

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6683337号
(P6683337)

(45) 発行日 令和2年4月15日(2020.4.15)

(24) 登録日 令和2年3月30日(2020.3.30)

(51) Int.Cl.	F 1
HO 1 L 51/50 (2006.01)	HO 5 B 33/22 D
HO 5 B 33/10 (2006.01)	HO 5 B 33/14 A
CO 9 D 7/63 (2018.01)	HO 5 B 33/10
	CO 9 D 7/63

請求項の数 10 (全 43 頁)

(21) 出願番号	特願2019-510971 (P2019-510971)	(73) 特許権者	500239823 エルジー・ケム・リミテッド
(86) (22) 出願日	平成30年6月1日(2018.6.1)		大韓民国 07336 ソウル, ヨンドウ ンポグ, ヨイデロ 128
(65) 公表番号	特表2019-532495 (P2019-532495A)	(74) 代理人	110000877 龍華国際特許業務法人
(43) 公表日	令和1年11月7日(2019.11.7)	(72) 発明者	ファン、ミンホ 大韓民国・ソウル・ヨンドウ ンポグ・ヨイデロ・128 エル ジー・ケム・リミテッド内
(86) 国際出願番号	PCT/KR2018/006286	(72) 発明者	カン、エスダ 大韓民国・ソウル・ヨンドウ ンポグ・ヨイデロ・128 エル ジー・ケム・リミテッド内
(87) 国際公開番号	W02019/009521		
(87) 国際公開日	平成31年1月10日(2019.1.10)		
審査請求日	平成31年3月4日(2019.3.4)		
(31) 優先権主張番号	10-2017-0086663		
(32) 優先日	平成29年7月7日(2017.7.7)		
(33) 優先権主張国・地域又は機関	韓国 (KR)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 化合物を含むコーティング組成物およびこれを含む有機発光素子

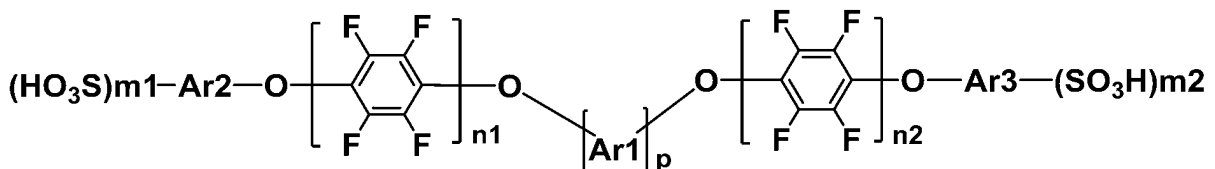
(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記化学式1で表される化合物および下記化学式2で表される化合物を含むコーティング組成物:

[化学式1]

【化1】



10

前記化学式1において、

Ar1は、置換もしくは非置換のアルキレン基；置換もしくは非置換の2価のカルボニル基；置換もしくは非置換の2価のアミン基；または置換もしくは非置換のアリーレン基であり、

Ar2およびAr3は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、置換もしくは非置換のアリーレン基であり、

m1、m2、n1およびn2は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、1~10の整数であり、

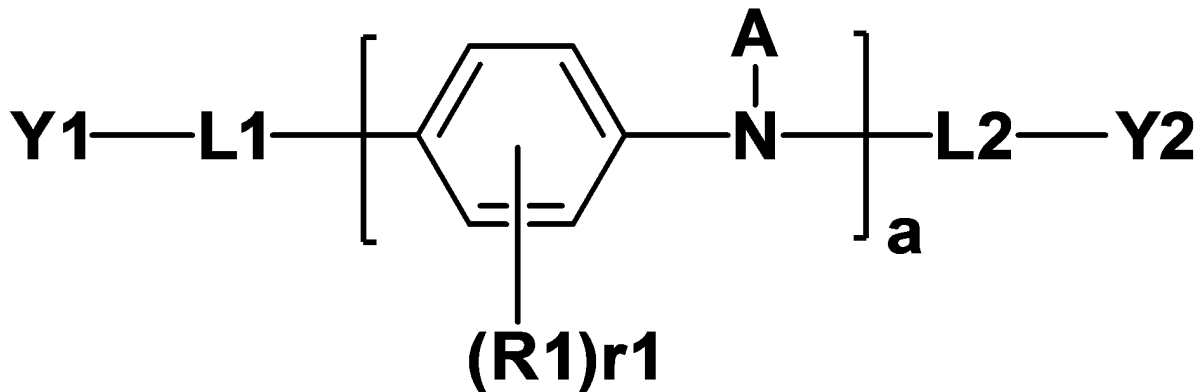
前記n1およびn2がそれぞれ2以上の時、括弧内の構造は、互いに同一または異なり

20

p は、2 ~ 10 の整数であり、2 以上の Ar 1 は、互いに同一または異なり、

[化学式 2]

【化 2】



10

前記化学式 2 において、

L 1 および L 2 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、直接結合；置換もしくは非置換のアリーレン基；または置換もしくは非置換のヘテロアリーレン基であり、

A、R 1、Y 1 および Y 2 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、水素；重水素；置換もしくは非置換のアルキル基；置換もしくは非置換のシクロアルキル基；置換もしくは非置換のアミン基；置換もしくは非置換のアリール基；または置換もしくは非置換のヘテロ環基であり、

20

a は、1 ~ 10 の整数であり、

a が 2 以上の時、括弧内の構造は、互いに同一または異なり、

r 1 は、1 ~ 4 の整数であり、

r 1 が 2 以上の時、複数の R 1 は、互いに同一または異なる。

【請求項 2】

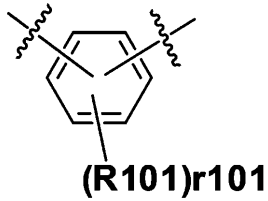
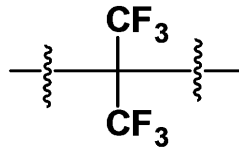
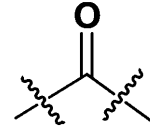
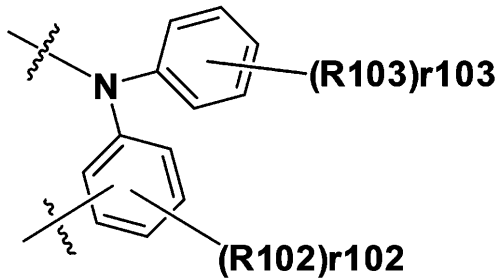
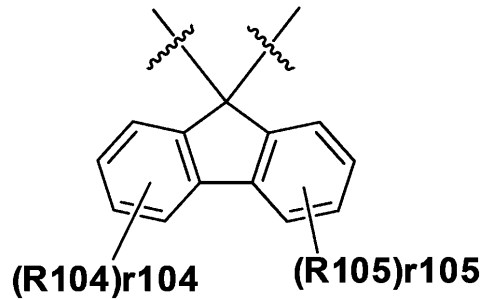
$(m_1 + m_2) / (n_1 + n_2) \geq 1$ である、請求項 1 に記載のコーティング組成物。

【請求項 3】

前記 Ar 1 は、下記 A - 1 ~ A - 5 の中から選択されるものである、請求項 1 または 2 に記載のコーティング組成物：

30

【化3】

**A-1****A-2****A-3****A-4****A-5**

10

20

前記 A - 1 ~ A - 5 において、

R 1 0 1 ~ R 1 0 5 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、水素；重水素；ハロゲン基；ニトリル基；置換もしくは非置換のアルキル基；置換もしくは非置換のシクロアルキル基；置換もしくは非置換のアミン基；置換もしくは非置換のアリール基；または置換もしくは非置換のヘテロ環基であり、

r 1 0 1、r 1 0 2、r 1 0 4 および r 1 0 5 は、それぞれ 1 ~ 4 の整数であり、

r 1 0 3 は、1 ~ 5 の整数であり、

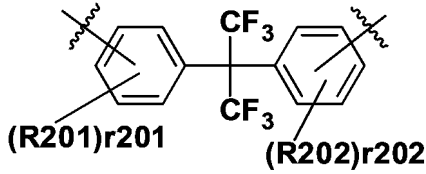
r 1 0 1 ~ r 1 0 5 がそれぞれ 2 以上の時、2 以上の R 1 0 1 ~ R 1 0 5 は、互いに同一または異なる。

30

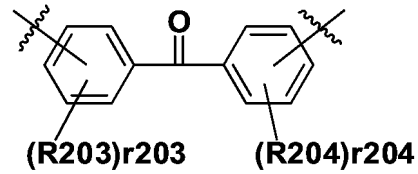
【請求項4】

前記 - [A r 1] p - は、下記 A - 1 1 ~ A - 1 5 の中から選択されるものである、請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載のコーティング組成物：

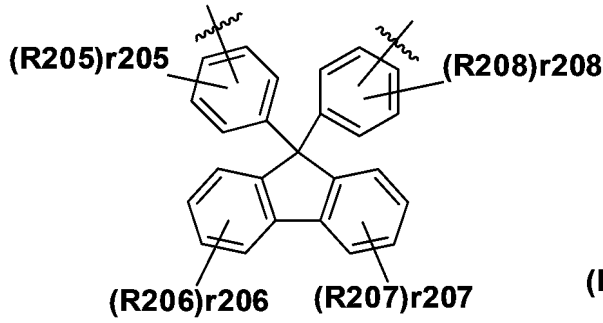
【化4】



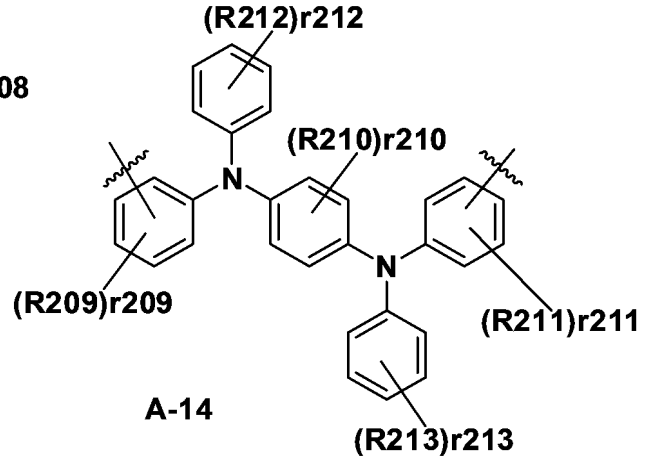
A-11



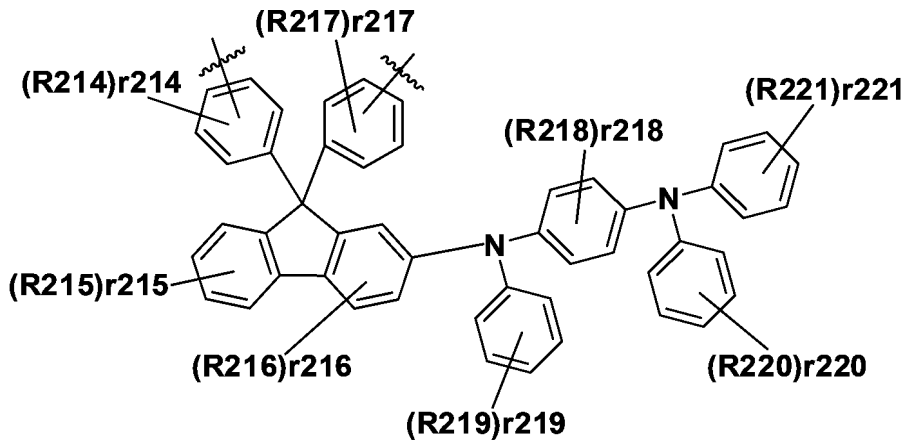
A-12



A-13



A-14



A-15

前記 A - 11 ~ A - 15 において、

R 2 0 1 ~ R 2 2 1 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、水素；重水素；ハロゲン基；ニトリル基；置換もしくは非置換のアルキル基；置換もしくは非置換のシクロアルキル基；置換もしくは非置換のアミン基；置換もしくは非置換のアリール基；または置換もしくは非置換のヘテロ環基であり、

r 2 0 1 ~ r 2 1 1、r 2 1 4、r 2 1 5、r 2 1 7 および r 2 1 8 は、それぞれ 1 ~ 4 の整数であり、

r 2 1 2、r 2 1 3 および r 2 1 9 ~ r 2 2 1 は、それぞれ 1 ~ 5 の整数であり、

r 2 1 6 は、1 ~ 3 の整数であり、

r 2 0 1 ~ r 2 2 1 がそれぞれ 2 以上の時、2 以上の R 2 0 1 ~ R 2 2 1 は、互いに同一または異なる。

【請求項5】

前記化学式 1 で表される化合物は、下記化学式 1 - 1 ~ 化学式 1 - 5 の中から選択されるものである、請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載のコーティング組成物：

[化学式 1 - 1]

10

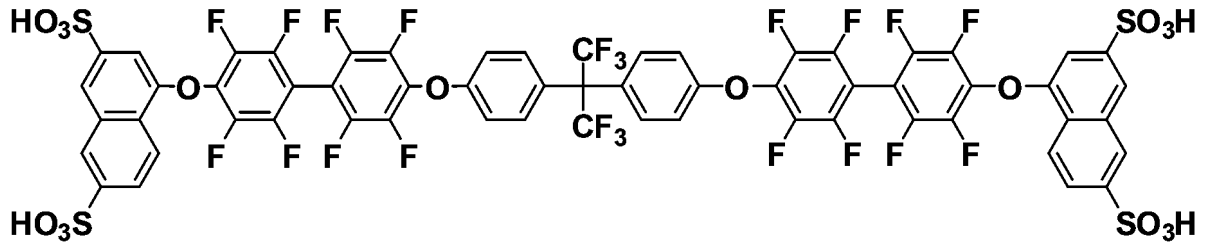
20

30

40

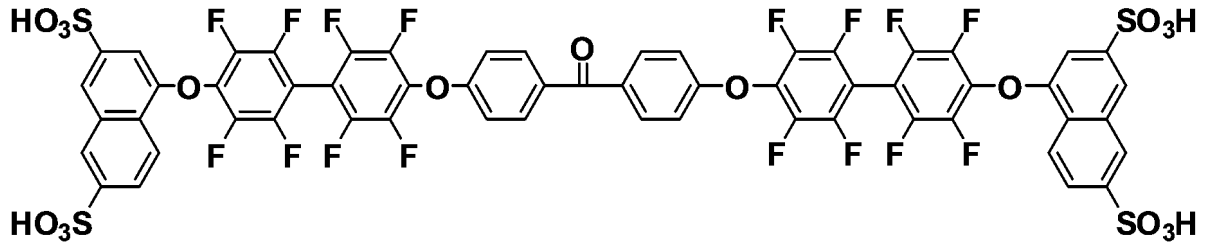
50

【化5】



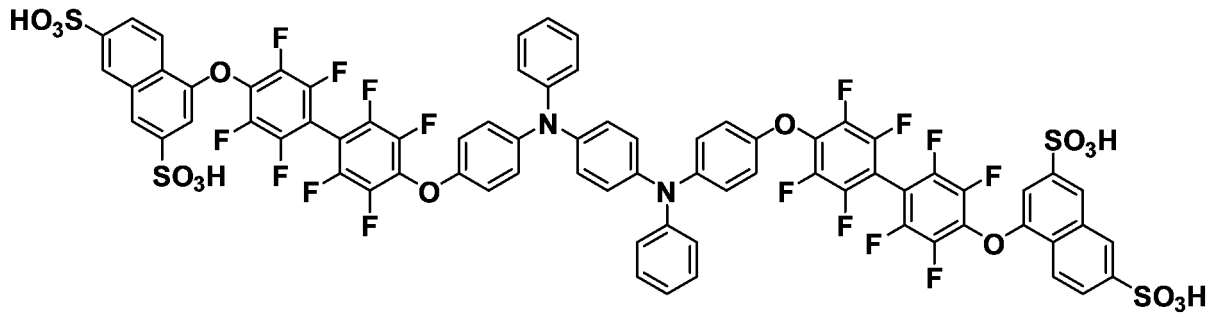
[化学式 1 - 2]

【化6】



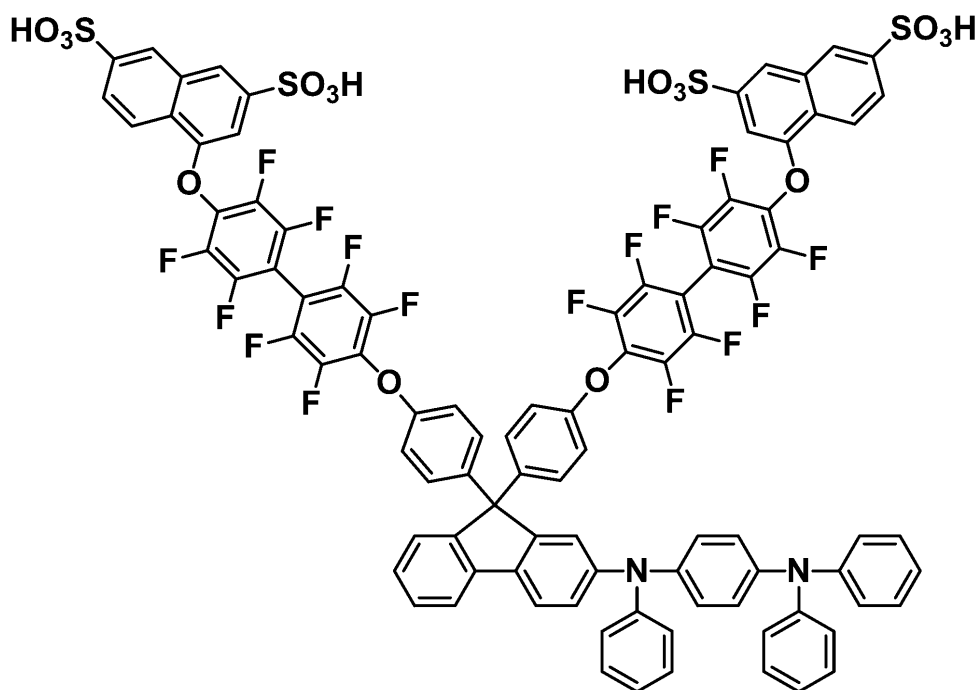
[化学式 1 - 3]

【化7】



[化学式 1 - 4]

【化8】



[化学式 1 - 5]

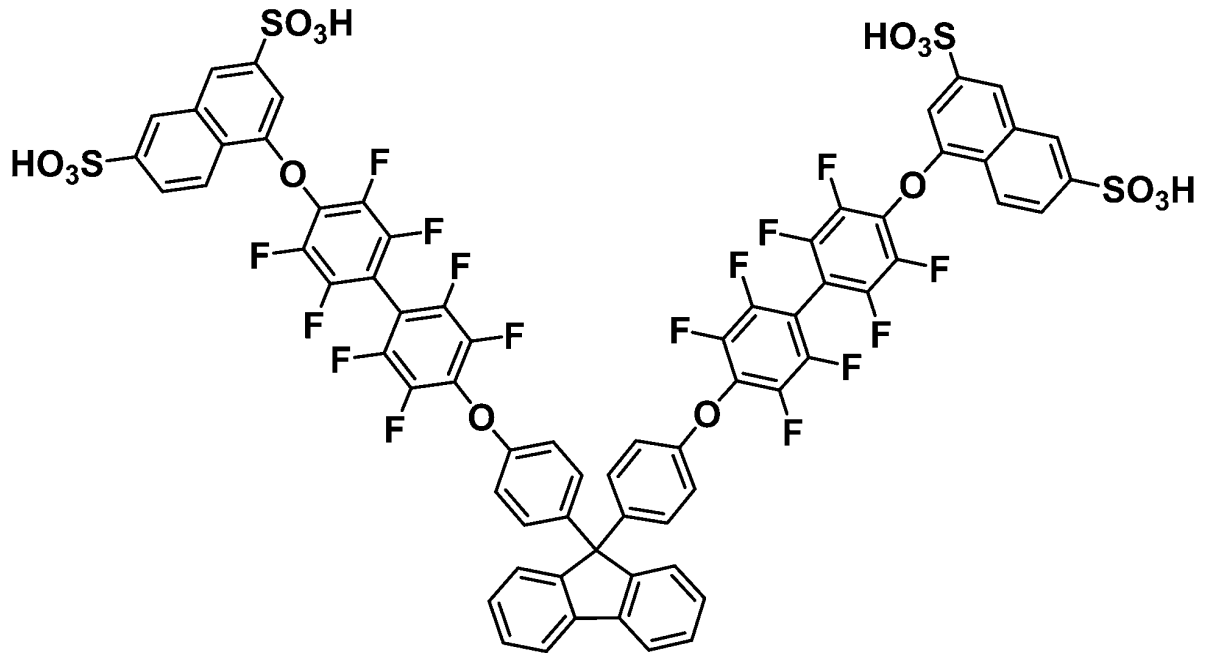
10

20

30

40

【化 9】



10

【請求項 6】

前記化学式 2 で表される化合物は、下記化学式 2 - 1 または化学式 2 - 2 である、請求

20

項 1 から 5 のいずれか一項に記載のコーティング組成物：

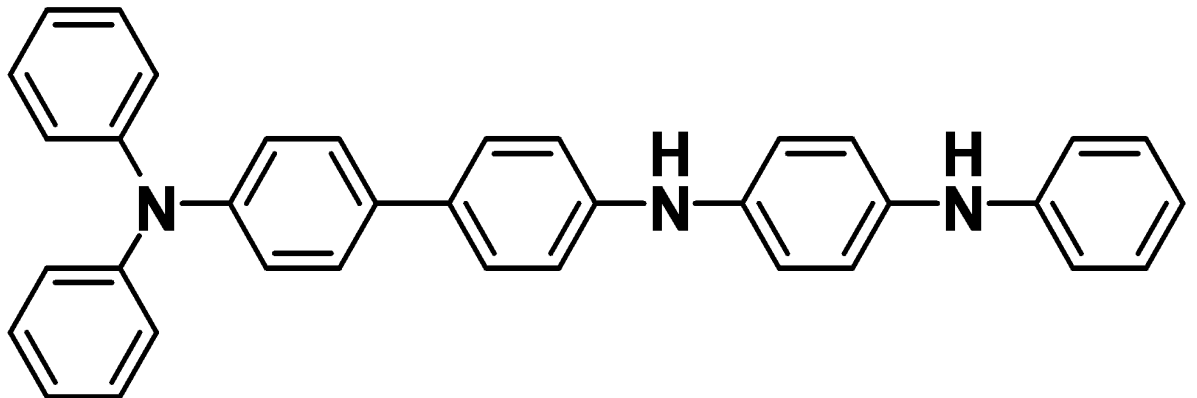
【化学式 2 - 1】

【化 1 0】



【化学式 2 - 2】

【化 1 1】



30

40

【請求項 7】

第 1 電極と、

前記第 1 電極に対向して備えられた第 2 電極と、

前記第 1 電極と前記第 2 電極との間に備えられた 1 層以上の有機物層とを含み、

前記有機物層のうちの 1 層以上は、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載のコーティング組成物を含むものである有機発光素子。

【請求項 8】

前記有機物層は、正孔輸送層、正孔注入層、または正孔輸送および正孔注入を同時に行う層を含み、前記正孔輸送層、正孔注入層、または正孔輸送および正孔注入を同時に行う層は、前記コーティング組成物を含むものである、請求項 7 に記載の有機発光素子。

50

【請求項 9】

基板を準備するステップと、
 前記基板上に第 1 電極を形成するステップと、
 前記第 1 電極上に 1 層以上の有機物層を形成するステップと、
 前記有機物層上に第 2 電極を形成するステップとを含み、
 前記有機物層を形成するステップは、前記請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載のコーティング組成物を用いて 1 層以上の有機物層を形成するステップを含むものである有機発光素子の製造方法。

【請求項 10】

前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層は、スピンコーティングまたはインクジェットングを利用して形成されるものである、請求項 9 に記載の有機発光素子の製造方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本出願は、2017年7月7日付で韓国特許庁に出願された韓国特許出願第10-2017-0086663号の出願日の利益を主張し、その内容のすべては本明細書に組み込まれる。

【0002】

本明細書は、化合物を含むコーティング組成物およびこれを含む有機発光素子に関する。

20

【背景技術】

【0003】

有機発光現象は、特定の有機分子の内部プロセスによって電流が可視光に変換される例の一つである。有機発光現象の原理は次の通りである。アノードとカソードとの間に有機物層を位置させた時、2つの電極の間に電流をかけると、カソードとアノードからそれぞれ電子と正孔が有機物層に注入される。有機物層に注入された電子と正孔は再結合してエキシトン (exciton) を形成し、このエキシトンが再び基底状態に落ちながら光を発する。この原理を利用する有機電界発光素子は、一般的に、カソードおよびアノードと、その間に位置した有機物層、例えば、正孔注入層、正孔輸送層、発光層、電子輸送層、電子注入層を含む有機物層とから構成される。

30

【0004】

有機発光素子で使用される物質としては、純粋な有機物質または有機物質と金属とが錯体をなす錯化合物が大部分を占めており、用途に応じて、正孔注入物質、正孔輸送物質、発光物質、電子輸送物質、電子注入物質などに区分される。ここで、正孔注入物質や正孔輸送物質としては、p-タイプの性質を有する有機物質、すなわち、酸化しやすく、酸化時に電気化学的に安定した状態を有する有機物が主に使用されている。一方、電子注入物質や電子輸送物質としては、n-タイプの性質を有する有機物質、すなわち、還元されやすく、還元時に電気化学的に安定した状態を有する有機物が主に使用されている。発光層物質としては、p-タイプの性質とn-タイプの性質を同時に有する物質、すなわち、酸化および還元状態ですべて安定した形態を有する物質が好ましく、エキシトンが形成された時、これを光に変換する発光効率が高い物質が好ましい。

40

【0005】

上述のほか、有機発光素子で使用される物質は、次の性質を追加的に有することが好ましい。

【0006】

第一、有機発光素子で使用される物質は、熱的安定性に優れているものが好ましい。有機発光素子内では、電荷の移動によるジュール熱 (joule heating) が発生するからである。現在、正孔輸送層物質として主に使用されるNPB (n-propyl bromide) は、ガラス転移温度が100以下の値を有するので、高い電流を必

50

要とする有機発光素子には使用しにくい問題がある。

【0007】

第二、低電圧駆動可能な高効率の有機発光素子を得るためには、有機発光素子内に注入された正孔または電子が円滑に発光層に伝達されると同時に、注入された正孔と電子が発光層の外に抜け出ないようにしなければならない。このために、有機発光素子に使用される物質は、適切なバンドギャップ (band gap) と HOMO または LUMO エネルギー準位を有しなければならない。現在、溶液塗布法によって製造される有機発光素子で正孔輸送物質として使用される PEDOT:PSS (Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) doped with poly(styrenesulfonic acid)) の場合、発光層物質として使用される有機物の LUMO エネルギー準位に比べて LUMO エネルギー準位が低いため、高効率、長寿命の有機発光素子の製造に困難がある。

10

【0008】

その他にも、有機発光素子に使用される物質は、化学的安定性、電荷移動度、電極や隣接した層との界面特性などに優れていなければならない。すなわち、有機発光素子に使用される物質は、水分や酸素による物質の変形が少なくなければならぬ。また、適切な正孔または電子移動度を有することにより、有機発光素子の発光層で正孔と電子の密度がバランスを取るようにしてエキシトンの形成を極大化できなければならない。そして、素子の安定性のために、金属または金属酸化物を含む電極との界面を良くできなければならない。

20

【0009】

そのため、当技術分野では、前記のような要件を備えた有機物の開発が要求されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0010】

【特許文献1】韓国公開特許公報第10-2004-0028954号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本明細書は、化合物を含むコーティング組成物およびこれを含む有機発光素子に関する。

30

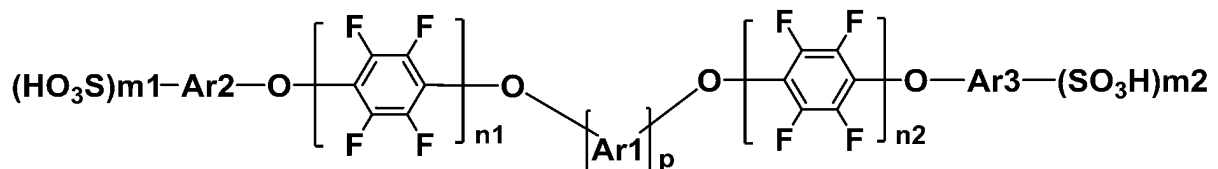
【課題を解決するための手段】

【0012】

本明細書は、下記化学式1で表される化合物および下記化学式2で表される化合物を含むコーティング組成物を提供する。

[化学式1]

【化1】



40

前記化学式1において、

Ar1は、置換もしくは非置換のアルキレン基；置換もしくは非置換の2価のカルボニル基；置換もしくは非置換の2価のアミン基；または置換もしくは非置換のアリーレン基であり、

Ar2およびAr3は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、置換もしくは非置換のアリーレン基であり、

m1、m2、n1およびn2は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、1~10

50

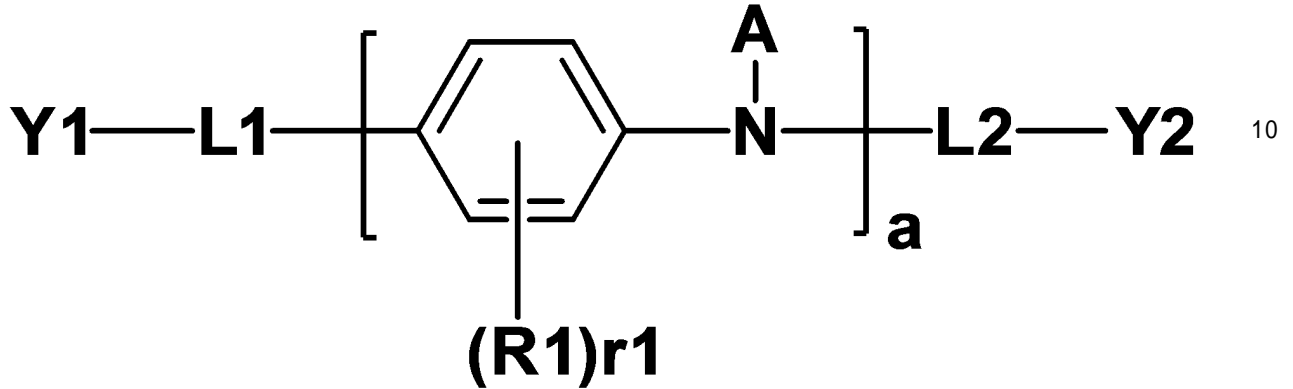
の整数であり、

前記 n_1 および n_2 がそれぞれ 2 以上の時、括弧内の構造は、互いに同一または異なり

、
 p は、2 ~ 10 の整数であり、2 以上の $A r_1$ は、互いに同一または異なり、

[化学式 2]

【化 2】



前記化学式 2 において、

L_1 および L_2 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、直接結合；置換もしくは非置換のアリーレン基；または置換もしくは非置換のヘテロアリーレン基であり、

A 、 R_1 、 Y_1 および Y_2 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、水素；重水素；置換もしくは非置換のアルキル基；置換もしくは非置換のシクロアルキル基；置換もしくは非置換のアミン基；置換もしくは非置換のアリール基；または置換もしくは非置換のヘテロ環基であり、

a は、1 ~ 10 の整数であり、

a が 2 以上の時、括弧内の構造は、互いに同一または異なり、

r_1 は、1 ~ 4 の整数であり、

r_1 が 2 以上の時、複数の R_1 は、互いに同一または異なる。

【0013】

また、本明細書は、第 1 電極と、前記第 1 電極に対向して備えられた第 2 電極と、前記第 1 電極と前記第 2 電極との間に備えられた 1 層以上の有機物層とを含み、前記有機物層のうち 1 層以上は、前記コーティング組成物を含む有機発光素子を提供する。

【0014】

また、本明細書は、基板を準備するステップと、前記基板上に第 1 電極を形成するステップと、前記第 1 電極上に 1 層以上の有機物層を形成するステップと、前記有機物層上に第 2 電極を形成するステップとを含み、前記有機物層を形成するステップは、前記コーティング組成物を用いて 1 層以上の有機物層を形成するステップを含むものである有機発光素子の製造方法を提供する。

【発明の効果】

【0015】

本明細書の一実施態様に係るコーティング組成物は、他の溶媒に対する溶解性を有さず、前記成膜上に別の溶液工程により積層成膜工程を行うことができる。

【0016】

本明細書の一実施態様に係るコーティング組成物は、有機発光素子の有機物層材料に使用可能であり、長寿命の特性を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0017】

【図 1】本明細書の一実施態様に係る有機発光素子の例を示すものである。

【図 2】化合物 1 - 1 の NMR スペクトルを示す図である。

【図 3】化学式 1 - 2 の NMR スペクトルを示す図である。

【図4】化学式1-3のMSスペクトルを示す図である。

【図5】化学式1-4のMSスペクトルを示す図である。

【図6】化学式1-5のMSスペクトルを示す図である。

【図7】化学式2-1のMSスペクトルを示す図である。

【図8】化学式2-2のMSスペクトルを示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0018】

以下、本明細書についてより詳細に説明する。

【0019】

本明細書は、前記化学式1で表される化合物および前記化学式2で表される化合物を含むコーティング組成物を提供する。

10

【0020】

本明細書の化学式1で表される化合物は、正孔注入層でドーパントの役割を果たすことができ、本明細書の化学式2で表される化合物は、正孔注入層でホストの役割を果たすことができる。具体的には、本明細書の化学式1で表される化合物は、本明細書の化学式2で表される化合物のドーパントの役割を果たすことができる。

【0021】

また、本明細書の化学式1のフッ素が置換されたフェニル基は、本明細書の化学式2で表される化合物と作用して性能を向上させることができ、本明細書の化学式1のスルホン酸基は、OLEDの溶液工程中に溶解して移動するのを防止できるため、性能および工程に優れた効果がある。

20

【0022】

本明細書において、ある部材が他の部材の「上に」位置しているとする時、これは、ある部材が他の部材に接している場合のみならず、2つの部材の間にさらに他の部材が存在する場合も含む。

【0023】

本明細書において、ある部分がある構成要素を「含む」とする時、これは、特に反対の記載がない限り、他の構成要素を除くのではなく、他の構成要素をさらに包含できることを意味する。

【0024】

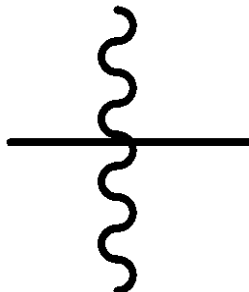
本明細書において、置換基の例示は以下に説明するが、これに限定されるものではない。

30

【0025】

本明細書において、

【化3】



40

は、連結される部位を意味する。

【0026】

前記「置換」という用語は、化合物の炭素原子に結合した水素原子が他の置換基に変わることを意味し、置換される位置は、水素原子の置換される位置すなわち、置換基が置換可能な位置であれば限定せず、2以上置換される場合、2以上の置換基は、互いに同一または異なってもよい。

50

【 0 0 2 7 】

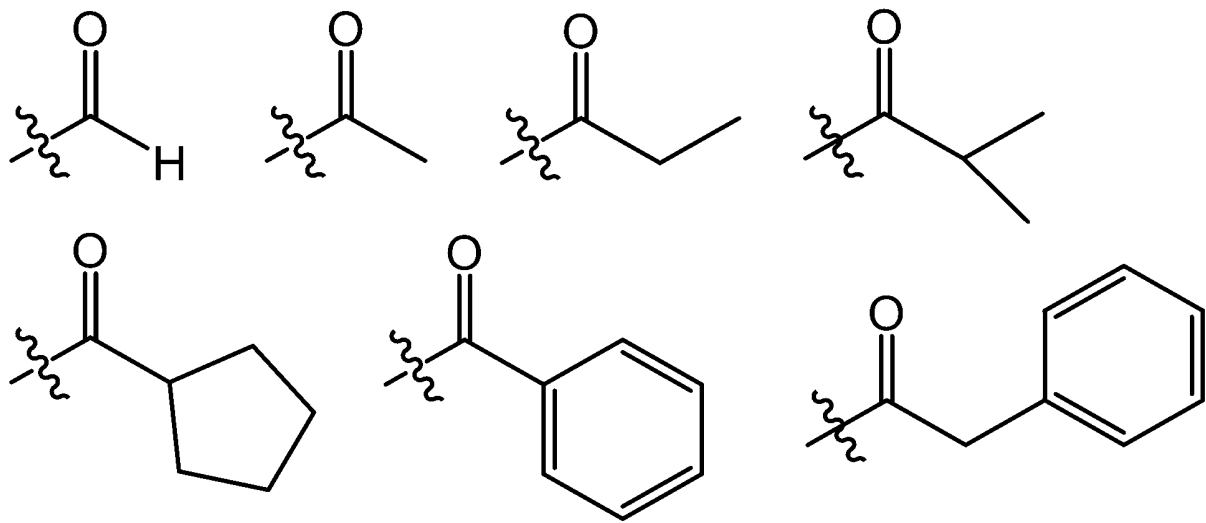
本明細書において、「置換もしくは非置換の」という用語は、重水素；ハロゲン基；ニトリル基；ヒドロキシ基；カルボニル基；エステル基；アルキル基；シクロアルキル基；アミン基；アリール基；およびN、O、S、Se、およびSi原子のうちの1個以上を含むヘテロ環基からなる群より選択された1または2以上の置換基で置換されているか、前記例示された置換基のうち2以上の置換基が連結された置換基で置換されるか、もしくはいずれの置換基も有しないことを意味する。

【 0 0 2 8 】

本明細書において、ハロゲン基の例には、フッ素、塩素、臭素、またはヨウ素がある。

【 0 0 2 9 】

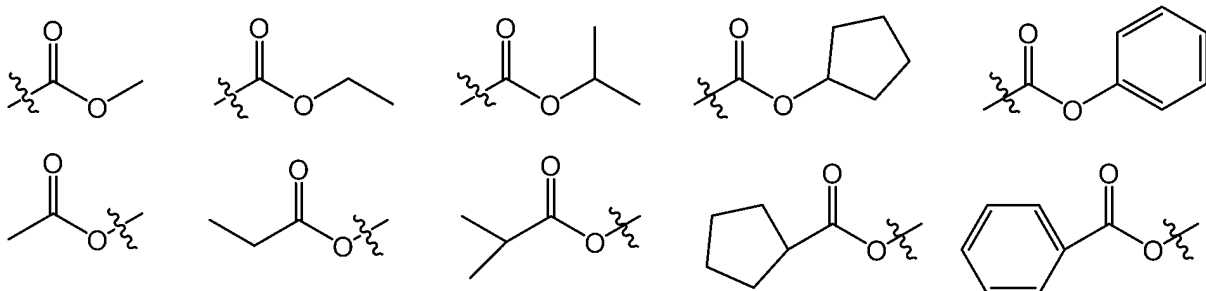
本明細書において、カルボニル基の炭素数は特に限定されないが、炭素数1～50のものが好ましい。具体的には、下記の構造の化合物になってもよいが、これに限定されるものではない。



【 0 0 3 0 】

本明細書において、エステル基の炭素数は特に限定されないが、炭素数1～50のものが好ましい。具体的には、下記構造式の化合物になってもよいが、これに限定されるものではない。

【化5】



【 0 0 3 1 】

本明細書において、アルキル基は、直鎖もしくは分枝鎖であってもよく、炭素数は特に限定されないが、1～50のものが好ましい。具体例としては、メチル、エチル、プロピル、n-プロピル、イソプロピル、ブチル、n-ブチル、イソブチル、tert-ブチル、sec-ブチル、1-メチル-ブチル、1-エチル-ブチル、ペンチル、n-ペンチル、イソペンチル、ネオペンチル、tert-ペンチル、ヘキシル、n-ヘキシル、1-メチルペンチル、2-メチルペンチル、3,3-ジメチルブチル、2-エチルブチル、ヘプチル、n-ヘプチル、1-メチルヘキシル、シクロペンチルメチル、シクロヘキシルメチル、オクチル、n-オクチル、tert-オクチル、1-メチルヘプチル、2-エチルヘ

10

20

30

40

50

キシル、2 - プロピルペンチル、n - ノニル、2, 2 - ジメチルヘプチル、1 - エチル - プロピル、1, 1 - ジメチル - プロピル、イソヘキシル、4 - メチルヘキシル、5 - メチルヘキシルなどがあるが、これらに限定されない。

【0032】

本明細書において、シクロアルキル基は特に限定されないが、炭素数3 ~ 60のものが好ましく、具体的には、シクロプロピル、シクロブチル、シクロペンチル、3 - メチルシクロペンチル、2, 3 - ジメチルシクロペンチル、シクロヘキシル、3 - メチルシクロヘキシル、4 - メチルシクロヘキシル、2, 3 - ジメチルシクロヘキシル、3, 4, 5 - トリメチルシクロヘキシル、4 - tert - ブチルシクロヘキシル、シクロヘプチル、シクロオクチルなどがあるが、これらに限定されない。

10

【0033】

本明細書において、アリアル基が単環式アリアル基の場合、炭素数は特に限定されないが、炭素数6 ~ 50のものが好ましい。具体的には、単環式アリアル基としては、フェニル基、ピフェニル基、ターフェニル基、クォーターフェニル基などになってもよいが、これらに限定されるものではない。

【0034】

前記アリアル基が多環式アリアル基の場合、炭素数は特に限定されないが、炭素数10 ~ 50のものが好ましい。具体的には、多環式アリアル基としては、ナフチル基、アントラセニル基、フェナントリル基、ピレニル基、ペリレニル基、クリセニル基、フルオレニル基などになってもよいが、これらに限定されるものではない。

20

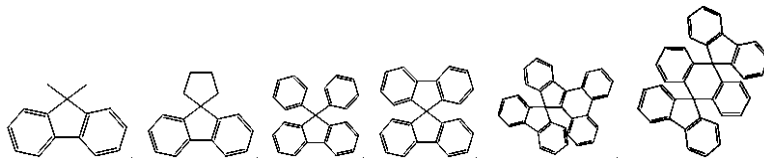
【0035】

本明細書において、前記フルオレニル基は置換されていてもよいし、隣接した置換基が互いに結合して環を形成してもよい。

【0036】

前記フルオレニル基が置換される場合、

【化6】



30

などになってもよいが、これらに限定されるものではない。

【0037】

本明細書において、ヘテロ環基は、異種原子としてN、O、S、Si、およびSeのうちの1個以上を含むものであって、炭素数は特に限定されないが、炭素数2 ~ 60のものが好ましい。ヘテロ環基の例には、チオフエン基、フラン基、ピロール基、イミダゾール基、チアゾール基、オキサゾール基、オキサジアゾール基、トリアゾール基、ピリジル基、ピピリジル基、ピリミジル基、トリアジン基、アクリジル基、ピリダジン基、ピラジニル基、キノリニル基、キナゾリン基、キノキサリニル基、フタラジニル基、ピリドピリミジニル基、ピリドピラジニル基、ピラジノピラジニル基、イソキノリン基、インドール基、カルバゾール基、ベンズオキサゾール基、ベンズイミダゾール基、ベンゾチアゾール基、ベンゾカルバゾール基、ベンゾチオフエン基、ジベンゾチオフエン基、ベンゾフラニル基、フェナントロリン基 (phenanthroline)、チアゾリル基、イソオキサゾリル基、オキサジアゾリル基、チアジアゾリル基、およびジベンゾフラニル基などがあるが、これらにのみ限定されるものではない。

40

【0038】

本明細書において、ヘテロアリアル基は、芳香族であることを除けば、前記ヘテロ環基の例示の中から選択されてもよいが、これらにのみ限定されるものではない。

【0039】

本明細書において、アミン基は、 $-NR_aR_b$ で表され、 R_a および R_b は、互いに同

50

—または異なり、それぞれ独立に、水素、重水素、ハロゲン基、アルキル基、アルケニル基、アルコキシ基、シクロアルキル基、アリール基、およびヘテロ環基のうち少なくとも1つからなる置換基であってもよい。例えば、 $-NH_2$ 、モノアルキルアミン基、ジアルキルアミン基、N-アルキルアリールアミン基、モノアリールアミン基、ジアアリールアミン基、N-アリールヘテロアリールアミン基、N-アルキルヘテロアリールアミン基、モノヘテロアリールアミン基、およびジヘテロアリールアミン基からなる群より選択されてもよいし、炭素数は特に限定されないが、1~30のものが好ましい。アミン基の具体例としては、メチルアミン基、ジメチルアミン基、エチルアミン基、ジエチルアミン基、フェニルアミン基、ナフチルアミン基、ピフェニルアミン基、アントラセニルアミン基、9-メチルアントラセニルアミン基、ジフェニルアミン基、ジトリルアミン基、N-フェニルトリルアミン基、トリフェニルアミン基、N-フェニルピフェニルアミン基、N-フェニルナフチルアミン基、N-ピフェニルナフチルアミン基、N-ナフチルフルオレニルアミン基、N-フェニルフェナントレニルアミン基、N-ピフェニルフェナントレニルアミン基、N-フェニルフルオレニルアミン基、N-フェニルターフェニルアミン基、N-フェナントレニルフルオレニルアミン基、N-ピフェニルフルオレニルアミン基などがあるが、これらに限定されるものではない。

【0040】

本明細書において、アリールアミン基の例には、置換もしくは非置換のモノアリールアミン基、置換もしくは非置換のジアアリールアミン基、または置換もしくは非置換のトリアリールアミン基がある。前記アリールアミン基中のアリール基は、単環式アリール基であってもよく、多環式アリール基であってもよい。前記アリール基が2以上を含むアリールアミン基は、単環式アリール基、多環式アリール基、または単環式アリール基と多環式アリール基を同時に含んでもよい。例えば、前記アリールアミン基中のアリール基は、前述したアリール基の例示の中から選択されてもよい。

【0041】

本明細書において、ヘテロアリールアミン基の例には、置換もしくは非置換のモノヘテロアリールアミン基、置換もしくは非置換のジヘテロアリールアミン基、または置換もしくは非置換のトリヘテロアリールアミン基がある。前記ヘテロアリール基が2以上を含むヘテロアリールアミン基は、単環式ヘテロアリール基、多環式ヘテロアリール基、または単環式ヘテロアリール基と多環式ヘテロアリール基を同時に含んでもよい。例えば、前記ヘテロアリールアミン基中のヘテロアリール基は、前述したヘテロアリール基の例示の中から選択されてもよい。

【0042】

本明細書において、芳香族環基は、単環もしくは多環であってもよいし、1価でないものを除き、前記アリール基の例示の中から選択されてもよい。

【0043】

本明細書において、2~4価の芳香族環基は、単環もしくは多環であってもよいし、前記アリール基に結合位置が2~4つあるもの、すなわち、2~4価の基を意味する。これらは、それぞれ2~4価の基であることを除けば、前述したアリール基の説明が適用可能である。

【0044】

本明細書において、アルキレン基は、アルキル基に結合位置が2つあるもの、すなわち2価の基を意味する。これらは、それぞれ2価の基であることを除けば、前述したアルキル基の説明が適用可能である。

【0045】

本明細書において、アリーレン基は、アリール基に結合位置が2つあるもの、すなわち2価の基を意味する。これらは、それぞれ2価の基であることを除けば、前述したアリール基の説明が適用可能である。

【0046】

本明細書において、ヘテロアリーレン基は、ヘテロアリール基に結合位置が2つあるも

10

20

30

40

50

の、すなわち2価の基を意味する。これらは、それぞれ2価の基であることを除けば、前述したヘテロアリール基の説明が適用可能である。

【0047】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、置換もしくは非置換のアルキレン基；置換もしくは非置換の2価のカルボニル基；置換もしくは非置換の2価のアミン基；または置換もしくは非置換のアリーレン基である。

【0048】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、置換もしくは非置換の炭素数1～20のアルキレン基である。

【0049】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、水素、重水素、ハロゲン基、ニトリル基、アルキル基、シクロアルキル基、アミン基、アリール基、またはヘテロ環基で置換もしくは非置換のアルキレン基である。

【0050】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、トリフルオロアルキル基で置換もしくは非置換のアルキレン基である。

【0051】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、置換もしくは非置換の炭素数1～20の2価のカルボニル基である。

【0052】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、水素、重水素、ハロゲン基、ニトリル基、アルキル基、シクロアルキル基、アミン基、アリール基、またはヘテロ環基で置換もしくは非置換の2価のカルボニル基である。

【0053】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、2価のカルボニル基である。

【0054】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、置換もしくは非置換の炭素数1～50の2価のアミン基である。

【0055】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、水素、重水素、ハロゲン基、ニトリル基、アルキル基、シクロアルキル基、アミン基、アリール基、またはヘテロ環基で置換もしくは非置換の2価のアミン基である。

【0056】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、アリール基で置換もしくは非置換の2価のアミン基である。

【0057】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、フェニル基で置換もしくは非置換の2価のアミン基である。

【0058】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、置換もしくは非置換の炭素数6～50のアリーレン基である。

【0059】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、水素、重水素、ハロゲン基、ニトリル基、アルキル基、シクロアルキル基、アミン基、アリール基、またはヘテロ環基で置換もしくは非置換のアリーレン基である。

【0060】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、水素、重水素、ハロゲン基、ニトリル基、アルキル基、シクロアルキル基、アミン基、アリール基、またはヘテロ環基で置換もしくは非置換のフェニレン基である。

【0061】

10

20

30

40

50

本明細書の一実施態様において、Ar1は、フェニレン基である。

【0062】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、水素、重水素、ハロゲン基、ニトリル基、アルキル基、シクロアルキル基、アミン基、アリール基、またはヘテロ環基で置換もしくは非置換の2価のフルオレニル基である。

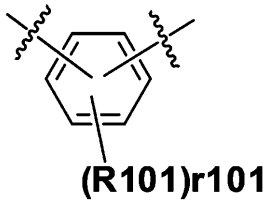
【0063】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、2価のフルオレニル基である。

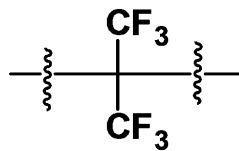
【0064】

本明細書の一実施態様において、Ar1は、下記A-1~A-5の中から選択されてもよい。

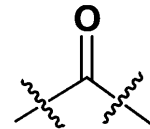
【化7】



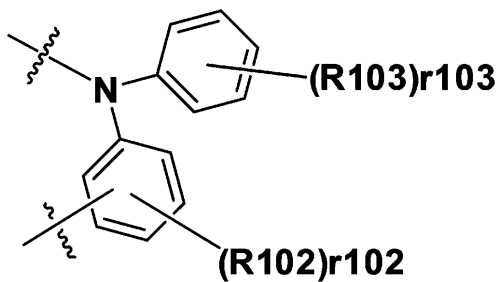
A-1



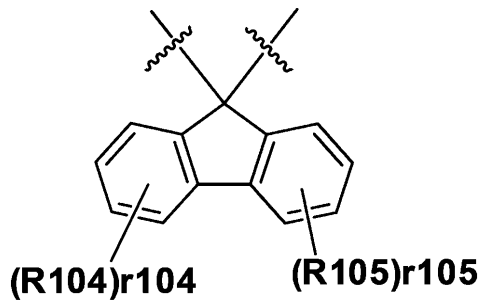
A-2



A-3



A-4



A-5

【0065】

本明細書の一実施態様において、R101~R105は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、水素；重水素；ハロゲン基；ニトリル基；置換もしくは非置換のアルキル基；置換もしくは非置換のシクロアルキル基；置換もしくは非置換のアミン基；置換もしくは非置換のアリール基；または置換もしくは非置換のヘテロ環基である。

【0066】

本明細書の一実施態様において、r101、r102、r104およびr105は、それぞれ1~4の整数であり、r103は、1~5の整数であり、r101~r105がそれぞれ2以上の時、2以上のR101~R105は、互いに同一または異なる。

【0067】

本明細書の一実施態様において、R101~R105は、それぞれ水素である。

【0068】

本明細書の一実施態様において、Ar2およびAr3は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、置換もしくは非置換のアリーレン基である。

【0069】

本明細書の一実施態様において、Ar2は、置換もしくは非置換の炭素数6~50のアリーレン基である。

【0070】

本明細書の一実施態様において、Ar2は、置換もしくは非置換のナフチレン基である

10

20

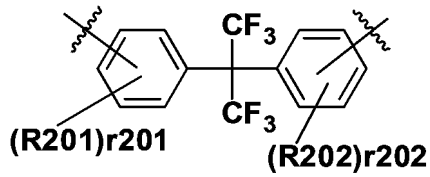
30

40

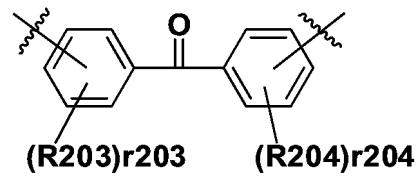
50

- 。
- 【0071】
本明細書の一実施態様において、Ar₂は、ナフチレン基である。
- 【0072】
本明細書の一実施態様において、Ar₃は、置換もしくは非置換の炭素数6～50のアリーレン基である。
- 【0073】
本明細書の一実施態様において、Ar₃は、置換もしくは非置換のナフチレン基である。
- 。
- 【0074】 10
本明細書の一実施態様において、Ar₃は、ナフチレン基である。
- 【0075】
本明細書の一実施態様において、m₁、m₂、n₁およびn₂は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、1～10の整数であり、前記n₁およびn₂がそれぞれ2以上の時、括弧内の構造は、互いに同一または異なる。
- 【0076】
本明細書の一実施態様において、m₁は、1～5の整数である。
- 【0077】
本明細書の一実施態様において、m₁は、2である。
- 【0078】 20
本明細書の一実施態様において、m₂は、1～5の整数である。
- 【0079】
本明細書の一実施態様において、m₂は、2である。
- 【0080】
本明細書の一実施態様において、n₁は、1～5の整数である。
- 【0081】
本明細書の一実施態様において、n₁は、2である。
- 【0082】
本明細書の一実施態様において、n₂は、1～5の整数である。
- 【0083】 30
本明細書の一実施態様において、n₂は、2である。
- 【0084】
本明細書の一実施態様において、pは、2～10の整数であり、2以上のAr₁は、互いに同一または異なる。
- 【0085】
本明細書の一実施態様において、pは、2～5の整数である。
- 【0086】
本明細書の一実施態様において、pは、3である。
- 【0087】 40
本明細書の一実施態様において、pは、5である。
- 【0088】
本明細書の一実施態様において、-[Ar₁]_p-は、下記A-11～A-15の中から選択されてもよい。

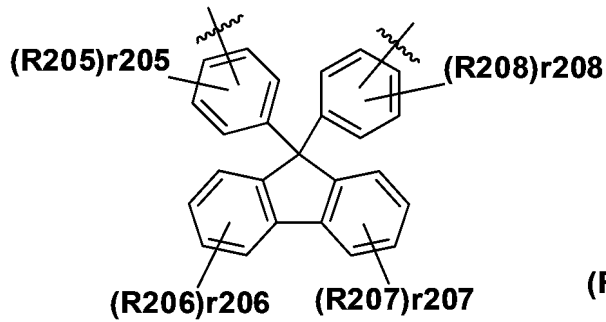
【化8】



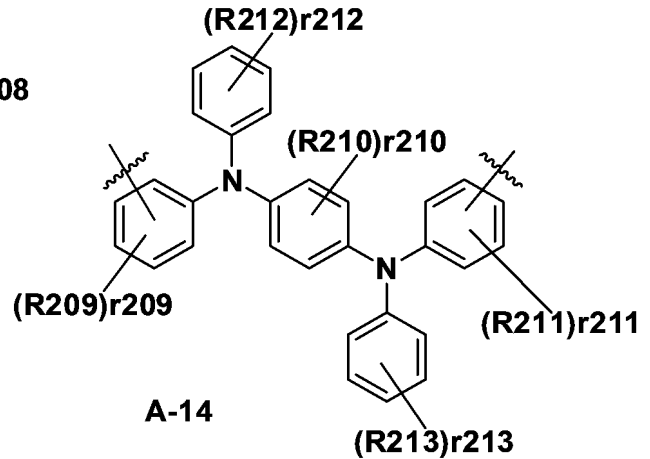
A-11



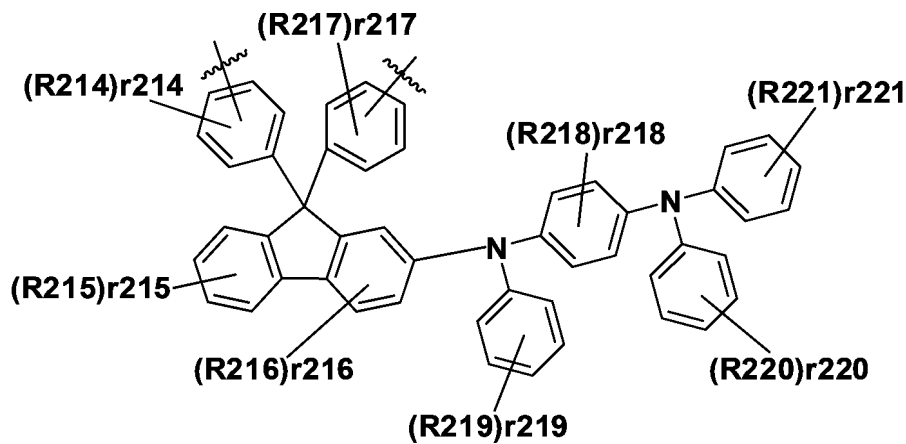
A-12



A-13



A-14



A-15

【0089】

本明細書の一実施態様において、前記A-11は、前記A-2および2個のA-1が結合して形成されてもよく、pは、3である。

【0090】

本明細書の一実施態様において、前記A-12は、前記A-3および2個のA-1が結合して形成されてもよく、pは、3である。

【0091】

本明細書の一実施態様において、前記A-13は、前記A-5および2個のA-1が結合して形成されてもよく、pは、3である。

【0092】

本明細書の一実施態様において、前記A-14は、前記A-1および2個のA-4が結合して形成されてもよく、pは、3である。

【0093】

本明細書の一実施態様において、前記A-15は、前記A-5、2個のA-1、および2個のA-4が結合して形成されてもよく、pは、5である。

10

20

30

40

50

【 0 0 9 4 】

本明細書の一実施態様において、R 2 0 1 ~ R 2 2 1 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、水素；重水素；ハロゲン基；ニトリル基；置換もしくは非置換のアルキル基；置換もしくは非置換のシクロアルキル基；置換もしくは非置換のアミン基；置換もしくは非置換のアリール基；または置換もしくは非置換のヘテロ環基である。

【 0 0 9 5 】

本明細書の一実施態様において、r 2 0 1 ~ r 2 1 1、r 2 1 4、r 2 1 5、r 2 1 7 および r 2 1 8 は、それぞれ 1 ~ 4 の整数であり、r 2 1 2、r 2 1 3 および r 2 1 9 ~ r 2 2 1 は、それぞれ 1 ~ 5 の整数であり、r 2 1 6 は、1 ~ 3 の整数であり、r 2 0 1 ~ r 2 2 1 がそれぞれ 2 以上の時、2 以上の R 2 0 1 ~ R 2 2 1 は、互いに同一または異なる。 10

【 0 0 9 6 】

本明細書の一実施態様において、R 2 0 1 ~ R 2 2 1 は、それぞれ水素である。

【 0 0 9 7 】

本明細書の一実施態様において、L 1 および L 2 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、直接結合；置換もしくは非置換のアリーレン基；または置換もしくは非置換のヘテロアリーレン基である。

【 0 0 9 8 】

本明細書の一実施態様において、L 1 は、直接結合である。

【 0 0 9 9 】

本明細書の一実施態様において、L 1 は、置換もしくは非置換の炭素数 6 ~ 3 0 のアリーレン基である。 20

【 0 1 0 0 】

本明細書の一実施態様において、L 1 は、置換もしくは非置換のフェニレン基、置換もしくは非置換のビフェニレン基、または置換もしくは非置換のナフチレン基である。

【 0 1 0 1 】

本明細書の一実施態様において、L 1 は、フェニレン基である。

【 0 1 0 2 】

本明細書の一実施態様において、L 1 は、ビフェニレン基である。

【 0 1 0 3 】

本明細書の一実施態様において、L 1 は、ナフチレン基である。 30

【 0 1 0 4 】

本明細書の一実施態様において、L 2 は、直接結合である。

【 0 1 0 5 】

本明細書の一実施態様において、L 2 は、置換もしくは非置換の炭素数 6 ~ 3 0 のアリーレン基である。

【 0 1 0 6 】

本明細書の一実施態様において、L 2 は、置換もしくは非置換のフェニレン基、置換もしくは非置換のビフェニレン基、または置換もしくは非置換のナフチレン基である。

【 0 1 0 7 】

本明細書の一実施態様において、L 2 は、フェニレン基である。 40

【 0 1 0 8 】

本明細書の一実施態様において、L 2 は、ビフェニレン基である。

【 0 1 0 9 】

本明細書の一実施態様において、L 2 は、ナフチレン基である。

【 0 1 1 0 】

本明細書の一実施態様において、A、R 1、Y 1 および Y 2 は、互いに同一または異なり、それぞれ独立に、水素；重水素；置換もしくは非置換のアルキル基；置換もしくは非置換のシクロアルキル基；置換もしくは非置換のアミン基；置換もしくは非置換のアリール基；または置換もしくは非置換のヘテロ環基である。 50

【0111】

本明細書の一実施態様において、aは、1～10の整数であり、aが2以上の時、括弧内の構造は、互いに同一または異なり、r1は、1～4の整数であり、r1が2以上の時、複数のR1は、互いに同一または異なる。

【0112】

本明細書の一実施態様において、Aは、水素である。

【0113】

本明細書の一実施態様において、R1は、水素である。

【0114】

本明細書の一実施態様において、Y1は、水素である。

10

【0115】

本明細書の一実施態様において、Y1は、置換もしくは非置換の炭素数1～50のアミン基である。

【0116】

本明細書の一実施態様において、Y1は、アリール基で置換もしくは非置換のアミン基である。

【0117】

本明細書の一実施態様において、Y1は、フェニル基で置換もしくは非置換のアミン基である。

【0118】

本明細書の一実施態様において、Y2は、水素である。

20

【0119】

本明細書の一実施態様において、Y2は、置換もしくは非置換の炭素数6～50のアリール基である。

【0120】

本明細書の一実施態様において、Y2は、置換もしくは非置換のフェニル基である。

【0121】

本明細書の一実施態様において、Y2は、フェニル基である。

【0122】

本明細書の一実施態様において、(m1+m2)/(n1+n2) 1である。

30

【0123】

本明細書の化学式1のスルホン酸基は、溶液工程で正孔注入層と正孔輸送層との積層時に溶媒耐性を利用して正孔注入層物質が正孔輸送層に移動するのを防止できるため、電気的特性を示すm1、m2、n1およびn2が前記範囲の時、素子の性能および長寿命に優れた効果を示す。

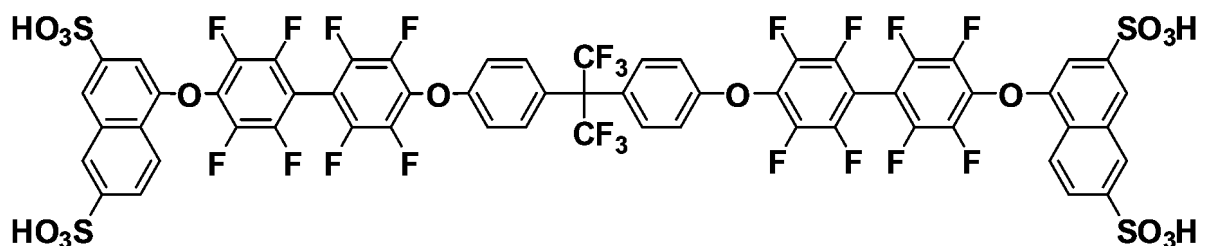
【0124】

本明細書の一実施態様において、前記化学式1で表される化合物は、下記化学式1-1～化学式1-5の中から選択されるいずれか1つである。

[化学式1-1]

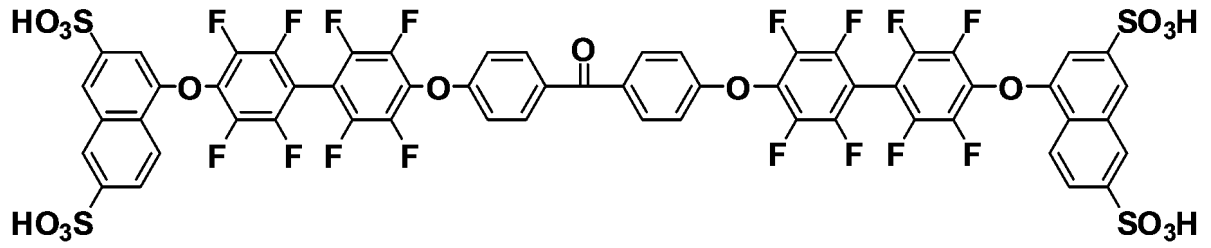
【化9】

40



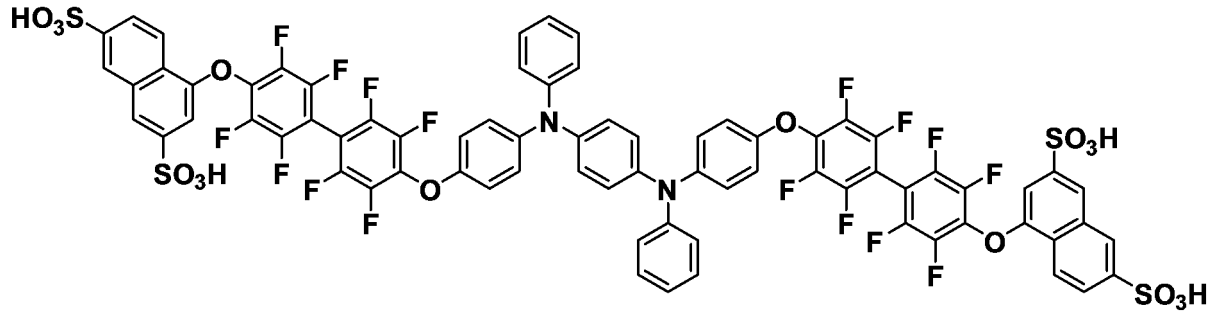
[化学式1-2]

【化10】



[化学式 1 - 3]

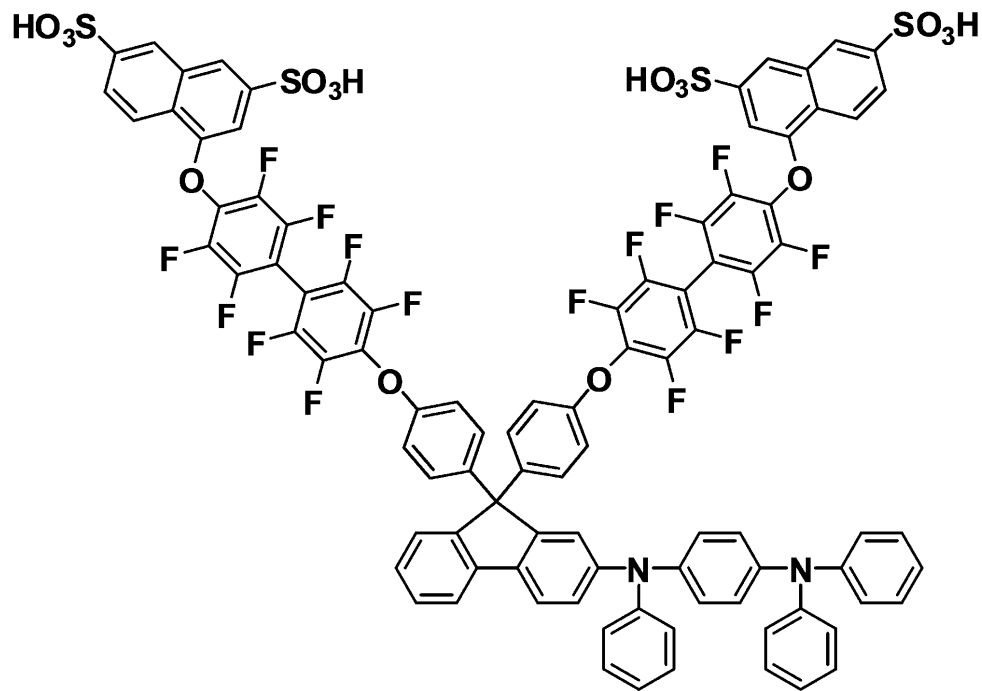
【化11】



10

[化学式 1 - 4]

【化12】

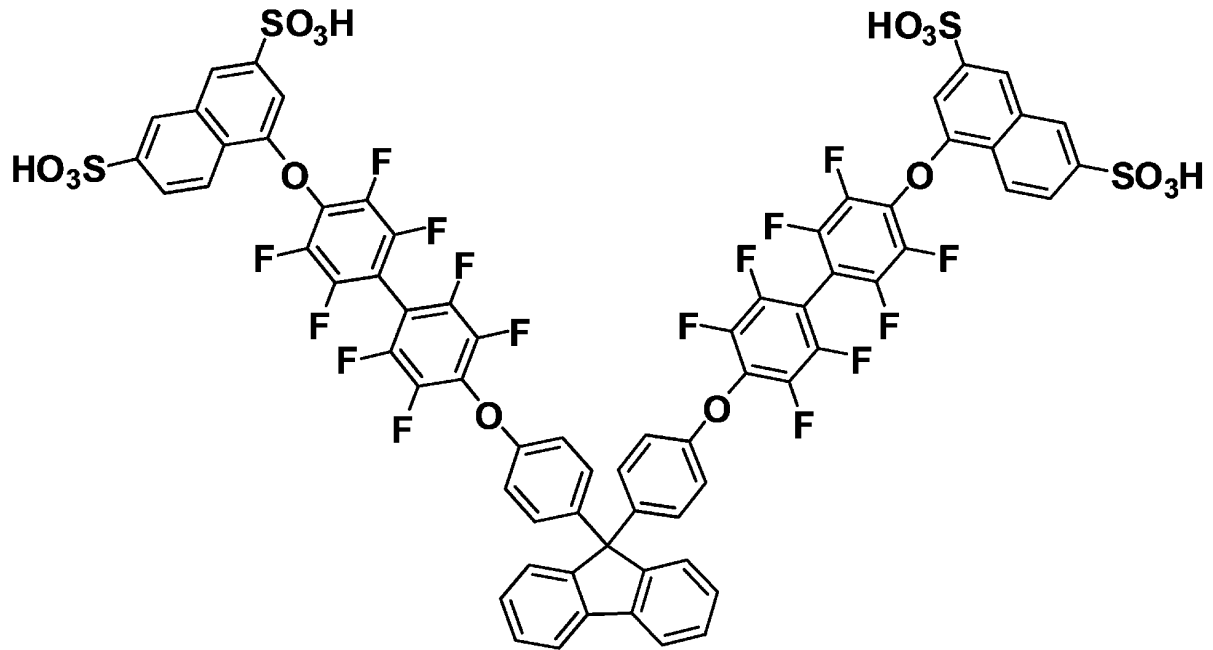


20

30

[化学式 1 - 5]

【化 1 3】



10

【 0 1 2 5】

本明細書の一実施態様によれば、前記化学式 2 で表される化合物は、下記化学式 2 - 1 または 2 - 2 である。

20

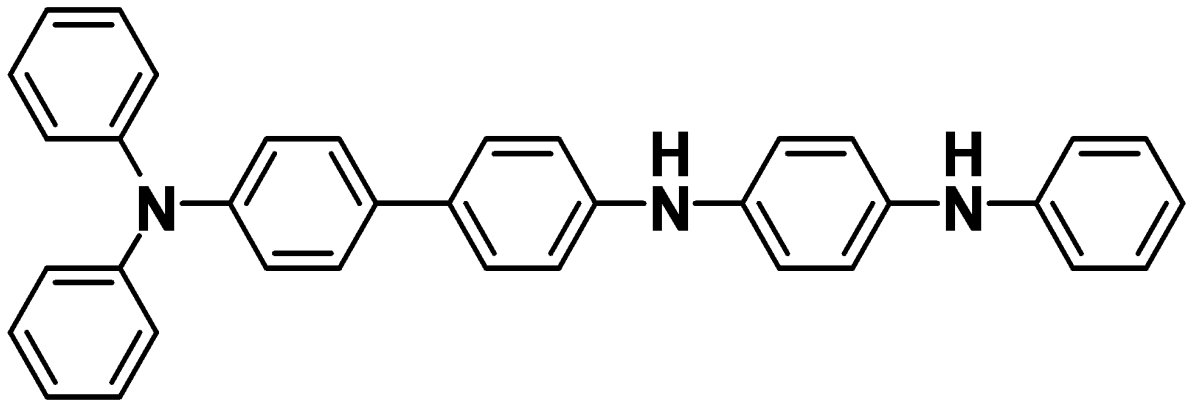
[化学式 2 - 1]

【化 1 4】



[化学式 2 - 2]

【化 1 5】



30

40

【 0 1 2 6】

本明細書の一実施態様において、前記コーティング組成物は、溶媒をさらに含んでもよい。

【 0 1 2 7】

本明細書の一実施態様において、前記コーティング組成物は、液状であってもよい。前記「液状」は、常温および常圧で液体状態であることを意味する。

【 0 1 2 8】

本明細書の一実施態様において、前記溶媒は、例えば、クロロホルム、塩化メチレン、1, 2 - ジクロロエタン、1, 1, 2 - トリクロロエタン、クロロベンゼン、o - ジクロロベンゼンなどの塩素系溶媒；テトラヒドロフラン、ジオキサンなどのエーテル系溶媒；

50

トルエン、キシレン、トリメチルベンゼン、メシチレンなどの芳香族炭化水素系溶媒；シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、*n*-ペンタン、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、*n*-ノナン、*n*-デカンなどの脂肪族炭化水素系溶媒；アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノンなどのケトン系溶媒；酢酸エチル、酢酸ブチル、エチルセロソルブアセテートなどのエステル系溶媒；エチレングリコール、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、ジメトキシエタン、プロピレングリコール、ジエトキシメタン、トリエチレングリコールモノエチルエーテル、グリセリン、1,2-ヘキサジオールなどの多価アルコールおよびその誘導体；メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、シクロヘキサノールなどのアルコール系溶媒；ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド系溶媒；および*N*-メチル-2-ピロリドン、*N,N*-ジメチルホルムアミドなどのアミド系溶媒；メチルベンゾエート、ブチルベンゾエート、3-フェノキシベンゾエートなどのベンゾエート系溶媒；テトラリンなどの溶媒が例示されるが、本願発明の一実施態様に係る化合物を溶解または分散させることができる溶媒であれば十分であり、これらを限定しない。

【0129】

もう一つの実施態様において、前記溶媒は、1種単独で使用するか、または2種以上の溶媒を混合して使用することができる。

【0130】

もう一つの実施態様において、前記溶媒の沸点は、好ましくは40 ~ 250、さらに好ましくは60 ~ 230であるが、これに限定されない。

【0131】

もう一つの実施態様において、前記単独あるいは混合溶媒の粘度は、好ましくは1 ~ 10 cP、さらに好ましくは3 ~ 8 cPであるが、これに限定されない。

【0132】

もう一つの実施態様において、前記コーティング組成物の濃度は、好ましくは0.1 ~ 20 wt/v%、さらに好ましくは0.5 ~ 5 wt/v%であるが、これに限定されない。

【0133】

本明細書の一実施態様において、前記コーティング組成物は、熱重合開始剤および光重合開始剤からなる群より選択される1種または2種以上の添加剤をさらに含んでもよい。

【0134】

前記熱重合開始剤としては、メチルエチルケトンパーオキシド、メチルイソブチルケトンパーオキシド、アセチルアセトンパーオキシド、メチルシクロヘキサノンパーオキシド、シクロヘキサノンパーオキシド、イソブチリルパーオキシド、2,4-ジクロロベンゾイルパーオキシド、ビス-3,5,5-トリメチルヘキサノイルパーオキシド、ラウリルパーオキシド、ベンゾイルパーオキシド、*p*-クロロベンゾイルパーオキシド、ジクミルパーオキシド、2,5-ジメチル-2,5-(*t*-ブチルオキシ)-ヘキサン、1,3-ビス(*t*-ブチルパーオキシ-イソプロピル)ベンゼン、*t*-ブチルクミル(*cumyl*)パーオキシド、ジ-*t*-ブチルパーオキシド、2,5-ジメチル-2,5-(ジ*t*-ブチルパーオキシ)ヘキサン-3、トリス-(*t*-ブチルパーオキシ)トリアジン、1,1-ジ*t*-ブチルパーオキシ-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、1,1-ジ*t*-ブチルパーオキシシクロヘキサン、2,2-ジ(*t*-ブチルパーオキシ)ブタン、4,4-ジ-*t*-ブチルパーオキシバレリックアシッド*n*-ブチルエステル、2,2-ビス(4,4-*t*-ブチルパーオキシシクロヘキシル)プロパン、*t*-ブチルパーオキシイソブチレート、ジ*t*-ブチルパーオキシヘキサヒドロテレフタレート、*t*-ブチルパーオキシ-3,5,5-トリメチルヘキサエート、*t*-ブチルパーオキシベンゾエート、ジ*t*-ブチルパーオキシトリメチルアジペートなどの過酸化物、あるいはアゾビスイソブチルニトリル、アゾビスジメチルバレロニトリル、アゾビスシクロヘキシルニトリルなどのアゾ系があるが、これを限定しない。

10

20

30

40

50

【0135】

前記光重合開始剤としては、ジエトキシアセトフェノン、2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニルエタン-1-オン、1-ヒドロキシ-シクロヘキシル-フェニル-ケトン、4-(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル-(2-ヒドロキシ-2-プロピル)ケトン、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルホリノフェニル)ブタノン-1,2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、2-メチル-2-モルホリノ(4-メチルチオフェニル)プロパン-1-オン、1-フェニル-1,2-プロパンジオン-2-(o-エトキシカルボニル)オキシムなどのアセトフェノン系またはケタール系光重合開始剤、ベンゾイン、ベンゾインメチルエーテル、ベンゾインエチルエーテル、ベンゾインイソブチルエーテル、ベンゾインイソプロピルエーテルなどのベンゾインエーテル系光重合開始剤、ベンゾフェノン、4-ヒドロキシベンゾフェノン、2-ベンゾイルナフタレン、4-ベンゾイルピフェニル、4-ベンゾイルフェニルエーテル、アクリル化ベンゾフェノン、1,4-ベンゾイルベンゼンなどのベンゾフェノン系光重合開始剤、2-イソプロピルチオキサントン、2-クロロチオキサントン、2,4-ジメチルチオキサントン、2,4-ジエチルチオキサントン、2,4-ジクロロチオキサントンなどのチオキサントン系光重合開始剤、その他光重合開始剤としては、エチルアントラキノン、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド、2,4,6-トリメチルベンゾイルフェニルエトキシホスフィンオキシド、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)フェニルホスフィンオキシド、ビス(2,4-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4-トリメチルペンチルホスフィンオキシド、メチルフェニルグリオキシエステル、9,10-フェナントレン、アクリジン系化合物、トリアジン系化合物、イミダゾール系化合物などが挙げられる。また、光重合促進効果を有するものを単独または前記光重合開始剤と併用して用いてもよい。例えば、トリエタノールアミン、メチルジエタノールアミン、4-ジメチルアミノ安息香酸エチル、4-ジメチルアミノ安息香酸イソアミル、安息香酸(2-ジメチルアミノ)エチル、4,4'-ジメチルアミノベンゾフェノンなどがあるが、これらを限定しない。

【0136】

本明細書はまた、前記コーティング組成物を用いて形成された有機発光素子を提供する。

【0137】

本明細書の一実施態様において、第1電極と、第2電極と、前記第1電極と前記第2電極との間に備えられる1層以上の有機物層とを含み、前記有機物層のうちの1層以上は、前記コーティング組成物を用いて形成される。

【0138】

本明細書の一実施態様において、前記第1電極は、カソードであり、前記第2電極は、アノードである。

【0139】

もう一つの実施態様において、前記第1電極は、アノードであり、前記第2電極は、カソードである。

【0140】

本明細書の一実施態様において、前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層は、正孔輸送層、正孔注入層、または正孔輸送および正孔注入を同時に行う層である。

【0141】

本明細書の一実施態様において、前記有機発光素子は、正孔注入層、正孔輸送層、電子輸送層、電子注入層、電子阻止層、および正孔阻止層からなる群より選択される1層または2層以上をさらに含む。

【0142】

もう一つの実施態様において、有機発光素子は、基板上に、アノード、1層以上の有機物層、およびカソードが順次に積層された構造(normal type)の有機発光素子であってもよい。

【0143】

もう一つの実施態様において、有機発光素子は、基板上に、カソード、1層以上の有機物層、およびアノードが順次に積層された逆方向構造 (inverted type) の有機発光素子であってもよい。

【0144】

本明細書の有機発光素子の有機物層は、単層構造からなってもよいが、2層以上の有機物層が積層された多層構造からなってもよい。例えば、本発明の有機発光素子は、有機物層として、正孔注入層、正孔輸送層、発光層、電子輸送層、電子注入層などを含む構造を有することができる。しかし、有機発光素子の構造はこれに限定されず、より少数の有機層を含んでもよい。

10

【0145】

例えば、本明細書の一実施態様に係る有機発光素子の構造は、図1に例示されている。

【0146】

前記図1には、基板101上に、アノード201、正孔注入層301、正孔輸送層401、発光層501、電子輸送層601、およびカソード701が順次に積層された有機発光素子の構造が例示されている。

【0147】

本明細書の一実施態様において、前記図1の正孔注入層301、正孔輸送層401、または発光層501は、化学式1で表される化合物を含むコーティング組成物を用いて形成される。

20

【0148】

本明細書の一実施態様において、前記図1の正孔注入層301は、前記化学式1で表される化合物を含むコーティング組成物を用いて形成される。

【0149】

本明細書の一実施態様において、前記図1の正孔輸送層401は、前記化学式1で表される化合物を含むコーティング組成物を用いて形成される。

【0150】

前記図1は、有機発光素子を例示したものであり、これに限定されない。

【0151】

前記有機発光素子が複数の有機物層を含む場合、前記有機物層は、同一の物質または異なる物質で形成される。

30

【0152】

本明細書の有機発光素子は、有機物層のうちの1層以上がコーティング組成物を用いて形成されることを除けば、当技術分野で知られている材料および方法で製造される。

【0153】

例えば、本明細書の有機発光素子は、基板上に、アノード、有機物層、およびカソードを順次に積層させることにより製造することができる。この時、スパッタリング法 (sputtering) や電子ビーム蒸発法 (e-beam evaporation) のようなPVD (Physical Vapor Deposition) 方法を利用して、基板上に金属または導電性を有する金属酸化物またはこれらの合金を蒸着させてアノードを形成し、その上に正孔注入層、正孔輸送層、発光層、および電子輸送層を含む有機物層を形成した後、その上にカソードに使用可能な物質を蒸着させることにより製造される。この方法以外にも、基板上に、カソード物質から有機物層およびアノード物質を順に蒸着させて有機発光素子を製造することができる。

40

【0154】

本明細書はまた、前記コーティング組成物を用いて形成された有機発光素子の製造方法を提供する。

【0155】

具体的には、本明細書の一実施態様において、基板を準備するステップと、前記基板上にカソードまたはアノードを形成するステップと、前記カソードまたはアノード上に1層

50

以上の有機物層を形成するステップと、前記有機物層上にアノードまたはカソードを形成するステップとを含み、前記有機物層のうちの1層以上は、前記コーティング組成物を用いて形成される。

【0156】

本明細書の一実施態様において、前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層は、スピンコーティングを利用して形成される。

【0157】

他の実施態様において、前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層は、印刷法によって形成される。

【0158】

本明細書の態様において、前記印刷法は、例えば、インクジェットプリンティング、ノズルプリンティング、オフセットプリンティング、転写プリンティング、またはスクリーンプリンティングなどがあるが、これらに限定されるものではない。

【0159】

本明細書の一実施態様に係るコーティング組成物は、構造的な特性により溶液工程が適合して印刷法によって形成できるため、素子の製造時に時間および費用的に経済的な効果がある。

【0160】

本明細書の一実施態様において、前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層を形成するステップは、前記カソードまたはアノード上に前記コーティング組成物をコーティングするステップと、前記コーティングされたコーティング組成物を熱処理または光処理するステップとを含む。

【0161】

本明細書の一実施態様において、前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層を熱処理する時間は、好ましくは1時間以内、さらに好ましくは30分以内である。

【0162】

本明細書の一実施態様において、前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層を熱処理する雰囲気は、好ましくは、アルゴン、窒素などの不活性気体である。

【0163】

前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層を形成するステップにおいて、前記熱処理または光処理ステップを含む場合には、コーティング組成物に含まれた複数の化学式1の化合物が架橋を形成して薄膜化された構造が含まれた有機物層を提供することができる。この場合、前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層の表面上に蒸着された溶媒によって溶解するか、形態学的に影響を受けたり分解されるのを防止することができる。

【0164】

したがって、前記コーティング組成物を用いて形成された有機物層が熱処理または光処理ステップを含んで形成された場合には、溶媒に対する抵抗性が増加して溶液蒸着および架橋方法を繰り返し行って多層を形成することができ、安定性が増加して素子の寿命特性を増加させることができる。

【0165】

本明細書の一実施態様において、前記化合物を含むコーティング組成物は、高分子結合剤に混合して分散させたコーティング組成物を用いることができる。

【0166】

本明細書の一実施態様において、高分子結合剤としては、電荷輸送を極度に阻害しないものが好ましく、また、可視光に対する吸収が強くないものが好ましく用いられる。高分子結合剤としては、ポリ(N-ビニルカルバゾール)、ポリアニリンおよびその誘導体、ポリチオフェンおよびその誘導体、ポリ(p-フェニレンビニレン)およびその誘導体、ポリ(2,5-チエニレンビニレン)およびその誘導体、ポリカーボネート、ポリアクリレート、ポリメチルアクリレート、ポリメチルメタクリレート、ポリスチレン、ポリ塩化

10

20

30

40

50

ビニル、ポリシロキサンなどが例示される。

【0167】

また、本明細書の一実施態様に係る化合物は、有機物層に化合物単独で含んでもよく、化合物を含むコーティング組成物を熱処理または光処理により薄膜化を進行させてもよいし、他のモノマーと混合したコーティング組成物を用いて共重合体として含ませてもよい。さらに、他の高分子と混合したコーティング組成物を用いて共重合体、または混合物を含むことができる。

【0168】

前記アノード物質としては、通常、有機物層への正孔注入が円滑となるように仕事関数の大きい物質が好ましい。本発明で使用可能なアノード物質の具体例としては、バナジウム、クロム、銅、亜鉛、金のような金属またはこれらの合金；亜鉛酸化物、インジウム酸化物、インジウムスズ酸化物（ITO）、インジウム亜鉛酸化物（IZO）のような金属酸化物；ZnO：AlまたはSnO₂：Sbのような金属と酸化物との組み合わせ；ポリ（3-メチルチオフェン）、ポリ〔3,4-（エチレン-1,2-ジオキシ）チオフェン〕（PEDOT）、ポリピロールおよびポリアニリンのような導電性高分子などがあるが、これらにのみ限定されるものではない。

【0169】

前記カソード物質としては、通常、有機物層への電子注入が容易となるように仕事関数の小さい物質であることが好ましい。カソード物質の具体例としては、マグネシウム、カルシウム、ナトリウム、カリウム、チタン、インジウム、イットリウム、リチウム、ガドリニウム、アルミニウム、銀、スズおよび鉛のような金属またはこれらの合金；LiF/AlまたはLiO₂/Alのような多層構造の物質などがあるが、これらにのみ限定されるものではない。

【0170】

前記正孔注入層は、電極から正孔を注入する層で、正孔注入物質としては、正孔を輸送する能力を有し、アノードからの正孔注入効果、発光層または発光材料に対して優れた正孔注入効果を有し、発光層で生成されたエキシトンの電子注入層または電子注入材料への移動を防止し、また、薄膜形成能力の優れた化合物が好ましい。正孔注入物質のHOMO（highest occupied molecular orbital）がアノード物質の仕事関数と周辺有機物層のHOMOとの間であることが好ましい。正孔注入物質の具体例としては、金属ポルフィリン（porphyrin）、オリゴチオフェン、アリールアミン系の有機物、ヘキサニトリルヘキサアザトリフェニレン系の有機物、キナクリドン（quinacridone）系の有機物、ペリレン（perylene）系の有機物、アントラキノンおよびポリアニリンとポリチオフェン系の導電性高分子などがあるが、これらにのみ限定されるものではない。

【0171】

前記正孔輸送層は、正孔注入層から正孔を受け取って発光層まで正孔を輸送する層で、正孔輸送物質としては、アノードや正孔注入層から正孔輸送を受けて発光層に移しうる物質で、正孔に対する移動性の大きい物質が好適である。具体例としては、アリールアミン系の有機物、導電性高分子、および共役部分と非共役部分が共にあるブロック共重合体などがあるが、これらにのみ限定されるものではない。

【0172】

前記発光物質としては、正孔輸送層と電子輸送層から正孔および電子輸送をそれぞれ受けて結合させることにより可視光線領域の光を発しうる物質であって、蛍光や燐光に対する量子効率の良い物質が好ましい。具体例としては、8-ヒドロキシキノリンアルミニウム錯体（Alq₃）；カルバゾール系化合物；二量体化スチリル（dimerized styryl）化合物；BAIq；10-ヒドロキシベンゾキノリン-金属化合物；ベンゾキサゾール、ベンズチアゾールおよびベンズイミダゾール系の化合物；ポリ（p-フェニレンビニレン）（PPV）系の高分子；スピロ（spiro）化合物；ポリフルオレン；またはルブレンなどがあるが、これらにのみ限定されるものではない。

10

20

30

40

50

【0173】

前記発光層は、ホスト材料およびドーパント材料を含むことができる。

【0174】

前記発光層のホスト材料は、縮合芳香族環誘導体またはヘテロ環含有化合物などがある。具体的には、縮合芳香族環誘導体としては、アントラセン誘導体、ピレン誘導体、ナフタレン誘導体、ペンタセン誘導体、フェナントレン化合物、フルオランテン化合物などがあり、ヘテロ環含有化合物としては、カルバゾール誘導体、ジベンゾフラン誘導体、ラダー型フラン化合物、ピリミジン誘導体などがあるが、これらに限定されない。

【0175】

前記発光層のドーパント材料には、芳香族アミン誘導体、スチリルアミン化合物、ホウ素錯体、フルオランテン化合物、金属錯体などがある。具体的には、芳香族アミン誘導体としては、置換もしくは非置換のアリールアミノ基を有する縮合芳香族環誘導体であって、アリールアミノ基を有するピレン、アントラセン、クリセン、ペリフランテンなどがあり、スチリルアミン化合物としては、置換もしくは非置換のアリールアミンに少なくとも1個のアリールビニル基が置換されている化合物で、アリール基、シリル基、アルキル基、シクロアルキル基、およびアリールアミノ基からなる群より1または2以上選択される置換基が置換もしくは非置換である。具体的には、スチリルアミン、スチリルジアミン、スチリルトリアミン、スチリルテトラアミンなどがあるが、これらに限定されない。また、金属錯体としては、イリジウム錯体、白金錯体などがあるが、これらに限定されない。

【0176】

前記電子輸送層は、電子注入層から電子を受け取って発光層まで電子を輸送する層で、電子輸送物質としては、カソードから電子注入をよく受けて発光層に移しうる物質であって、電子に対する移動性の大きい物質が好適である。具体例としては、8-ヒドロキシキノリンのAl錯体；Alq₃を含む錯体；有機ラジカル化合物；またはヒドロキシフラボン-金属錯体などがあるが、これらにのみ限定されるものではない。電子輸送層は、従来技術により使用されたような任意の所望するカソード物質と共に使用可能である。特に、適切なカソード物質の例は、低い仕事関数を有し、アルミニウム層またはシルバー層が後に続く通常物質である。具体的には、セシウム、バリウム、カルシウム、イッテルビウム、およびサマリウムであり、各場合、アルミニウム層またはシルバー層が後に続く。

【0177】

前記電子注入層は、電極から電子を注入する層で、電子を輸送する能力を有し、カソードからの電子注入効果、発光層または発光材料に対して優れた電子注入効果を有し、発光層で生成されたエキシトンの正孔注入層への移動を防止し、また、薄膜形成能力の優れた化合物が好ましい。具体的には、フルオレノン、アントラキノジメタン、ジフェノキノン、チオピランジオキシド、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、イミダゾール、ペリレンテトラカルボン酸、フレオレニリデンメタン、アントロンなどとそれらの誘導体、金属錯体化合物、および含窒素5員環誘導体などがあるが、これらに限定されない。

【0178】

前記金属錯体化合物としては、8-ヒドロキシキノリナトリウム、ビス(8-ヒドロキシキノリナト)亜鉛、ビス(8-ヒドロキシキノリナト)銅、ビス(8-ヒドロキシキノリナト)マンガン、トリス(8-ヒドロキシキノリナト)アルミニウム、トリス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナト)アルミニウム、トリス(8-ヒドロキシキノリナト)ガリウム、ビス(10-ヒドロキシベンゾ[h]キノリナト)バリウム、ビス(10-ヒドロキシベンゾ[h]キノリナト)亜鉛、ビス(2-メチル-8-キノリナト)クロロガリウム、ビス(2-メチル-8-キノリナト)(o-クレゾラート)ガリウム、ビス(2-メチル-8-キノリナト)(1-ナフトラート)アルミニウム、ビス(2-メチル-8-キノリナト)(2-ナフトラート)ガリウムなどがあるが、これらに限定されない。

【0179】

10

20

30

40

50

前記正孔阻止層は、正孔のカソード到達を阻止する層で、一般的に、正孔注入層と同じ条件で形成される。具体的には、オキサジアゾール誘導体やトリアゾール誘導体、フェナントロリン誘導体、アルミニウム錯体 (aluminum complex) などがあるが、これらに限定されない。

【0180】

本明細書に係る有機発光素子は、使用される材料によって、前面発光型、後面発光型、または両面発光型であってもよい。

【0181】

本明細書の一実施態様において、前記化合物は、有機発光素子以外にも、有機太陽電池または有機トランジスタに含まれる。

【0182】

以下、本明細書を具体的に説明するために実施例を挙げて詳細に説明する。しかし、本明細書に係る実施例は種々の異なる形態に変形可能であり、本明細書の範囲が以下に述べる実施例に限定されると解釈されない。本明細書の実施例は、当業界における平均的な知識を有する者に本明細書をより完全に説明するために提供されるものである。

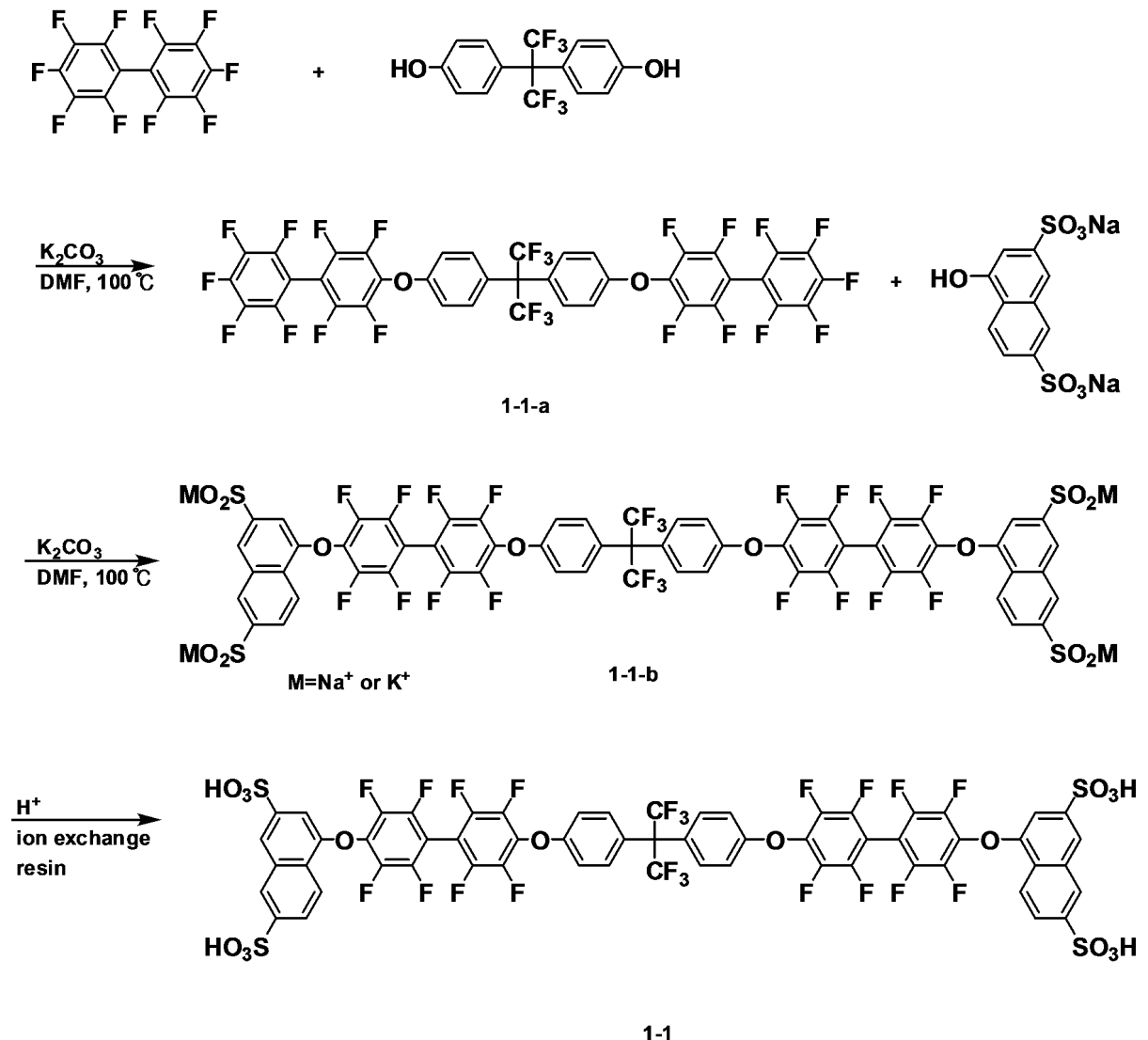
【0183】

< 製造例 >

【0184】

< 製造例 1 - 1 > - 化学式 1 - 1 の製造

【化 1 6】



【0185】

10

20

30

40

50

(1) 化学式 1 - 1 - a の製造

4, 4' - (パーフルオロプロパン - 2, 2 - ジイル)ジフェノール 1 g に、窒素雰囲気下、デカフルオロジフェニル 9.94 g、ポタシウムカーボネート 0.82 g、およびジメチルホルムアミド (DMF) 30 ml を入れて、反応容器の内部を窒素に置換した後、内温を 100 にして 6 時間回転混合した。室温まで温度を下げて、析出する化合物を再溶解するために N, N - ジメチルホルムアミドを 150 ml 入れた後、室温で 90 分間回転混合した。混合終了後、前記溶液を濾過して炭酸カリウムの残渣を除去し、減圧濃縮した。この後、残存している不純物を除去するためにカラムクロマトグラフィー精製を進行させ、この時、残存するデカフルオロピフェニルを回収して、化学式 1 - 1 - a を製造した。

10

【0186】

(2) 化学式 1 - 1 - b の製造

ジソジウム 1 - ナフトール - 3, 6, - ジスルホネートハイドレート 1.91 g に、窒素雰囲気下、化学式 1 - 1 - a 2.4 g、ポタシウムカーボネート 0.72 g、および DMF 25 ml を入れて、反応容器の内部を窒素に置換した後、内温を 100 にして 6 時間回転混合する。室温まで温度を下げて、析出する化合物を再溶解するために DMF を 125 ml 加えて、室温で 90 分間回転混合した。混合後、溶液を濾過して炭酸塩の残渣を除去し、溶液を減圧濃縮した。残存する不純物を除去するためにメタノール 90 ml を加えて、室温で 30 分以上回転混合した後、混濁液を濾過して濾液を取った。この時、メタノール 90 ml を添加して残存する不純物を沈殿形態で分離し、これを濾過して不純物を取り除いた。メタノール溶解時、不純物によって濁らなくなるまで 2 回以上繰り返し精製した。この後、真空オープンにて乾燥して、化学式 1 - 1 - b を製造した。

20

【0187】

(3) 化学式 1 - 1 の製造

化学式 1 - 1 - b 1 g に、超純水 30 ml を加えて溶解した後、陽イオン交換樹脂 DOWEX Monosphere (登録商標) 650C を用いたカラムクロマトグラフィーによりイオン交換をした。この後、pH 1 以下のものを減圧条件で濃縮乾燥した。濃縮後に溶媒を除去し、メチレンクロライドを入れて、24 時間攪拌して溶媒上で粉末化し、濾過して濾紙上の粉末を再び真空オープンにて乾燥して、化合物 1 - 1 を得た。

30

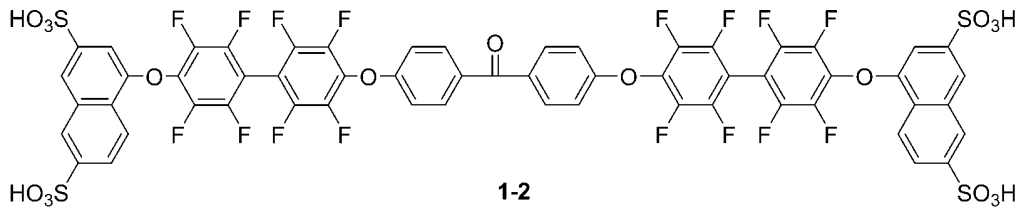
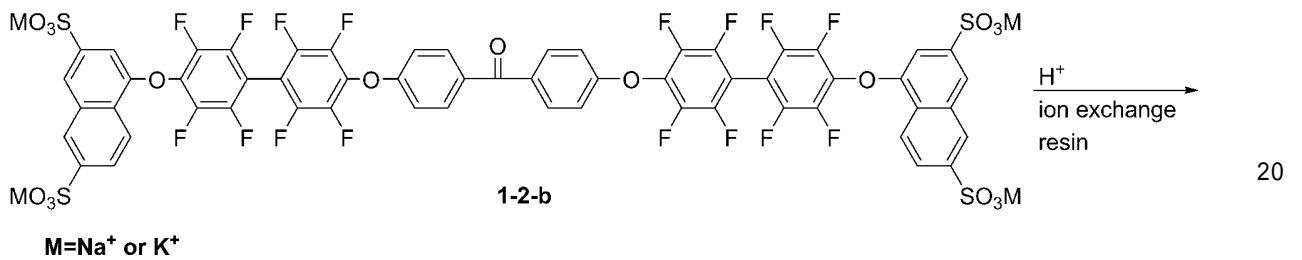
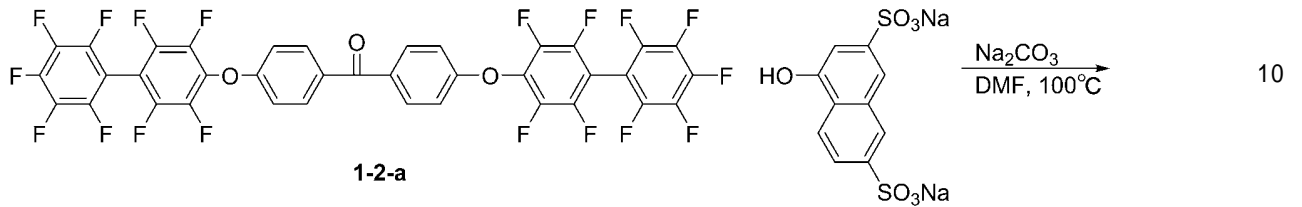
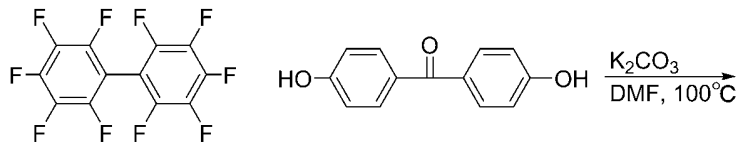
【0188】

図 2 は、化合物 1 - 1 の NMR スペクトルを示す図である。

【0189】

< 製造例 1 - 2 > - 化学式 1 - 2 の製造

【化17】



【0190】

(1) 化学式1-2-aの製造

4,4'-ジヒドロベンゾフェノン1.2gに、窒素雰囲気下、デカフルオロビフェニル15.0g、ポタシウムカーボネート1.55g、およびDMF56mlを順次に加えて、反応系を窒素置換した後、溶液温度100で6時間回転混合した。室温まで放置して温度を下げて、析出する化合物を再溶解するためにN,N-ジメチルホルムアミドを150ml加えて、室温で90分間回転混合した。混合終了後、この溶液を濾過して炭酸カリウムの残渣を除去し、減圧濃縮した。濃縮した化合物にエタノール100mlを添加し、50以上に加熱して残留するデカフルオロビフェニルをすべて溶解し、hot-filterを通過した。濾液は残存するデカフルオロビフェニルで溶媒を除去し、精製回収し、濾紙上の固体はカラムクロマトグラフィにより最終精製して、化学式1-2-aを製造した。 40

【0191】

(2) 化学式1-2-bの製造

ジソジウム1-ナフトール-3,6,-ジスルホネートハイドレート1.91gに、窒素雰囲気下、化学式1-2-a2.4g、ポタシウムカーボネート0.72g、およびDMF25mlを入れて、反応容器の内部を窒素に置換した後、内温を100にして6時間回転混合した。室温まで温度を下げて、析出する化合物を再溶解するためにDMFを125ml加えて、室温で90分間回転混合した。混合後、溶液を濾過して炭酸塩の残渣を除去し、溶液を減圧濃縮した。残存する不純物を除去するためにメタノール90mlを加えて、室温で30分以上回転混合した後、混濁液を濾過して濾液を取った。この時、メタ 50

ノール 90 ml を添加して残存する不純物を沈殿形態で分離し、これを濾過して不純物を取り除いた。メタノール溶解時、不純物によって濁らなくなるまで 2 回以上繰り返し精製した。この後、真空オープンにて乾燥して、化学式 1 - 2 - b を製造した。

【 0 1 9 2 】

(3) 化学式 1 - 2 の製造

化学式 1 - 2 - b 1 g に、超純水 30 ml を加えて溶解した後、陽イオン交換樹脂 DOWEX Monosphere (登録商標) 650 C を用いたカラムクロマトグラフィによりイオン交換をした。この後、pH 1 以下のものを減圧条件で濃縮乾燥した。濃縮後に溶媒を除去し、メチレンクロライドを入れて 24 時間攪拌して溶媒上で粉末化し、濾過して濾紙上の粉末を再び真空オープンにて乾燥して、化学式 1 - 2 を製造した。

10

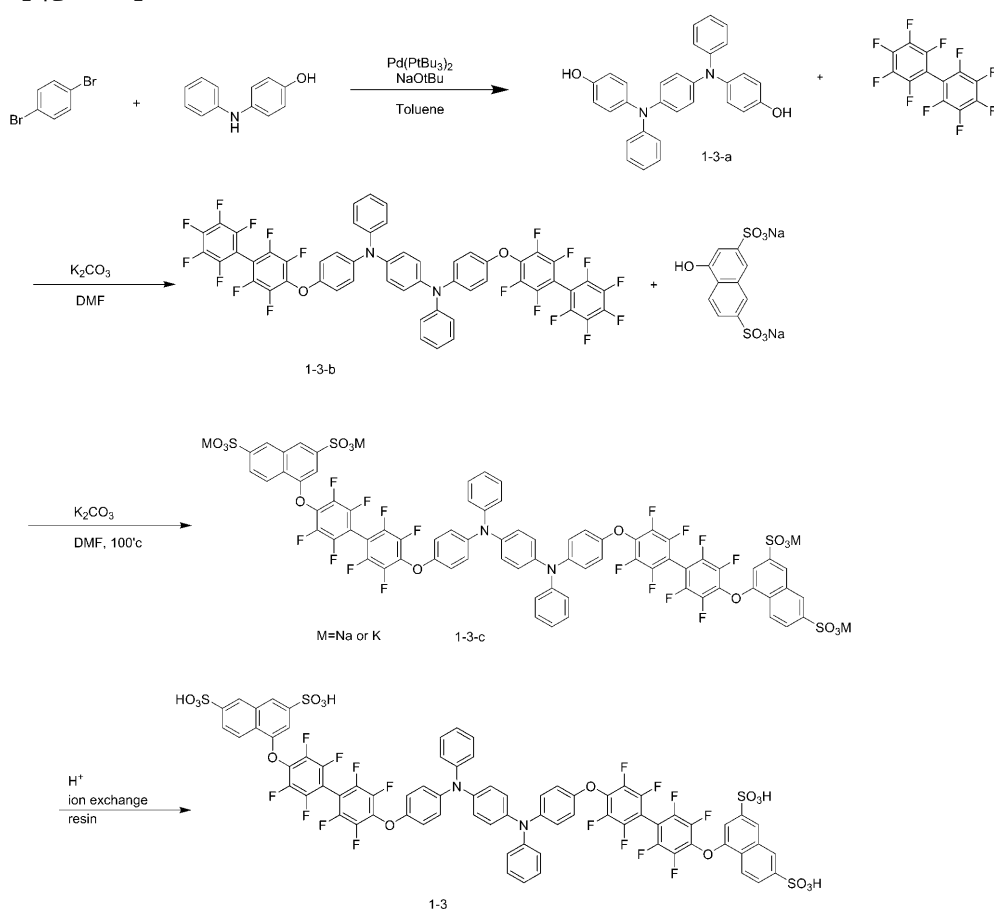
【 0 1 9 3 】

図 3 は、化学式 1 - 2 の NMR スペクトルを示す図である。

【 0 1 9 4 】

< 製造例 1 - 3 > - 化学式 1 - 3 の製造

【 化 1 8 】



20

30

【 0 1 9 5 】

(1) 化学式 1 - 3 - a の製造

1, 4 - ジブロモベンゼン (10 g、42.4 mmol)、4 - (フェニルアミノ) フェノール (16.5 g、89.02 mmol)、およびソジウム - tert - ブトキシド (NaOtBu 、12.2 g、127.2 mmol) に、脱気 (degassing) したトルエン (toluene) 150 ml を入れて溶かした。温度を 100 まで上げた後、ビス (トリ - tert - ブチルホスフィン) パラジウム (0.866 g、1.69 mmol) を入れて、約 18 時間反応した。温度を常温に下げた後、水を入れてエチルアセテート (ethyl acetate) を用いて有機層を抽出した。硫酸マグネシウム (MgSO_4) で乾燥し、パラジウム (palladium) を吸着させた後、セライト (celite) およびシリカ (silica) にそれぞれ濾過させた。反応溶液を濃縮し

50

、フラッシュカラムして、化学式 1 - 3 - a を合成した。

【 0 1 9 6 】

(2) 化学式 1 - 3 - b の製造

化学式 1 - 3 - a (3 g、6 . 7 5 m m o l) およびポタシウムカーボネート (2 . 3 3 g、1 6 . 8 m m o l) に、DMF (d i m e t h y l f o r m a m i d e) 1 5 0 m l を入れて溶かした。6 0 で約 3 0 分間攪拌した後、パーフルオロ - 1 , 1 ' - ビフェニル (2 2 . 5 g、6 7 . 5 m m o l) を入れて、温度を 9 0 に上げて約 4 時間攪拌した後、反応温度を冷やした。水を入れてエチルアセテート (e t h y l a c e t a t e) を用いて有機層を抽出し、M g S O ₄ でドライし、反応物を濃縮させた後、フラッシュカラムして、化学式 1 - 3 - b を合成した。

10

【 0 1 9 7 】

(3) 化学式 1 - 3 - c の製造

化学式 1 - 3 - b (2 . 4 g、2 . 2 3 m m o l) およびポタシウムカーボネート (0 . 6 2 g、4 . 4 6 m m o l) に、DMF 2 5 m l を入れて溶かした。6 0 で約 3 0 分間攪拌した後、ソジウム - 4 - ヒドロキシナフタレン - 2 , 7 - ジスルホネート (1 . 7 g、4 . 9 m m o l) を入れて、温度を 9 0 に上げて約 1 8 時間攪拌した後、反応温度を冷やした。DMF を 7 5 m l さらに入れて、濾過して塩を除去し、メタノールに溶けな部分が無くなるまで濾過を繰り返して、化学式 1 - 3 - c を合成した。

【 0 1 9 8 】

(4) 化学式 1 - 3 の製造

化学式 1 - 3 - c (1 g) に、水 3 0 m l およびメタノール 1 0 m l を入れて溶かした後、イオン交換樹脂 (6 5 0 C D O W E X (登録商標) M O N O S P H E R E (登録商標) 6 5 0 C) に流して、化学式 1 - 3 を合成した。

20

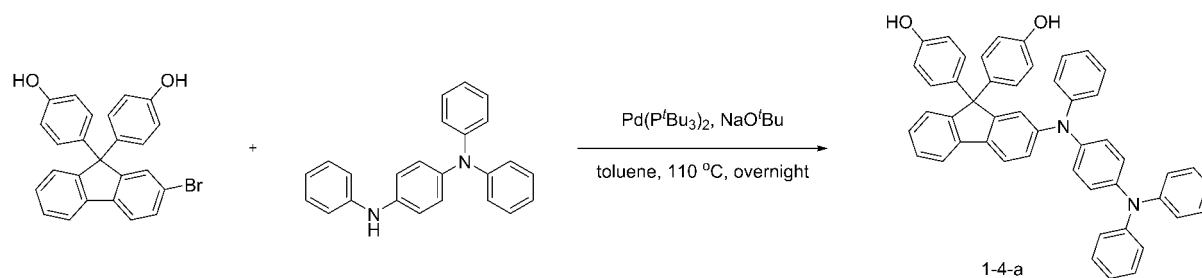
【 0 1 9 9 】

図 4 は、化学式 1 - 3 の M S スペクトルを示す図である。

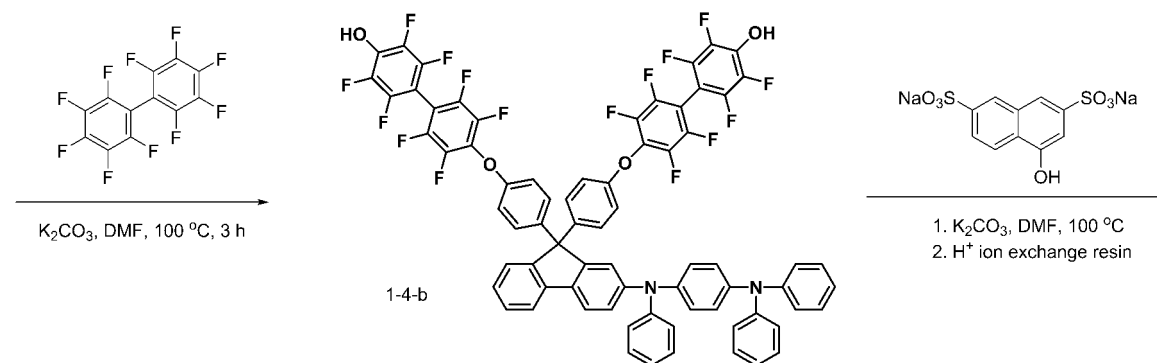
【 0 2 0 0 】

< 製造例 1 - 4 > - 化学式 1 - 4 の製造

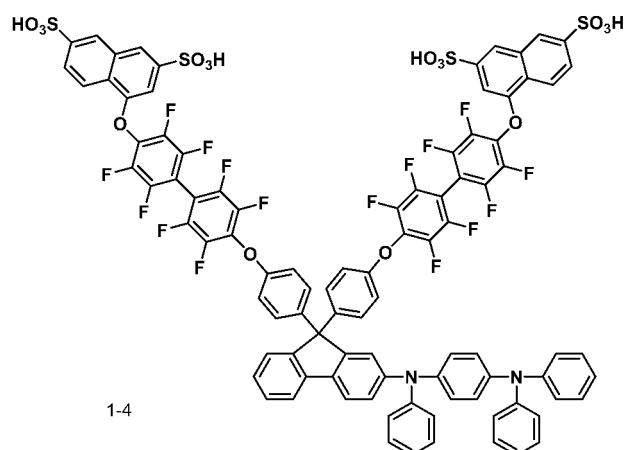
【化19】



10



20



30

【0201】

(1) 化学式1-4-aの製造

4,4'-(2-プロモ-9H-フルオレン-9,9-ジイル)ジフェノール(3.00 g、6.99 mmol)、トリフェニルアミン(2.59 g、7.68 mmol)、およびNaOtBu(3.36 g、34.9 mmol)に、窒素雰囲気下、脱気(degassing)したトルエン(toluene)およびテトラヒドロフラン(THF)をそれぞれ200 mL、50 mL入れて溶かした。温度を60 °Cまで上げて30分程度混合した後、ビス(トリ-tert-ブチルホスフィン)パラジウム(Pd(PtBu₃)₂)、0.18 g、0.35 mmol)をTHFに溶かしたものをに入れて、約18時間反応した。温度を常温に下げて、溶媒を除去した後、CH₂Cl₂/H₂Oで有機層を数回抽出した。MgSO₄で乾燥し、パラジウム(palladium)を吸着させた後、セライト(celite)、シリカ(silica)にそれぞれ濾過した。反応溶液を濃縮し、フラッシュカラムして、化合物1-4-aを合成した。

40

【0202】

(2) 化学式1-4-bの製造

化学式1-4-a(1.00 g、1.46 mmol)、パーフルオロ-1,1'-ビフェニル(4.88 g、14.6 mmol)、およびポタシウムカーボネート(0.30 g、2.19 mmol)に、DMF 50 mLを入れて溶かした。この後、100 °Cで約3時

50

間攪拌した。反応温度を冷やした後、過剰の水を入れて *ethyl acetate* を用いて有機層を抽出し、 $MgSO_4$ で乾燥し、反応物を濃縮させた後、フラッシュカラムして、化学式 1 - 4 - b を合成した。

【0203】

(3) 化学式 1 - 4 の製造

化学式 1 - 4 - b (0.41 g、0.31 mmol)、ソジウム - 4 - ヒドロキシナフタレン - 2,7 - ジスルホネート (0.33 g、0.94 mmol)、およびポタシウムカーボネート (0.04 g、0.31 mmol) に、DMF 10 mL を入れて溶かした。この後、100 で約 5 時間攪拌して反応を進行させた。反応温度を冷やした後、DMF を 75 mL さらに入れて、濾過して塩を除去し、メタノールに溶けない部分がなくなるまで濾過を繰り返して、金属塩中間体を合成した。この中間体 (0.50 g) に水 30 mL およびメタノール 10 mL を入れて溶かした後、約 100 mL の体積のイオン交換樹脂 (650 CDOWEX (登録商標) MONOSPHERE (登録商標) 650 C) に流して、化学式 1 - 4 を合成した。

10

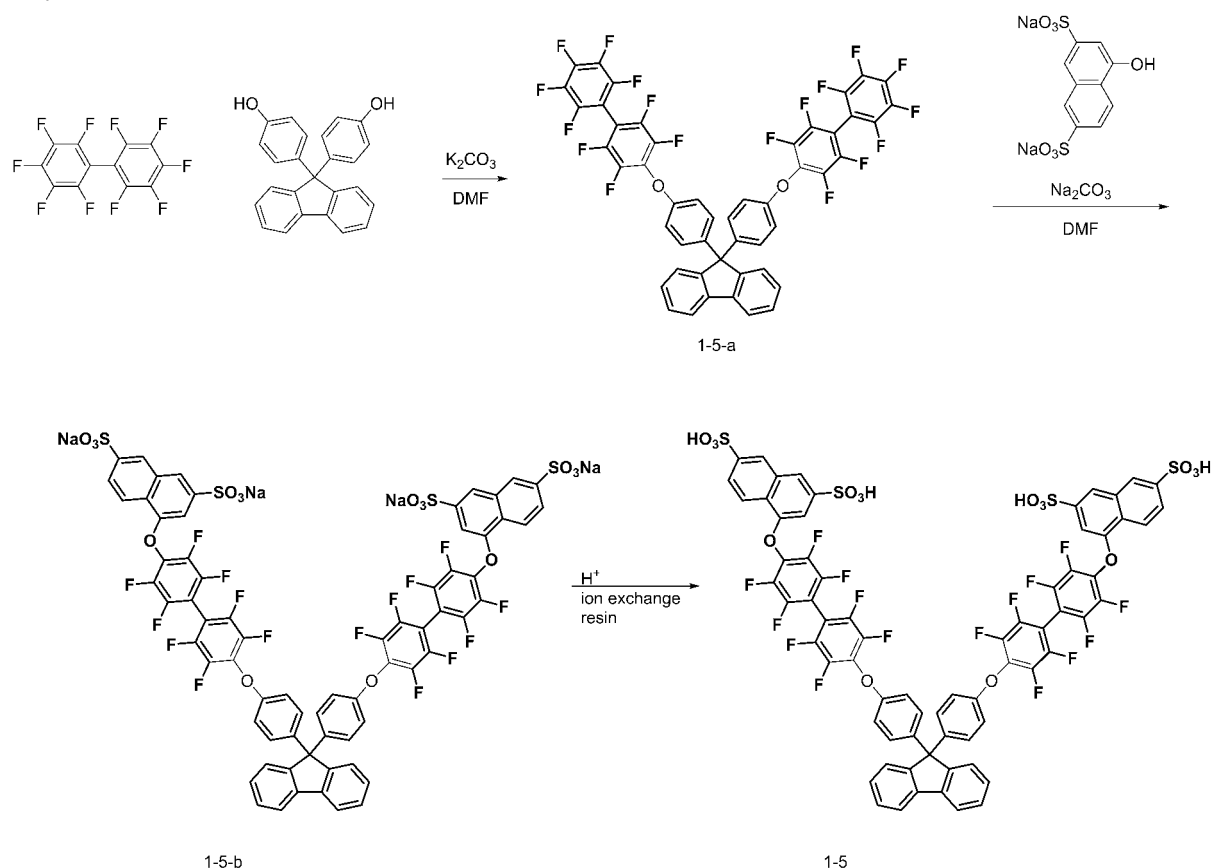
【0204】

図 5 は、化学式 1 - 4 の MS スペクトルを示す図である。

【0205】

< 製造例 1 - 5 > - 化学式 1 - 5 の製造

【化 20】



20

30

40

【0206】

(1) 化学式 1 - 5 - a の製造

デカフルオロフェニル (9.53 g)、4,4' - (9H - フルオレン - 9,9 - ジイル) ジフェノール (1 g)、およびポタシウムカーボネート (788 mg) を、DMF (28 mL) に溶かした後、100 で 14 時間反応した後、エチルアセテートと水を用いて洗浄および抽出し、 $MgSO_4$ で乾燥させた後、減圧した後、カラムクロマトグラフィして、化学式 1 - 5 - a を合成した。

【0207】

50

(2) 化学式 1 - 5 - b の製造

化学式 1 - 5 - a (1.5 g) および 1 - naphthol - 3, 6 - disulfonic acid disodium salt (1.235 g)、ソジウムカーボネート (341 mg) を DMF (15 ml) に溶かして、100 で 24 時間反応後、これを DMF 300 ml に溶かし、濾過して固体を除去した後、減圧して DMF を除去した。これをメタノールに溶かしてから濾過する過程を 5 回繰り返した。得られた固体をメチレンクロライドで追加不純物を除去した後、乾燥して、化学式 1 - 5 - b を合成した。

【0208】

(3) 化学式 1 - 5 の製造

化学式 1 - 5 - b (300 mg) を水 10 g に溶かした後、イオン交換樹脂を通過させて Na を H に交換した。この時、得られた水を減圧して除去して、化学式 1 - 5 を得た。

10

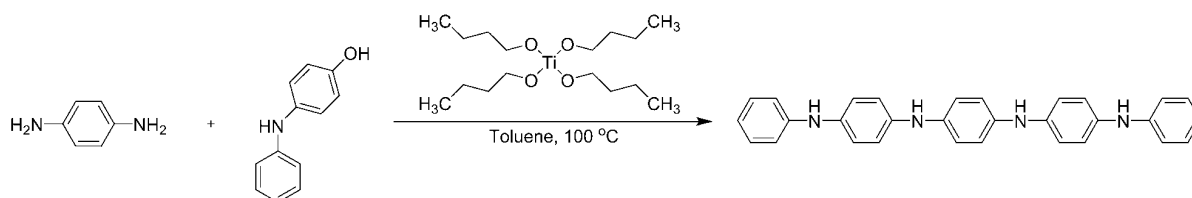
【0209】

図 6 は、化学式 1 - 5 の MS スペクトルを示す図である。

【0210】

< 製造例 1 - 6 > - 化学式 2 - 1 の製造

【化 2 1】



20

p - Phenylenediamine (2 g, 18.5 mmol) をトルエン 308 ml に溶解させ、これに tetra - n - butoxy titanium を入れた後、70 に加熱攪拌した。p - hydroxydiphenylamine (8.15 g, 44.4 mmol) を添加して、窒素雰囲気下、100 で 24 時間反応させた。反応終了後、反応液を濾過してトルエンおよびエーテルで順次に洗浄した後、乾燥して銀色結晶を得た。得られた結晶に対して、重量比 25 倍の dioxane anhydrous、重量比 0.2 倍モルの hydrazine monohydrate を加えて、反応系窒素置換して加熱還流した後、結晶を溶解した。得られた溶液にトルエンを入れて溶液を懸濁し加熱還流した後、濾過して固体を得た。濾液から析出した固体を、窒素雰囲気下、トルエン：ジオキサン = 1 : 1 で再結晶し、エーテルで順次に洗浄し、明るい灰色固体を得た。前記再結晶過程を繰り返して、より精製された化学式 2 - 1 を得た。

30

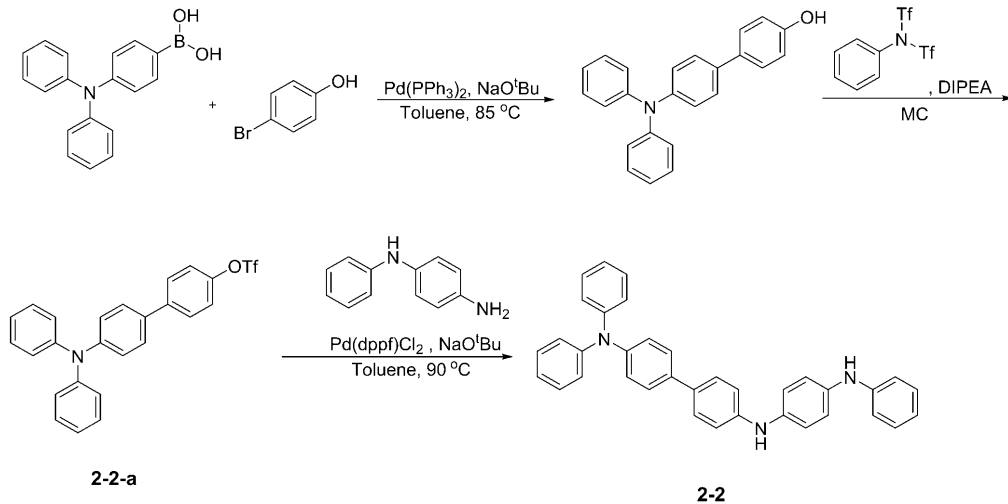
【0211】

図 7 は、化学式 2 - 1 の MS スペクトルを示す図である。

【0212】

< 製造例 1 - 7 > - 化学式 2 - 2 の製造

【化22】



10

【0213】

(1) 化学式 2 - 2 - a の製造

4 - (d i p h e n y l a m i n o) p h e n y l b o r o n i c a c i d (2 . 4 6 g 、 8 . 8 9 m m o l) を m e t h y l e n e c h l o r i d e 2 5 m l に 溶 か し、
 D i i s o p r o p y l a m i n e (3 . 2 m l 、 2 2 . 2 3 m m o l) を 添 加 し て、
 0 に 合 わ せ て 攪 拌 さ せ た。 3 0 分 後、 N - p h e n y l - b i s (t r i f l u o r o m e t h a n e s u l f o n i m i d e) (5 . 2 g 、 1 7 . 7 8 m m o l) を ゆ っ く り 添 加 し た。こ の 後、 常 温 に 温 度 を 徐 々 に 上 げ て 攪 拌 さ せ 続 け た。 1 時 間 後 に 反 応 終 結 後、 水 を 添 加 し、 m e t h y l e n e c h l o r i d e を 引 き 続 き 添 加 し た。 H₂O と b r i n e で 洗 浄 し た 後、 有 機 溶 媒 を 分 離 し て M g S O₄ で 乾 燥 さ せ る。こ の 後、 濾 液 を c e l i t e お よ び s i l i c a に 濾 過 し た。カ ラ ム ク ロ マ ト グ ラ フ ィ に よ り 化 学 式 2 - 2 - a を 得 た。

20

【0214】

(2) 化学式 2 - 2 の製造

A m i n e (2 . 5 5 g 、 5 . 4 3 m m o l) と [1 , 1 ' - B i s (d i p h e n y l p h o s p h i n o) f e r r o c e n e] d i c h l o r o p a l l a d i u m (I I) (1 1 9 m g 、 0 . 1 6 3 m m o l)、 s o d i u m t e r t - b u t o x i d e (1 . 8 g 、 1 9 m m o l) に m e t h y l e n e c h l o r i d e 1 8 m l を 入 れ て 溶 解 さ せ た。室 素 雰 囲 気 下、 9 0 に 加 熱 攪 拌 し た。 3 0 分 後、 t r i f l a t e r e a g e n t (1 g 、 5 . 4 3 m m o l) を m e t h y l e n e c h l o r i d e に 溶 か し て ゆ っ く り 添 加 し た。 1 時 間 半 攪 拌 さ せ た 後 に 反 応 が 終 結 す る と、エ チ ル ア セ テ ー ト お よ び 水 で w o r k u p を 進 行 さ せ た。 B r i n e で 混 合 物 を 洗 っ た 後、 有 機 層 を 分 離 し て M g S O₄ で 乾 燥 さ せ た。活 性 炭 処 理 ま で し た 後、 F i l t r a t i o n を 進 行 さ せ た。こ の 後、 濾 液 の 溶 媒 を 減 圧 蒸 発 装 置 を 用 い て 除 去 し た 後、カ ラ ム ク ロ マ ト グ ラ フ ィ に よ り 精 製 を 進 行 さ せ た。 E A / H E X 5 % の e l u e n t を 用 い て 物 質 を 不 純 物 か ら 分 離 し、
 M C / H E X 5 0 % の e l u e n t を 用 い て 再 カ ラ ム し た 後、 物 質 の 色 を 除 去 し た。 ピ ン ク 色 の 固 体 物 質 で あ る 化 学 式 2 - 2 を 約 5 % の 収 得 率 で 得 た (8 0 m g)。

30

40

【0215】

図 8 は、 化 学 式 2 - 2 の M S ス ペ ク ト ル を 示 す 図 で あ る。

【0216】

< 製 造 例 2 > - コ ー テ ィ ン グ 組 成 物 の 製 造

【0217】

< 製 造 例 2 - 1 >

ジメチルアセトアミド (D i m e t h y l a c e t a m i d e) に 前 記 化 学 式 2 - 1 お よ び 化 学 式 1 - 1 を 1 : 4 の 比 率 で 溶 か し て、 2 w t % 溶 液 の コ ー テ ィ ン グ 組 成 物 1 を 製

50

造した。

【0218】

< 製造例 2 - 2 >

ジメチルアセトアミド (Dimethylacetamide) に前記化学式 2 - 1 および化学式 1 - 2 を 1 : 4 の比率で溶かして、2 wt % 溶液のコーティング組成物 2 を製造した。

【0219】

< 製造例 2 - 3 >

ジメチルアセトアミド (Dimethylacetamide) に前記化学式 2 - 1 および化学式 1 - 4 を 1 : 4 の比率で溶かして、2 wt % 溶液のコーティング組成物 3 を製造した。

10

【0220】

< 製造例 2 - 4 >

ジメチルアセトアミド (Dimethylacetamide) に前記化学式 2 - 1 および化学式 1 - 5 を 1 : 4 の比率で溶かして、2 wt % 溶液のコーティング組成物 4 を製造した。

【0221】

< 製造例 2 - 5 >

ジメチルアセトアミド (Dimethylacetamide) に前記化学式 2 - 2 および化学式 1 - 2 を 1 : 4 の比率で溶かして、2 wt % 溶液のコーティング組成物 5 を製造した。

20

【0222】

< 製造例 2 - 6 >

ジメチルアセトアミド (Dimethylacetamide) に前記化学式 2 - 2 および化学式 1 - 5 を 1 : 4 の比率で溶かして、2 wt % 溶液のコーティング組成物 6 を製造した。

【0223】

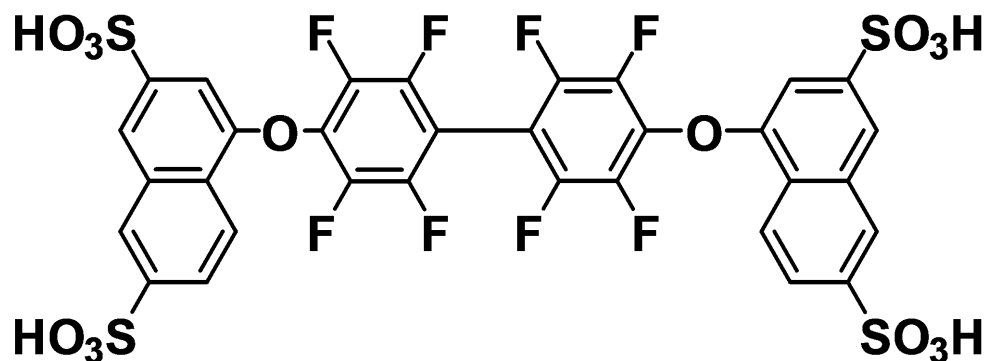
< 比較例 2 - 1 >

ジメチルアセトアミド (Dimethylacetamide) に前記化学式 2 - 1 および下記化合物 D 1 を 1 : 4 の比率で溶かして、2 wt % 溶液のコーティング組成物 7 を製造した。

30

[D 1]

【化 2 3】



40

【0224】

< 比較例 2 - 2 >

ジメチルアセトアミド (Dimethylacetamide) に前記化学式 2 - 2 および前記化合物 D 1 を 1 : 4 の比率で溶かして、2 wt % 溶液のコーティング組成物 8 を製造した。

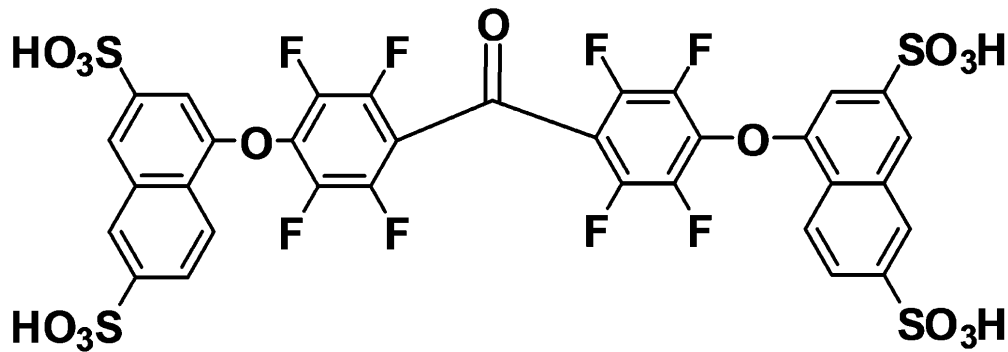
【0225】

< 比較例 2 - 3 >

50

ジメチルアセトアミド (Dimethylacetamide) に前記化学式 2 - 2 および下記化合物 D 2 を 1 : 4 の比率で溶かして、2 wt % 溶液のコーティング組成物 9 を製造した。

【D 2】
【化 2 4】



10

【0 2 2 6】

< 実施例 > - 有機発光素子の製造

【0 2 2 7】

< 実施例 1 >

ITO (indium tin oxide) が 1500 の厚さに薄膜蒸着されたガラス基板を、洗剤を溶かした蒸留水に入れて超音波洗浄した。ITO を 30 分間洗浄した後、蒸留水で 2 回繰り返し超音波洗浄を 10 分間進行させた。蒸留水洗浄が終わった後、イソプロピルアルコールおよびアセトンの溶剤で超音波洗浄をそれぞれ 30 分ずつして乾燥させた後、前記基板をグローブボックスに輸送させた。

20

【0 2 2 8】

このように準備された基板にコーティング組成物 1 をスピンコーティングして 300 の厚さにコーティングし、窒素雰囲気下、230 で 30 分間コーティング組成物を熱処理して正孔注入層を形成した。この後、前記正孔注入層上に下記化合物 HT - 1 を 1 wt / v % でトルエン (toluene) に溶かしてスピンコーティングして正孔輸送層を形成した。

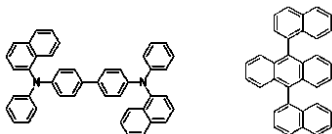
30

【0 2 2 9】

[化合物 HT - 1]

[化合物 EM - 1]

【化 2 5】

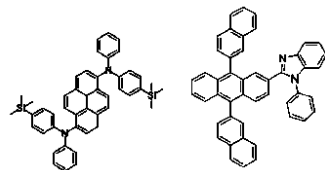


【0 2 3 0】

[化合物 EM - 2]

[化合物 ET - 1]

【化 2 6】



40

【0 2 3 1】

次に、真空蒸着機に搬送した後、前記正孔輸送層上に前記化合物 EM - 1 と化合物 EM - 2 とを 0.92 : 0.08 の比率で 200 の厚さに真空蒸着して発光層を形成した。前記発光層上に前記化合物 ET - 1 を 350 の厚さに真空蒸着して電子注入および輸送層を形成した。前記電子注入および輸送層上に、順次に、12 の厚さに LiF と 200

50

0 の厚さにアルミニウムを蒸着してカソードを形成した。

【0232】

前記過程で、有機物の蒸着速度は0.4~0.7 / secを維持し、カソードのLiFは0.3 / sec、アルミニウムは2 / secの蒸着速度を維持し、蒸着時の真空度は $2 \times 10^{-7} \sim 5 \times 10^{-8}$ torrを維持した。

【0233】

その後、ガラスに密封ガラスとガラス基板とを、光硬化性エポキシ樹脂を用いて接合させることにより密封を行って、多層構造の有機発光素子を作製した。この後の操作は大気中、室温(25)で行った。

【0234】

<実施例2>

前記実施例1におけるコーティング組成物1の代わりにコーティング組成物2を用いたことを除けば、実施例1と同様の方法で有機発光素子を作製した。

【0235】

<実施例3>

前記実施例1におけるコーティング組成物1の代わりにコーティング組成物3を用いたことを除けば、実施例1と同様の方法で有機発光素子を作製した。

【0236】

<実施例4>

前記実施例1におけるコーティング組成物1の代わりにコーティング組成物4を用いたことを除けば、実施例1と同様の方法で有機発光素子を作製した。

【0237】

<実施例5>

前記実施例1におけるコーティング組成物1の代わりにコーティング組成物5を用いたことを除けば、実施例1と同様の方法で有機発光素子を作製した。

【0238】

<実施例6>

前記実施例1におけるコーティング組成物1の代わりにコーティング組成物6を用いたことを除けば、実施例1と同様の方法で有機発光素子を作製した。

【0239】

<比較例1>

前記実施例1におけるコーティング組成物1の代わりにコーティング組成物7を用いたことを除けば、実施例1と同様の方法で有機発光素子を作製した。

【0240】

<比較例2>

前記実施例1におけるコーティング組成物1の代わりにコーティング組成物8を用いたことを除けば、実施例1と同様の方法で有機発光素子を作製した。

【0241】

<比較例3>

前記実施例1におけるコーティング組成物1の代わりにコーティング組成物9を用いたことを除けば、実施例1と同様の方法で有機発光素子を作製した。

【0242】

前記実施例1~6および比較例1~3により作製された有機発光素子に電流を印加した時、電圧、効率、色座標および寿命を測定し、その結果を下記表1および表2に示した。T90は、輝度が初期輝度より90%に減少するのにかかる時間を意味し、T95は、輝度が初期輝度より95%に減少するのにかかる時間を意味する。

10

20

30

40

【表 1】

実験結果	コーティング組成物	Volt (V)	QE (%)	CIE _x	CIE _y	T90 (hr)
実施例 1	コーティング組成物 1	4.21	4.68	0.136	0.106	71
実施例 2	コーティング組成物 2	4.33	4.64	0.135	0.116	135
実施例 3	コーティング組成物 3	4.58	4.70	0.137	0.105	90
実施例 4	コーティング組成物 4	4.23	4.92	0.137	0.105	68
比較例 1	コーティング組成物 7	4.35	4.42	0.137	0.105	45

10

【0243】

前記表 1 から明らかなように、本明細書の化学式 1 で表される化合物および化学式 2 で表される化合物を含むコーティング組成物を正孔注入層として用いて作製した有機発光素子の場合、比較例 1 に比べて、長寿命の特性を示すことが分かる。

20

【表 2】

実験結果	コーティング組成物	Volt (V)	QE (%)	CIE _x	CIE _y	T95 (hr)
実施例 5	コーティング組成物 5	4.95	4.32	0.137	0.117	141
実施例 6	コーティング組成物 6	4.70	4.66	0.136	0.114	82
比較例 2	コーティング組成物 8	4.76	4.34	0.137	0.114	42
比較例 3	コーティング組成物 9	4.32	4.41	0.137	0.116	67

30

【0244】

前記表 2 から明らかなように、本明細書の化学式 1 で表される化合物および化学式 2 で表される化合物を含むコーティング組成物を正孔注入層として用いて作製した有機発光素子の場合、比較例 2 および 3 に比べて、長寿命の特性を示すことが分かる。

40

【0245】

以上、本発明の好ましい実験例（正孔注入層）について説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、特許請求の範囲と発明の詳細な説明の範囲内で多様に変形して実施することが可能であり、これも発明の範疇に属する。

【符号の説明】

【0246】

- 101：基板
- 201：アノード
- 301：正孔注入層
- 401：正孔輸送層

50

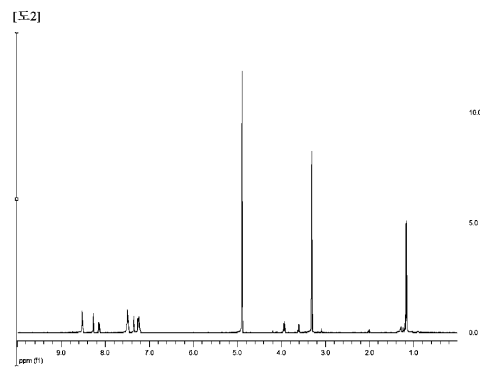
- 5 0 1 : 発光層
- 6 0 1 : 電子輸送層
- 7 0 1 : カソード

【 図 1 】

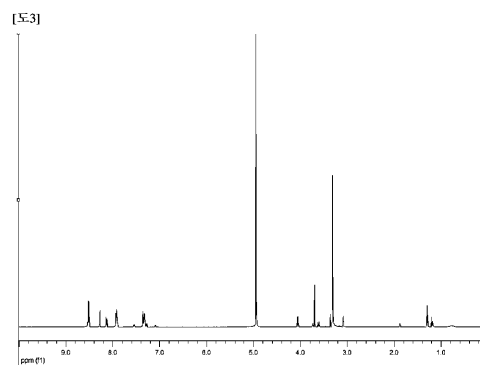
[図 1]

701
601
501
401
301
201
101

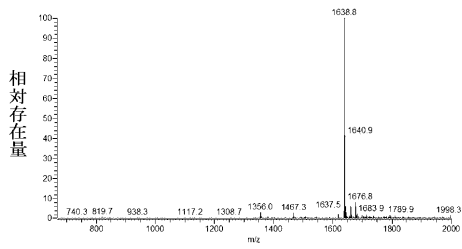
【 図 2 】



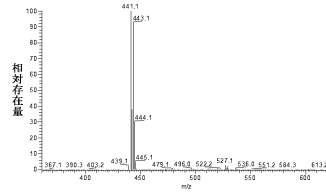
【 図 3 】



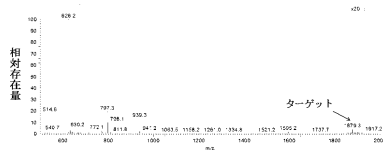
【図4】



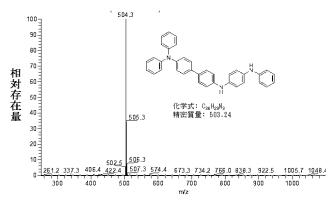
【図7】



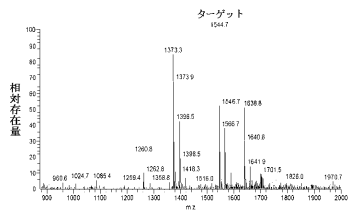
【図5】



【図8】



【図6】



フロントページの続き

- (72)発明者 キム、ファキュン
大韓民国・ソウル・ヨンドウンポ - グ・ヨイ - デロ・128 エルジー・ケム・リミテッド内
- (72)発明者 ベ、ジェスーン
大韓民国・ソウル・ヨンドウンポ - グ・ヨイ - デロ・128 エルジー・ケム・リミテッド内
- (72)発明者 シン、ヒョナ
大韓民国・ソウル・ヨンドウンポ - グ・ヨイ - デロ・128 エルジー・ケム・リミテッド内
- (72)発明者 ユ、ソヨン
大韓民国・ソウル・ヨンドウンポ - グ・ヨイ - デロ・128 エルジー・ケム・リミテッド内
- (72)発明者 リー、ジャエチョル
大韓民国・ソウル・ヨンドウンポ - グ・ヨイ - デロ・128 エルジー・ケム・リミテッド内
- (72)発明者 ジュン、セジン
大韓民国・ソウル・ヨンドウンポ - グ・ヨイ - デロ・128 エルジー・ケム・リミテッド内

審査官 川口 聖司

- (56)参考文献 特開2011-119411(JP, A)
国際公開第2008/129947(WO, A1)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H05B 33/00 - 33/28
H01L 51/50
C09D 7/63
CAplus/REGISTRY(STN)

專利名称(译)	包含化合物的涂料组合物和包含该组合物的有机发光器件		
公开(公告)号	JP6683337B2	公开(公告)日	2020-04-15
申请号	JP2019510971	申请日	2018-06-01
[标]申请(专利权)人(译)	乐金化学股份有限公司		
申请(专利权)人(译)	Eruji化学有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	Eruji化学有限公司		
[标]发明人	カンエスダ キムファキユン ベジェスーン リージャエチヨル		
发明人	ファン、ミンホ カン、エスダ キム、ファキユン ベ、ジェスーン シン、ヒヨナ ユ、ソヨン リー、ジャエチヨル ジュン、セジン		
IPC分类号	H01L51/50 H05B33/10 C09D7/63		
CPC分类号	H01L51/0022 H01L51/0054 H01L51/0058 H01L51/0059 H01L51/006 H01L51/0094 H01L2251/308 H01L51/52 H01L51/56 C07C211/54 C07C309/35 H01L51/0003 H01L51/5056 H01L51/5088		
FI分类号	H05B33/22.D H05B33/14.A H05B33/10 C09D7/63		
优先权	1020170086663 2017-07-07 KR		
其他公开文献	JP2019532495A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本说明书涉及包含化合物的涂料组合物和包含该化合物的有机发光装置。

(19) 日本国特許庁(JP)	(12) 特許公報(B2)	(11) 特許番号 特許第6683337号 (P6683337)
(45) 発行日 令和2年4月15日(2020.4.15)	(24) 登録日 令和2年3月30日(2020.3.30)	
(51) Int. Cl. H01L 51/50 (2006.01) H05B 33/10 (2006.01) C09D 7/63 (2018.01)	F I H05B 33/22 D H05B 33/14 A H05B 33/10 C09D 7/63	
請求項の数 10 (全 43 頁)		
(21) 出願番号 特願2019-510971 (P2019-510971)	(73) 特許権者 500239823 エルジー・ケム・リミテッド 大韓民国 07336 ソウル、ヨンドゥン ンポグ、ヨイデオ 128	
(86) (22) 出願日 平成30年6月1日(2018.6.1)		
(65) 公表番号 特表2019-532495 (P2019-532495A)		
(43) 公表日 令和1年11月7日(2019.11.7)	(74) 代理人 110000877 龍華国際特許業務法人	
(86) 国際出願番号 PCT/KR2018/006286		
(87) 国際公開番号 W02019/009521		
(87) 国際公開日 平成31年1月10日(2019.1.10)	(72) 発明者 ファン、ミンホ 大韓民国・ソウル、ヨンドゥンポグ・ヨ イデオ・128 エルジー・ケム・リミ テッド内	
審査請求日 平成31年3月4日(2019.3.4)		
(31) 優先権主張番号 10-2017-0086663		
(32) 優先日 平成29年7月7日(2017.7.7)	(72) 発明者 カン、エスダ 大韓民国・ソウル、ヨンドゥンポグ・ヨ イデオ・128 エルジー・ケム・リミ テッド内	
(33) 優先権主張国・地域又は機関 韓国 (KR)		
最終頁に続く		

(54) 【発明の名称】 化合物を含むコーティング組成物およびこれを含む有機発光素子