成物を黄色固体として得た。 1H NMR($CDCl_3$)は構造と一致している。

40

50

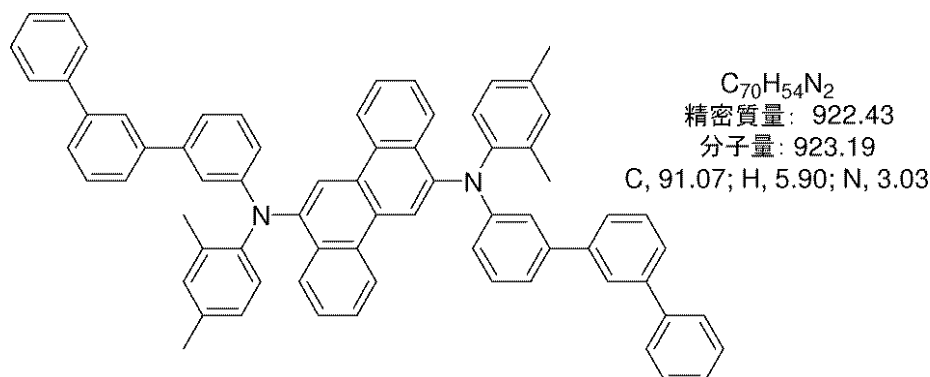
【 0 0 9 8 】

実施例 2

この実施例では、化合物 E 2 である N 6 , N 1 2 - ビス (4 - (ビフェニル - 3 - イル) フェニル - 2 - イル) - N 6 , N 1 2 - ビス (2 , 4 - ジメチルフェニル) クリセン - 6 , 1 2 - ジアミンの調製を示す。

【 0 0 9 9 】

【 化 1 5 】



10

【 0 1 0 0 】

20

ドライボックス中で、6 , 1 2 - ジプロモクリセン (0 . 6 8 g 、 1 . 7 5 m m o l) 、 N - (2 , 4 - ジメチルフェニル) - N - (4 - (ビフェニル - 3 - イル) フェニル - 2 - イル) アミン (1 . 3 5 g 、 3 . 6 7 m m o l) 、 トリス (t e r t - ブチル) ホスフィン (0 . 0 3 5 g 、 0 . 1 7 5 m m o l) 、 および トリス (ジベンジリデンアセトン) ジパラジウム (0) (0 . 0 8 0 g 、 0 . 0 8 7 m m o l) を丸底フラスコ中で混合し、15 ml の乾燥トルエン中に溶解させた。得られた溶液を1分攪拌し、続いてナトリウム t e r t - ブトキシド (0 . 3 7 g 、 3 . 8 4 m m o l) および 5 ml の乾燥トルエンを加えた。マントルヒーターを取り付け、反応物を 6 0 C で 3 日間加熱した。次に反応混合物を室温まで冷却し、1インチのシリカゲルのプラグおよび1インチのセライトのプラグで濾過し、トルエン (5 0 0 m L) で洗浄した。減圧下で揮発分を除去して黄色固体を得た。粗生成物を、ヘキサン中クロロホルムのグラジエント (0 % から 4 0 %) を使用してシリカゲルカラムクロマトグラフィーによってさらに精製した。D C M およびアセトニトリルから再結晶して 0 . 9 0 0 g (5 9 %) の生成物を黄色固体として得た。 1H N M R (C D C l _ 3) は構造と一致している。

30

【 0 1 0 1 】

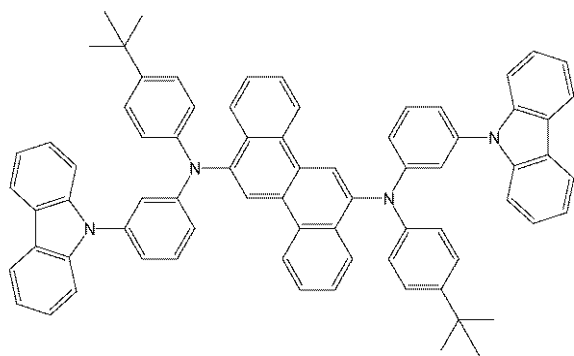
実施例 3

この実施例では、化合物 E 3 である N 6 , N 1 2 - ビス (3 - (9 - カルバゾリル) フェニル) - N 6 , N 1 2 - ビス (4 - t - ブチルフェニル) クリセン - 6 , 1 2 - ジアミンの調製を示す。

【 0 1 0 2 】

40

【化 16】



10

【0103】

窒素を充填したグローブボックス中に0.39 gのジプロモクリセン(1 mM)を入れ、0.80 g(2.1 mM)の適切な第2級アミン(9-(3-プロモフェニル)-カルバゾールおよび4-t-ブチルアニリンから前述のように調製)および0.22 gのt-BuONa(2.2 mM)を10 mLのキシレンとともに加える。2 mLのキシレン中に溶解させた0.15 gのPd₂DBA₃(0.15 mM)、0.06 gのP(t-Bu)₃(0.30 mM)を加える。窒素下で、110 °Cにおけるマントル中、グローブボックス中で1時間加熱混合する。溶液は直ちに暗紫色になるが、約80 °Cに到達すると、暗黄褐色になり顕著な青色ルミネッセンスを示す。約80 °Cまで冷却し、終夜撹拌を続ける。冷却し、グローブボックスから取り出してワークアップを行い、塩基性アルミナ/シリカ/フロリジルプラグで濾過し、1/1のDCM/トルエンで溶出させる。この青色ルミネッセンス材料はカラムから淡黄色溶液として溶出する。少量になるまで蒸発させ、ジエチルエーテルを加えると、青色PLを有する淡黄色固体として沈殿し約1.0 gの収量となる。シリカゲル上でTLCを行うと、トルエン/ヘキサン中で1つの青色スポットが示される。材料は、トルエンに対して中程度の溶解性であり、その構造は¹H-NMR分光法によって確認される。

20

【0104】

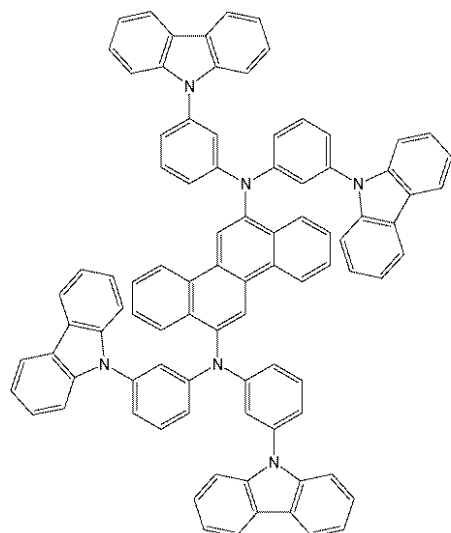
実施例 4

この実施例では、化合物E4であるN6, N12-テトラ(3-(9-カルバゾリル)フェニル)-クリセン-6, 12-ジアミンの調製を示す。

30

【0105】

【化 17】



$C_{39}H_{58}N_4$
 精密質量: 1222.47
 分子量: 1223.46
 C, 88.35; H, 4.78; N, 6.87

10

【0106】

20

窒素を充填したグローブボックス中に0.39 gのジプロモクリセン(1 mM)を入れ、1.0 g(2.1 mM)の適切な第2級アミン(9-(3-アミノフェニル)カルバゾールおよび9-(3-ブロモフェニル)カルバゾールから前述のように調製)および0.22 gの $t\text{-BuONa}$ (2.2 mM)を10 mLのキシレンとともに加える。2 mLのキシレン中に溶解させた0.15 gの Pd_2DBA_3 (0.15 mM)、0.06 gの $P(t\text{-Bu})_3$ (0.30 mM)を加える。窒素下で、110 °Cにおけるマントル中、グローブボックス中で1時間加熱混合する。溶液は直ちに暗紫色になるが、約80 °Cに到達すると、暗黄褐色になり顕著な青色ルミネッセンスを示す。約80 °Cまで冷却し、終夜撹拌を続ける。室温まで冷却し、グローブボックスから取り出してワークアップを行い、塩基性アルミナ/シリカ/フロリジルプラグで濾過し、1/1のDCM/トルエンで溶出させる。この青色ルミネッセンス材料はカラムから淡黄色溶液として溶出する。少量になるまで蒸発させ、ジエチルエーテルを加えると、青色PLを有する淡黄色固体として沈殿し約1.0 gの収量となる。シリカゲル上でTLCを行うと、トルエン/ヘキサン中で1つの青色スポットが示される。材料は、トルエンに対して高い溶解性であり、その構造は ^1H NMR分光法によって確認される。

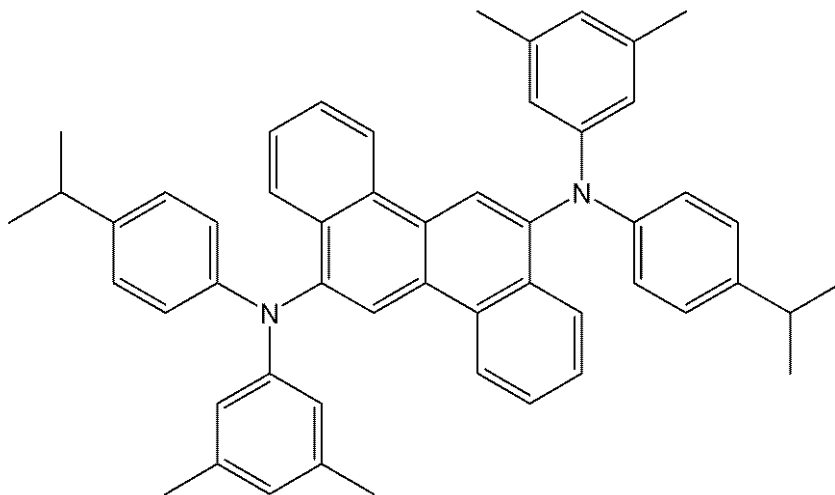
30

【0107】

前述のものと類似の合成技術を使用して、化合物E5～E7および以下の比較例化合物Aを調製した。

【0108】

【化 18】



化合物 A

【0109】

実施例 5

この実施例では、深青色発光を示すデバイスの製造および性能を示す。以下の材料を使用した：

アノード = インジウムスズ酸化物 (50 nm)

緩衝層 = 緩衝液 1 (50 nm)、これは導電性ポリマーとポリマーフッ素化スルホン酸との水性分散体である。このような材料は、たとえば、米国特許出願公開第 2004/0102577 号明細書、米国特許出願公開第 2004/0127637 号明細書、および米国特許出願公開第 2005/0205860 号明細書に記載されている。

【0110】

正孔輸送層 = HT-1、ピナフタレンポリマー (20 nm)

光活性層 = 重量比 13 : 1 のホスト H1 : ドーパント (60 nm)。ドーパントは表中

【0111】

電子輸送層 = 金属キノレート誘導体 (10 nm)

カソード = CsF / Al (0.7 / 100 nm)

【0112】

OLED デバイスは溶液処理と熱蒸着技術との組み合わせによって製造した。Thin Film Devices, Inc のパターン化されたインジウムスズ酸化物 (ITO) がコーティングされたガラス基体を使用した。これらの ITO 基体は、30 オーム/スクエアのシート抵抗および 80 % の光透過率を有する ITO がコーティングされた Corning 1737 ガラスを主とするものである。これらのパターン化された ITO 基体は、水性洗剤溶液中で超音波洗浄し、蒸留水ですすいだ。次に、このパターン化された ITO を、アセトン中で超音波洗浄し、イソプロパノールですすぎ、窒素気流中で乾燥させた。

【0113】

デバイス製造の直前に、このパターン化された ITO 基体を洗浄したものを UV オゾンで 10 分間処理した。冷却の直後に、緩衝液 1 の水性分散体を ITO 表面上にスピンコーティングし、加熱して溶媒を除去した。冷却後、次に基体に正孔輸送材料の溶液をスピンコーティングし、加熱して溶媒を除去した。冷却後、基体に発光層溶液をスピンコーティングし、加熱して溶媒を除去した。基体をマスクし、真空室に入れた。熱蒸着によって電子輸送層を堆積し、次に CsF 層を堆積した。次に真空下でマスクを交換し、Al 層を熱

蒸着によって堆積した。真空室に通気し、ガラス蓋、デシカント (d e s s i c a n t) 、および UV 硬化性エポキシを使用してデバイスを封入した。

【 0 1 1 4 】

分光放射計を使用して、発光色の座標を求めた。結果を表 1 中に示す。

【 0 1 1 5 】

【表 1】

表 1. デバイスのまとめ

実施例	ドーパント	色	
		x 座標	y 座標
比較例 A	化合物 A	0.135	0.132
実施例 5	E3	0.143	0.109

10

x および y の色座標は、C.I.E.色度図(国際照明委員会,1931)によるものである

【 0 1 1 6 】

実施例 6

この実施例では、深青色発光を示すデバイスの製造および性能を示す。

【 0 1 1 7 】

アノードの厚さが 1 8 0 n m であったことを除けば、実施例 5 に記載されるようにデバイスを作製した。結果を表 2 中に示す。

20

【 0 1 1 8 】

【表 2】

表 2. デバイスのまとめ

実施例	ドーパント	色	
		x 座標	y 座標
比較例 B	化合物 A	0.133	0.131
実施例 6	E4	0.143	0.119

30

x および y の色座標は、C.I.E.色度図(国際照明委員会,1931)によるものである

【 0 1 1 9 】

実施例 7 ~ 9

これらの実施例では、深青色発光を示すデバイスの製造および性能を示す。

【 0 1 2 0 】

緩衝層の厚さが 2 5 n m であり、光活性層の厚さが 4 8 n m であったことを除けば、実施例 5 に記載されるようにデバイスを作製した。結果を表 3 中に示す。

40

【 0 1 2 1 】

【表 3】

表 3. デバイスのまとめ

実施例	ドーパント	色	
		x 座標	y 座標
比較例 C	化合物 A	0.138	0.135
実施例 7	E1	0.142	0.119
実施例 8	E2	0.143	0.110
実施例 9	E5	0.142	0.122

x および y の色座標は、C.I.E.色度図(国際照明委員会,1931)によるものである

【0122】

実施例 10 ~ 13

これらの実施例では、青色または深青色発光を示すデバイスの製造および性能を示す。

【0123】

正孔輸送層に HT-2 を使用し、光活性層の厚さが 40 nm であったことを除けば、実施例 5 に記載されるようにデバイスを作製した。HT-2 は別のピナフタレンポリマーである。結果を表 4 中に示す。

【0124】

【表 4】

表 4. デバイスのまとめ

実施例	ドーパント	色	
		x 座標	y 座標
比較例 D	化合物 A	0.136	0.113
実施例 10	E2	0.139	0.097
実施例 11	E6	0.134	0.131
実施例 12	E7	0.138	0.118

x および y の色座標は、C.I.E.色度図(国際照明委員会,1931)によるものである

【0125】

概要または実施例において前述したすべての行為が必要なわけではなく、特定の行為の一部は不要である場合があり、1つ以上のさらに別の行為が、前述の行為に加えて実施される場合があることに留意されたい。さらに、行為が列挙されている順序は、必ずしもそれらが実施される順序ではない。

【0126】

以上の明細書において、具体的な実施形態を参照しながら本発明の概念を説明してきた。しかし、当業者であれば、特許請求の範囲に記載される本発明の範囲から逸脱せずに種々の修正および変更を行えることが理解できよう。したがって、本明細書および図面は、限定的な意味ではなく説明的なものであると見なすべきであり、すべてのこのような修正は本発明の範囲内に含まれることを意図している。

【0127】

特定の実施形態に関して、利益、その他の利点、および問題に対する解決法を以上に記載してきた。しかし、これらの利益、利点、問題の解決法、ならびに、なんらかの利益、

10

20

30

40

50

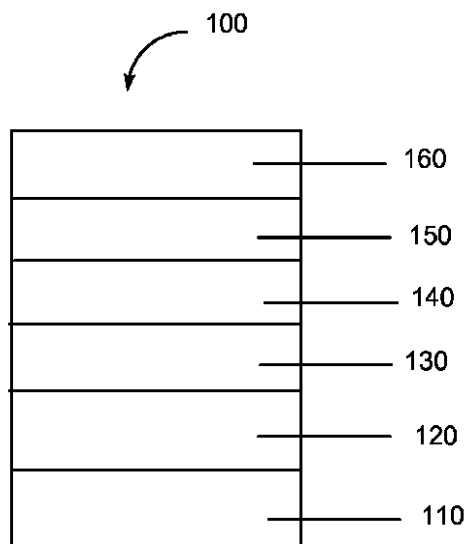
利点、または解決法を発生させたり、より顕著にしたりすることがある、あらゆる特徴が、特許請求の範囲のいずれかまたはすべての重要、必要、または本質的な特徴であるとして解釈すべきではない。

【 0 1 2 8 】



別々の実施形態の状況において、明確にするために本明細書に記載されている特定の複数の特徴は、1つの実施形態の中で組み合わせても提供できることを理解されたい。逆に、簡潔にするため1つの実施形態の状況において説明した種々の特徴も、別々に提供したり、あらゆる副次的な組み合わせで提供したりすることができる。さらに、範囲内で記載される値に関する言及は、その範囲内の個別のそれぞれの値を含んでいる。

【 図 1 】

FIGURE 1



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2010/040578
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C09K 11/06(2006.01)i, H01L 51/50(2006.01)i, C07C 211/61(2006.01)i</i>		
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) C09K 11/06; H01L 51/54; H05B 33/14; H01J 1/62; H01L 51/52; C07C 211/61; C07C 211/43		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models Japanese utility models and applications for utility models		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eKOMPASS(KIPO internal) & Keywords: chrysene, electroactive, electroluminescent, compound		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2006-0210830 A1 (MASAKAZU FUNAHASHI et al.) 21 September 2006 See compounds D-28 to D-31	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 10, 13-17, 19-21 12, 18
A		
A	US 2006-0052641 A1 (MASAKAZU FUNAHASHI) 09 March 2006 See abstract; pages 4 to 5; compounds (3) and (15)	1-10, 12-21
A	US 2006-0033421 A1 (MATSUURA et al.) 16 February 2006 See formula EM113; paragraph 77	1-10, 12-21
A	US 2008-0303425 A1 (ROSTOVITSEV VSEVOLOD et al.) 11 December 2008 See compounds E5 and E9	1-10, 12-21
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "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 "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 "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 "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 09 FEBRUARY 2011 (09.02.2011)		Date of mailing of the international search report 11 FEBRUARY 2011 (11.02.2011)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 139 Seonsa-ro, Seo-gu, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer OH, Hyun Shik Telephone No. 82-42-481-8155 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2010/040578

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2006-0210830 A1	21.09.2006	CN 101142169 A0	12.03.2008
		EP 1860096 A1	28.11.2007
		EP 1860096 A4	13.05.2009
		JP 04-263700 B2	20.02.2009
		JP 2006-256979 A	28.09.2006
		KR 10-2007-0110362 A	16.11.2007
		US 7816017 B2	19.10.2010
		WO 2006-098080 A1	21.09.2006
US 2006-0052641 A1	09.03.2006	CN 100343359 C0	17.10.2007
		CN 1711334 A	21.12.2005
		CN 1978586 A	13.06.2007
		EP 1561794 A1	10.08.2005
		EP 1561794 A4	20.08.2008
		EP 1561794 B1	30.06.2010
		JP 04-205059 B2	07.01.2009
		JP W02004-044088 A1	27.05.2004
		KR 10-2005-0086518 A	30.08.2005
		TW 1327159A	11.07.2010
		US 2007-0155991 A1	05.07.2007
		US 2009-195149 A1	06.08.2009
		WO 2004-044088 A1	27.05.2004
US 2006-0033421 A1	16.02.2006	CN 100521846 C	29.07.2009
		CN 101068041 A	07.11.2007
		CN 101068041 B	18.08.2010
		CN 1323128 C	27.06.2007
		CN 1323128 C0	27.06.2007
		CN 1668719 A	14.09.2005
		CN 1842234 A	04.10.2006
		CN 1842234 A0	04.10.2006
		EP 1541657 A1	15.06.2005
		EP 1541657 A4	20.02.2008
		EP 1541657 B1	23.06.2010
		EP 2199361 A2	23.06.2010
		EP 2199361 A3	21.07.2010
		JP 04-221050 B2	12.02.2009
		JP 04-260744 B2	30.04.2009
		JP 2008-205491 A	04.09.2008
		JP 2008-291263 A	04.12.2008
		JP 2010-062572 A	18.03.2010
		JP W02004-018588 A1	04.03.2004
		KR 10-2005-0019907 A	03.03.2005
		KR 10-2009-0111356 A	26.10.2009
		TW 278248 A	01.04.2007
		TW 278248 B	01.04.2007
		US 2005-064233 A1	24.03.2005
		US 2007-0237984 A1	11.10.2007
		US 2010-0270913 A1	28.10.2010

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2010/040578

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
		US 2010-0277061 A1	04.11.2010
		US 2010-270913 A1	28.10.2010
		US 7851786 B2	26.01.2010
		US 7732063 B2	08.06.2010
		WO 2004-018588 A1	04.03.2004
US 2008-0303425 A1	11.12.2008	CN 101679209 A	24.03.2010
		EP 2152662 A1	17.02.2010
		JP 2010-529027 T	26.08.2010
		KR 20100025544 A	09.03.2010
		WO 2008-147721 A1	04.12.2008

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード(参考)

H 0 5 B 33/22

D

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, 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, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 ノーマン ヘロン

アメリカ合衆国 1 9 7 1 1 デラウェア州 ニューアーク アップル ロード 4 0 8

(72)発明者 ジェフリー エー・メルロー

アメリカ合衆国 1 9 8 1 0 デラウェア州 ウィルミントン クレイトン ドライブ 6

(72)発明者 フセヴォロド ロストフツェフ

アメリカ合衆国 1 9 0 8 1 ペンシルベニア州 スワースモア ケニオン アベニュー 2 4 3

Fターム(参考) 3K107 AA01 BB01 CC06 DD53 DD59 DD66 DD69 DD73 DD79

4C204 BB05 CB25 DB40 EB01 EB10 FB16 GB01

4H006 AA01 AA03 AB92 BJ50 BU48