



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102633820 B

(45) 授权公告日 2015. 01. 21

(21) 申请号 201210072915. 4

(22) 申请日 2006. 11. 22

(30) 优先权数据

2005-347990 2005. 12. 01 JP

2006-278619 2006. 10. 12 JP

2006-288568 2006. 10. 24 JP

(62) 分案原申请数据

200680045030. 8 2006. 11. 22

(73) 专利权人 新日铁住金化学株式会社

地址 日本东京

(72) 发明人 古森正树 山本敏浩 甲斐孝弘

堀田正则

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

利商标事务所 11038

代理人 贾成功

(51) Int. Cl.

*C07D 519/00* (2006. 01)

*C09K 11/06* (2006. 01)

*H01L 51/54* (2006. 01)

(56) 对比文件

US 005942340 A, 1999. 08. 24, 全文.

EP 0906948 A1, 1999. 04. 07, 全文.

JP 特表 2003-515897 A, 2003. 05. 07, 全文.

JP 特开 2004-204234 A, 2004. 07. 22, 全文.

审查员 秦雪

权利要求书4页 说明书35页 附图1页

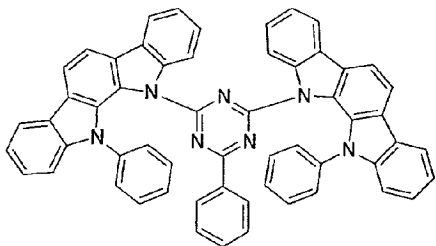
(54) 发明名称

有机电致发光元件用化合物及有机电致发光元件

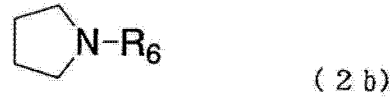
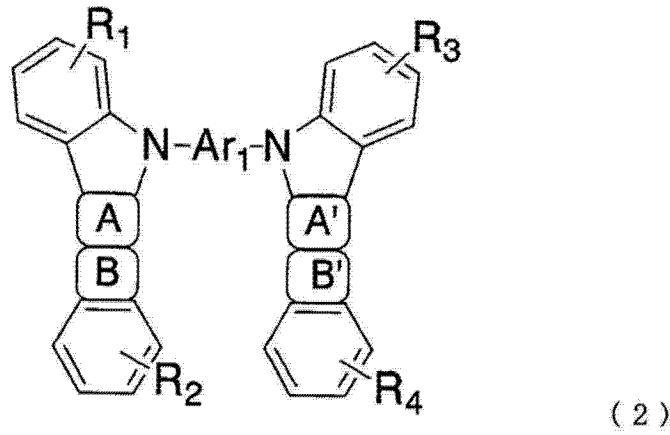
(57) 摘要

本发明涉及一种有机电致发光元件(有机EL元件)以及其使用的化合物,所述有机电致发光元件改善元件的发光效率、充分确保驱动稳定性,且具有简单的结构。该有机电致发光元件是在被层合于基板上的阳极和阴极之间具有发光层的有机电致发光元件,该发光层含有磷光发光性掺杂剂和有机电致发光元件用化合物作为主体材料,所述有机电致发光元件用化合物具有2个以上吡啶唑啉骨架。其使用的吡啶唑啉化合物可例示如下述式表示的化合物。

CN 102633820 B



1. 有机电致发光元件用化合物,其由下述通式 (2) 表示,



式中,环 A、环 A' 表示和相邻环缩合的式 (2a) 表示的芳香环,

环 B、环 B' 表示和相邻环缩合的式 (2b) 表示的杂环,

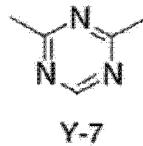
Ar<sub>1</sub> 为未取代的或碳数 1-6 的烷基、苯基或吡啶基取代的、取代基的数为 0-4 的以下 Y-7、Y-26 ~ Y-44 的连接基团;

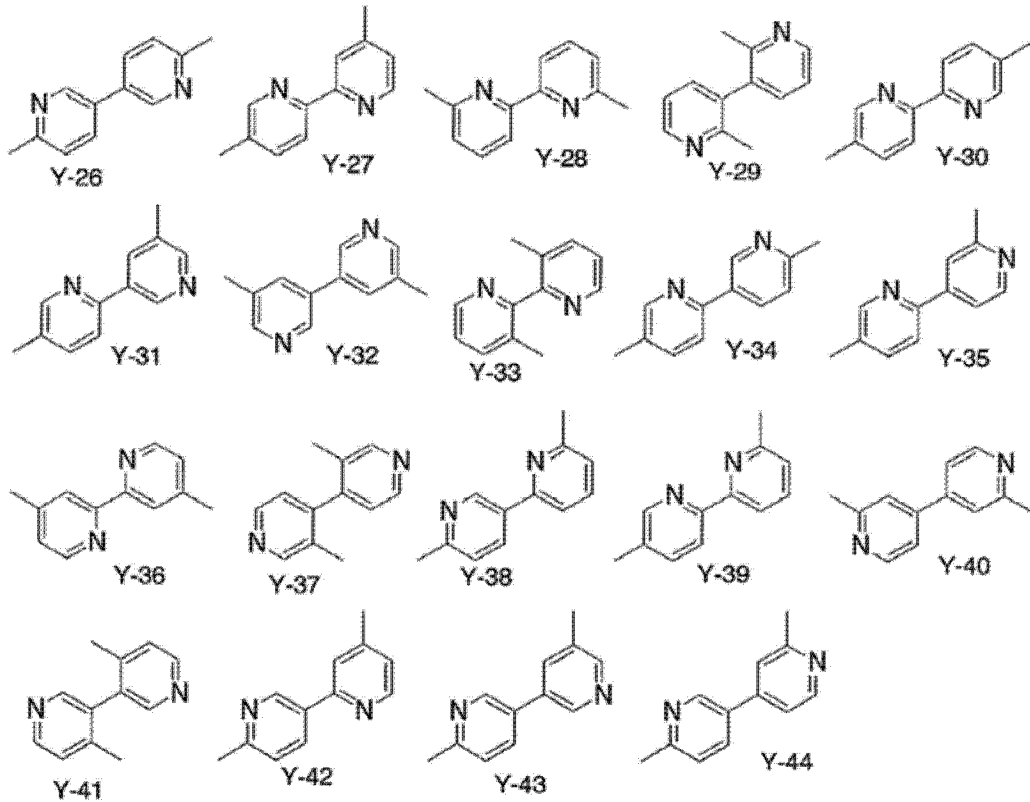
X 表示碳,

R<sub>5</sub> 表示氢、未取代的或碳数 1-6 的烷基、苯基、吡啶基取代的、取代基的数 0-4 的苯基、联苯基、或吡啶基,

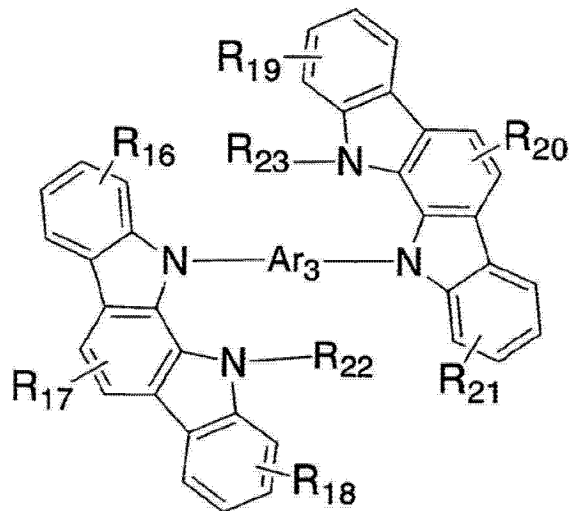
R<sub>6</sub> 表示未取代的或碳数 1-6 的烷基、苯基、吡啶基取代的、取代基的数 0-4 的苯基、联苯基、或吡啶基,

R<sub>1</sub> ~ R<sub>4</sub> 独立地表示氢、未取代的或碳数 1-6 的烷基、苯基、或吡啶基取代的、取代基的数 0-4 的苯基、联苯基、或吡啶基,





2. 权利要求 1 所述的有机电致发光元件用化合物,其由下述通式 (4) 表示,

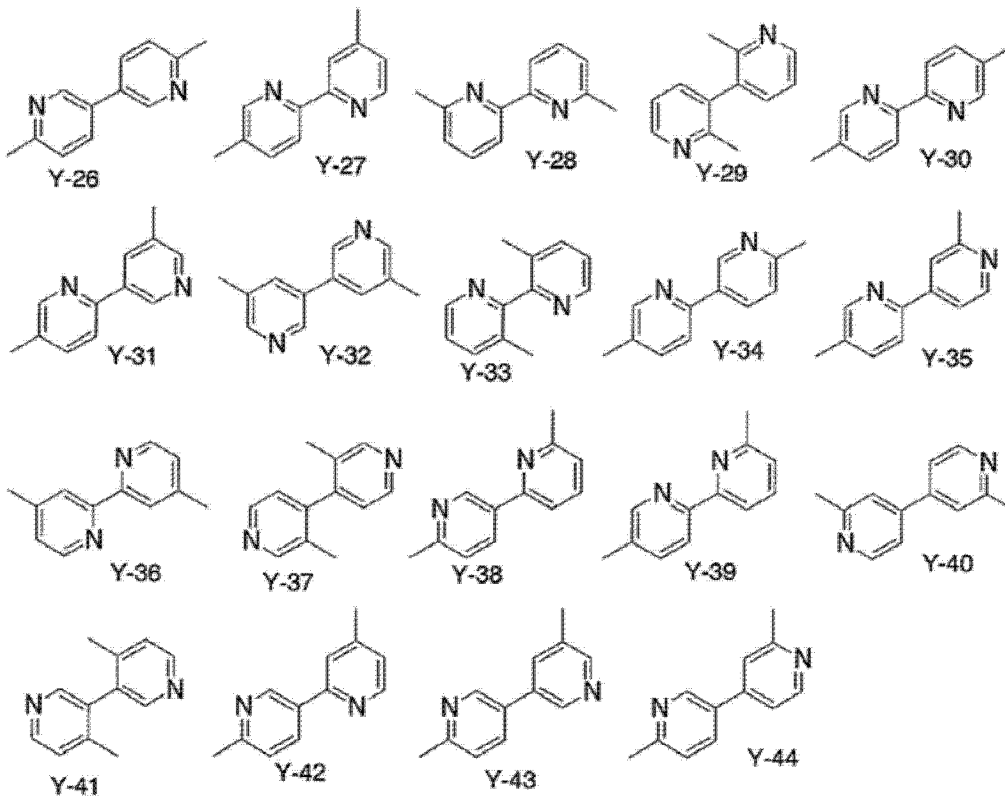
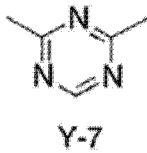


式中,  $Ar_3$  为与通式 (2) 中的  $Ar_1$  的含义相同;

$R_{17}$ 、 $R_{20}$  与通式 (2) 中的  $R_5$  的含义相同;

$R_{22}$ 、 $R_{23}$  与通式 (2) 中的  $R_6$  的含义相同;

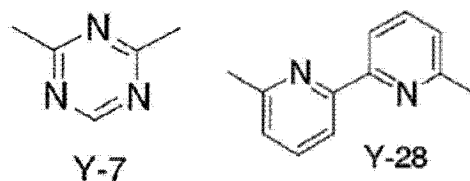
$R_{16}$ 、 $R_{18}$ 、 $R_{19}$ 、 $R_{21}$  表示氢、未取代的或碳数 1-6 的烷基、苯基、或吡啶基取代的、取代基的数 0-4 的苯基、联苯基、或吡啶基,



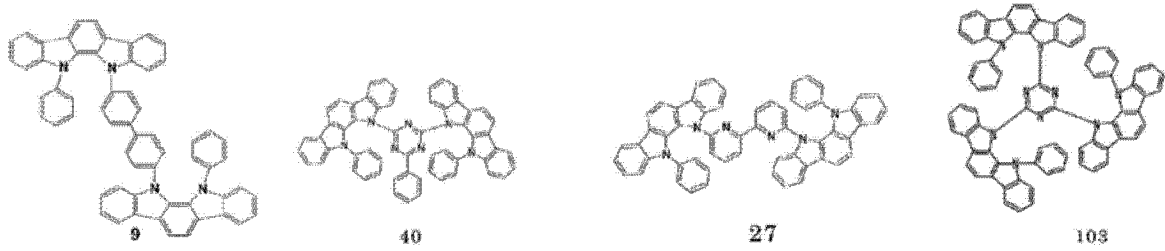
3. 权利要求 1 所述的有机电致发光元件用化合物, 其中通式 (2) 及式 (2a) ~ (2b) 中, 环 A、环 A' 为苯环,  $R_6$  为未取代的或碳数 1-6 的烷基、苯基或吡啶基取代的、取代基的数为 0-4 的苯基或吡啶基, 且  $R_1$ - $R_4$  为氢或苯基。

4. 权利要求 2 所述的有机电致发光元件用化合物, 其中通式 (4) 中,  $R_{22}$  ~  $R_{23}$  为未取代的、或碳数 1-6 的烷基、苯基或吡啶基取代的、取代基的数为 0-4 的苯基或吡啶基, 且  $R_{16}$  ~  $R_{21}$  为氢或苯基。

5. 权利要求 1 所述的有机电致发光元件用化合物, 其中通式 (2) 的  $Ar_1$  为由以下的 Y-7 或 Y-28 表示连接基团,



6. 如权利要求 1 所述的有机电致发光元件用化合物, 其中, 通式 (2) 表示的有机电致发光元件用化合物, 选自以下的化合物:



7. 一种有机电致发光元件,其是在层合于基板上的阳极和阴极之间具有发光层的有机电致发光元件,其中,该发光层含有磷光发光性掺杂剂和权利要求1~6中任一项所述的有机电致发光元件用化合物作为主体材料。

8. 如权利要求7所述的有机电致发光元件,其在阳极和发光层之间具有空穴注入输送层以及在阴极和发光层之间具有电子注入输送层而成。

9. 如权利要求8所述的有机电致发光元件,其在发光层和电子注入输送层之间具有空穴阻挡层而成。

## 有机电致发光元件用化合物及有机电致发光元件

[0001] 本专利申请为在 2006 年 11 月 22 日提出申请的专利申请号为 200680045030.8、名称为“有机电致发光元件用化合物及有机电致发光元件”的专利申请的分案申请。

### 技术领域

[0002] 本发明涉及一种新的有机电致发光元件用化合物及有机电致发光元件（以下称为有机 EL 元件），详细地来讲，涉及一种通过并用磷光发光掺杂剂和具有特定结构的主体化合物而显示高亮度的有机 EL 元件。

### 背景技术

[0003] 通常，有机 EL 元件，作为其最简单的结构是由发光层及夹持该层的一对对置电极构成。即，在有机 EL 元件中，利用的是如下现象，即当在两个电极间施加电场时，从阴极注入电子，从阳极注入空穴，它们在发光层中，在复合能级从传导带返回到价电子带时作为能量发出光。

[0004] 近年来，对使用了有机薄膜的 EL 元件进行了开发。特别是为了提高发光效率，通过以下元件的开发，即，为了提高从电极注入载流子的效率而对电极的种类进行最佳化，在电极间作为薄膜设置由芳香族二胺形成的空穴输送层和由 8-羟基喹啉铝配合物（以下称为 Alq<sub>3</sub>）形成的发光层，由此与现有的使用萘等的单晶的元件相比，发光效率得到了大幅度的改善，因此，以实用于具有自发光·高速应答性的特征的高性能平板为目标取得了进展。

[0005] 另外，作为提高元件的发光效率的尝试，还正在对不使用荧光而使用磷光进行研究。以上述的设置由芳香族二胺形成的空穴输送层和由 Alq<sub>3</sub> 形成的发光层的元件为代表的许多元件利用的是荧光发光，但是，如果使用磷光发光、即利用来自三重激发态的发光，则与目前使用荧光（单态）的元件相比，可期待 3 倍左右的效率提高。为了这个目的，对将香豆素衍生物、二苯甲酮衍生物作为发光层进行了研究，但只得到非常低的亮度。其后，作为利用三重态的尝试，对使用铕配合物进行了研究，但其也达不到高效率的发光。作为磷光发光掺杂剂，多数进行的是如特表 2003-515897 号公报（专利文献 1）所列举的发明。

[0006] 专利文献 1：特表 2003-515897 号公报

[0007] 专利文献 2：特开 2001-313178 号公报

[0008] 专利文献 3：特开 2002-305083 号公报

[0009] 专利文献 4：特开 2002-352957 号公报

[0010] 专利文献 5：特开平 11-162650 号公报

[0011] 专利文献 6：特开平 11-176578 号公报

[0012] 在有机 EL 元件开发中，作为用于发光层的主体材料而提出的方案是特开 2001-313178 号公报中介绍的喹唑啉化合物的 CBP。如果使用 CBP 作为绿色磷光发光材料的三（2-苯基吡啶）铱配合物（以下称为 Ir(ppy)<sub>3</sub>）的主体材料，由于 CBP 容易使空穴流动而难以使电子流动的特性，电荷注入平衡瓦解，过剩的空穴流出至电子输送侧，结果来自

Ir(ppy)<sub>3</sub> 的发光效率下降。

[0013] 作为上述的解决手段,有例如如特开 2002-305083 号公报那样在发光层和电子输送层间设置空穴阻挡层的手段。通过该空穴阻挡层将空穴高效率地积蓄在发光层中,由此可以提高和发光层中的电子的复合几率,达到发光的高效率化。作为目前通常使用的空穴阻挡材料,可例举 2,9-二甲基-4,7-二苯基-1,10-菲咯啉(以下称为 BCP)及对苯基苯酚-二(2-甲基-8-羟基喹啉-N1,08)铝(以下称为 BAlq)。由此可以防止在电子输送层电子和空穴发生复合,但由于 BCP 即使在室温下也容易结晶,欠缺作为材料的可靠性,因此元件寿命极其短。另外,报告有 BAlq 的 T<sub>g</sub> 为约 100℃ 和比较好的元件寿命结果,但空穴阻挡能力不充分,来自 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的发光效率下降。

[0014] 另一方面,特开 2002-352957 号公报中介绍的 3-苯基-4-(1'-萘基)-5-苯基-1,2,4-三唑(以下称为 TAZ) 也被提出作为磷光有机 EL 元件的主体材料,但由于容易使电子流动而难以使空穴流动的特性,发光领域成为空穴输送层侧,因此也可以认为,因空穴输送层的材料而导致与 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的相容性问题,由此来自 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的发光效率下降。例如,从高性能、高可靠性、长寿命的观点考虑,作为空穴输送层最好使用的 4,4'-双(N-(1-萘基)-N-苯氨基)联苯(以下称为 NPB) 存在的问题如下,即其与 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的相容性差,从 Ir(ppy)<sub>3</sub> 向 NPB 发生能量转换,发光效率下降。

[0015] 另外,特开平 11-162650 号公报及特开平 11-176578 号公报中对吡啶唑啉化合物进行了公开,但关于本发明的化合物没有公开。另外,特开平 11-162650 号公报及特开平 11-176578 号公报中公开的吡啶唑啉化合物被推荐作为空穴输送材料的使用,还强调了化合物的稳定性,但并没有教导作为磷光主体材料的使用。

## 发明内容

[0016] 为了将有机 EL 元件应用于平板显示器等的显示元件,必须在改善元件的发光效率的同时充分确保驱动时的稳定性。本发明,鉴于上述现状,目的在于提供一种高效率且具有高驱动稳定性的实用上有用的有机 EL 元件以及适合其的化合物。

[0017] 本发明人等进行了潜心研究,结果发现,通过将具有特定的吡啶唑啉骨架的化合物使用于有机 EL 元件可以解决上述问题,以至完成了本发明。

[0018] 本发明的有机电致发光元件用化合物由下述通式 (1) 表示。

[0019]

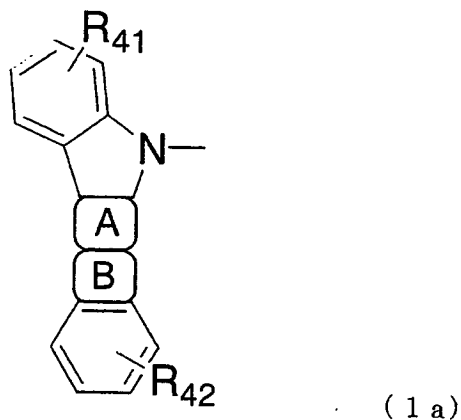


[0020] 在此,Z 表示由不是稠环结构的取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基组成的连接基团,

[0021] n 表示 2 以上的整数,

[0022] Y 表示下述式 (1a) 表示的基团;

[0023]



[0024] 在此，

[0025] 环 A 表示和相邻环缩合的式 (1b) 表示的芳香族环或杂环，

[0026] 环 B 表示和相邻环缩合的式 (1c) 表示的杂环，

[0027] X 表示碳或氮，

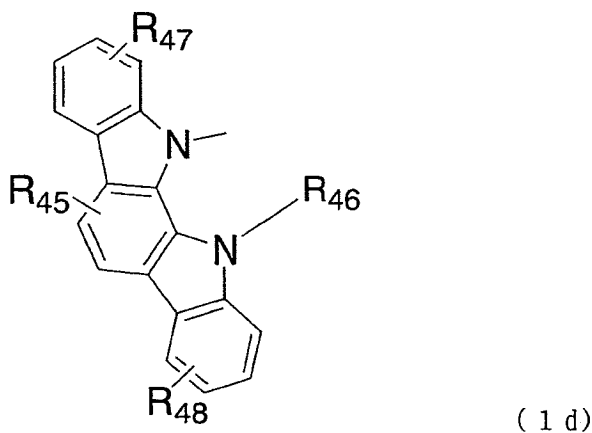
[0028]  $R_{43}$  表示氢、不是稠环结构的取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基、或和含有 X 的环缩合的环，

[0029]  $R_{44}$  表示不是稠环结构的取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基，

[0030]  $R_{41}$ 、 $R_{42}$  表示氢、烷基、芳烷基、链烯基、炔基、氰基、二烷基氨基、二芳基氨基、二芳烷基氨基、氨基、硝基、酰基、烷氧基羰基、羧基、烷氧基、烷基磺酰基、卤代烷基、羟基、酰胺基、取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基。

[0031] 在通式 (1) 中，当 Y 为下述式 (1d) 表示的基团时，可得到优异的有机电致发光元件用化合物。或者，当 n 为 2、3 或 4 时，可得到优异的有机电致发光元件用化合物。

[0032]



[0033] 在此，

[0034]  $R_{45}$  表示氢、不是稠环结构的取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基，

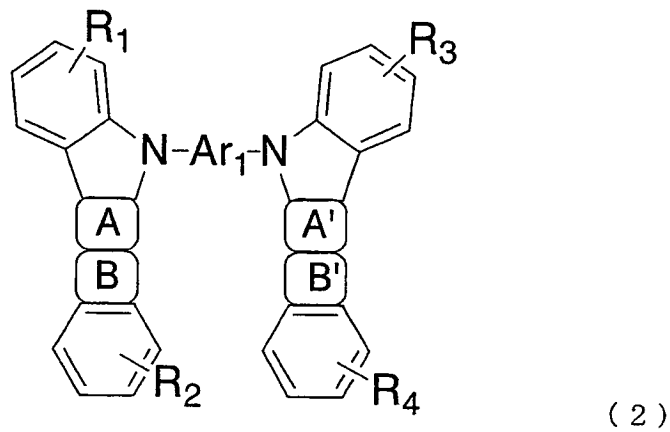


[0035]  $R_{46}$  具有和  $R_{44}$  相同的含义，

[0036]  $R_{47}$ 、 $R_{48}$  独立地具有和  $R_{41}$  相同的含义。

[0037] 另外，通式 (1) 表示的本发明的有机电致发光元件用化合物有下述通式 (2) 或 (3) 表示的化合物。

[0038]

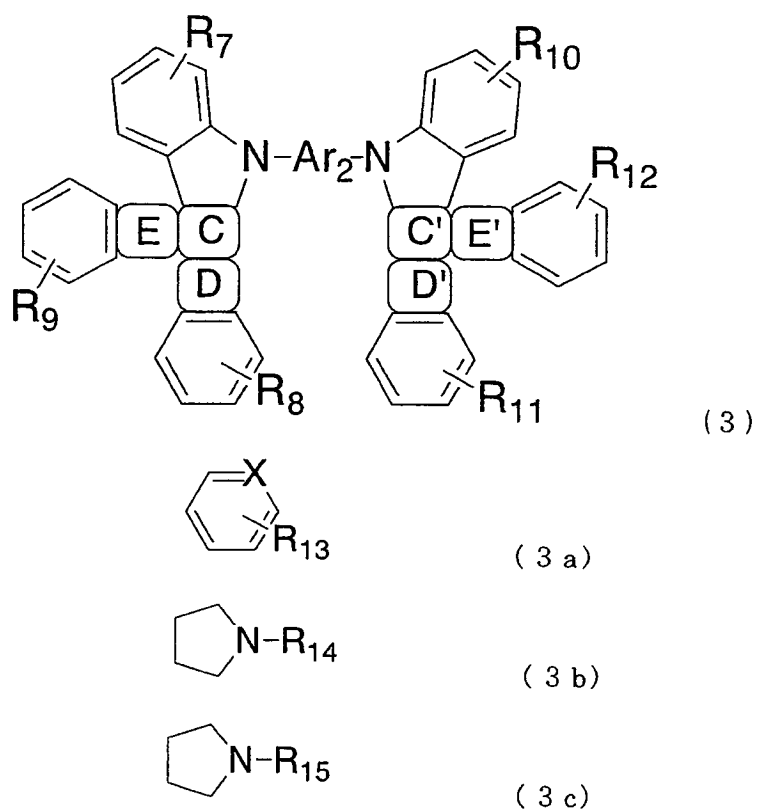


[0039] 在此，

[0040] 环 A、环 A' 表示和相邻环缩合的式 (2a) 表示的芳香环，

[0041] 环 B、环 B' 表示和相邻环缩合的式 (2b) 表示的杂环。

[0042]



[0043] 在此，

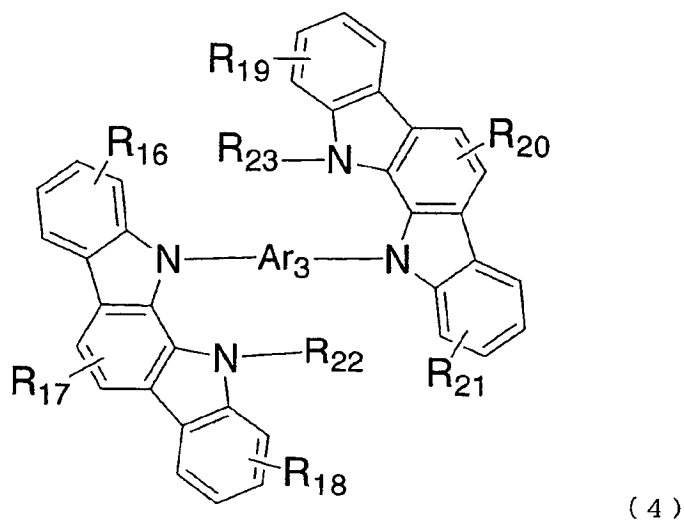
[0044] 环 C、环 C' 表示和相邻环缩合的式 (3a) 表示的芳香环，

[0045] 环 D、环 D' 表示和相邻环缩合的式 (3b) 表示的杂环，

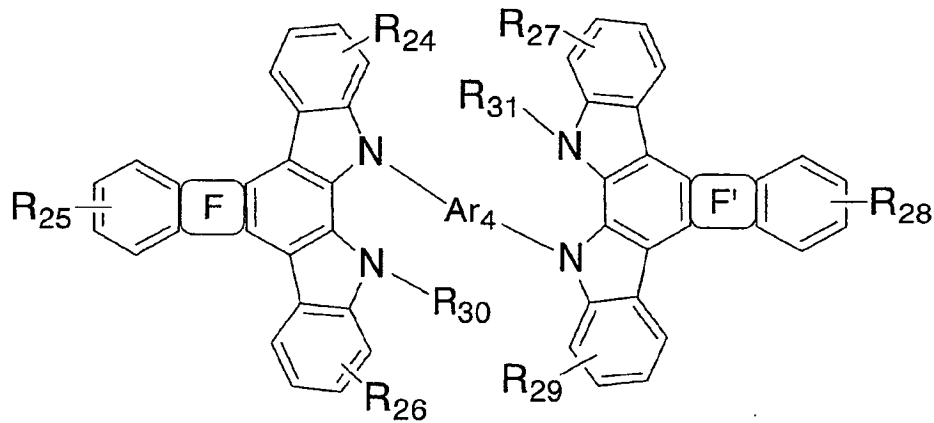
[0046] 环 E、环 E' 表示和相邻环缩合的式 (3c) 表示的杂环。

[0047] 而且，本发明的有机电致发光元件用化合物有下述通式 (4) 或 (5) 表示的化合物。

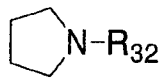
[0048]



[0049]



(5)



(5a)

[0050] 在此,

[0051] 环 F、环 F' 表示和相邻环缩合的式 (5a) 表示的杂环。

[0052] 在上述通式 (2) ~ (5) 及式 (2a) ~ (2c)、(3a) ~ (3c)、(5a) 中,当环 A、A'、C、C' 为苯环、 $R_6$ 、 $R_{14}$ 、 $R_{15}$ 、 $R_{22}$ 、 $R_{23}$ 、 $R_{30}$ 、 $R_{31}$ 、 $R_{32}$  为取代或未取代的苯基或吡啶基、且  $R_1 \sim R_4$ 、 $R_7 \sim R_{12}$ 、 $R_{16} \sim R_{21}$ 、 $R_{24} \sim R_{29}$  为氢或苯基时,可得到优异的有机电致发光元件用化合物。

[0053] 在上述通式 (1) ~ (5) 及式 (1a) ~ (1d)、(2a) ~ (2c)、(3a) ~ (3c)、(5a) 中,记号具有以下的意义。

[0054] X 表示碳或氮,

[0055]  $R_5$ 、 $R_{13}$ 、 $R_{17}$ 、 $R_{20}$ 、 $R_{45}$  独立地表示氢、不是稠环结构的取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基,

[0056]  $R_6$ 、 $R_{14} \sim R_{15}$ 、 $R_{22} \sim R_{23}$ 、 $R_{30} \sim R_{32}$ 、 $R_{44}$ 、 $R_{46}$  独立地表示不是稠环结构的取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基,

[0057]  $Ar_1 \sim Ar_4$  独立地表示由不是稠环结构的取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基组成的 2 价的连接基团,

[0058]  $R_1 \sim R_4$ 、 $R_7 \sim R_{12}$ 、 $R_{16}$ 、 $R_{18} \sim R_{19}$ 、 $R_{21}$ 、 $R_{24} \sim R_{29}$ 、 $R_{41} \sim R_{42}$ 、 $R_{47} \sim R_{48}$  独立地表示烷基、芳烷基、链烯基、炔基、氰基、二烷基氨基、二芳基氨基、二芳烷基氨基、氨基、硝基、酰基、烷氧基羰基、羧基、烷氧基、烷基磺酰基、卤代烷基、羟基、酰胺基、取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基。

[0059] 另外,本发明为在被层合于基板上的阳极和阴极之间具有发光层的有机电致发光元件,其特征在于,该发光层含有磷光发光性掺杂剂和上述有机电致发光元件用化合物作为主体材料。希望该有机电致发光元件在阳极和发光层之间具有空穴注入输送层以及在阴极和发光层之间具有电子注入输送层。或者希望在发光层和电子注入输送层之间具有空穴阻挡层。

[0060] 在本发明中,将上述通式 (1) 表示的化合物、优选通式 (2) ~ (5) 表示的化合物的任一种以上用于有机 EL 元件中的至少一个有机层中。

[0061] 本发明的有机 EL 元件用化合物由上述通式 (1) 表示。通式 (1) 中,Z 表示选自不

是稠环结构的取代或未取代的芳香族烃基及不是稠环结构的取代或未取代的芳香族杂环基的连接基团。 $n$  表示 2 以上的整数。而且,  $Z$  是  $n$  价的基团。

[0062] 在连接基团  $Z$  为芳香族烃基时, 作为形成芳香族烃基的芳香族烃环, 可优选例举苯环、联苯环、三联苯环等。在为芳香族杂环基时, 可优选例举吡啶环、三唑环、二唑环、苯基吡啶环、苯基三唑环、三苯基三唑环等。当这些基团具有取代基时, 作为取代基可优选例举碳数 1 ~ 6 的烷基、苯基、吡啶基等。取代基的数以 0 ~ 4、优选 0 ~ 2 为宜。

[0063]  $Y$  为上述式 (1a) 表示的基团。式 (1a) 中, 环 A 及环 B 表示和相邻环缩合的环。有利的是  $Y$  为上述通式 (1d) 表示的基团。

[0064] 在  $R_{41}$ 、 $R_{42}$  为取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基时, 作为芳香族烃基可优选例举苯基、联苯基等。在为芳香族杂环基时, 可优选例举吡啶基。当这些基团具有取代基时, 作为取代基可优选例举碳数 1 ~ 6 的烷基、苯基、吡啶基等。取代基的个数以 0 ~ 4、优选 0 ~ 2 为宜。

[0065] 在  $R_{43}$  或  $R_{44}$  为芳香族烃基时, 作为芳香族烃基可优选例举苯基、联苯基等。在为芳香族杂环基时, 可优选例举吡啶基。当这些基团具有取代基时, 作为取代基可例举碳数 1 ~ 6 的烷基、苯基、吡啶基等。取代基的个数以 0 ~ 4、优选 0 ~ 2 为宜。 $R_{43}$  除了可以为上述芳香族烃基或芳香族杂环基以外, 还可以为氢或和式 (1b) 中的含有 X 的 6 元环缩合的环, 优选为氢或上述环。

[0066] 在为和式 (1b) 中的含有 X 的 6 元环缩合的环时, 该环也可以是稠合环。作为其为稠合环时的例子, 有通式 (3) 及 (5) 中的具有稠合环的环 E、E' 及环 F、F'。即, 优选也可以具有  $R_9$ 、 $R_{12}$ 、 $R_{25}$  或  $R_{28}$  的吡啶环。此时, 吡啶环中的含氮环与含有 X 的 6 元环缩合。

[0067] 在通式 (1) 中, 由于环 A 为苯环时成为吡啶唑啉衍生物, 因此, 本发明的化合物可以称为具有吡啶唑啉单元的化合物。该吡啶唑啉单元是提高空穴输送性的单元, 为了进一步提高空穴输送性,  $n$  必须为 2 以上。需要说明的是, 对于通式 (1) 而言, 由于通式 (1) 的化合物包括通式 (2) ~ (5) 表示的化合物, 因此, 在称为通式 (1) 的化合物时, 可理解为含有这些式子表示的化合物的意思。

[0068]  $n$  优选为 2 ~ 4, 更优选为 2 ~ 3。 $n$  为 5 以上时, 分子量变大, 升华性下降, 在制作电致发光元件时, 有时候在使用蒸镀法的情况下发生障碍或因杂质的高分子量升高而导致难以提纯。

[0069] 作为  $n$  为 2 的通式 (1) 所含的化合物有通式 (2) ~ (5) 表示的化合物。通式 (2) ~ (5) 中出现具有和通式 (1) 相同含义的记号, 优选为与通式 (1) 所述的同样的基团或环。

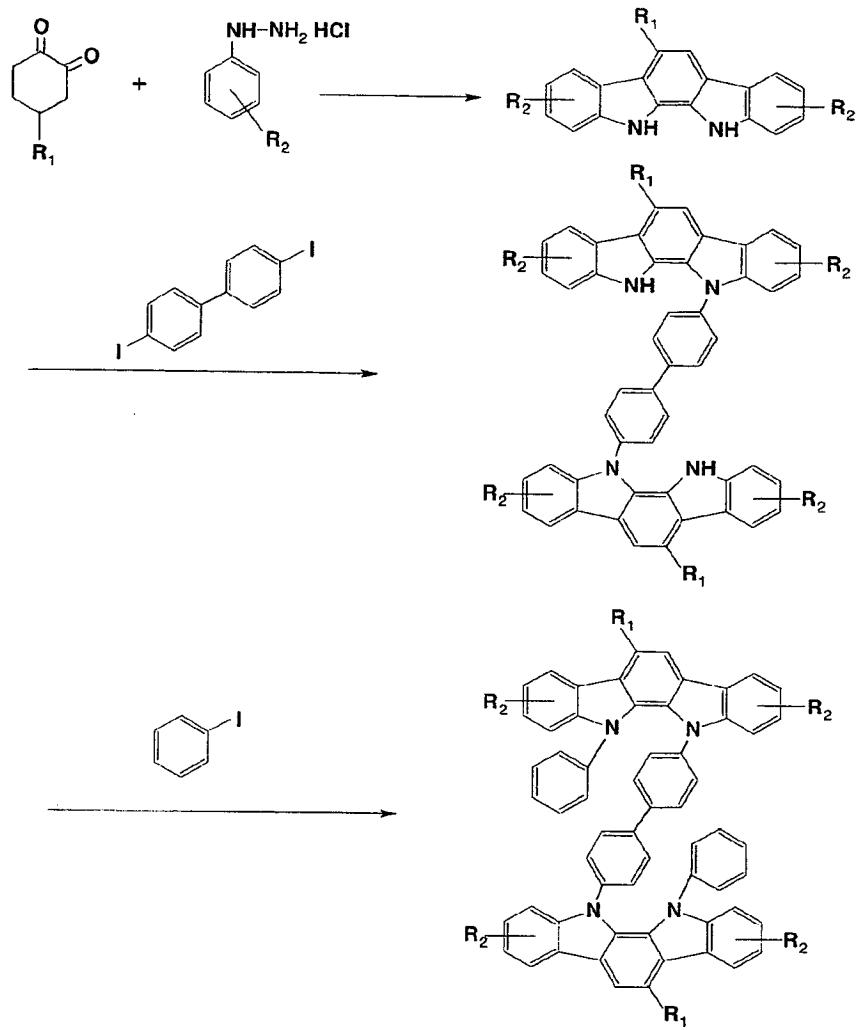
[0070] 对本发明的有机 EL 元件而言, 在层合于基板上的阳极和阴极之间具有发光层, 该发光层含有磷光发光性掺杂剂和上述有机 EL 用化合物作为主体材料。有利的是在阳极和发光层之间具有空穴注入输送层以及在阴极和发光层之间具有电子注入输送层。另外, 在发光层和电子注入输送层之间具有空穴阻挡层也是有利的。

[0071] 更有利的是, 本发明的有机 EL 元件, 可以使用在上述通式 (1) 中  $Y$  为通式 (1d) 表示的化合物或通式 (2) ~ (5) 表示的化合物作为主体材料。

[0072] 通式 (1) 表示的化合物可以用公知的方法容易地制造。例如, 以 Tetrahedron, 1991, Vol. 47, No. 37, p7739-7750 所示的合成例作为参考, 可以通过以下的反应式来制造。

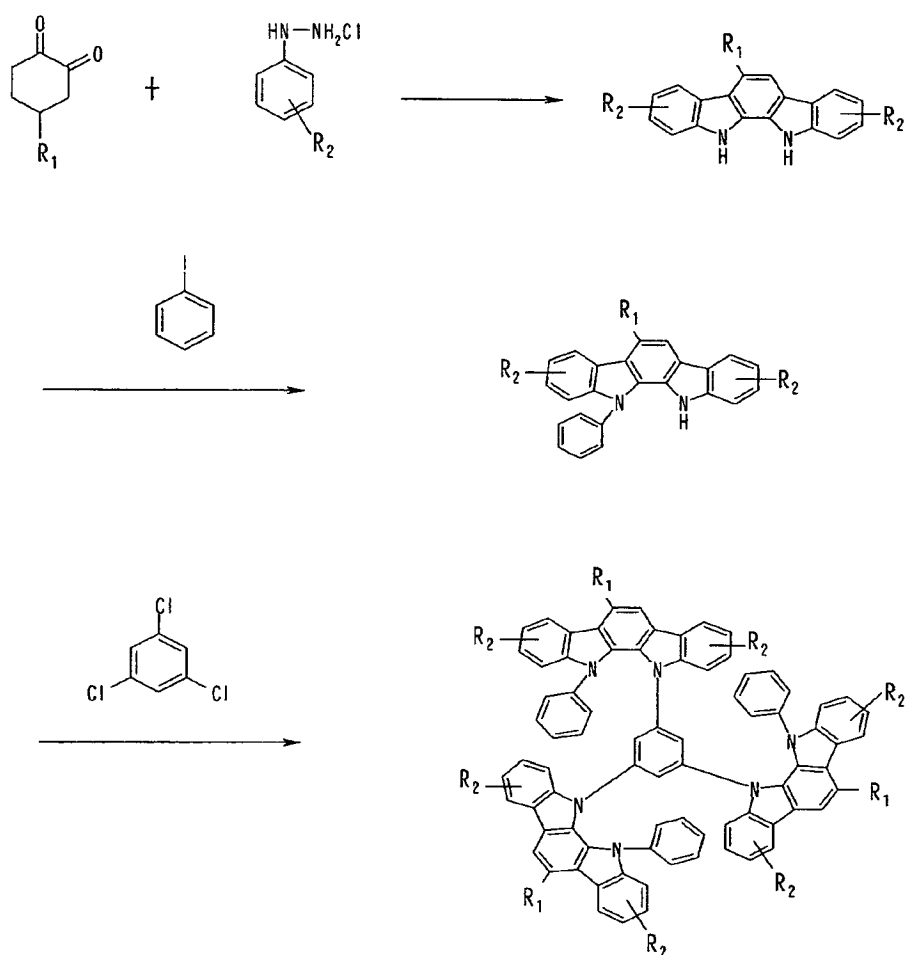
[0073] 通式 (2) 表示的化合物可以通过以下的反应式来制造。

[0074]



[0075] 另外,通式 (1) 中, Y 为通式 (1d)、 $n = 3$  的化合物可以通过以下的反应式来制造。

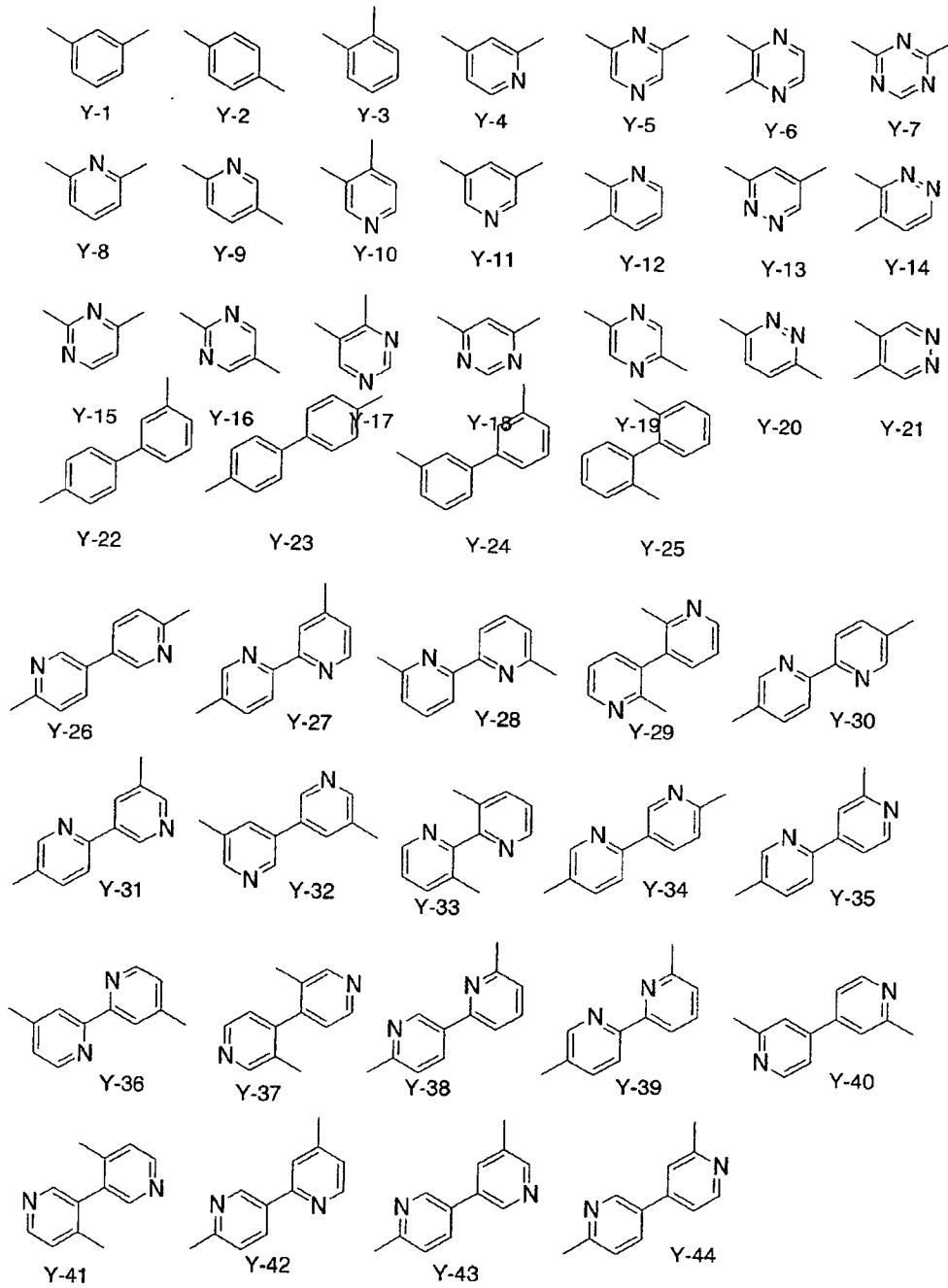
[0076]



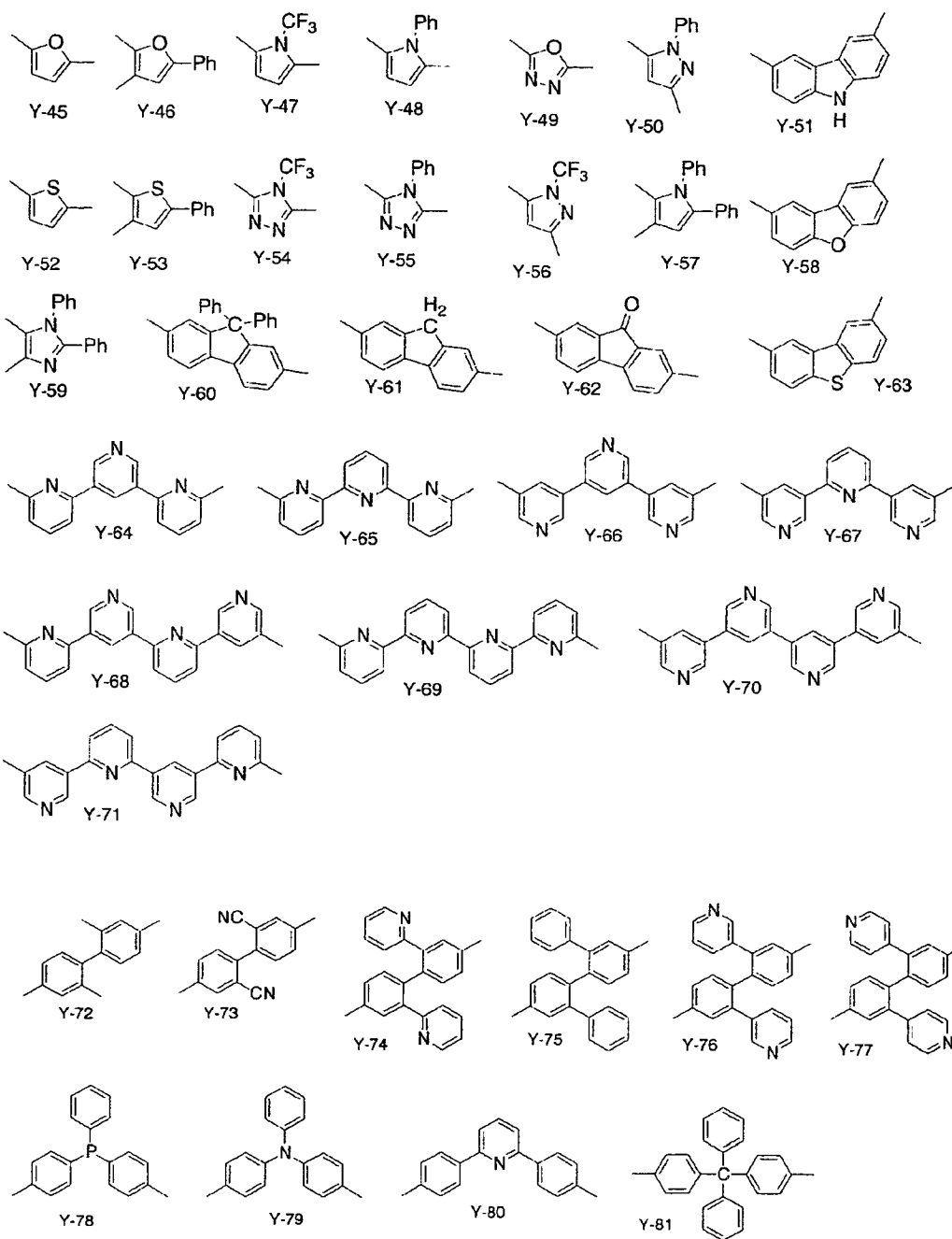
[0077] 通式 (2) ~ (5) 中的 Ar<sub>1</sub> ~ Ar<sub>4</sub> 表示 2 价的连接基团。具体而言可例举以下的 Y-1 ~ Y-118 表示的连接基团。

[0078] 另外, 这些连接基团也可以具有取代基。作为取代基的例子可例举烷基、芳烷基、链烯基、炔基、氰基、二烷基氨基、二芳基氨基、二芳烷基氨基、氨基、硝基、酰基、烷氧基羰基、羧基、烷氧基、烷基磺酰基、卤代烷基、羟基、酰胺基、取代或未取代的芳香族烃基或芳香族杂环基。

[0079]

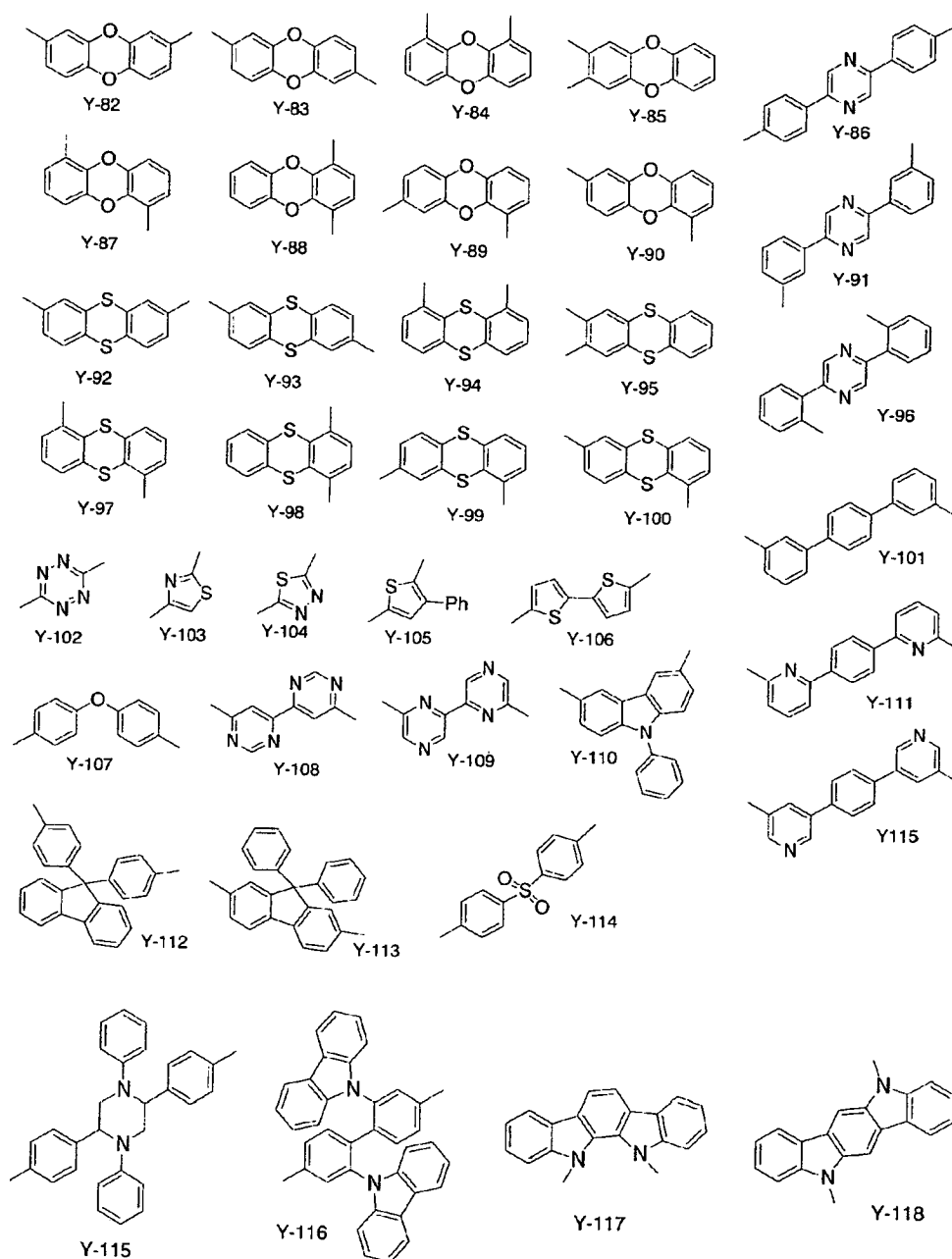


[0080]



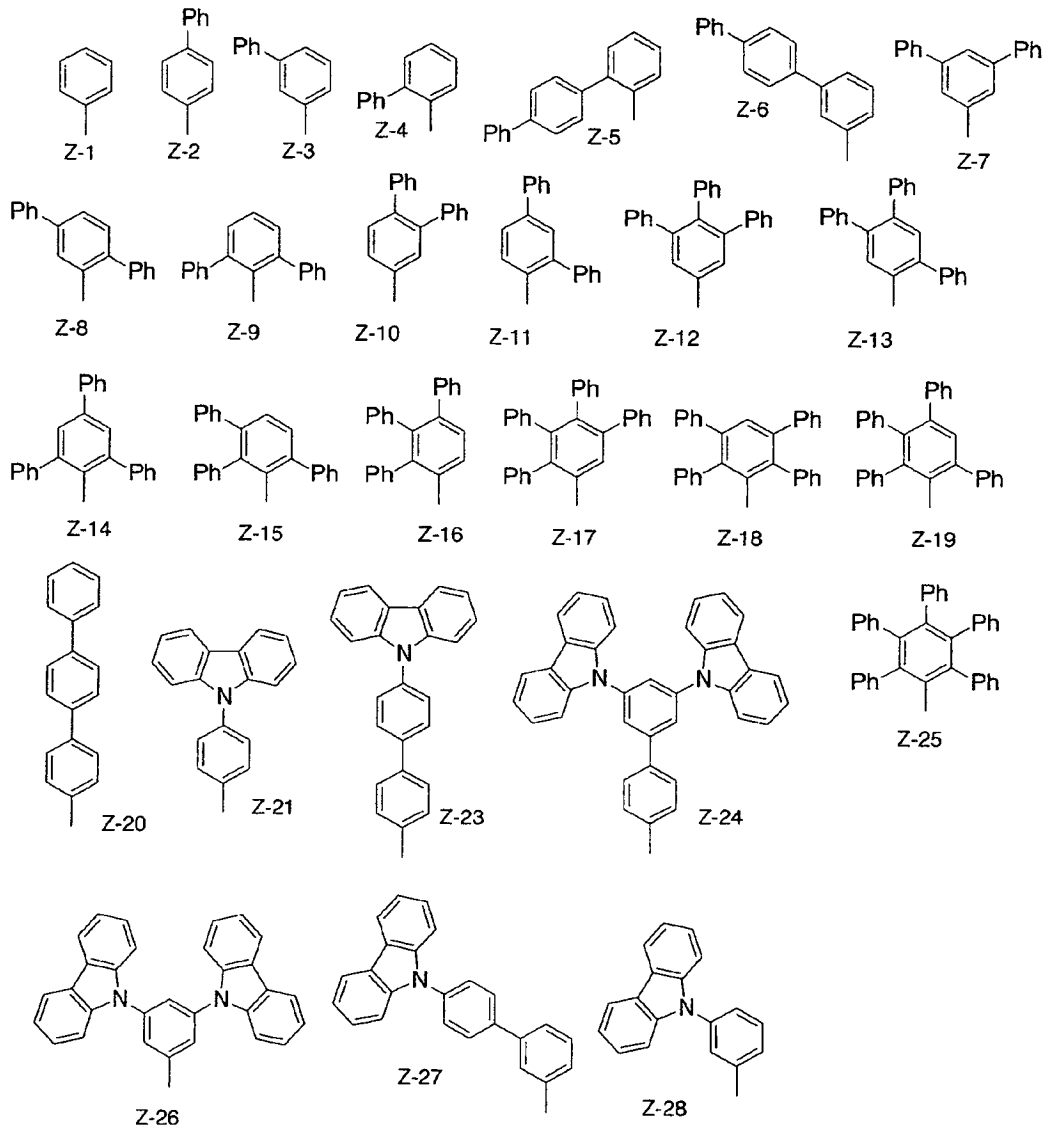
[0081]



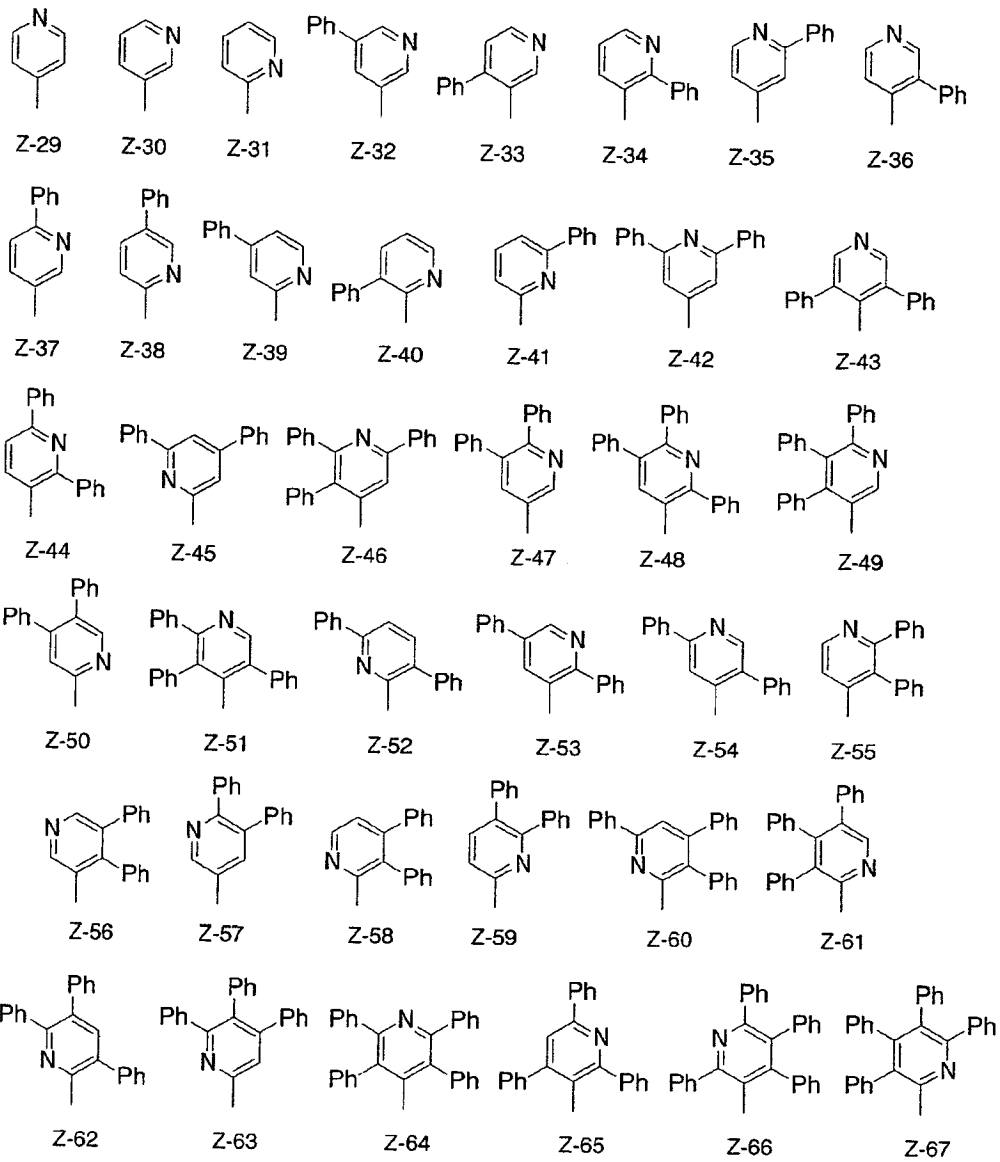


[0082] 作为取代基的优选例子,可例举以下的 Z-1 ~ Z-138 表示的取代基。

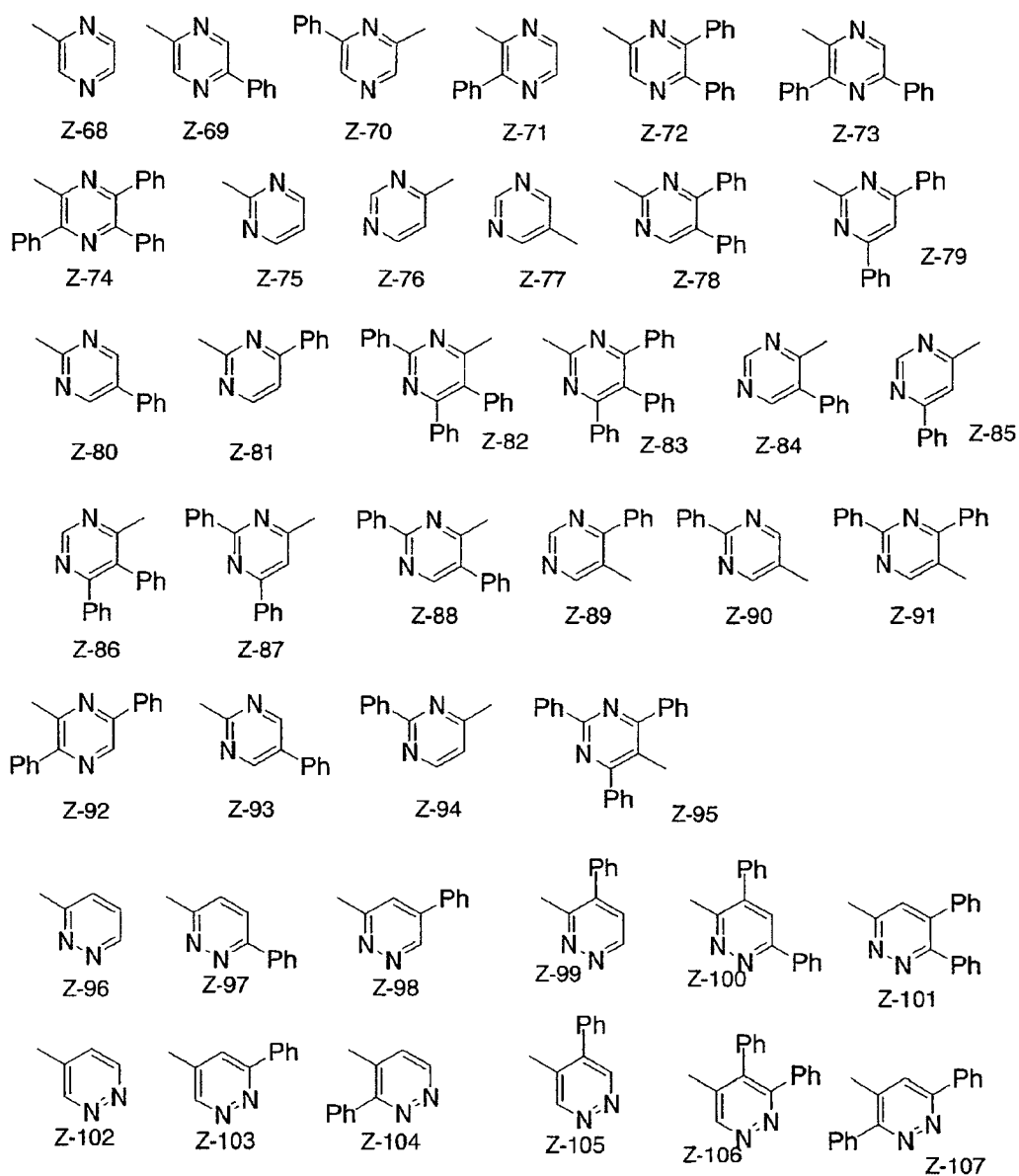
[0083]



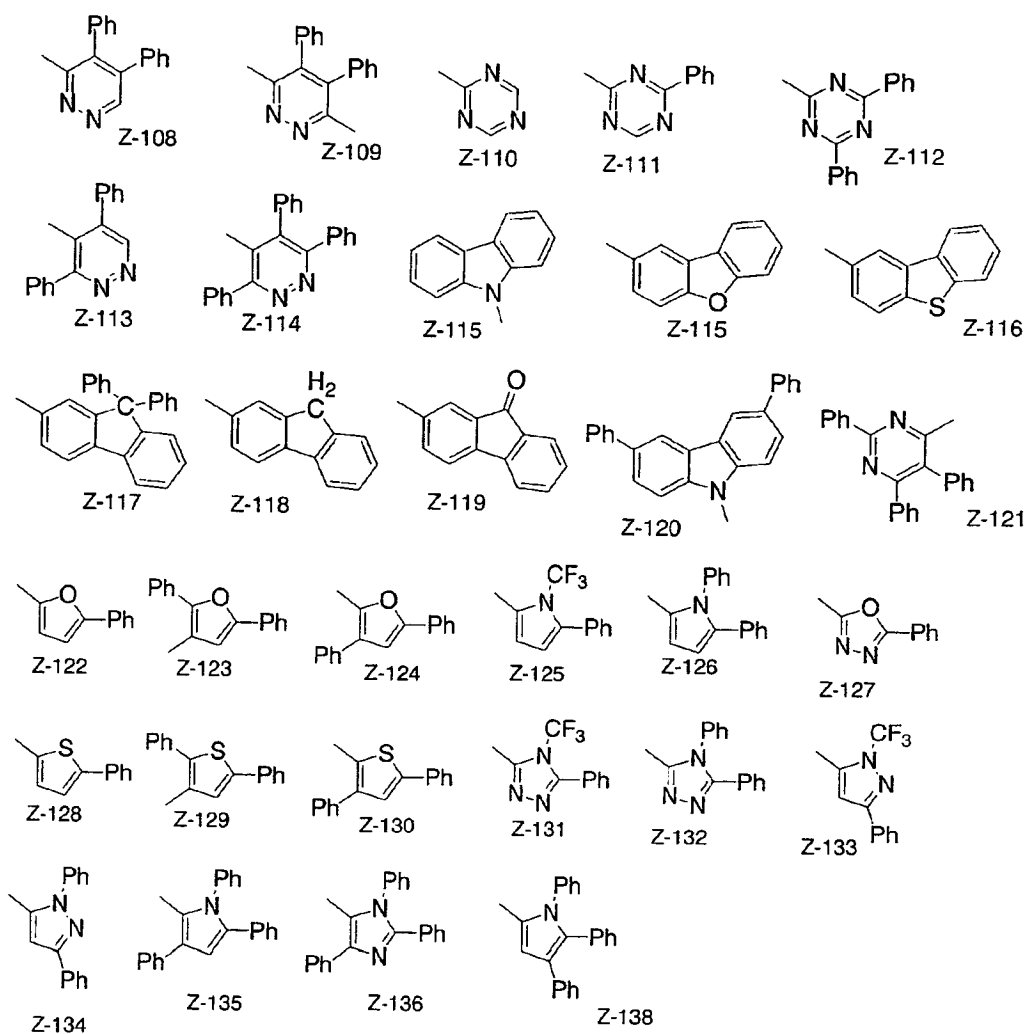
[0084]



[0085]

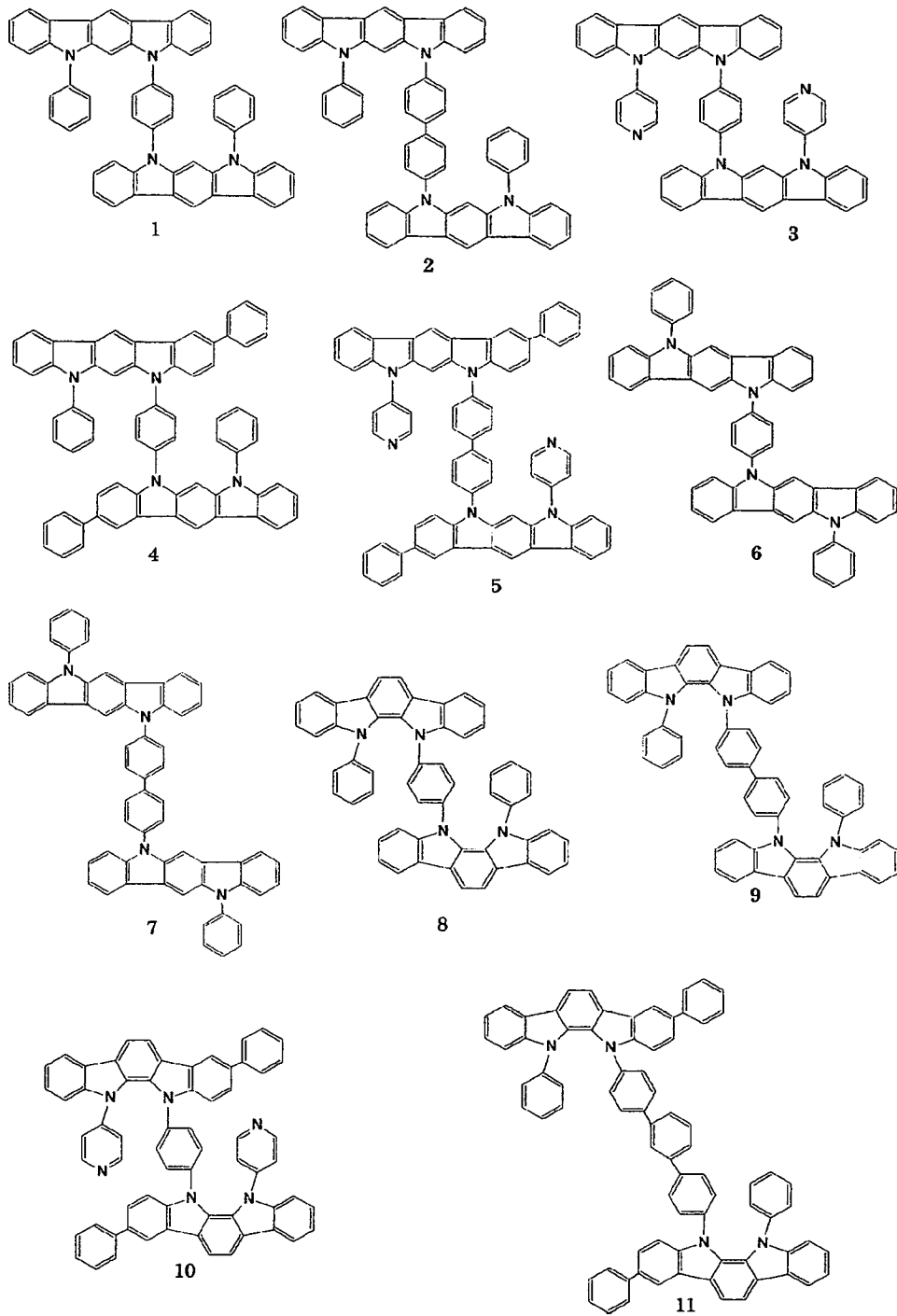


[0086]

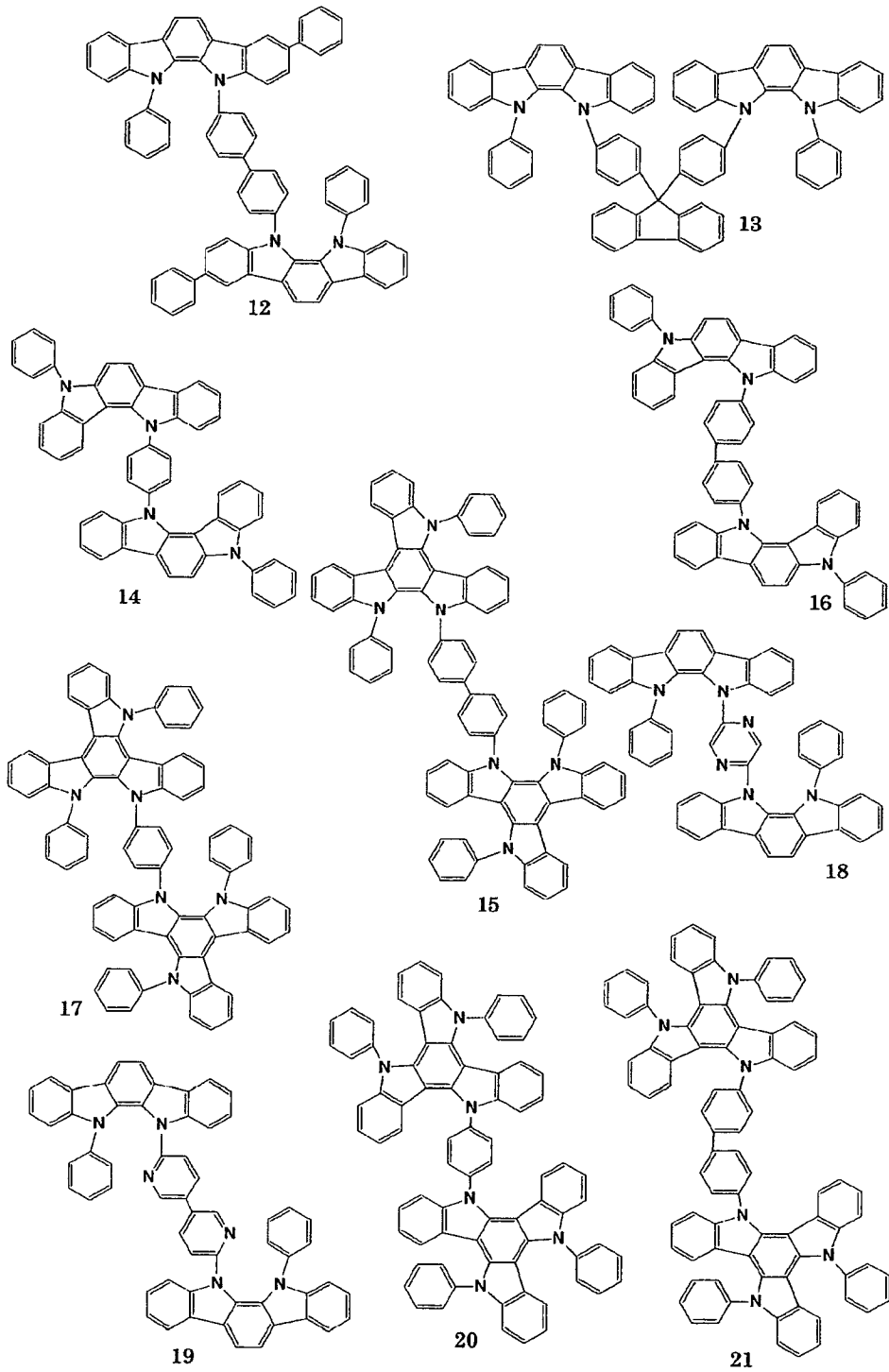


[0087] 上述通式 (2) ~ (5) 表示的化合物的优选具体例如下所示,但并不限于此。

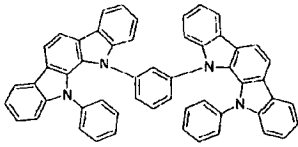
[0088]



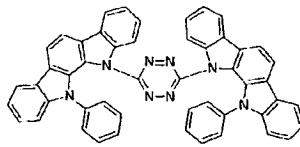
[0089]



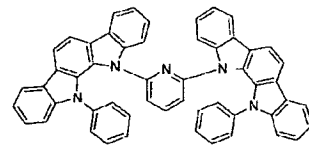
[0090]



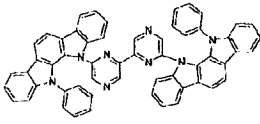
22



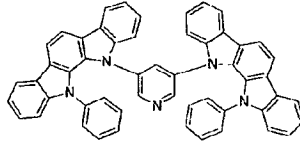
23



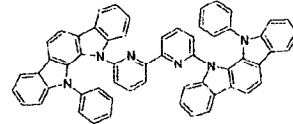
24



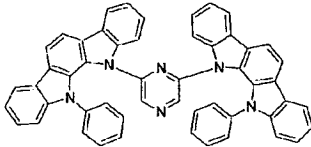
25



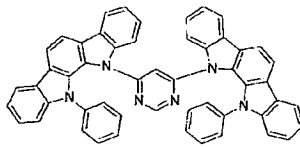
26



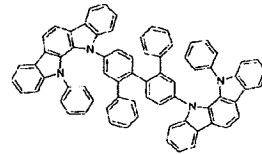
27



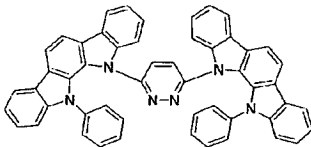
28



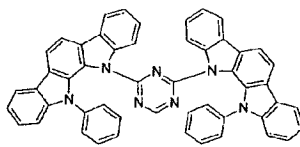
29



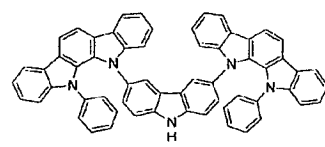
30



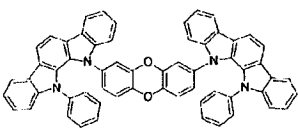
31



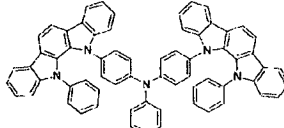
32



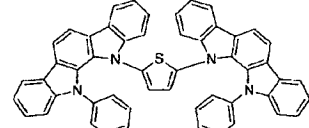
33



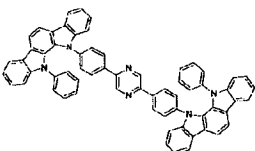
34



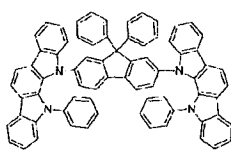
35



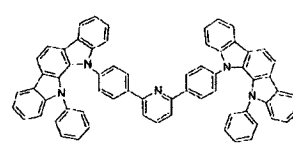
36



37



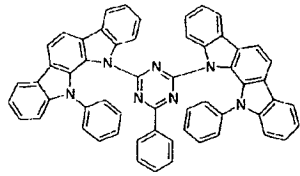
38



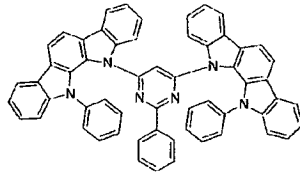
39

[0091]

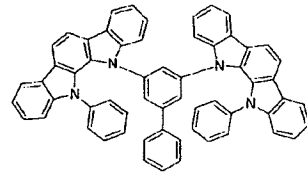




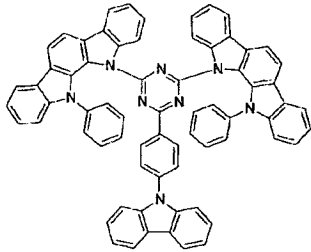
40



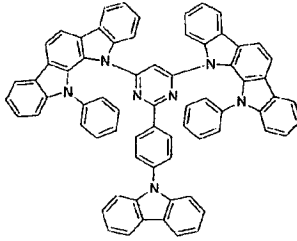
41



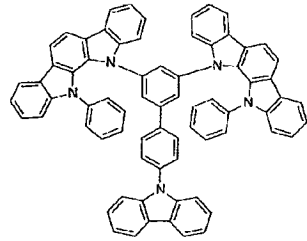
42



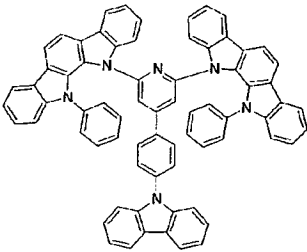
43



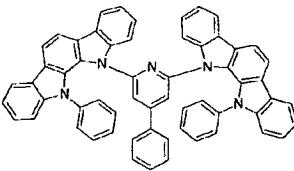
44



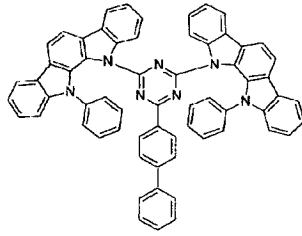
45



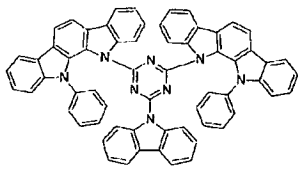
46



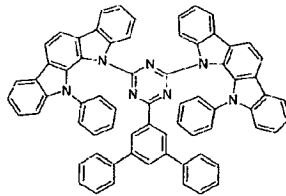
47



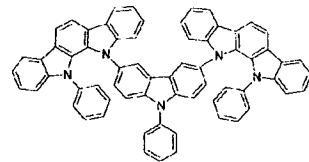
48



49

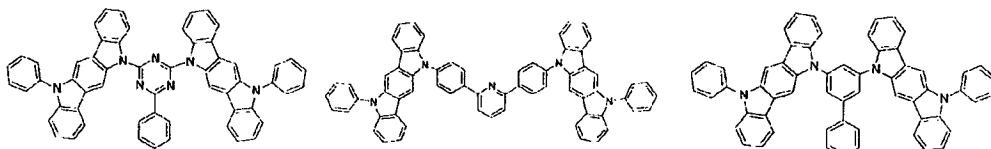


50



51

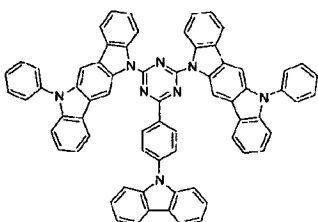
[0092]



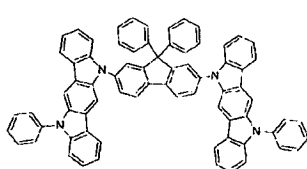
52

53

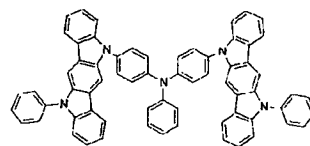
54



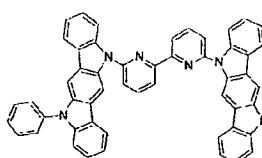
55



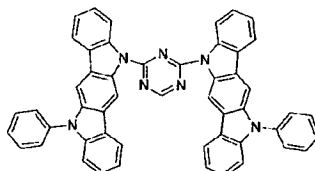
56



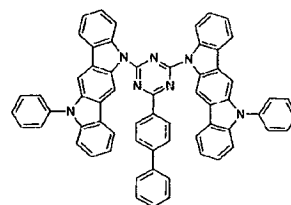
57



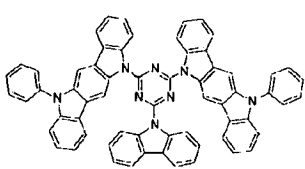
58



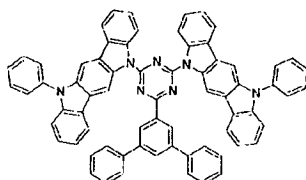
59



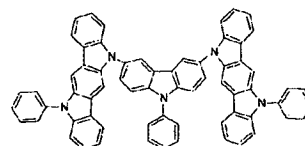
60



61



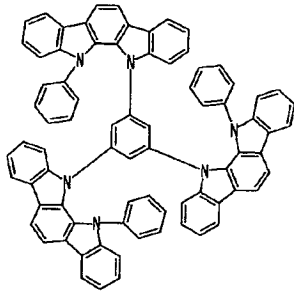
62



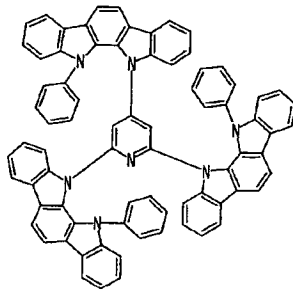
63

[0093] 上述通式 (1) 表示的 Y 为通式 (1d)、n 为 3 以上的有机 EL 元件用化合物的优选具体例如下所示,但并不限于此。

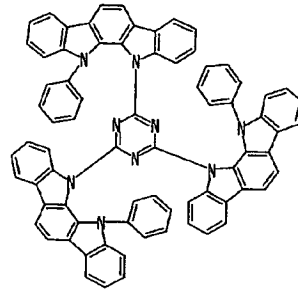
[0094]



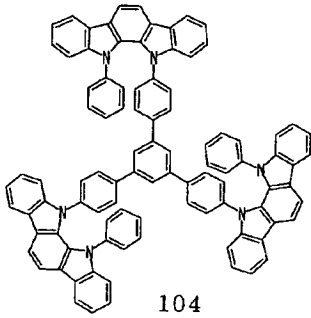
101



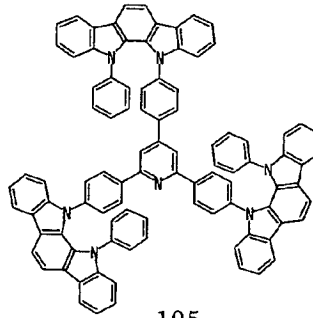
102



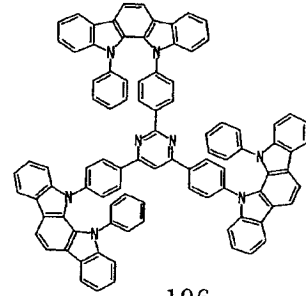
103



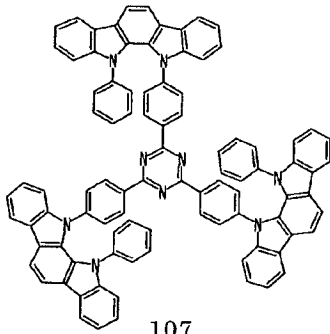
104



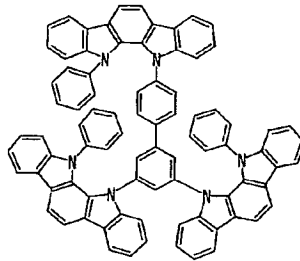
105



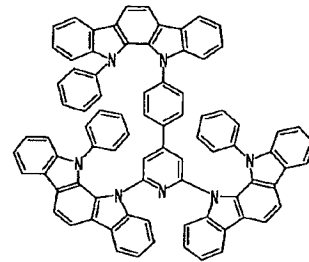
106



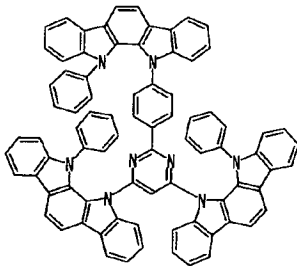
107



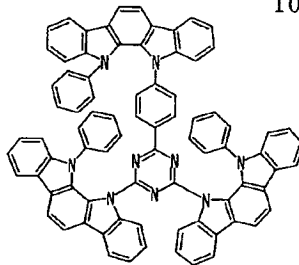
108



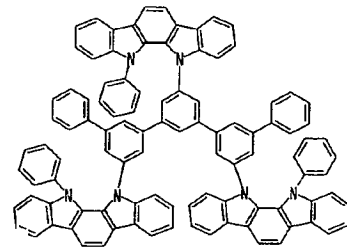
109



110

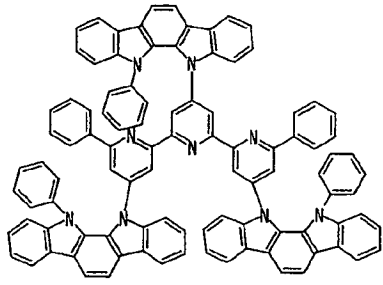


111

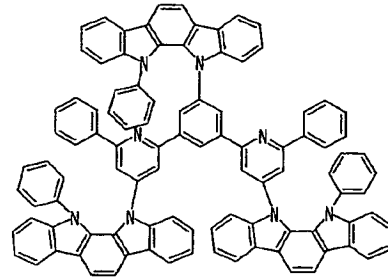


112

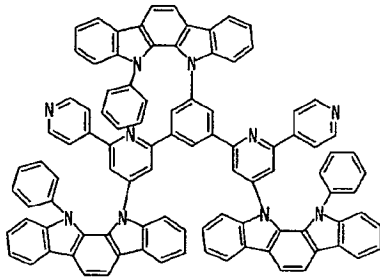
[0095]



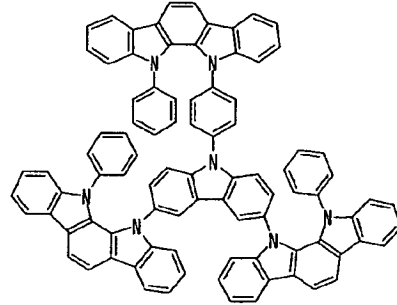
113



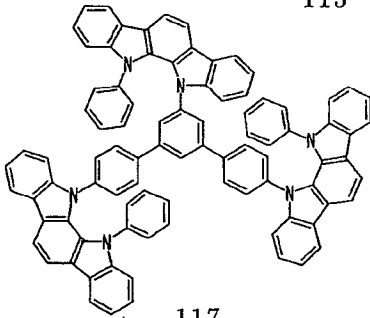
114



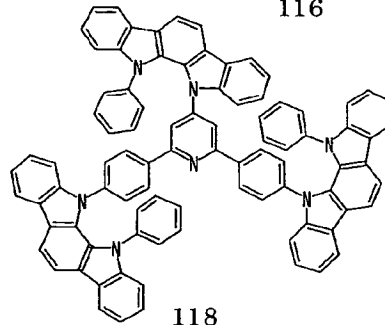
115



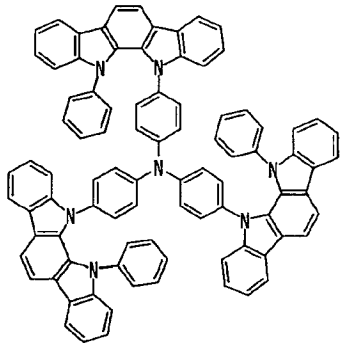
116



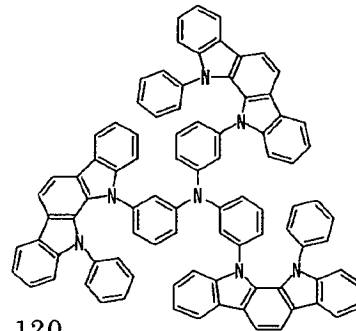
117



118

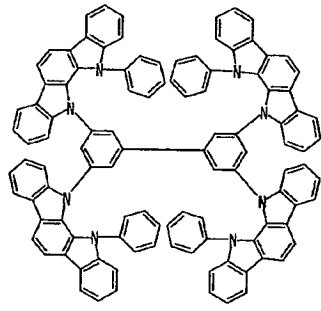


119

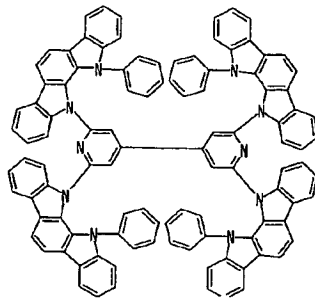


120

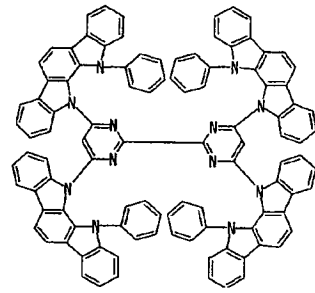
[0096]



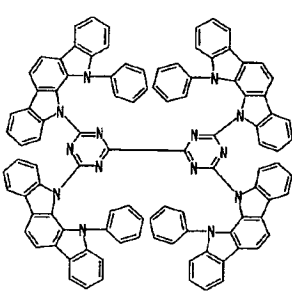
121



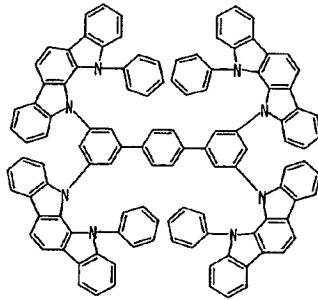
122



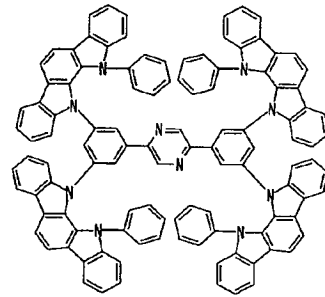
123



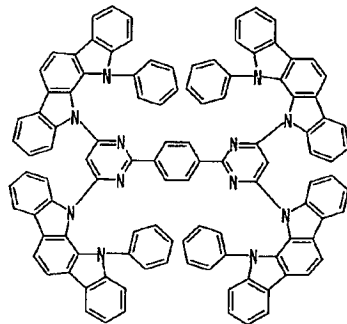
124



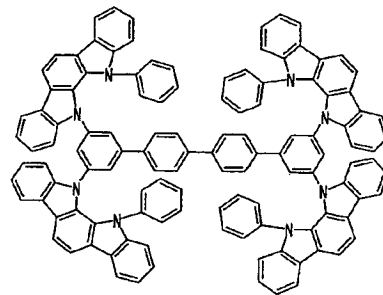
125



126

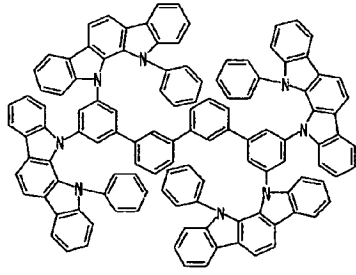


127

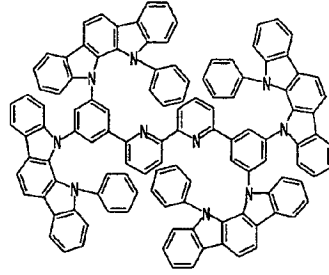


128

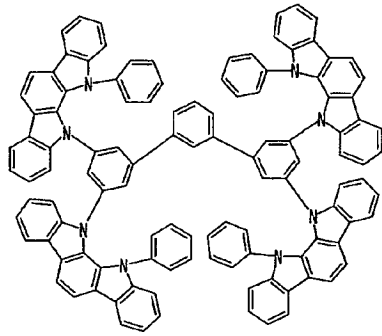
[0097]



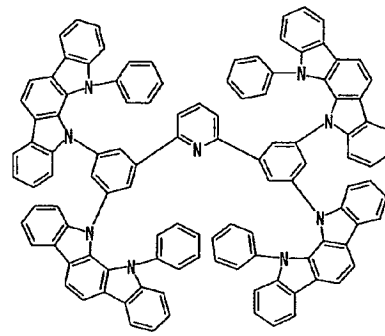
129



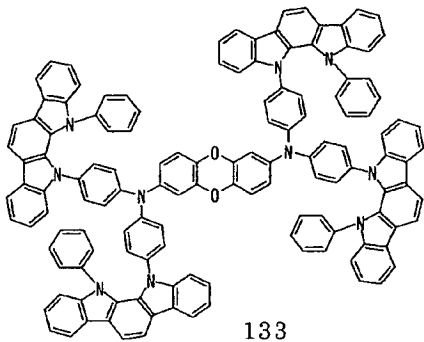
130



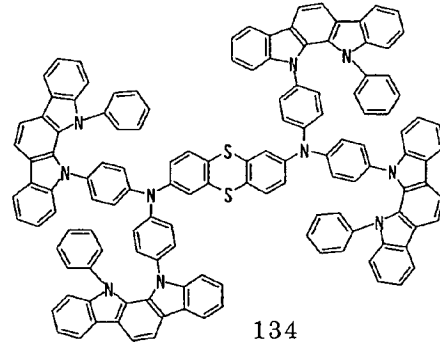
131



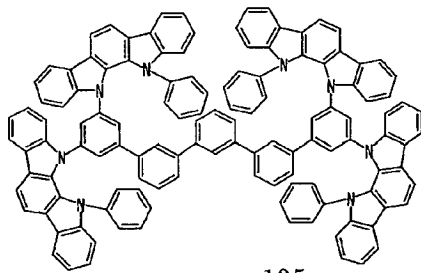
132



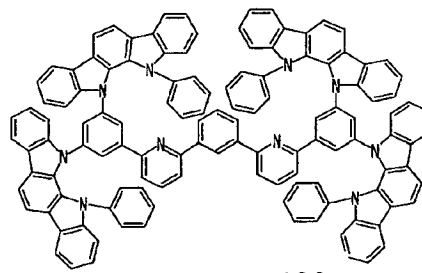
133



134

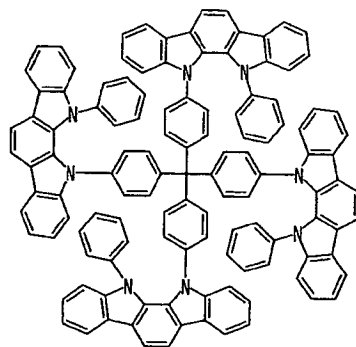


135



136

[0098]

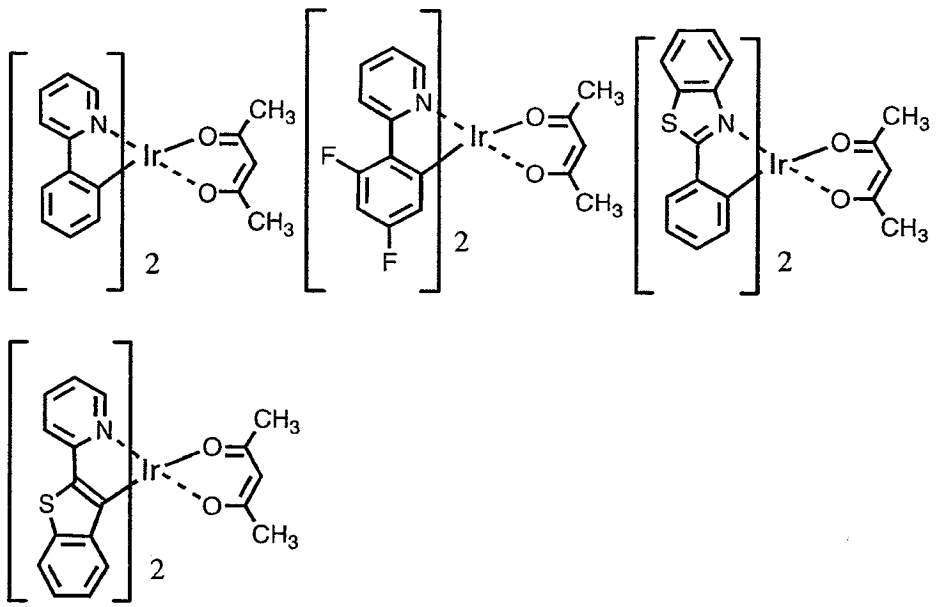
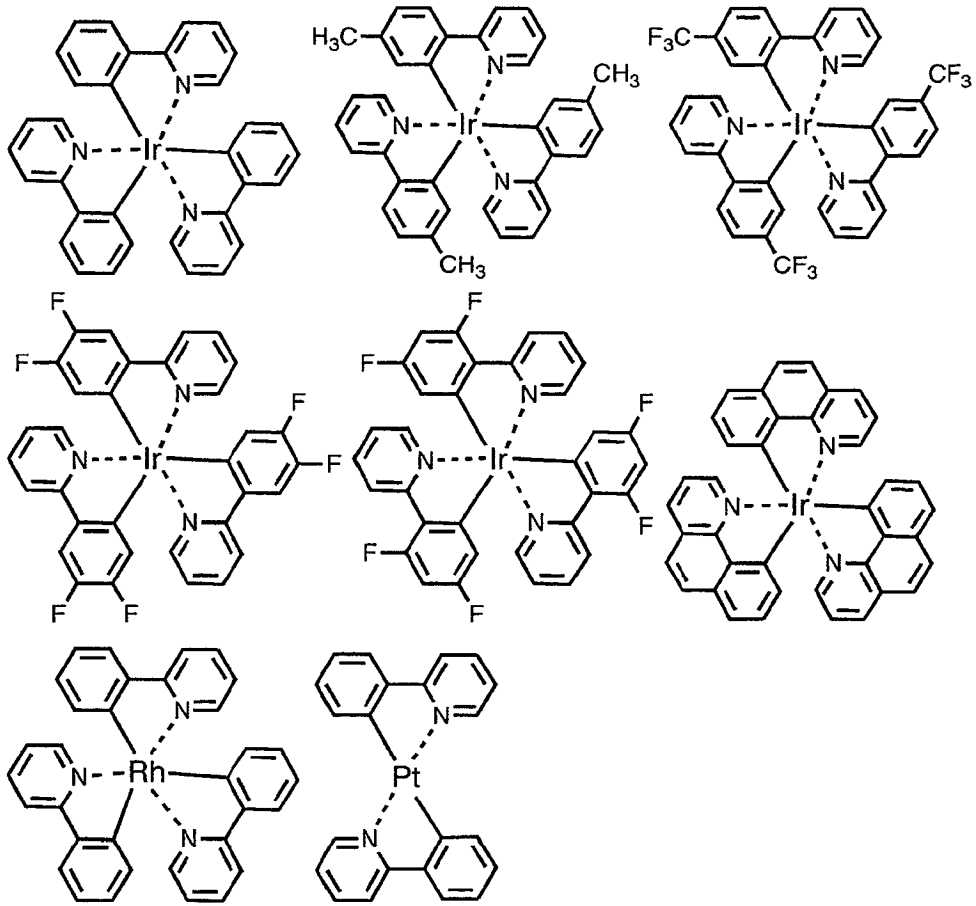


137

[0099] 本发明的有机 EL 元件,在发光层中含有磷光发光性掺杂剂和上述有机 EL 用化合物作为主体材料。作为发光层中的磷光发光掺杂剂材料,可以含有包含选自钪、铈、钇、银、镧、铕、铽、铂及金中的至少一种金属的有机金属配合物。该有机金属配合物在上述专利文献等中是公知的,可以对它们进行选择使用。

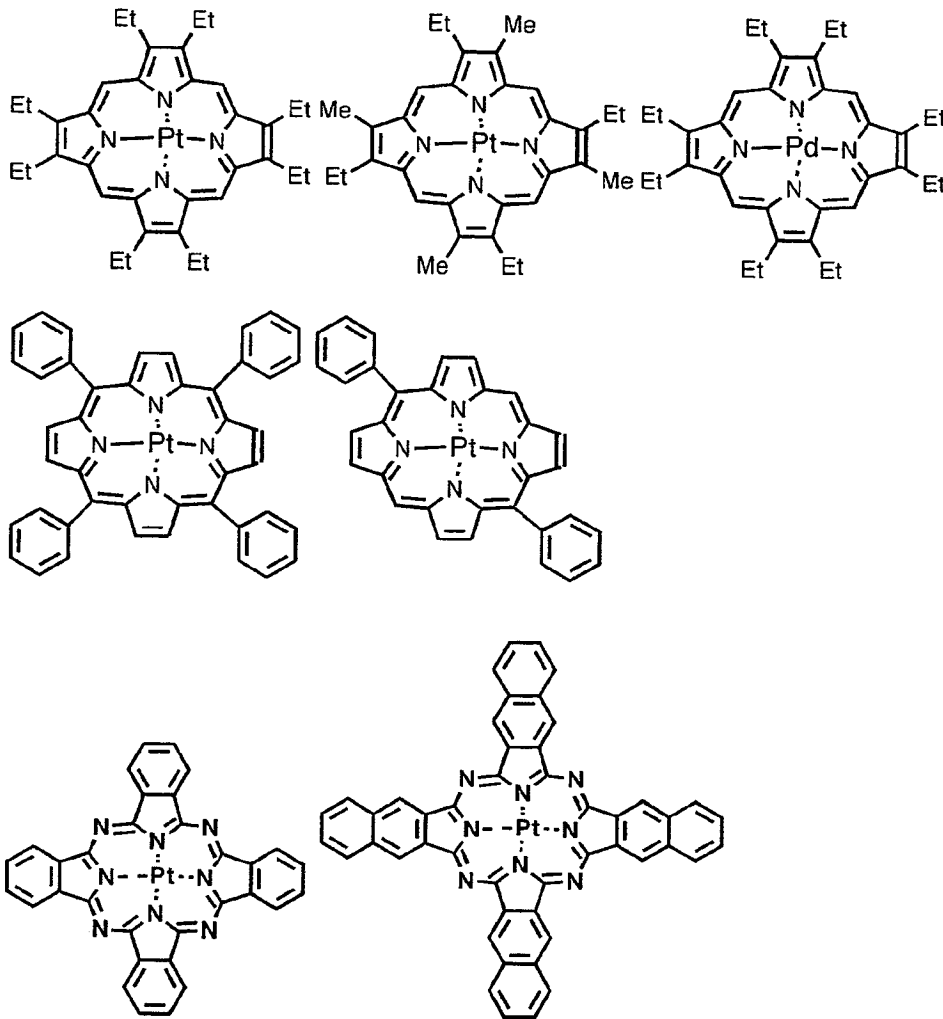
[0100] 作为优选的磷光发光掺杂剂,可例举具有 Ir 的等贵金属元素作为中心金属的 Ir(ppy)<sub>3</sub> 等的配合物类、Ir(bt)<sub>2</sub>·acac<sub>3</sub> 等的配合物类、PtOEt<sub>3</sub> 等的配合物类。这些配合物类的具体例如下所示,但不限于下述的化合物。

[0101]



[0102]





[0103] 上述磷光发光掺杂剂在发光层中所含有的量优选为 5 ~ 10 重量%的范围。

[0104] 本发明的有机 EL 元件是在层合于基板上的阳极和阴极之间具有至少一个的发光层的有机 EL 元件,该发光层含有磷光发光性掺杂剂和通式 (1) 表示的化合物。

#### 附图说明

[0105] 图 1 是表示有机 EL 元件的一个实例的示意图。

[0106] 符号的说明

[0107] 1 基板

[0108] 2 阳极

[0109] 3 空穴注入层

[0110] 4 空穴输送层

[0111] 5 发光层

[0112] 6 电子输送层

[0113] 7 阴极

#### 具体实施方式

[0114] 下面,对于本发明的有机 EL 元件的结构,一边参照附图一边进行说明,但是本发明的有机 EL 元件的结构不受这些图示的任何限制。

[0115] 图 1 是示意地表示在本发明中使用的通常的有机 EL 元件的结构例的剖示图, 1 表示基板、2 表示阳极、3 表示空穴注入层、4 表示空穴输送层、5 表示发光层、6 表示电子输送层、7 表示阴极。在本发明的有机 EL 元件中, 具有基板、阳极、发光层及阴极作为必须的层, 但除了必须的层以外, 可具有空穴注入层、电子注入层, 还可在发光层和电子注入层之间具有空穴阻挡层。需要说明的是, 空穴注入层是指空穴注入层和空穴输送层的任一层或这两层, 电子注入层是指电子注入层和电子输送层的任一层或这两层。

[0116] 需要说明的是, 也可以是和图 1 相反的结构, 即, 在基板 1 上依次层合阴极 7、电子输送层 6、发光层 5、空穴输送层 4、阳极 2, 如上所述, 还可以在至少一个基板的透明性高的 2 个基板间设置本发明的有机 EL 元件。此时, 也可以根据需要追加层或省略层。

[0117] 本发明的有机 EL 元件可以适用于单一元件、含有以阵列状配置成的结构的元件、阳极和阴极以 X-Y 矩阵状配置成的结构的任一种。根据本发明的有机 EL 元件, 通过使发光层含有具有特定的骨架的化合物和磷光发光掺杂剂, 可得到与目前使用来自单态的发光元件相比发光效率高、且驱动稳定性也得到大大改善的元件, 可以在全色或多彩面板的应用中发挥优异性能。

[0118] 实施例

[0119] 以下, 通过实施例更详细说明本发明, 但本发明并不限于这些实施例, 可以以各种形式进行实施。需要说明的是, 化合物编号为对上述化学式赋予的编号。

[0120] 实施例 1

[0121] (化合物 9 的合成)

[0122] 在进行脱气氮气置换了的 200ml 三口烧瓶中, 加入 1,2-环己二酮 5.0g(44.59mmol)、苯肼盐酸盐 12.9g(89.21mmol), 在其中加入乙醇 145ml, 进行搅拌。然后, 在同一烧瓶内用 5 分钟滴加浓硫酸 0.45g(4.59mmol)。然后加热至 65°C, 搅拌 4 小时。冷却至室温后, 滤取生成的紫褐色结晶后, 将滤取的结晶用乙醇 50ml 进行两次再淤浆化洗涤 (reslurried)。对其进行减压干燥, 得到紫褐色粉末 12.0g(43.59mmol、收率 97.7%)。

[0123] 接着, 在 300ml 三口烧瓶中, 加入上述紫褐色粉末 12.0g(43.59mmol), 在其中加入乙酸 140g、三氟乙酸 8.0g, 进行搅拌。然后加热至 100°C, 搅拌 15 小时。冷却至室温后, 滤取生成的黄色结晶后, 将滤取的结晶用乙酸 200ml 进行漂洗洗涤后, 用己烷 200ml 进行漂洗洗涤。对其进行减压干燥, 得到白色粉末 5.0g(19.51mmol、收率 44.4%)。

[0124] 在进行脱气氮气置换了的 200ml 三口烧瓶中, 加入上述得到的白色粉末 4.0g(15.61mmol)、4,4'-二碘联苯 3.2g(7.88mmol)、碘化铜 7.6g(39.91mmol)、碳酸钾 9.7g(70.18mmol), 在其中加入喹啉 150ml, 进行搅拌。然后加热至 190°C, 搅拌 24 小时。暂时冷却至室温后, 加入碘代苯 40.0g(196.07mmol)、碘化铜 7.6g(39.91mmol), 加热至 190°C, 搅拌 3 天。冷却至室温后, 加入水 200ml、二氯甲烷 200ml, 进行搅拌后, 滤取生成的黄色结晶。将滤液转移到 1000ml 分液漏斗, 分馏为有机层和水层。将有机层用 200ml 水洗涤三次后, 将得到的有机层用硫酸镁进行脱水, 暂时过滤分离硫酸镁后, 将溶剂减压蒸馏除去。然后, 用柱色谱法进行提纯, 得到白色固体 (化合物 9) 3.0g(3.69mmol、收率 46.8%)。

[0125] 化合物 9 的 EI-MS(M+1) 为 814、熔点为 398°C。

[0126] 实施例 2

[0127] (化合物 40 的合成)

[0128] 在进行脱气氮气置换了的 2000ml 三口烧瓶中,加入 1,2-环己二酮 33.3g(297.0mmol)、苯肼盐酸盐 86.0g(594.7mmol),在其中加入乙醇 1000ml,进行搅拌。然后,用 5 分钟在同一烧瓶内滴加浓硫酸 3.0g(30.6mmol)。然后加热至 65℃,搅拌 4 小时。冷却至室温后,滤取生成的紫褐色结晶后,将滤取的结晶用乙醇 500ml 进行两次再淤浆化洗涤。对其进行减压干燥,得到紫褐色粉末 80.0g(280.5mmol、收率 96.3%)。

[0129] 接着,在 1000ml 三口烧瓶中,加入上述紫褐色粉末 72.0g(261.5mmol),在其中加入乙酸 720g、三氟乙酸 72.0g,进行搅拌。然后加热至 100℃,搅拌 15 小时。冷却至室温后,滤取生成的黄色结晶后,将滤取的结晶用乙酸 200ml 进行漂洗洗涤后,用己烷 200ml 进行漂洗洗涤。对其进行减压干燥,得到白色粉末 30.0g(117.1mmol、收率 44.8%)。

[0130] 接着,在进行脱气氮气置换了的 1000ml 三口烧瓶中,加入上述得到的白色粉末 26.0g(101.4mmol)、碘代苯 122.7g(601.4mmol)、碘化铜 54.7g(287.2mmol)、碳酸钾 66.7g(482.6mmol),在其中加入喹啉 800ml,进行搅拌。然后加热至 190℃,搅拌 72 小时。暂时冷却至室温后,加入水 500ml、二氯甲烷 500ml,进行搅拌后,滤取生成的黄色结晶。将滤液转移到 2000ml 分液漏斗,分馏为有机层和水层。将有机层用 500ml 水洗涤三次后,将得到的有机层用硫酸镁进行脱水,暂时过滤分离硫酸镁后,将溶剂减压蒸馏除去。然后,用柱色谱法进行提纯,得到白色固体 13.7g(41.2mmol、收率 40.6%)。

[0131] 接着,在进行脱气氮气置换了的 500ml 三口烧瓶中,加入 55% 氢化钠 2.16g(49.5mmol)、脱水 N,N'-二甲基甲酰胺 70ml,在氮气流中进行搅拌。在上述得到的白色粉末 13.7g(41.2mmol) 中加入脱水 N,N'-二甲基甲酰胺 70ml,使其溶解,然后用 15 分钟滴加在同一烧瓶内。滴加结束后,继续搅拌 1 小时。然后,在氰尿酸氯 3.76g(20.4mmol) 中加入脱水 N,N'-二甲基甲酰胺 70ml,使其溶解,然后用 15 分钟滴加在同一烧瓶内。滴加结束后,继续搅拌 2 小时,然后,加入水 350g,滤取析出的结晶。将滤取的结晶用水 300g 进行两次再淤浆化,然后用甲醇 300g 进行再淤浆化。对其进行减压干燥后,用柱色谱法进行提纯,得到白色粉末 10.9g(14.0mmol、收率 70.0%)。

[0132] 接着,在 300ml 三口烧瓶中,加入上述得到的白色粉末 10.0g(12.9mmol)、苯基硼酸 2.0g(16.4mmol)、四(三苯基膦)钯(0) 1.5g(1.3mmol)、乙醇 50ml、甲苯 100ml,进行搅拌。然后,使碳酸钠 6.5g(47.0mmol) 溶解于水 50ml,加在同一烧瓶内,加热至 85℃,搅拌 5 小时。暂时冷却至室温后,加入水 100ml、甲苯 100ml,进行搅拌后,暂时过滤分离不溶物。将滤液转移到 1000ml 分液漏斗,分馏为有机层和水层。将有机层用 100ml 水洗涤三次后,将得到的有机层用硫酸镁进行脱水,暂时过滤分离硫酸镁后,将溶剂减压蒸馏除去。然后,用柱色谱法进行提纯,得到黄色固体 5.3g(6.5mmol、收率 50.2%)。

[0133] 化合物 40 的 EI-MS(M+1) 为 818、熔点未测出。

[0134] 实施例 3

[0135] (化合物 27 的合成)

[0136] 在进行脱气氮气置换了的 2000ml 三口烧瓶中,加入 1,2-环己二酮 33.3g(297.0mmol)、苯肼盐酸盐 86.0g(594.7mmol),在其中加入乙醇 1000ml,进行搅拌。然后,用 5 分钟在同一烧瓶内滴加浓硫酸 3.0g(30.6mmol)。然后加热至 65℃,搅拌 4 小时。冷却至室温后,滤取生成的紫褐色结晶后,将滤取的结晶用乙醇 500ml 进行两次再淤浆化洗涤。对其进行减压干燥,得到紫褐色粉末 80.0g(280.5mmol、收率 96.3%)。

[0137] 接着,在 1000ml 三口烧瓶中,加入上述紫褐色粉末 72.0g(261.5mmol),在其中加入乙酸 720g、三氟乙酸 72.0g,进行搅拌。然后加热至 100℃,搅拌 15 小时。冷却至室温后,滤取生成的黄色结晶后,将滤取的结晶用乙酸 200ml 进行漂洗洗涤后,用己烷 200ml 进行漂洗洗涤。对其进行减压干燥,得到白色粉末 30.0g(117.1mmol、收率 44.8%)。

[0138] 接着,在进行脱气氮气置换了的 1000ml 三口烧瓶中,加入上述得到的白色粉末 26.0g(101.4mmol)、碘代苯 122.7g(601.4mmol)、碘化铜 54.7g(287.2mmol)、碳酸钾 66.7g(482.6mmol),在其中加入喹啉 800ml,进行搅拌。然后加热至 190℃,搅拌 72 小时。暂时冷却至室温后,加入水 500ml、二氯甲烷 500ml,进行搅拌后,滤取生成的黄色结晶。将滤液转移到 2000ml 分液漏斗,分馏为有机层和水层。将有机层用 500ml 水洗涤三次后,将得到的有机层用硫酸镁进行脱水,暂时过滤分离硫酸镁后,将溶剂减压蒸馏除去。然后,用柱色谱法进行提纯,得到白色固体 13.7g(41.2mmol、收率 40.6%)。

[0139] 接着,在进行脱气氮气置换了的 2000ml 三口烧瓶中,加入上述得到的白色粉末 13.7g(41.2mmol)、6,6'-二溴-2,2'-联吡啶 6.4g(20.4mmol)、碘化铜 1.14g(5.98mmol)、磷酸三钾 25.22g(118.8mmol),其中加入 1,4-二噁烷 200ml,进行搅拌。一边继续搅拌一边加入 trans-1,2-环己二胺 10ml。然后,加热至 115℃,搅拌 15 小时。暂时冷却至室温后,滤取不溶物。将滤液减压蒸馏除去后,加入甲醇,滤取析出的白色固体。然后,用柱色谱法进行提纯,得到白色固体 5.0g(6.14mmol、收率 30.0%)。

[0140] 化合物 27 的 EI-MS(M+1) 为 816、熔点为 362℃。

[0141] 实施例 4

[0142] 在玻璃基板上利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$ Pa 下,从蒸镀源蒸镀化合物 9,以  $1.0 \text{ \AA} / \text{秒}$  形成 50nm 厚的薄膜。用荧光测定装置评价作成的薄膜。

[0143] 接着,在玻璃基板上利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$ Pa 下,从不同的蒸镀源蒸镀化合物 9 和 Ir(ppy)<sub>3</sub>,以  $1.0 \text{ \AA} / \text{秒}$  形成 50nm 厚的 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的浓度为 7.0% 的薄膜。

[0144] 用荧光测定装置评价作成的薄膜。激发波长使用化合物 9 的极大吸收波长,观察此时发出的光,与单独化合物 9 的薄膜的情况下发出的光进行比较。结果示于表 1。

[0145] 实施例 5

[0146] 在玻璃基板上利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$ Pa 下,从蒸镀源蒸镀化合物 40,以  $1.0 \text{ \AA} / \text{秒}$  形成 50nm 厚的薄膜。用荧光测定装置评价作成的薄膜。

[0147] 接着,在玻璃基板上利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$ Pa 下,从不同的蒸镀源蒸镀化合物 40 和 Ir(ppy)<sub>3</sub>,以  $1.0 \text{ \AA} / \text{秒}$  形成 50nm 厚的 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的浓度为 7.0% 的薄膜。

[0148] 用荧光测定装置评价作成的薄膜。激发波长使用化合物 40 的极大吸收波长,观察此时发出的光,并与单独化合物 40 的薄膜的情况下发出的光进行比较。结果示于表 1。

[0149] 实施例 6

[0150] 在玻璃基板上利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$ Pa 下,从蒸镀源蒸镀化合物 27,以  $1.0 \text{ \AA} / \text{秒}$  形成 50nm 厚的薄膜。用荧光测定装置评价作成的薄膜。

[0151] 接着,在玻璃基板上利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$ Pa 下,从不同的蒸镀源蒸镀化合物 27 和 Ir(ppy)<sub>3</sub>,以  $1.0 \text{ \AA} / \text{秒}$  形成 50nm 厚的 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的浓度为 7.0% 的薄膜。

[0152] 用荧光测定装置评价作成的薄膜。激发波长使用化合物 27 的最大吸收波长,观察此时发出的光,并与单独化合物 27 的薄膜的情况下发出的光进行比较。结果示于表 1。

[0153] 比较例 1

[0154] 除将薄膜主要成分变更为 Alq3 作成薄膜以外,和实施例 4 同样进行。结果示于表 1。由表 1 可知,在发光层的主要材料使用化合物 9、40 及 27 时, Ir(ppy)<sub>3</sub> 发生能量转换,可观察到来自 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的发光,但使用 Alq3 时, Ir(ppy)<sub>3</sub> 没有发生能量转换, Alq3 自身发出荧光。

[0155] [表 1]

	来自主体材料的发光	来自掺杂剂的发光
[0156] 实施例 4	×	○
实施例 5	×	○
[0157] 实施例 6	×	○
比较例 1	○	×

[0158] 实施例 7

[0159] 在图 1 中,作成省略了空穴注入层、追加了电子注入层的构成的有机 EL 元件。在形成有膜厚 150nm 的由 ITO 形成的阳极的玻璃基板上,利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$  Pa 下使各薄膜层合。首先,在 ITO 上形成 60nm 厚的 NPB 作为空穴输送层。

[0160] 接着,在空穴输送层上,作为发光层,从不同的蒸镀源共蒸镀化合物 9 和 Ir(ppy)<sub>3</sub>,形成 25nm 厚。此时, Ir(ppy)<sub>3</sub> 的浓度为 7.0%。接着,形成 50nm 厚的 Alq3 作为电子输送层。进而,在电子输送层上,形成 0.5nm 厚的氟化锂 (LiF) 作为电子注入层。最后,在电子注入层上,形成 170nm 厚的铝 (Al) 作为电极,作成有机 EL 元件。

[0161] 实施例 8

[0162] 在图 1 中,作成省略了空穴注入层、追加了电子注入层的构成的有机 EL 元件。在形成有膜厚 150nm 的由 ITO 形成的阳极的玻璃基板上,利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$  Pa 下使各薄膜层合。首先,在 ITO 上形成 60nm 厚的 NPB 作为空穴输送层。

[0163] 接着,在空穴输送层上,作为发光层从不同的蒸镀源共蒸镀化合物 40 和 Ir(ppy)<sub>3</sub>,形成 25nm 厚。此时, Ir(ppy)<sub>3</sub> 的浓度为 7.0%。接着,形成 50nm 厚的 Alq3 作为电子输送层。进而,在电子输送层上,形成 0.5nm 厚的氟化锂 (LiF) 作为电子注入层。最后,在电子注入层上,形成 170nm 厚的铝 (Al) 作为电极,作成有机 EL 元件。

[0164] 实施例 9

[0165] 在图 1 中,作成省略了空穴注入层、追加了电子注入层的构成的有机 EL 元件。在形成有膜厚 150nm 的由 ITO 形成的阳极的玻璃基板上,利用真空蒸镀法,在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$  Pa 下使各薄膜层合。首先,在 ITO 上形成 60nm 厚的 NPB 作为空穴输送层。

[0166] 接着,在空穴输送层上,作为发光层,从不同的蒸镀源共蒸镀化合物 27 和 Ir(ppy)<sub>3</sub>,形成 25nm 厚。此时, Ir(ppy)<sub>3</sub> 的浓度为 7.0%。接着,形成 50nm 厚的 Alq3 作为电子输送层。进而,在电子输送层上,形成 0.5nm 厚的氟化锂 (LiF) 作为电子注入层。最后,

在电子注入层上,形成 170nm 厚的铝 (Al) 作为电极,作成有机 EL 元件。

[0167] 在得到的有机 EL 元件上连接外部电源,施加直流电压,可以确认具有表 2 所示的发光特性。在表 2 中,亮度、电压及发光效率表示在 10mA/cm<sup>2</sup> 下的值。予以说明的是,已知元件发光光谱的极大波长为 517nm,可得到来自 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的发光。

[0168] 比较例 2

[0169] 除使用 HMTPD 作为空穴输送层、使用 TAZ 作为发光层的主成分以外,和实施例 7 同样进行地作成有机 EL 元件。

[0170] 比较例 3

[0171] 除使用 TAZ 作为发光层的主成分以外,和实施例 7 同样地作成有机 EL 元件。

[0172] [表 2]

	亮度 (cd/m <sup>2</sup> )	电压 (V)	视觉发光效率 (lm/W)
实施例 7	2410	8.0	9.5
[0173] 实施例 8	2300	6.0	12.0
实施例 9	2250	6.0	11.8
比较例 2	2050	13.2	4.9
比较例 3	1270	9.5	4.2

[0174] 实施例 10

[0175] (化合物 103 的合成)

[0176] 在进行脱气氮气置换了的 200ml 三口烧瓶中,加入 1,2-环己二酮 33.3g(0.297mol)、苯肼盐酸盐 86.0g(0.595mol),在其中加入乙醇 1000ml,进行搅拌。然后,用 5 分钟在同一烧瓶内滴加浓硫酸 3.0g(0.03mol)。然后加热至 65℃,搅拌 4 小时。冷却至室温后,滤取生成的紫褐色结晶后,将滤取的结晶用乙醇 500ml 进行两次再淤浆化洗涤。对其进行减压干燥,得到紫褐色粉末 80.0g(0.286mol、收率 96.3%)。

[0177] 接着,在上述紫褐色粉末 72.0g(0.258mol) 中加入乙酸 720g、三氟乙酸 72.0g,进行搅拌。然后加热至 100℃,搅拌 15 小时。冷却至室温后,滤取生成的黄色结晶后,将滤取的结晶用乙酸 200ml 进行漂洗洗涤后,用己烷 200ml 进行漂洗洗涤。对其进行减压干燥,得到白色粉末 30.0g(0.117mol、收率 45.3%)。

[0178] 接着,在进行脱气氮气置换了的 1000ml 三口烧瓶中,加入上述得到的白色粉末 26.0g(0.101mol)、碘代苯 122.7g(0.601mol)、碘化铜 54.7g(0.287mol)、碳酸钾 66.7g(0.482mol),在其中加入喹啉 800ml,进行搅拌。然后加热至 190℃,搅拌 72 小时。暂时冷却至室温后,加入水 500ml、二氯甲烷 500ml,进行搅拌后,滤取生成的黄色结晶。将滤液转移到 2000ml 分液漏斗,分馏为有机层和水层。将有机层用 500ml 水洗涤三次后,将得到的有机层用硫酸镁进行脱水,暂时过滤分离硫酸镁后,将溶剂减压蒸馏除去。然后,用柱色谱法进行提纯,得到白色固体 13.7g(0.04mol、收率 40.8%)。

[0179] 接着,在进行脱气氮气置换了的 500ml 三口烧瓶中,加入 55% 氢氧化钠

2.16g (49.5mmol)、脱水 N, N' - 二甲基甲酰胺 70ml, 在氮气流中进行搅拌。在上述得到的白色粉末 13.7g (40mmol) 中加入脱水 N, N' - 二甲基甲酰胺 70ml, 使其溶解, 然后用 15 分钟滴加在同一烧瓶内。滴加结束后, 继续搅拌 1 小时。然后, 在氰尿酸氯 2.46g (13mmol) 中加入脱水 N, N' - 二甲基甲酰胺 70ml, 使其溶解, 然后用 15 分钟滴加在同一烧瓶内。滴加结束后, 在内温为 80°C 下继续搅拌 24 小时后, 冷却至室温。冷却后, 在同一烧瓶内加入水 350g, 滤取析出的结晶。将滤取的结晶用水 300g 进行两次再淤浆化, 然后用甲醇 300g 进行再淤浆化。对其进行减压干燥后, 用柱色谱法进行提纯, 得到淡黄色粉末 2.1g (2.0mmol、收率 15.5%)。

[0180] 化合物 103 的 EI-MS(M+1) 为 1072、熔点为 492°C。

[0181] 实施例 11

[0182] 在玻璃基板上利用真空蒸镀法, 在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$  Pa 下, 从蒸镀源蒸镀化合物 103, 以  $1.0 \text{ \AA} / \text{秒}$  形成 50nm 厚的薄膜。用荧光测定装置评价作成的薄膜。接着, 在玻璃基板上利用真空蒸镀法, 在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$  Pa 下, 从不同的蒸镀源蒸镀化合物 3 和 Ir(ppy)<sub>3</sub>, 以  $1.0 \text{ \AA} / \text{秒}$  形成 50nm 厚的 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的浓度为 7.0% 的薄膜。

[0183] 用荧光测定装置评价作成的薄膜。激发波长使用化合物 103 的极大吸收波长, 观察此时发出的光, 并与单独化合物 103 的薄膜的情况下发出的光进行比较。结果示于表 3。

[0184] 比较例 4

[0185] 除将薄膜主成分变更为 Alq<sub>3</sub> 作成薄膜以外, 和实施例 11 同样进行。结果示于表 3。

[0186] [表 3]

	来自主体的发光	来自掺杂剂的发光
[0187] 实施例 11	×	○
比较例 4	○	×

[0188] 实施例 12

[0189] 在图 1 中, 作成省略了空穴注入层、追加了电子注入层的构成的有机 EL 元件。在形成有膜厚 150nm 的由 ITO 形成的阳极的玻璃基板上, 利用真空蒸镀法, 在真空度  $4.0 \times 10^{-4}$  Pa 下使各薄膜层合。首先, 在 ITO 上形成 60nm 厚的 NPB 作为空穴输送层。

[0190] 接着, 在空穴输送层上, 作为发光层从不同的蒸镀源共蒸镀化合物 103 和 Ir(ppy)<sub>3</sub>, 形成 25nm 厚。此时, Ir(ppy)<sub>3</sub> 的浓度为 7.0%。接着, 形成 50nm 厚的 Alq<sub>3</sub> 作为电子输送层。进而, 在电子输送层上, 形成 0.5nm 厚的氟化锂 (LiF) 作为电子注入层。最后, 在电子注入层上, 形成 170nm 厚的铝 (Al) 作为电极, 作成有机 EL 元件。

[0191] 在得到的有机 EL 元件上连接外部电源、施加直流电压, 结果可以确认具有表 4 所示的发光特性。在表 4 中, 亮度、电压及发光效率表示在  $10 \text{ mA/cm}^2$  下的值。予以说明的是, 已知元件发光光谱的极大波长为 517nm, 可得到来自 Ir(ppy)<sub>3</sub> 的发光。

[0192] 比较例 5

[0193] 除使用 HMTPD 作为空穴输送层、使用 TAZ 作为发光层的主成分以外, 和实施例 12

同样地作成有机 EL 元件。

[0194] 比较例 6

[0195] 除使用 TAZ 作为发光层的主成分以外,和实施例 12 同样地作成有机 EL 元件。

[0196] [表 4]

	亮度 (cd/m <sup>2</sup> )	电压 (V)	视觉发光效率 (lm/W)
[0197] 实施例 12	2100	6.7	9.8
比较例 4	2050	13.2	4.9
比较例 5	1270	9.5	4.2

[0198] 产业上的可利用性

[0199] 本发明的有机 EL 元件可以在低电压下以高亮度・高效率进行发光。因此可以认为,本发明的有机 EL 元件应用于平板显示器(例如 OA 计算机用或壁挂式电视)、车载显示元件、利用了作为手提电话显示或面发光体的特征的光源(例如复印机的光源、液晶显示器、仪表类的背光光源)、显示板、指示灯,其技术价值大。



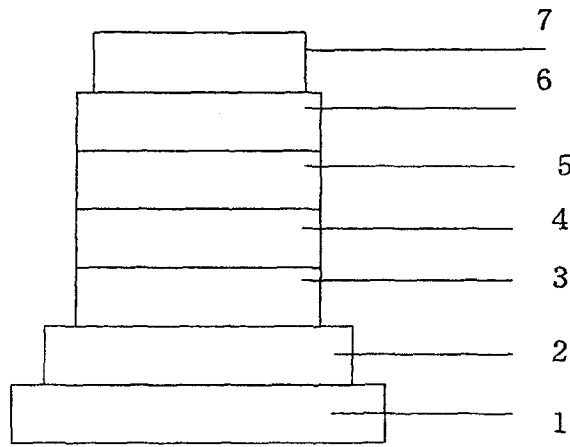


图 1