



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2010년05월04일
(11) 등록번호 10-0955993
(24) 등록일자 2010년04월26일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-7002705

(22) 출원일자(국제출원일자) 2007년11월08일

심사청구일자 2010년03월18일

(85) 번역문제출일자 2009년02월10일

(65) 공개번호 10-2009-0086057

(43) 공개일자 2009년08월10일

(86) 국제출원번호 PCT/JP2007/071728

(87) 국제공개번호 WO 2008/056746

국제공개일자 2008년05월15일

(30) 우선권주장

JP-P-2006-303733 2006년11월09일 일본(JP)

(56) 선행기술조사문헌

JP2006183048 A

US20060063037 A1

JP평성11176578 A

JP평성11167215 A

전체 청구항 수 : 총 8 항

(73) 특허권자

신닛테츠가가쿠 가부시카이가이샤

일본국 도쿄도 치요다쿠 소토칸다 4초메 14반 1고

(72) 발명자

카이 타카히로

일본국 후쿠오카현 기타큐슈시 토바타쿠 오아자
나카마루 사키노하마 46반치노 80 신닛테츠가가쿠
가부시카이가이샤 내

코모리 마사키

일본국 후쿠오카현 기타큐슈시 토바타쿠 오아자
나카마루 사키노하마 46반치노 80 신닛테츠가가쿠
가부시카이가이샤 내

야마모토 토시히로

일본국 후쿠오카현 기타큐슈시 토바타쿠 오아자
나카마루 사키노하마 46반치노 80 신닛테츠가가쿠
가부시카이가이샤 내

(74) 대리인

윤동열

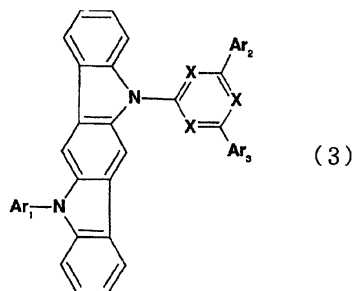
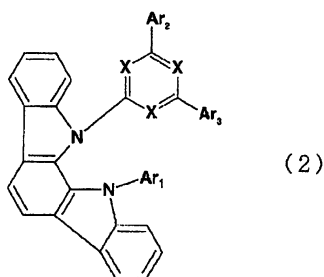
심사관 : 오현식

(54) 유기 전계 발광 소자용 화합물 및 유기 전계 발광 소자

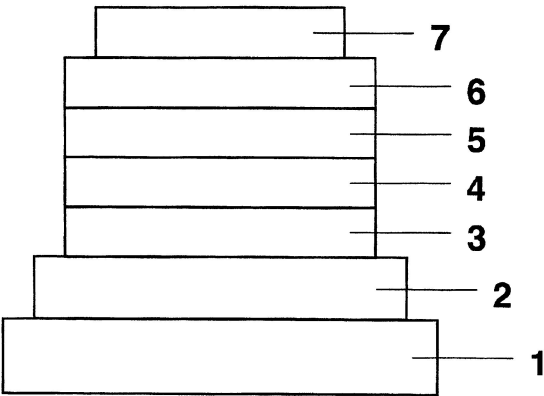
(57) 요약

소자의 발광 효율을 개선하고, 구동 안정성을 충분히 확보하면서 간단한 구성을 가지는 유기 전계 발광 소자(유기 EL 소자)를 제공한다.

본 발명의 유기 EL 소자는, 기판상에 적층된 양극과 음극 사이에 발광층을 가지는 유기 전계 발광 소자로서, 상기 발광층이 인광 발광성 도펀트와 인돌로카르바졸 유도체를 호스트 재료로서 함유하는 유기 전계 발광 소자이다. 인돌로카르바졸화합물로서는 하기 식(2) 또는 (3)으로 표현되는 화합물이 예시된다. 또한 식 중 X는 N 또는 CH인데 X의 적어도 하나는 N이며, Ar₁~Ar₃은 치환기를 가져도 되는 방향족기이다.



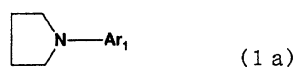
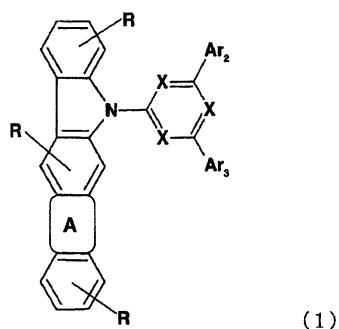
대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

하기 일반식(1)로 표현되는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자용 화합물.



(여기서, 환 A는 인접환과 임의의 위치에서 축합하는 식(1a)로 표현되는 복소환을 나타내고, X는 CH 또는 N을 나타내며, X 중 적어도 하나는 질소원자이다. Ar₁~Ar₃은 독립적으로 축환 구조가 아닌 치환 혹은 미치환의 방향족 탄화수소기 또는 방향족 복소환기를 나타내고, Ar₂ 또는 Ar₃은 X를 포함하는 환과 축합환을 형성해도 된다. R은 독립적으로 수소, 알킬기, 아릴킬기, 알케닐기, 알키닐기, 시아노기, 디알킬아미노기, 디아릴아미노기, 디알킬아미노기, 아미노기, 니트로기, 아실기, 알콕시카르보닐기, 카르복실기, 알콕실기, 알킬술포닐기, 할로알킬기, 수산기, 아미드기, 페녹시기, 알킬티오기, 치환 혹은 미치환의 탄소수 5~18인 방향족 탄화수소기, 또는 탄소수 3~17인 방향족 복소환기를 나타낸다.)

청구항 2

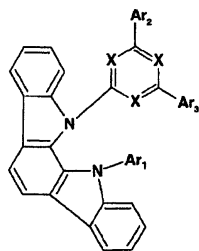
제1항에 있어서,

일반식(1)에 있어서, $Ar_1 \sim Ar_3$ 이 독립적으로 치환 혹은 미치환의 페닐기, 또는 치환 혹은 미치환의 탄소수 2~5인 방향족 복소환기로 이루어지는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자용 화합물.

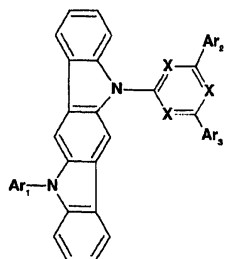
청구항 3

제1항에 있어서,

하기 일반식(2) 또는 (3)으로 표현되는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자용 화합물.



(2)



(3)

(여기서, X 및 Ar₁~Ar₃은 식(1) 및 (1a) 중의 X 및 Ar₁~Ar₃과 동일하다.)

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 기재된 유기 전계 발광 소자용 화합물을 포함하는 유기층을 가지는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 5

제4항에 있어서,

유기 전계 발광 소자용 화합물을 포함하는 유기층이 발광층, 정공 수송층, 전자 수송층 및 정공 저지 소자층으로부터 선택되는 적어도 하나의 층인 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 6

제4항에 있어서,

유기 전계 발광 소자용 화합물을 포함하는 유기층이 기관상에 적층된 양극과 음극 사이에 발광층을 가지는 유기 전계 발광 소자의 발광층으로서, 상기 발광층이 인광 발광성 도펀트와 상기 유기 전계 발광 소자용 화합물을 호스트 재료로서 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 7

제6항에 있어서,

양극과 발광층 사이에 정공 주입 수송층을 가지며, 음극과 발광층 사이에 전자 주입 수송층을 가지고 이루어지는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 8

제7항에 있어서,

발광층과 전자 주입 수송층 사이에 정공 저지층을 가지고 이루어지는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 신규의 유기 전계 발광 소자용 화합물 및 유기 전계 발광 소자(이하, 유기 EL 소자라 칭함)에 관한 것으로서, 상세하게는 인광 발광 도펀트와 특정 구조를 가지는 호스트화합물을 병용함으로써, 고휘도율을 나타내는 유기 EL 소자에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 일반적으로, 유기 EL 소자는, 그 가장 간단한 구조로서는 발광층 및 상기 층을 끼운 한 쌍의 대향 전극으로 구성되어 있다. 즉, 유기 EL 소자에서는, 양 전극간에 전계가 인가되면, 음극으로부터 전자가 주입되고, 양극으로부터 정공이 주입되어, 이들이 발광층에 있어서 재결합 에너지 준위가 전도대로부터 가전자대로 돌아올 때에 에너지로서 광을 방출하는 현상을 이용한다.

[0003] 최근, 유기 박막을 사용한 EL 소자의 개발이 행해지게 되었다. 특히 발광 효율을 높이기 위해, 전극으로부터 캐리어 주입의 효율 향상을 목적으로 하여 전극 종류의 최적화를 행하고, 방향족 디아민으로 이루어지는 정공 수송층과 8-히드록시퀴놀린알루미늄 착체(이하, Alq3이라 칭함)로 이루어지는 발광층을 전극간에 박막으로서 마련한 소자의 개발에 의해, 종래의 안트라센 등의 단결정을 사용한 소자에 비해 대폭의 발광 효율의 개선이 이루어진 것에서, 자발광·고속 응답성 등의 특징을 가지는 고성능 플랫 패널에의 실용을 목표로 하여 진행되어 왔다.

[0004] 또한 소자의 발광 효율을 높이는 시도로서 형광이 아닌 인광을 사용하는 것도 검토되고 있다. 상기의 방향족 디아민으로 이루어지는 정공 수송층과 Alq3으로 이루어지는 발광층을 마련한 소자를 비롯한 많은 소자가 형광 발광을 이용한 것이었는데, 인광 발광을 사용하는, 즉, 삼중항 여기상태로부터의 발광을 이용하면 종래의 형광(일중항)을 사용한 소자에 비해 3배 정도의 효율 향상이 기대된다. 이 목적을 위해 쿠마린 유도체나 벤조페논 유도체를 발광층으로 하는 것이 검토되어 왔지만, 매우 낮은 휘도 밖에 얻어지지 않았다. 그 후, 삼중항 상태를 이용하는 시도로서 유로퓸 착체를 사용하는 것이 검토되어 왔지만, 이것도 고효율의 발광에는 이르지 못했다.

[0005] [특허문헌 1] 일본국 공표특허공보 2003-515897호

[0006] [특허문헌 2] 일본국 공개특허공보 2001-313178호

[0007] [특허문헌 3] 일본국 공개특허공보 2002-305083호

[0008] [특허문헌 4] 일본국 공개특허공보 2002-352957호

[0009] [특허문헌 5] 일본국 공개특허공보 평11-162650호

[0010] [특허문헌 6] 일본국 공개특허공보 평11-176578호

[0011] 유기 EL 소자의 발광층에 사용하는 인광 발광 도펀트로서는 특허문헌 1 등에 다수 개시되어 있다. 대표적으로는, 트리스(2-페닐피리딘)이리듐 착체(이하, Ir(ppy)3이라 칭함)가 있다.

[0012] 유기 EL 소자의 발광층에 사용하는 호스트 재료로서 제안되어 있는 것은 특허문헌 2에서 소개되어 있는 카르바졸화합물인 CBP이다. 녹색 인광 발광 재료인 Ir(ppy)3의 호스트 재료로서 CBP를 사용하면, CBP는 정공을 흘러 보내기 쉽고 전자를 흘러 보내기 어려운 특성상, 전하 주입 밸런스가 무너지고 과잉한 정공은 전자 수송층층으로 유출되어, 결과적으로 Ir(ppy)3으로부터의 발광 효율이 저하한다.

[0013] 상기의 해결 수단으로서, 예를 들면 특허문헌 3과 같이, 발광층과 전자 수송층 사이에 정공 저지층을 마련하는 수단이 있다. 이 정공 저지층에 의해 정공을 발광층 중에 효율적으로 축적함으로써, 발광층 중에서의 전자와의 재결합 확률을 향상시켜 발광의 고효율화를 달성할 수 있다. 현 상황에서 일반적으로 사용되고 있는 정공 저지 재료로서 2,9-디메틸-4,7-디페닐-1,10-페난트롤린(이하, BCP라 칭함) 및 p-페닐페놀라토-비스(2-메틸-8-퀴놀리놀라토-N1,08)알루미늄(이하, BAlq라 칭함)을 들 수 있다. 이것에 의해 전자 수송층에서 전자와 정공의 재결합이 일어나는 것을 방지할 수 있지만, BCP는 실온에서도 결정화하기 쉬운 재료로서의 신뢰성이 떨어지기 때문에 소자 수명이 매우 짧다. 또한 BAlq는 Tg가 약 100℃로 비교적 양호한 소자 수명 결과가 보고되어 있지만, 정공 저지 능력이 충분하지 않아 Ir(ppy)3으로부터의 발광 효율은 저하한다.

[0014] 한편, 특허문헌 4에서 소개되어 있는 3-페닐-4-(1'-나프틸)-5-페닐-1,2,4-트리아졸(이하, TAZ라 칭함)도 인광 유기 EL 소자의 호스트 재료로서 제안되어 있는데, 전자를 흘려 보내기 쉽고 정공을 흘려 보내기 어려운 특성상 발광영역이 정공 수송층측이 된다. 따라서, 정공 수송층의 재료에 따라서는 Ir(ppy)₃과의 상생(相生) 문제에 의해, Ir(ppy)₃으로부터의 발광 효율이 저하하는 것도 생각된다. 예를 들면, 정공 수송층으로서 고성능, 고신뢰성, 고수명의 면에서 가장 많이 사용되고 있는 4,4'-비스(N-(1-나프틸)-N-페닐아미노)비페닐(이하, NPB라 칭함)은 Ir(ppy)₃과의 상생이 좋지 않아, Ir(ppy)₃으로부터 NPB에 에너지 천이가 일어나 발광 효율이 저하한다는 문제가 있다.

[0015] 또한 특허문헌 5 및 6에서 개시되어 있는 인돌로카르바졸화합물은 정공 수송 재료로서의 사용이 추천되고 있고, 화합물의 안정성도 알려져 있지만, 인광 호스트 재료로서의 사용을 가르치는 것은 아니다. 또한 화합물의 구조도 본 발명의 화합물과 상이하다.

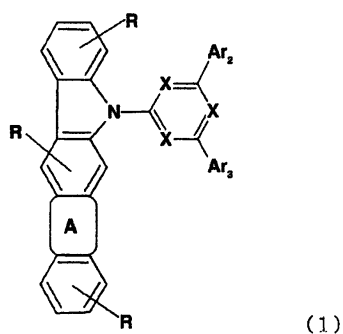
발명의 상세한 설명

[0016] 유기 EL 소자를 플랫 패널·디스플레이 등의 표시 소자에 응용하기 위해서는, 소자의 발광 효율을 개선하는 동시에 구동시의 안정성을 충분히 확보할 필요가 있다. 본 발명은 상기 현 상황에 비추어, 고효율이면서 높은 구동 안정성을 가진 실용상 유용한 유기 EL 소자 및 그에 적합한 화합물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0017] 본 발명자들은 예의 검토한 결과, 특정 구조의 화합물을 유기 EL 소자에 사용함으로써, 상기 과제를 해결할 수 있는 것을 찾아내어 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0018] 즉, 본 발명은, 특정 인돌로카르바졸 골격의 화합물을 사용함으로써, 고효율이면서 높은 구동 안정성을 가진 실용상 유용한 유기 EL 소자를 제공하는 것이다.

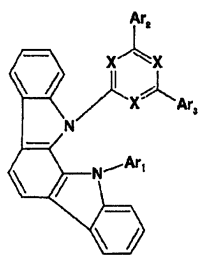
[0019] 본 발명의 유기 전계 발광 소자용 화합물은 하기 일반식(1)로 표현된다.



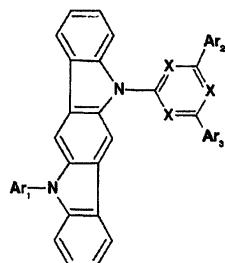
[0020]

[0021] 여기서, 환 A는 인접환과 임의의 위치에서 축합하는 식(1a)로 표현되는 복소환을 나타내고, X는 N 또는 CH를 나타내며, X 중 적어도 하나는 질소원자이다. Ar₁~Ar₃은 독립적으로 축환 구조가 아닌 치환 혹은 미치환의 방향족 탄화수소기 또는 방향족 복소환기를 나타내고, Ar₂, Ar₃은 X를 포함하는 환과 축합환을 형성해도 된다. R은 수소 또는 1가의 치환기를 나타낸다.

[0022] 일반식(1)로 표현되는 유기 전계 발광 소자용 화합물에는 하기 일반식(2) 또는 (3)으로 표현되는 화합물이 있다.



(2)



(3)

[0023]

[0024]

일반식(2) 및 (3) 중 X 및 Ar₁~Ar₃은 일반식(1)의 그들과 동일하다.

[0025]

또한 본 발명은, 상기의 유기 전계 발광 소자용 화합물을 포함하는 유기층을 가지는 유기 전계 발광 소자이다. 유리하계는, 기관상에 적층된 양극과 음극 사이에 발광층을 가지는 유기 전계 발광 소자로서, 상기 발광층이 인광 발광성 도펀트와 상기 일반식(1), (2) 또는 (3)으로 표현되는 유기 전계 발광 소자용 화합물을 호스트 재료로서 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자이다.

실시예

[0032]

이하, 본 발명의 실시의 형태를 상세하게 설명한다.

[0033]

본 발명의 유기 EL 소자용 화합물은 상기 일반식(1)로 표현된다. 일반식(1)로 표현되는 화합물은 카르바졸환과, 인돌환이 축합된 인돌로카르바졸 골격을 가진다. 그리고, 3개의 X를 포함하는 환(X 함유환이라 칭함)이 카르바졸환의 N에 결합하고, 각 환에 R 또는 Ar₁~Ar₃이 결합한 구조를 가진다. 또한 인돌환은 환 A와 벤젠환의 축합환이다.

[0034]

식 중 환 A는 인접환과 축합하는 식(1a)로 표현되는 복소환을 나타낸다. 여기서, 식(1a)로 표현되는 복소환은 인접하는 카르바졸환의 임의의 위치에서 축합할 수 있다. 구체적으로는 카르바졸환의 2,3-위치, 3,4-위치 또는 4,5-위치의 위치에서 축합할 수 있다.

[0035]

카르바졸환의 N에 결합하는 X 함유환에 있어서, X는 CH 또는 N을 나타내는데, 적어도 하나의 X는 질소원자이다. 바람직하게는 1, 2 또는 3개의 X가 질소원자이다.

[0036]

Ar₁~Ar₃은 축환 구조가 아닌 치환 혹은 미치환의 방향족 탄화수소기 또는 축환 구조가 아닌 치환 혹은 미치환의 방향족 복소환기를 나타낸다. 바람직한 미치환의 방향족 탄화수소기로서는 페닐기, 비페닐기, 터페닐기, 테트라페닐기 등을 들 수 있다. 바람직한 미치환의 방향족 복소환기로서는 피리딜기, 피리미딜기, 트리아질기, 이미다졸릴기, 티에닐기 등을 들 수 있다.

[0037]

이들 방향족 탄화수소기 또는 방향족 복소환기가 치환기를 가지는 경우, 바람직한 치환기로서는 C₁~C₄의 알킬기, C₁~C₄의 알콕시기, 페녹시기, 알킬티오기, 치환 아미노기, 아세틸기 등을 들 수 있다. 또한 탄소수 5~18인 방향족 탄화수소기, 및 탄소수 3~17인 방향족 복소환기 등을 들 수 있다.

[0038]

또한 Ar₂ 또는 Ar₃은 X 함유환과 축합하여 축합환을 형성해도 된다.

[0039]

카르바졸환의 N에 결합하는 X 함유환에 있어서, 이 환이 피리딘환인 경우는, 일반식(1)에 있어서, 카르바졸환의 N에 결합하는 탄소에 대하여 p-위치의 X가 질소인 것이 바람직하고, 피리미딘환인 경우는 o-위치의 2개의 X가 질소인 것이 바람직하다.

[0040]

R은 수소 또는 1가의 치환기를 나타낸다. R은 독립적으로 수소 또는 알킬기, 아릴킬기, 알케닐기, 알키닐기, 시

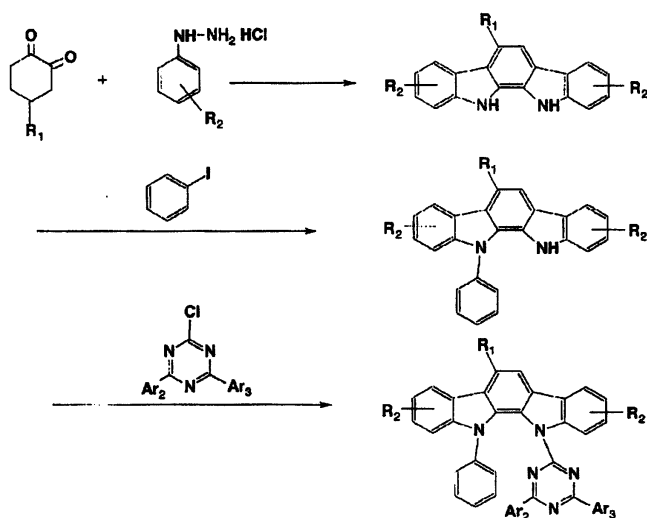
아노기, 디알킬아미노기, 디아릴아미노기, 디아릴킬아미노기, 아미노기, 니트로기, 아실기, 알콕시카르보닐기, 카르복실기, 알콕실기, 알킬술폰닐기, 할로알킬기, 수산기, 아미드기, 치환 혹은 미치환의 방향족 탄화수소기 또는 방향족 복소환기이다. 바람직한 1가의 치환기로서는 C₁~C₄의 알킬기, C₁~C₄의 알콕시기, 페녹시기, 알킬티오기, 치환 아미노기, 아세틸기 등을 들 수 있다. 또한 치환 혹은 미치환의 탄소수 5~18인 방향족 탄화수소기 또는 탄소수 3~17인 방향족 복소환기를 바람직하게 들 수 있다.

[0041]

상기 일반식(1)로 표현되는 화합물 중에서도, 바람직한 화합물로서 상기 일반식(2) 및 (3)으로 표현되는 화합물이 있다. 그리고, 일반식(2) 및 (3)에서의 X, Ar₁~Ar₃ 및 R은 일반식(1) 중의 X, Ar₁~Ar₃ 및 R과 대응하며, 동일하다. 바람직한 X, Ar₁~Ar₃ 및 R에 대해서도 상기와 동일하다. 또한 동일하다는 것은 이들 기호의 정의가 동일하다는 의미이며, 이들 기호가 복수 존재하는 경우는 상기 정의의 범위 내에서 상호 변화해도 된다.

[0042]

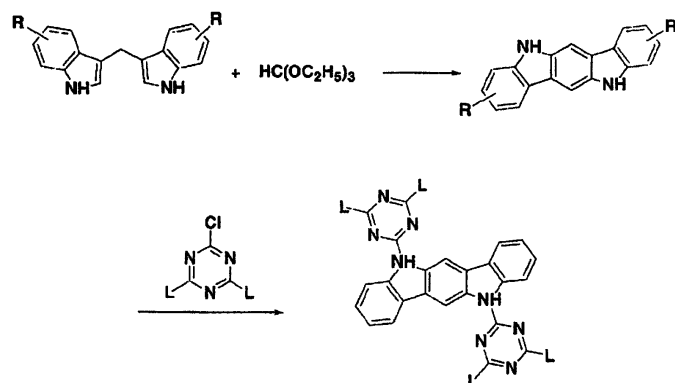
본 발명의 유기 EL 소자용 화합물은 공지의 방법으로 용이하게 제조할 수 있다. 예를 들면, 일반식(2)로 표현되는 화합물은 Synlett, 2005, No.1, p42-48에 나타난 합성예를 참고로 하여 이하의 반응식에 의해 제조할 수 있다.



[0043]

[0044]

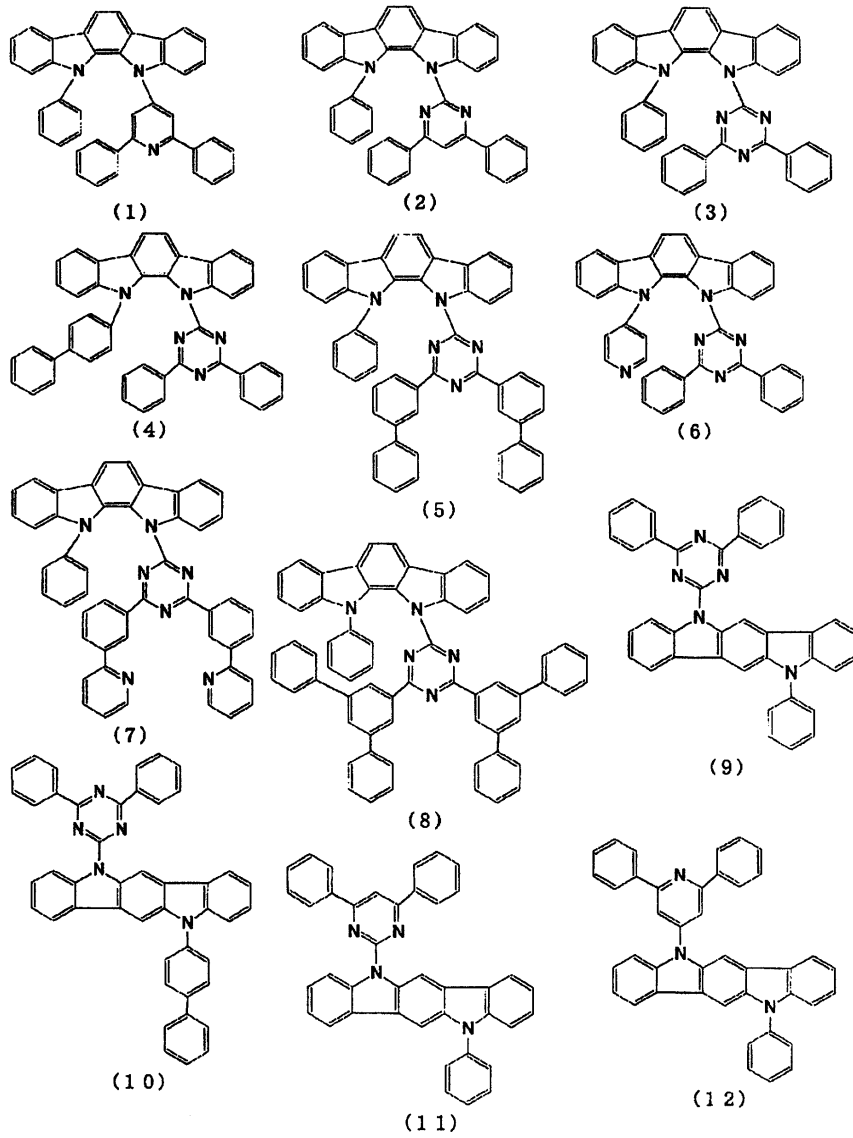
또한 일반식(3)은 Archiv der Pharmazie(Weinheim, Germany), 1987, 320(3), p280-2에 나타난 합성예를 참고로 하여 이하의 반응식에 의해 제조할 수 있다. 다음 식에 있어서 L은 Ar₁~Ar₃과 같은 의미를 가진다.



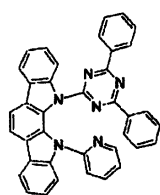
[0045]

[0046]

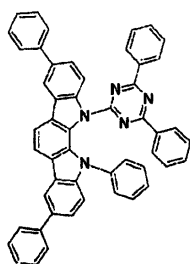
일반식(1) 또는 (2), (3)으로 표현되는 화합물의 바람직한 구체예를 이하에 나타내는데, 이들에 한정되는 것은 아니다.



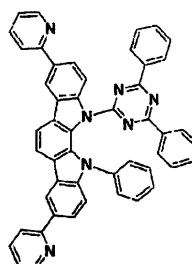
[0047]



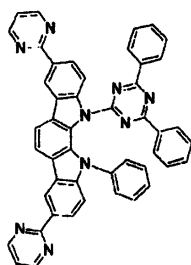
(21)



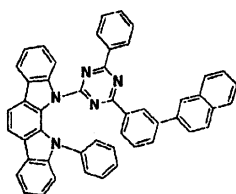
(22)



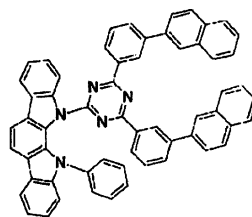
(23)



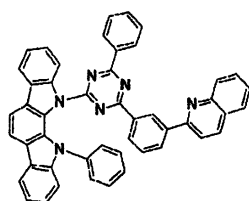
(24)



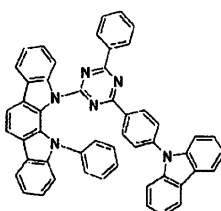
(25)



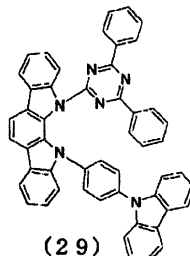
(26)



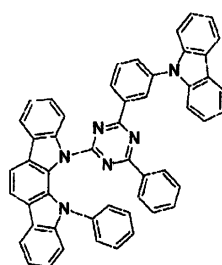
(27)



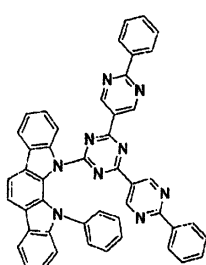
(28)



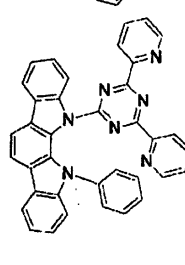
(29)



(30)

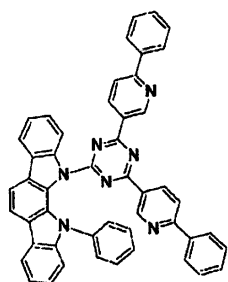


(31)

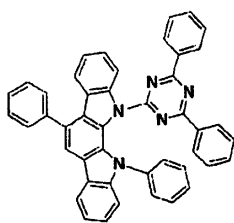


(32)

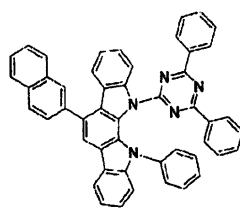
[0048]



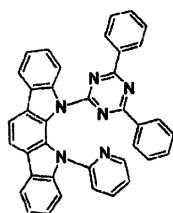
(33)



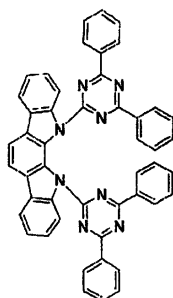
(34)



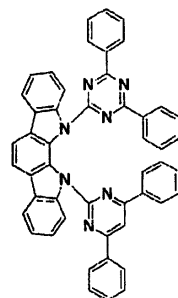
(35)



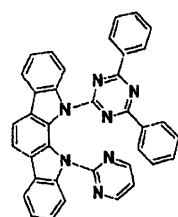
(36)



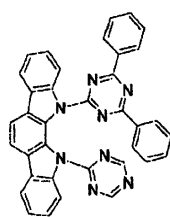
(37)



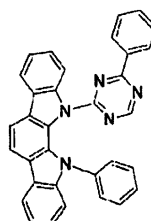
(38)



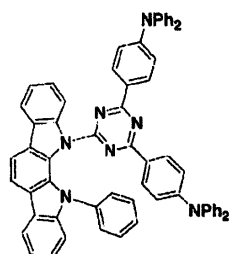
(39)



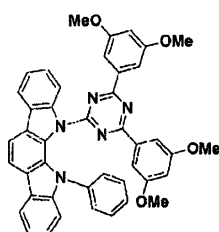
(40)



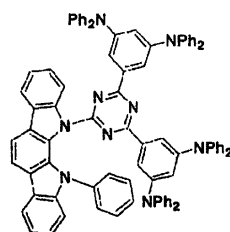
(41)



(42)

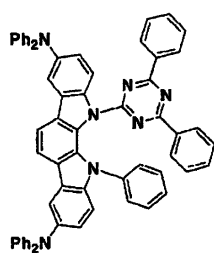


(43)

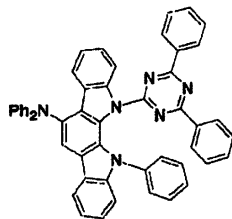


(44)

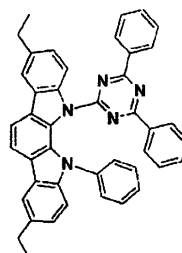
[0049]



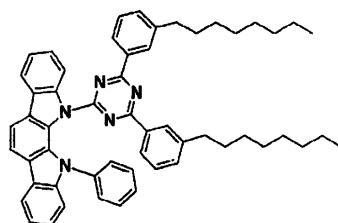
(45)



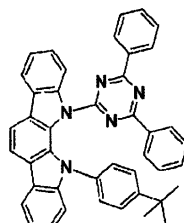
(46)



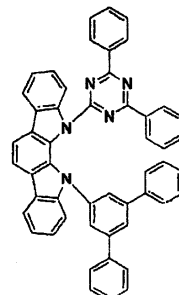
(47)



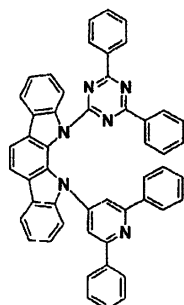
(48)



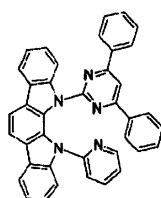
(49)



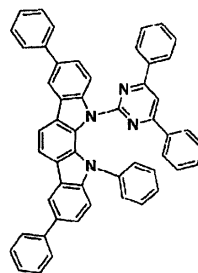
(50)



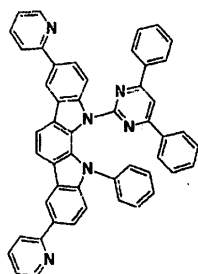
(51)



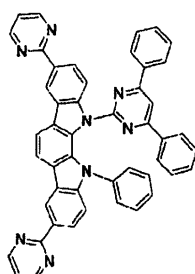
(52)



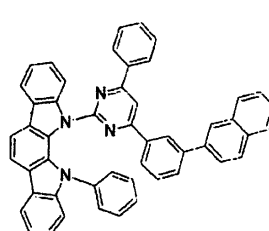
(53)



(54)

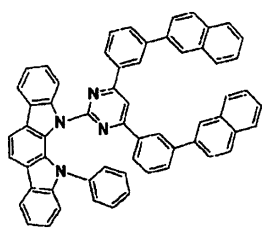


(55)

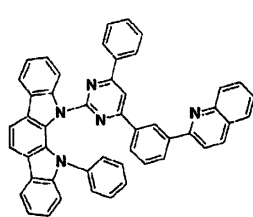


(56)

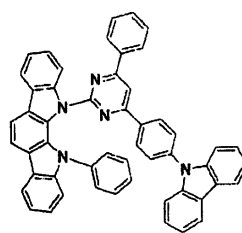
[0050]



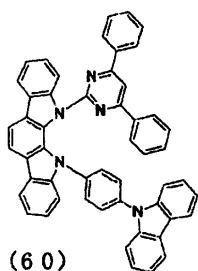
(57)



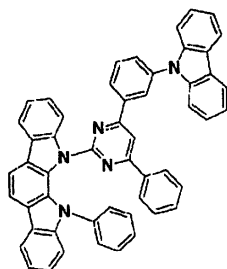
(58)



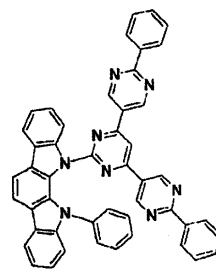
(59)



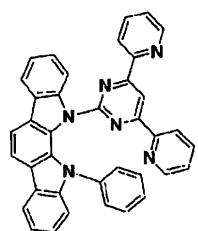
(60)



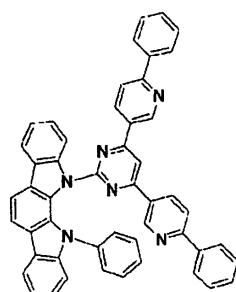
(61)



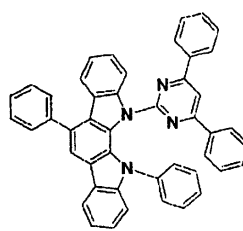
(62)



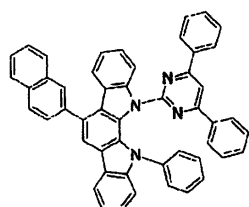
(63)



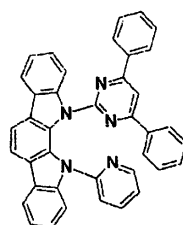
(64)



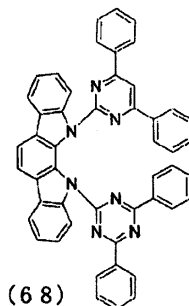
(65)



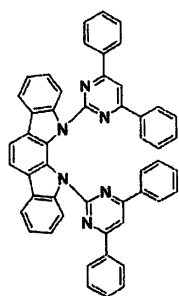
(66)



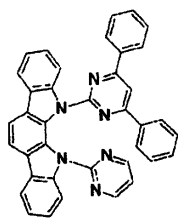
(67)



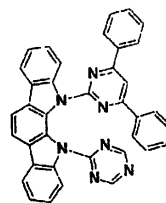
(68)



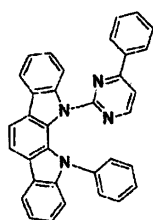
(69)



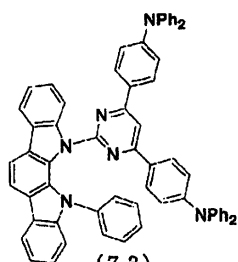
(70)



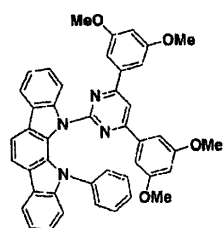
(71)



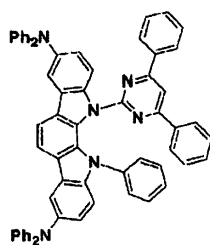
(72)



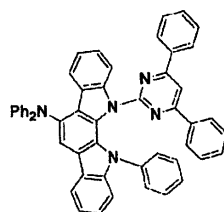
(73)



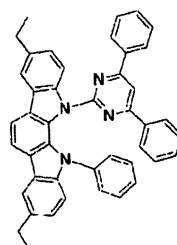
(74)



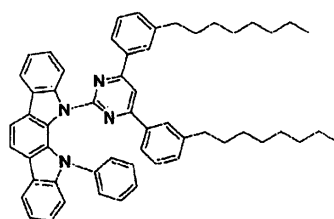
(75)



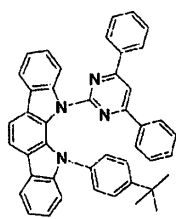
(76)



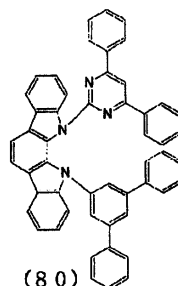
(77)



(78)

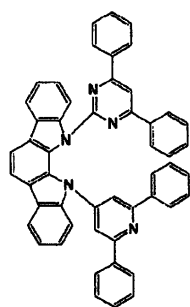


(79)

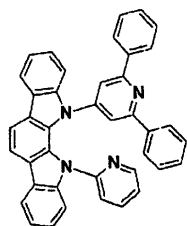


(80)

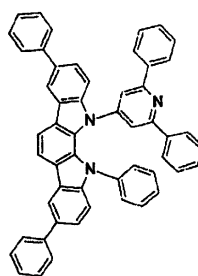
[0052]



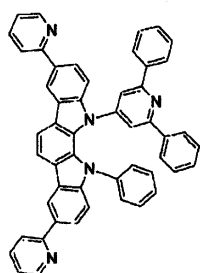
(81)



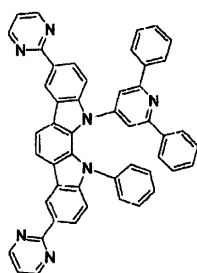
(82)



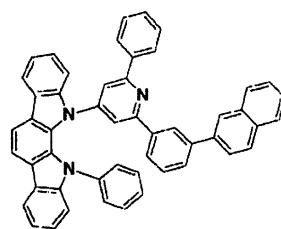
(83)



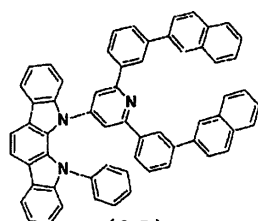
(84)



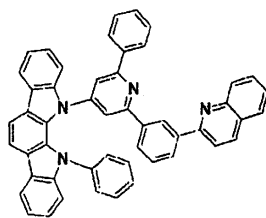
(85)



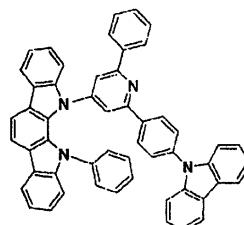
(86)



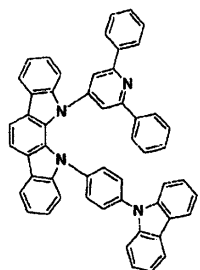
(87)



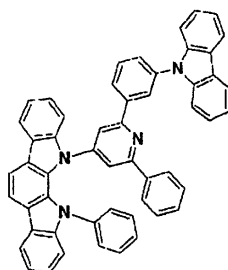
(88)



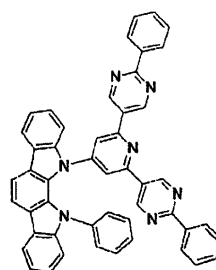
(89)



(90)

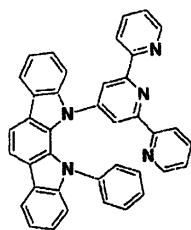


(91)

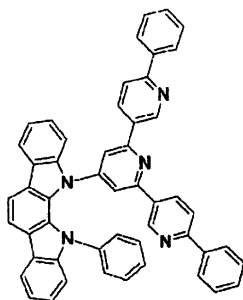


(92)

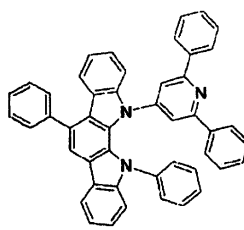
[0053]



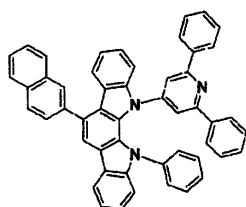
(93)



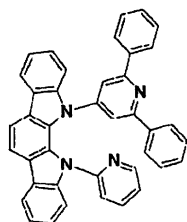
(94)



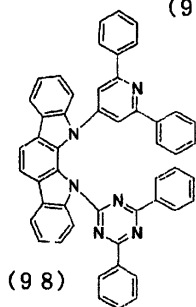
(95)



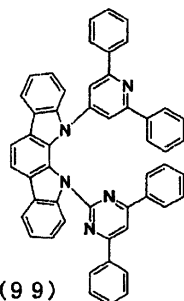
(96)



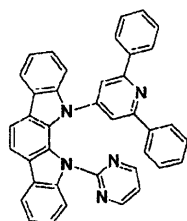
(97)



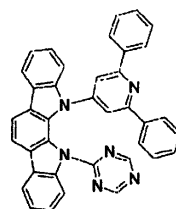
(98)



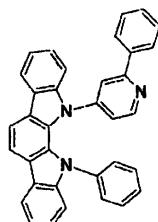
(99)



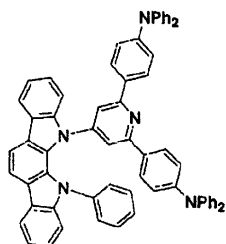
(100)



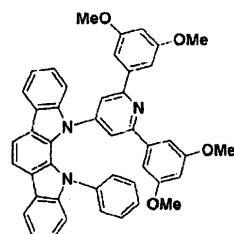
(101)



(102)

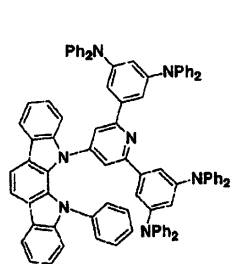


(103)

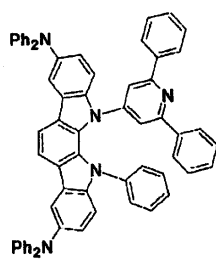


(104)

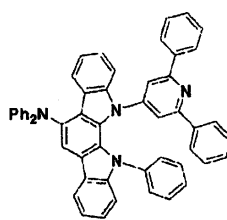
[0054]



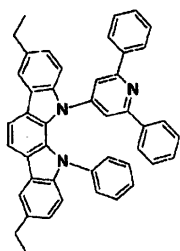
(105)



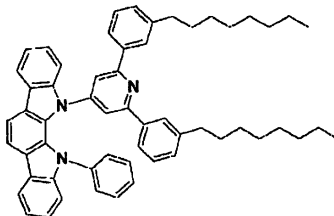
(106)



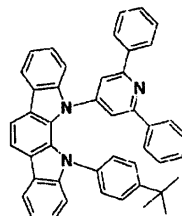
(107)



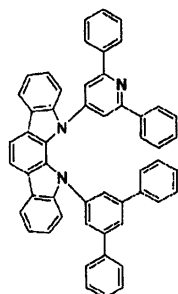
(108)



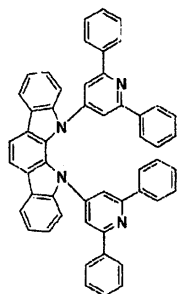
(109)



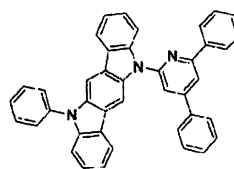
(110)



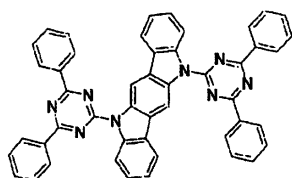
(111)



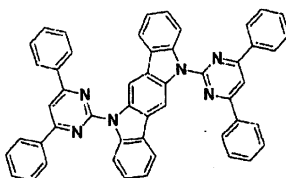
(112)



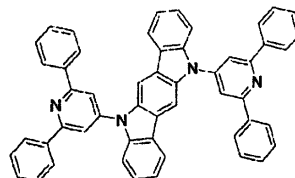
(113)



(114)

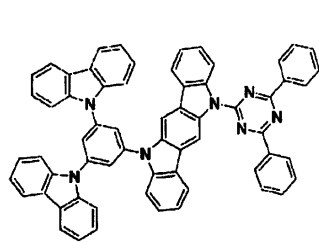


(115)

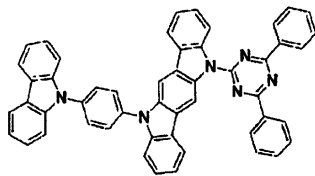


(116)

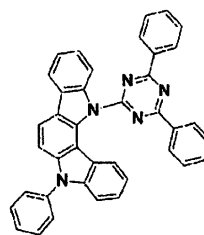
[0055]



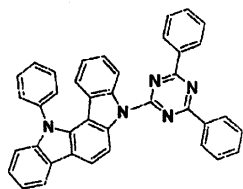
(117)



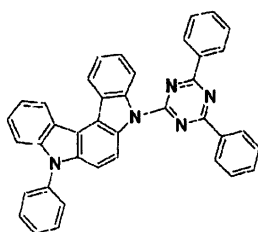
(118)



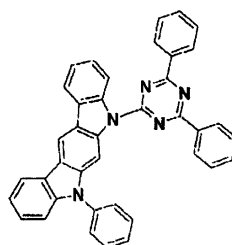
(119)



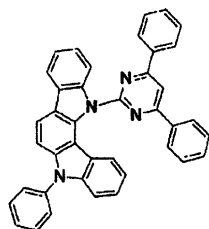
(120)



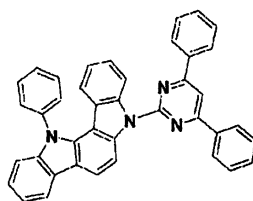
(121)



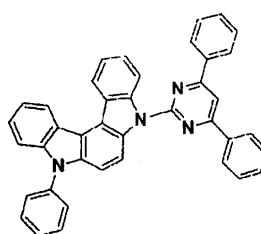
(122)



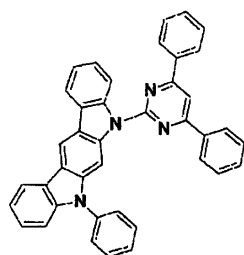
(123)



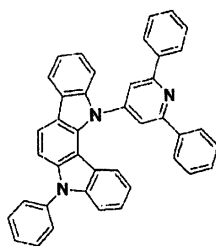
(124)



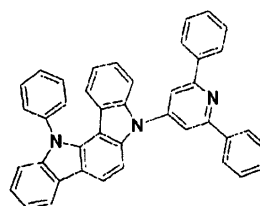
(125)



(126)

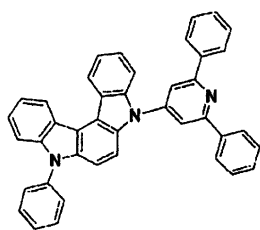


(127)

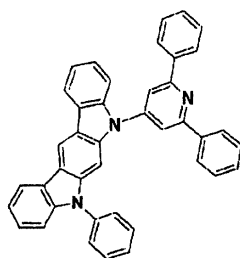


(128)

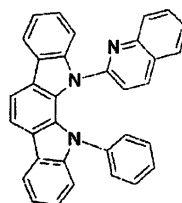
[0056]



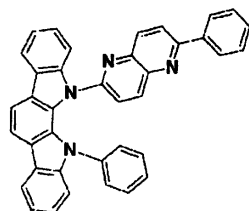
(1329)



(1330)



(1331)



(1332)

[0057]

[0058]

본 발명의 유기 전계 발광 소자용 화합물은, 유기 EL 소자의 유기층에 함유시킴으로써 뛰어난 유기 전계 발광 소자를 부여한다. 유리하게는 발광층, 정공 수송층, 전자 수송층 및 정공 저지 소자층으로부터 선택되는 적어도 하나의 유기층에 함유시키는 것이 좋다. 더욱 바람직하게는 인광 발광 도펀트를 함유하는 발광층의 호스트 재료로서 함유시키는 것이 좋다.

[0059]

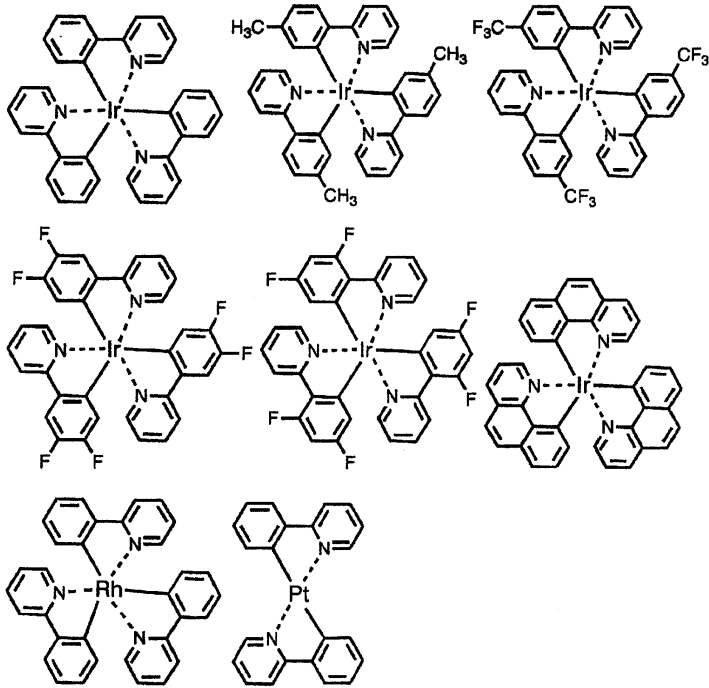
본 발명의 유기 전계 발광 소자는, 유리하게는 기관상에 적층된 양극과 음극 사이에 발광층을 가지는 유기 전계 발광 소자로서, 상기 발광층이 인광 발광성 도펀트와 상기의 유기 EL 소자용 화합물을 호스트 재료로서 함유한다. 유기 EL 소자의 구조는 기관, 양극, 음극 및 발광층을 가지는 것이면 되는데, 양극과 발광층 사이에 정공 주입 수송층 및 음극과 발광층 사이에 전자 주입 수송층을 가지는 것이 바람직하다. 또한 발광층과 전자 주입 수송층 사이에 정공 저지층을 가지는 것이 바람직하다.

[0060]

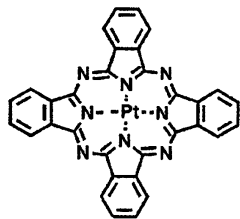
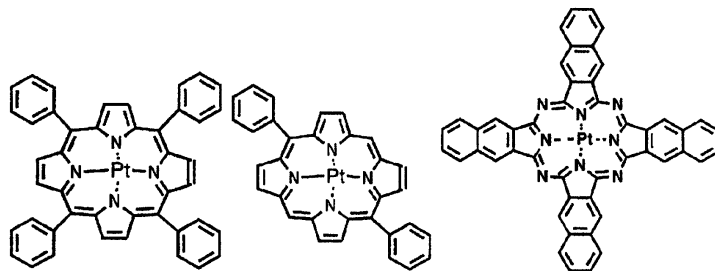
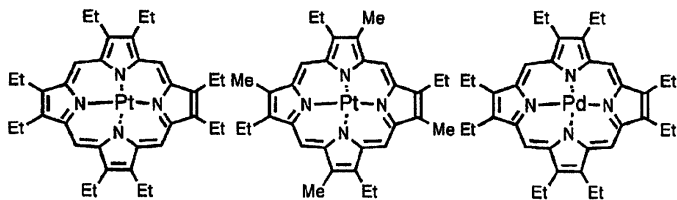
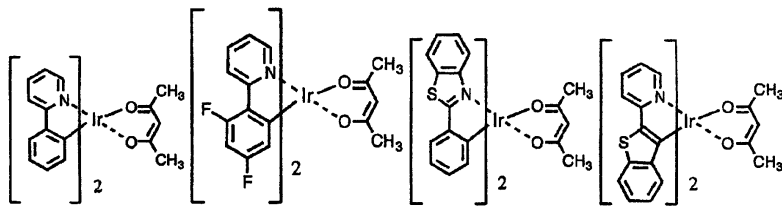
발광층에서의 인광 발광 도펀트 재료로서는 루테튬, 로튬, 팔라듐, 은, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 백금 및 금으로부터 선택되는 적어도 하나의 금속을 포함하는 유기 금속 착체를 함유하는 것이 좋다. 이러한 유기 금속 착체는 상기 특허문헌 등에서 공지이며, 이들이 선택되어 사용 가능하다.

[0061]

바람직한 인광 발광 도펀트로서는 Ir 등의 귀금속 원소를 중심 금속으로서 가지는 Ir(ppy)₃ 등의 착체류, Ir(bt)₂·acac₃ 등의 착체류, PtOEt₃ 등의 착체류를 들 수 있다. 이들 착체류의 구체예를 이하에 나타내는데, 하기의 화합물에 한정되지 않는다.



[0062]



[0063]

[0064]

상기 인광 발광 도펀트가 발광층 중에 함유되는 양은 5~10중량%의 범위에 있는 것이 바람직하다.

[0065]

다음으로 본 발명의 유기 EL 소자의 구조에 대하여, 도면을 참조하면서 설명하는데, 본 발명의 유기 EL 소자의 구조는 하등 도시한 것에 한정되는 것은 아니다.

- [0066] 도 1은 본 발명에 사용되는 일반적인 유기 EL 소자의 구조예를 모식적으로 나타내는 단면도로서, 1은 기판, 2는 양극, 3은 정공 주입층, 4는 정공 수송층, 5는 발광층, 6은 전자 수송층, 7은 음극을 각각 나타낸다. 본 발명의 유기 EL 소자에서는, 기판, 양극, 발광층 및 음극을 필수의 층으로서 가지는데, 필수의 층 이외에 정공 주입 수송층, 전자 주입 수송층을 가지는 것이 좋고, 또한 발광층과 전자 주입 수송층 사이에 정공 저지층을 가지는 것이 좋다. 또한 정공 주입 수송층은 정공 주입층과 정공 수송층의 어느 하나 또는 양자를 의미하고, 전자 주입 수송층은 전자 주입층과 전자 수송층의 어느 하나 또는 양자를 의미한다.
- [0067] 또한 도 1과는 반대의 구조, 즉, 기판(1)상에 음극(7), 전자 수송층(6), 발광층(5), 정공 수송층(4), 양극(2)의 순서로 적층하는 것도 가능하고, 기술한 바와 같이 적어도 한 쪽이 투명성이 높은 2개의 기판 사이에 본 발명의 유기 EL 소자를 마련하는 것도 가능하다. 이 경우에도, 필요에 따라 층을 추가하거나 생략하는 것이 가능하다.
- [0068] 본 발명은 유기 EL 소자가 단일의 소자, 어레이상으로 배치된 구조로 이루어지는 소자, 양극과 음극이 X-Y 매트릭스상으로 배치된 구조의 어느 것에 있어서도 적용할 수 있다. 본 발명의 유기 EL 소자에 의하면, 발광층에 특정 골격을 가지는 화합물과, 인광 발광 도펀트를 함유시킴으로써, 종래의 일중항 상태로부터의 발광을 사용한 소자보다도 발광 효율이 높으면서 구동 안정성에 있어서도 크게 개선된 소자가 얻어져, 풀 컬러 혹은 멀티 컬러의 패널로의 응용에 있어서 뛰어난 성능을 발휘할 수 있다.
- [0069] <실시예>
- [0070] 이하, 본 발명에 대하여, 실시예에 의해 더욱 상세하게 설명하는데, 본 발명은 물론 이들 실시예에 한정되는 것은 아니며, 그 요지를 넘지 않는 한 다양한 형태로 실시하는 것이 가능하다. 또한 화합물 번호는 상기 화학식에 부여한 번호에 대응한다.
- [0071] 실시예 1
- [0072] 탈기 질소 치환한 2000ml 3구 플라스크에 1,2-시클로헥산디올 33.3g(297.0mmol), 페닐히드라진염산염 86.0g(594.7mmol)을 첨가하고, 이것에 에탄올 1000ml를 첨가하여 교반시켰다. 그 후, 동플라스크 내에 진한 황산 3.0g(30.6mmol)을 5분 동안 적하하였다. 그 후 65℃까지 가열하여 4시간 교반하였다. 실온까지 냉각한 후 발생한 자갈색(紫褐色) 결정을 여과 채취한 후, 여과 채취한 결정을 에탄올 500ml로 2회, 리슬러리 세정을 행하였다. 이것을 감압 건조하여 자갈색 분말 80.0g(280.5mmol, 수율 96.3%)을 얻었다.
- [0073] 다음으로 1000ml 3구 플라스크에 상기 자갈색 분말 72.0g(261.5mmol)을 첨가하고, 이것에 아세트산 720g, 트리플루오로아세트산 72.0g을 첨가하여 교반시켰다. 그 후 100℃까지 가열하여 15시간 교반하였다. 실온까지 냉각한 후 발생한 황색 결정을 여과 채취한 후, 여과 채취한 결정을 아세트산 200ml로 린스 세정을 행한 후 헥산 200ml로 린스 세정을 행하였다. 이것을 감압 건조하여 백색 분말 A' 30.0g(117.1mmol, 수율 44.8%)을 얻었다. 얻어진 백색 분말 A'는 인돌로[2,3-a]카르바졸이다.
- [0074] 다음으로 탈기 질소 치환한 1000ml 3구 플라스크에 상기에서 얻은 백색 분말 26.0g(101.4mmol), 요오드벤젠 122.7g(601.4mmol), 요오드화구리 54.7g(287.2mmol), 탄산칼륨 66.7g(482.6mmol), 이것에 퀴놀린 800ml를 첨가하여 교반시켰다. 그 후 190℃까지 가열하여 72시간 교반하였다. 일단, 실온까지 냉각한 후 물 500ml, 디클로로메탄 500ml를 첨가하여 교반을 행한 후 발생한 황색 결정을 여과 채취하였다. 여과액을 2000ml 분액 깔때기로 옮겨 유기층과 수층으로 분획하였다. 유기층을 500ml의 물로 3회 세정하고, 그 후 얻어진 유기층을 황산마그네슘으로 탈수를 행하여, 일단 황산마그네슘을 여과 분별한 후 용매를 감압 증류 제거하였다. 그 후, 컬럼크로마토그래피로 정제하여 백색 고체 A 13.7g(41.2mmol, 수율 40.6%)을 얻었다. 얻어진 백색 고체 A는 11-페닐인돌로[2,3-a]카르바졸이다.
- [0075] 다음으로 탈기 질소 치환한 200ml 3구 플라스크에 염화시아누르 12.5g(0.068mol), 탈수 THF 55ml를 첨가하고, 빙욕(氷浴) 중에서 질소기류중하에서 교반을 행한다. 그 후, 32% 브롬화페닐마그네슘 THF 용액 105.6g(0.186mol)을 동플라스크 내에 2시간 동안 적하하였다. 적하 중의 온도는 15℃이하를 유지하였다. 적하 종료 후 1.5시간 교반을 계속하였다. 그 후, 동플라스크 내에 톨루엔 80g을 첨가하였다. 그 후, 빙욕 중에서 냉각을 행하고, 동플라스크 내에 12% HClaq 76.5g(0.254mol)을 15분 동안 적하하였다. 적하 중의 온도는 30℃이하를 유지하였다. 플라스크 내용물을 500ml 분액 깔때기로 옮겨 유기층과 수층으로 분획하였다. 유기층을 100ml의 물로 3회 세정하고, 그 후, 얻어진 유기층을 황산마그네슘으로 탈수를 행하여 일단 황산마그네슘을 여과 분별한 후 용매를 감압 증류 제거하여 21.1g의 크루드품을 얻었다. 그 후, 메탄올 110g을 첨가하여, 교반을 1시간 행한 후에 석출물을 여과 분별하고, 진공 건조기로 감압 건조를 행하여 백색 고체 B 14.5g(6.5mmol, 수율 50.2%)을 얻었다. 얻어진 백색 고체 B는 2-클로로-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진이다.

[0076] 다음으로 탈기 질소 치환한 2000ml 3구 플라스크에 55% 수소화나트륨 2.18g(50.0mmol), 탈수 N,N'-디메틸포름아미드 70ml를 첨가하고 질소기류중하에서 교반을 행한다. 상기에서 얻은 백색 고체 A 13.5g(40.6mmol)에 탈수 N,N'-디메틸포름아미드 150ml를 첨가하여 용해시키고, 그 후 동플라스크 내에 10분 동안 적하하였다. 적하 종료 후 1시간 교반을 계속하였다. 그 후, 상기에서 얻은 백색 고체 B 10.4g(39.0mmol)에 탈수 N,N'-디메틸포름아미드 150ml를 첨가하여 용해시키고, 그 후 동플라스크 내에 1시간 동안 적하하였다. 적하 종료 후 3시간 교반을 계속하였다. 그 후 물 600g을 첨가하여 석출한 결정을 여과 채취하였다. 여과 채취한 결정을 물 300g으로 2회 리슬러리를 행하고, 그 후 메탄올 300g으로 리슬러리를 행하였다. 얻어진 결정을 진공 건조기로 감압 건조를 행하여 황색 결정 21.0g을 얻었다.

[0077] 다음으로 1000ml 플라스크에 상기에서 얻은 황색 결정 21.0g, THF 108.6g을 첨가하여 용해시켰다. 동플라스크 내에 메탄올 660g을 적하하였다. 석출물을 여과 분별하고, 진공 건조기로 감압 건조를 행하여 황색 고체(화합물 3) 12.7g(22.6mmol, 수율 54.6%)을 얻었다.

[0078] 화합물 3의 EI-MS(M+1)는 563, 융점은 263℃였다.

[0079] 실시예 2

[0080] 유리기관상에 진공 증착법으로 진공도 4.0×10^{-4} Pa의 조건에서 화합물 3을 증착원으로부터 증착하여 박막을 0.1 nm/초로 50nm의 두께로 형성하였다. 작성한 박막을 형광 측정장치로 평가한 바 발광이 관찰되었다.

[0081] 별도로, 유리기관상에 진공 증착법으로 진공도 4.0×10^{-4} Pa의 조건에서 화합물 3과 Ir(ppy)₃을 다른 증착원으로부터 증착하여 Ir(ppy)₃의 농도가 7.0%인 박막을 0.1nm/초로 50nm의 두께로 형성하였다. 이 작성한 박막을 형광 측정장치로 평가하였다. 여기 파장은 화합물 3의 극대 흡수파장을 사용하고, 그 때 나오는 광을 관찰하여 화합물 3 단독의 박막의 경우에 나오는 광과 비교하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0082] 비교예 1

[0083] 박막의 호스트 재료를 화합물 3을 대신하여 Alq₃으로 바꾸어 박막을 작성한 것 이외에는 실시예 2와 동일하게 하여 평가하였다. 결과를 표 1에 나타낸다.

표 1

	호스트로부터의 발광	도펀트로부터의 발광
실시예 2	×	○
비교예 1	○	×

[0084]

[0085] 발광층의 호스트 재료에 화합물 3을 사용한 경우, Ir(ppy)₃에 에너지가 천이하여 Ir(ppy)₃으로부터의 발광이 관찰되는데, Alq₃을 사용한 경우는 Ir(ppy)₃에 에너지가 천이하지 않고 Alq₃ 자신이 형광을 발하는 것을 알 수 있다.

[0086] 실시예 3

[0087] 도 1에 있어서, 정공 주입층을 생략하고, 전자 주입층을 추가한 구성의 유기 EL 소자를 작성하였다. 막 두께 150nm의 ITO로 이루어지는 양극이 형성된 유리기관상에 각 박막을 진공 증착법으로 진공도 4.0×10^{-4} Pa로 적층시켰다. 우선, ITO상에 정공 수송층으로서 NPB를 60nm의 두께로 형성하였다.

[0088] 다음으로 정공 수송층상에 발광층으로서 화합물 3과 Ir(ppy)₃을 다른 증착원으로부터 공증착하여 25nm의 두께로 형성하였다. 이 때, Ir(ppy)₃의 농도는 7.0wt%였다. 다음으로 전자 수송층으로서 Alq₃을 50nm의 두께로 형성하였다. 또한 전자 수송층상에 전자 주입층으로서 불화리튬(LiF)을 0.5nm의 두께로 형성하였다. 마지막으로 전자 주입층상에 전극으로서 알루미늄(Al)을 170nm의 두께로 형성하여 유기 EL 소자를 작성하였다.

[0089] 얻어진 유기 EL 소자에 외부 전원을 접속하여 직류 전압을 인가한 바, 표 2와 같은 발광특성을 가지는 것이 확인되었다. 표 2에 있어서, 휘도, 전압 및 발광 효율은 10mA/cm²에서의 값을 나타낸다. 또한 소자 발광 스펙트럼의 극대 파장은 517nm이며, Ir(ppy)₃으로부터의 발광이 얻어지고 있는 것을 알 수 있었다.

- [0090] 비교예 2
- [0091] 정공 수송층으로서 HMTPD를 발광층의 호스트 재료로서 TAZ를 사용한 것 이외에는 실시예 3과 동일하게 하여 유기 EL 소자를 작성하였다.
- [0092] 비교예 3
- [0093] 발광층의 호스트 재료로서 TAZ를 사용한 것 이외에는 실시예 3과 동일하게 하여 유기 EL 소자를 작성하였다.

표 2

	휘도 (cd/m ²)	전압 (V)	시감 발광 효율 (lm/W)
실시예 3	2720	5.2	16.4
비교예 2	2050	13.2	4.9
비교예 3	1270	9.5	4.2

- [0094]
- [0095] 실시예 4
- [0096] (화합물 114의 합성)
- [0097] 탈기 질소 치환한 2000ml 3구 플라스크에 3,3'-메틸렌디인돌 50.69g(0.2058mol), 오르토포름산트리에틸 30.55g(0.2061mol)을 첨가하고, 이것에 메탄올 640g을 첨가하여 교반하였다. 이것에 진한 황산 5.0g(0.0515mol)을 3분 동안 적하한 후 1시간 가열 환류하였다. 실온까지 냉각한 후 발생한 적갈색 결정을 여과 채취하고, 얻어진 결정을 메탄올 500ml로 2회 리슬러리 세정하였다. 용매를 감압 증류 제거하여 적갈색 분말상의 고체 C 36.81g(0.1438mol, 수율 69.9%)을 얻었다. 이 고체 C는 인돌로[3,2-b]카르바졸이다.
- [0098] 다음으로 탈기 질소 치환한 2000ml 3구 플라스크에 55% 수소화나트륨 4.36g(100.0mmol), 탈수 DMF 70ml를 첨가하여 질소기류하에서 교반하였다. 이것에 상기 고체 C 10.4g(40.6mmol)의 탈수 DMF(150ml) 용액을 10분 동안 적하하고, 적하 종료 후 1시간 교반하였다. 이어서, 2-클로로-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진 20.9g(78.0mmol)의 탈수 DMF(300ml) 용액을 1시간 동안 적하하였다. 적하 종료 후 3시간 교반을 계속하고, 그 후, 물 900g을 첨가하여 석출한 결정을 여과 채취하였다. 여과 채취한 결정을 물 450g으로 2회 리슬러리 세정하고, 또한 메탄올 450g으로 리슬러리 세정하였다. 용매를 감압 증류 제거하여 갈색 결정 42.0g을 얻었다. 이것을 THF 및 메탄올로 정석(晶析) 정제한 후 용매를 감압 증류 제거하여 담갈색 고체(화합물 114) 13.4g(18.6mmol, 수율 46%)을 얻었다.
- [0099] APCI-MS, m/z 719[M+1]⁺ 융점, 498℃
- [0100] 실시예 5
- [0101] (화합물 116의 합성)
- [0102] 탈기 질소 치환한 200ml 3구 플라스크에 인돌로[3,2-b]카르바졸 1.3g(5.1mmol), 나트륨-tert-부톡시드 1.4g(14.6mmol), 아세트산팔라듐 8.2mg(0.037mmol), 2,6-디페닐-4-요오드피리딘 6.4g(17.9mmol) 및 크실렌 80ml를 첨가하여 실온에서 1시간 교반하였다. 이것에 트리-tert-부틸포스핀 64mg(0.32mmol)을 첨가하여 120℃로 40시간 가열 교반하였다. 실온까지 냉각한 후 물 70ml를 첨가하여 석출물을 여과 채취하였다. 얻어진 고체를 메탄올, 톨루엔, 클로로포름으로 순차 가열 리슬러리 정제함으로써 담갈색 고체(화합물 116) 1.0g(1.4mmol, 수율 27.5%)을 얻었다.
- [0103] APCI-MS, m/z 715[M+1]⁺ 융점, 426℃
- [0104] 실시예 6
- [0105] (화합물 2의 합성)
- [0106] 탈기 질소 치환한 1000ml 3구 플라스크에 55% 수소화나트륨 2.18g(0.056mol), 탈수 DMF 240ml를 첨가하여 질소기류하에서 교반하였다. 이것에 11-페닐인돌로[2,3-a]카르바졸 13.3g(0.04mol)의 탈수 DMF(25ml) 용액을 10분 동안 적하하고, 적하 종료 후 1시간 교반하였다. 또한 2,4,6-트리클로로-1,3-피리미딘 8.8g(0.048mol)의 탈수 DMF(150ml) 용액을 1시간 동안 적하하였다. 적하 종료 후 3시간 교반을 계속하고, 그 후 물 500ml를 첨가하여

석출한 결정을 여과 채취하였다. 여과 채취한 결정을 물 300g으로 2회 리슬러리 세정하고, 또한 메탄올 300g으로 리슬러리 세정하였다. 용매를 감압 증류 제거하여 담황색 결정 18.2g을 얻었다. 얻어진 결정을 정제하지 않고 다음 반응에 사용하였다.

[0107] 다음으로 2000ml 3구 플라스크에 상기에서 얻은 담황색 결정 18.2g(0.038mol), 페닐보론산 9.73g(0.08mol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 1.84g(0.0016mol), 에탄올 150ml, 톨루엔 450ml를 첨가하여 교반하였다. 그 후, 탄산나트륨 29.8g(0.28mol)의 수(140ml)용액을 첨가하여 85℃로 4시간 교반하였다. 실온까지 냉각한 후 물 200ml, 톨루엔 200ml를 첨가하고, 유기층과 수층으로 분획하여 유기층을 200ml의 물로 세정하였다. 유기층을 황산마그네슘으로 탈수하고, 황산마그네슘을 여과 분별한 후 용매를 감압 증류 제거하였다. 이것을 디클로로메탄 및 에탄올로 정석 정제한 후 용매를 감압 증류 제거하여 백색 고체(화합물 2) 5.2g(0.0092mol, 수율 23%)을 얻었다.

[0108] APCI-MS, m/z 563[M+1]⁺ 용점, 252℃

[0109] 실시예 7

[0110] (화합물 29의 합성)

[0111] 탈기 질소 치환한 100ml 3구 플라스크에 아세트산팔라듐(II) 0.21g(0.94mmol), 크실렌(20ml), 트리tert-부틸포스핀 0.76g(3.76mmol)을 첨가하여 60℃로 30분 가열 교반하였다. 이 용액을 질소기류하 60℃로 가열된 인돌로[2,3-a]카르바졸 4.61g(0.0180mol), 4-카르바졸릴브로모벤젠 5.8g(0.018mol) 및 tert-부톡시나트륨 7.7g(0.080mol)의 크실렌(180ml) 용액 중에 송액하였다. 그 후 130℃까지 승온하고, 동온도로 5시간 가열 교반하였다. 실온까지 냉각한 후 물 200ml를 첨가하였다. 유수(油水) 분리하고, 유기층을 감압 농축하여 조생성물을 얻었다. 이것을 디클로로메탄 및 에탄올로 정석 정제한 후, 용매를 감압 증류 제거하여 11-(4-카르바졸릴페닐)인돌로[2,3-a]카르바졸 4.2g(0.0084mol, 수율 47%)을 얻었다.

[0112] 다음으로 탈기 질소 치환한 200ml 3구 플라스크에 55% 수소화나트륨 0.42g(0.0096mol), 탈수 DMF 10ml를 첨가하여 질소기류하에서 교반하였다. 상기 11-(4-카르바졸릴페닐)인돌로[2,3-a]카르바졸 4.0g(0.008mol)의 탈수 DMF(20ml) 용액을 10분 동안 적하하였다. 적하 종료 후 1시간 정도 교반한 후, 이것에 2-클로로-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진 2.14g(0.008mol)의 탈수 DMF(20ml) 용액을 1시간 동안 적하하였다. 적하 종료 후 3시간 교반한 후 물 100g을 첨가하여 석출한 결정을 여과 채취하였다. 여과 채취한 결정을 물 100g으로 2회 리슬러리 세정하고, 또한 메탄올 100g으로 리슬러리 세정하였다. 용매를 감압 증류 제거하고 THF/메탄올에 의해 정출(晶出) 정제함으로써 황색 고체(화합물 29) 3.0g(0.0041mol, 수율 51%)을 얻었다.

[0113] APCI-MS, m/z 729[M+1]⁺ 용점, 319℃

[0114] 실시예 8

[0115] (화합물 37의 합성)

[0116] 탈기 질소 치환한 2000ml 3구 플라스크에 55% 수소화나트륨 4.80g(110.0mmol), 탈수 DMF 70ml를 첨가하여 질소기류하에서 교반하였다. 이것에 인돌로[2,3-a]카르바졸 13.5g(52.7mmol)의 탈수 DMF(150ml) 용액을 10분 동안 적하하였다. 적하 종료 후 1시간 정도 교반한 후, 이것에 2-클로로-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진 29.4g(110.0mmol)의 탈수 DMF(150) 용액을 1시간 동안 적하하였다. 적하 종료 후 3시간 교반한 후, 물 900g을 첨가하여 석출한 결정을 여과 채취하였다. 여과 채취한 결정을 물 450g으로 2회 리슬러리 세정하고, 또한 메탄올 450g으로 리슬러리 세정하였다. 용매를 감압 증류 제거하여 결정 35.0g을 얻었다. 이것을 THF/메탄올에 의해 정출 정제함으로써 황색 고체(화합물 37) 24g(33.4mmol, 수율 63.4%)을 얻었다.

[0117] APCI-MS, m/z 719[M+1]⁺ 용점, 426℃

[0118] 실시예 9

[0119] (화합물 1의 합성)

[0120] 탈기 질소 치환한 20ml 3구 플라스크에 아세트산팔라듐(II) 0.071g(0.32mmol), 크실렌(5ml), 트리tert-부틸포스핀 0.32ml(1.26mmol)를 첨가하여 60℃로 30분 가열 교반하였다. 이 용액을 질소기류하 60℃로 가열된 11-페닐인돌로[2,3-a]카르바졸 1.99g(0.0060mol), 2,6-디페닐-4-요오드피리딘 2.46g(0.0069mol) 및 tert-부톡시나트륨 2.57g(0.0267mol)의 크실렌(60ml) 용액 중에 송액하였다. 그 후 130℃까지 승온하고, 동온도로 5시간 가열 교반

하였다. 실온까지 냉각한 후 물 70ml를 첨가하였다. 유수 분리하고 유기층을 감압 농축하여 4.85g의 조생성물을 얻었다. 이것을 디클로로메탄 및 에탄올로 정석 정제한 후, 용매를 감압 증류 제거하여 백색 고체(화합물 1) 1.43g(0.0025mol, 수율 36%)을 얻었다.

[0121] APCI-MS, m/z 562[M+1]⁺ 융점, 277℃, 287℃

[0122] 실시예 10

[0123] 도 1에 있어서, 전자 주입층을 추가한 구성의 유기 EL 소자를 작성하였다. 막 두께 150nm의 ITO로 이루어지는 양극이 형성된 유리기판상에, 각 박막을 진공 증착법으로 진공도 4.0×10^{-4} Pa로 적층시켰다. 우선, ITO상에 정공 주입층으로서 구리프탈로시아닌(CuPC)을 20nm의 두께로 형성하였다. 다음으로 정공 수송층으로서 NPB를 40nm의 두께로 형성하였다. 다음으로 정공 수송층상에 발광층으로서 화합물 3과 Ir(ppy)₃을 다른 증착원으로부터 공증착하여 35nm의 두께로 형성하였다. 이 때, Ir(ppy)₃의 농도는 7.0wt%였다. 다음으로 전자 수송층으로서 Alq3을 40nm의 두께로 형성하였다. 또한 전자 수송층상에 전자 주입층으로서 불화리튬(LiF)을 0.5nm의 두께로 형성하였다. 마지막으로 전자 주입층상에 전극으로서 알루미늄(Al)을 170nm의 두께로 형성하여 유기 EL 소자를 작성하였다.

[0124] 얻어진 유기 EL 소자에 외부 전원을 접속하여 직류 전압을 인가한 바, 표 3과 같은 발광특성을 가지는 것이 확인되었다. 표 3에 있어서, 휘도, 전압 및 발광 효율은 10mA/cm²에서의 값을 나타낸다. 또한 소자 발광 스펙트럼의 극대 파장은 517nm이며, Ir(ppy)₃으로부터의 발광이 얻어지고 있는 것을 알 수 있었다.

[0125] 실시예 11~16

[0126] 발광층의 주성분으로서 실시예 4~8에서 얻어진 화합물(화합물 No.114, 116, 2, 29, 37 및 1)을 사용한 것 이외에는 실시예 10과 동일하게 하여 유기 EL 소자를 작성하였다. 표 3에 발광특성을 나타낸다. 실시예 4~8에서 얻어진 화합물(화합물 No.114, 116, 2, 29, 37 및 1) 모두에 있어서 Ir(ppy)₃으로부터의 발광이 얻어지고 있는 것을 확인하였다.

표 3

	화합물 No	휘도 (cd/m ²)	전압 (V)	시각 발광 효율 (lm/W)
실시예 10	3	2850	4.9	18.3
실시예 11	114	1970	6.1	10.1
실시예 12	116	3100	7.9	12.3
실시예 13	2	2900	5.5	16.6
실시예 14	29	3320	6.3	16.6
실시예 15	37	2280	6.5	11.0
실시예 16	1	2740	6.7	12.8

[0127]

산업상 이용 가능성

[0128] 본 발명의 유기 EL 소자는 저전압에 있어서 고휘도·고효율로 발광시키는 것이 가능해진다. 따라서, 본 발명에 의한 유기 EL 소자는 플랫 패널·디스플레이(예를 들면 OA 컴퓨터용이나 벽걸이 텔레비전), 차재 표시 소자, 휴대전화 표시나 면발광체로서의 특징을 살린 광원(예를 들면, 복사기의 광원, 액정 디스플레이나 계기류의 백라이트 광원), 표시판, 표시등에의 응용을 생각할 수 있으며, 그 기술적 가치는 큰 것이다.

도면의 간단한 설명

[0026] 도 1은 유기 EL 소자의 일례를 나타낸 모식 단면도를 나타낸다.

[0027] <부호의 설명>

[0028] 1: 기판 2: 양극

- [0029]

3: 정공 주입층

4: 정공 수송층
- [0030]

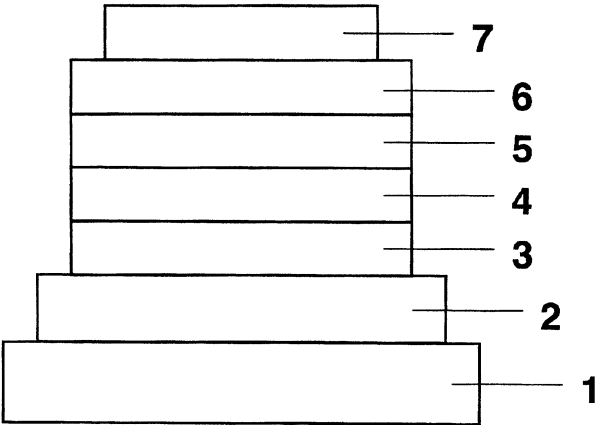
5: 발광층

6: 전자 수송층
- [0031]

7: 음극

도면

도면1



专利名称(译)	有机电致发光器件化合物和有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR100955993B1	公开(公告)日	2010-05-04
申请号	KR1020097002705	申请日	2007-11-08
[标]申请(专利权)人(译)	新日铁化学株式会社		
申请(专利权)人(译)	Sinnit铁路寿美健化学株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	Sinnit铁路寿美健化学株式会社		
[标]发明人	KAI TAKAHIRO 카이타카히로 KOMORI MASAKI 코모리마사키 YAMAMOTO TOSHIHIRO 야마모토토시히로		
发明人	카이타카히로 코모리마사키 야마모토토시히로		
IPC分类号	C09K11/06		
CPC分类号	H01L51/0067 C09K2211/1029 Y10S428/917 H01L51/0085 H01L51/5048 C09B57/10 H01L51/5096 C07D519/00 C09B57/00 C09K2211/1007 H05B33/14 C09K11/06 H01L51/0072 H01L51/0087 C09K2211/1059 C07D487/04 C09K2211/1044 H01L51/5016		
代理人(译)	尹董Yol的		
优先权	2006303733 2006-11-09 JP		
其他公开文献	KR1020090086057A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

提高了装置的发光效率。有机电致发光器件(有机电致发光显示器)具有简单的结构,同时足以确保驱动稳定性。其中本发明的有机电致发光显示器层压在基板上的阳极和阴极中的发光层可以称为有机电致发光器件,其是有机电致发光器件,其中发光层包含有机电致发光器件。磷光发光掺杂剂和吡啉并咪唑衍生物作为主体材料。由下式(2)或(3)表示的化合物作为吡啉并咪唑化合物举例说明。而且,Ar 1~Ar 3是取代基X是N或CH之间的等式可以称为芳香族基团。有机电致发光显示器,空穴注入传输层,电子注入传输层,有机层,主体材料。

