



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0071664
(43) 공개일자 2008년08월05일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0009802

(22) 출원일자 2007년01월31일

심사청구일자 2007년01월31일

(71) 출원인

주성후

서울 송파구 석촌동 한솔아파트 104-803호

주식회사 이엘엠

경기도 군포시 금정동 1-22

대진대학교 산학협력단

경기 포천시 선단동 산 11-1

(72) 발명자

정수영

서울 강남구 개포동 대치아파트 215호 1208호

박중억

경기 화성시 태안읍 병점동 860 구봉마을 우남퍼스트빌 104동203호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

정종욱

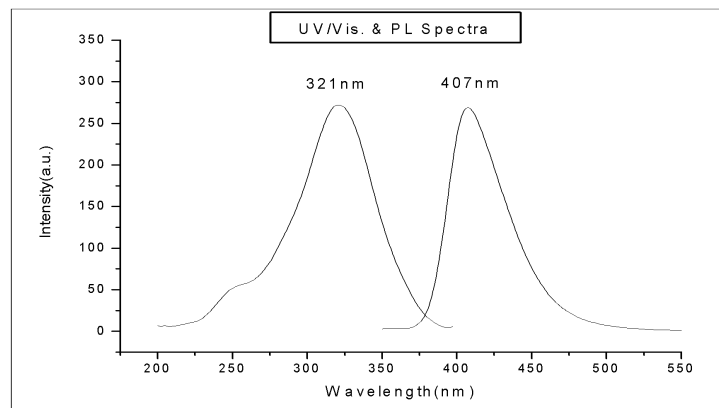
전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 유기 발광 재료 및 유기 발광 다이오드

(57) 요약

본 발명은 유기 발광 재료 및 유기 발광 다이오드(OLED)에 관한 것으로, 특정한 구조를 가지는 테트라아자사이클로판 유도체 화합물을 제조하고, 이를 유기 발광 다이오드의 유기 전계발광 재료로 사용함으로써, 기존 유기 발광 재료의 가장 큰 단점인 낮은 발광 휘도와 낮은 발광 효율의 문제점을 동시에 해결할 수 있을 뿐만 아니라 소자의 수명도 증가시킬 수 있는 우수한 유기 발광 재료 및 유기 발광 다이오드를 제공하는 것이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

정준호

경기 수원시 장안구 조원동 782-16

백용구

경기 수원시 영통구 매탄1동 현대힐스테이트 119동
1603호

김진영

서울 강서구 내발산동 686-1 보람아파트 101동
1203호

주성후

서울 송파구 석촌동 한솔아파트 104-803호

양재웅

서울 강남구 대치동 633 청실아파트 8동 1008호

백경갑

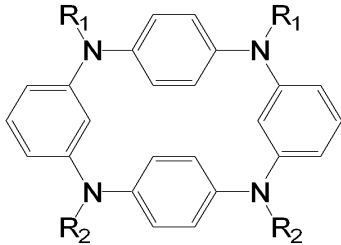
서울 노원구 중계3동 건영아파트 105동 1407호

특허청구의 범위

청구항 1

유기 발광 다이오드(OLED)의 유기 전계발광 재료로 사용되는 것을 특징으로 하는 하기 화학식 I로 표시되는 테트라아자사이클로판 유도체.

[화학식 I]

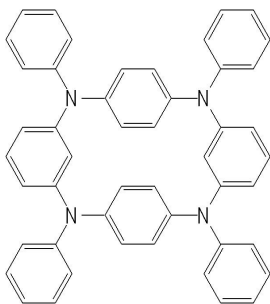


(상기 화학식 I에서, R₁ 과 R₂는 각각 치환되거나 비치환된 1 내지 6개의 알킬 그룹, 치환되거나 비치환되지 않은 알릴 그룹, 치환되거나 비치환되지 않은 아르알킬 그룹 또는 치환되거나 비치환되지 않은 헤테로사이클릭 그룹이고, 상기 R₁ 과 R₂는 동일하거나 상이한 것이다.)

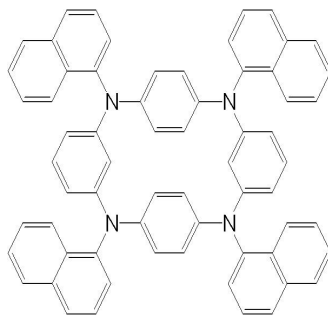
청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 화학식 I는 R₁ 과 R₂가 동일하고, 하기의 화학식 4 내지 10 중 어느 하나로 표시되는 것을 특징으로 하는 테트라아자사이클로판 유도체.

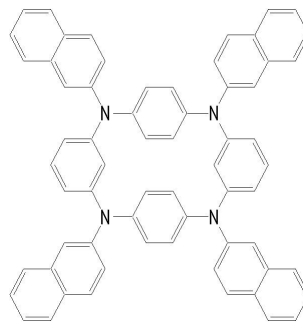
[화학식 4]



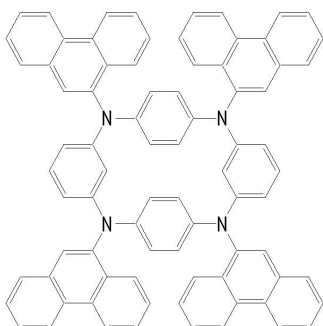
[화학식 5]



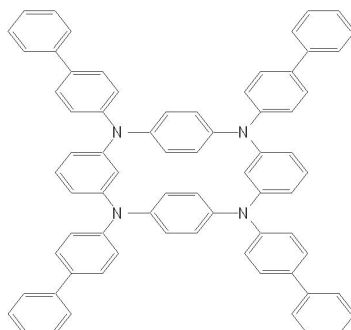
[화학식 6]



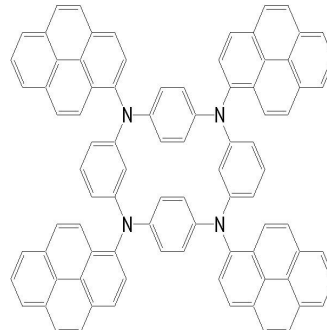
[화학식 7]



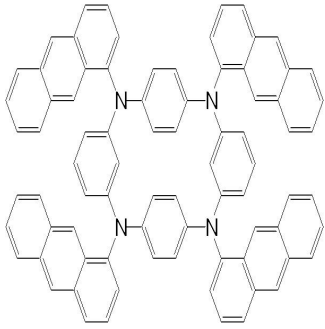
[화학식 8]



[화학식 9]



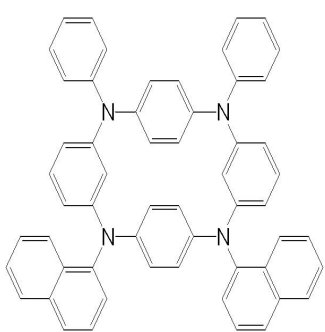
[화학식 10]



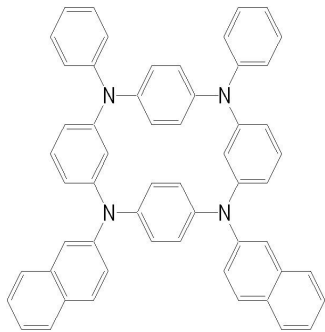
청구항 3

제 1항에 있어서, 상기 화학식 I는 R_1 과 R_2 가 상이하고, 하기의 화학식 11 내지 31 중 어느 하나로 표시되는 것을 특징으로 하는 테트라아자사이클로판 유도체.

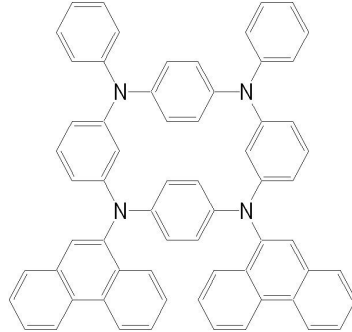
[화학식 11]



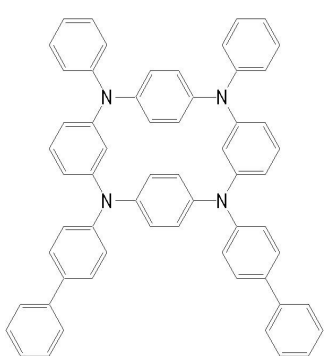
[화학식 12]



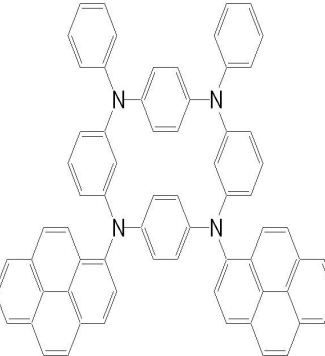
[화학식 13]



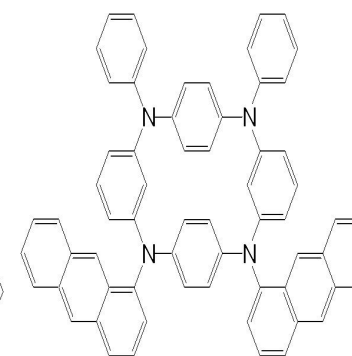
[화학식 14]



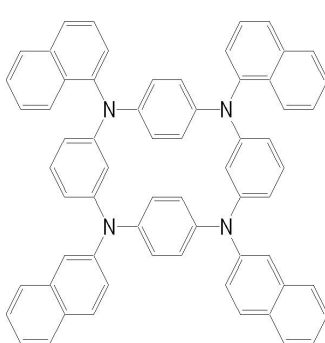
[화학식 15]



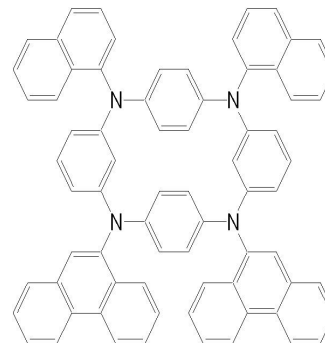
[화학식 16]



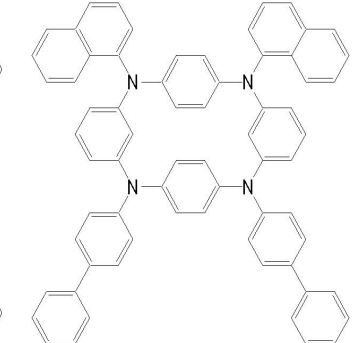
[화학식 17]



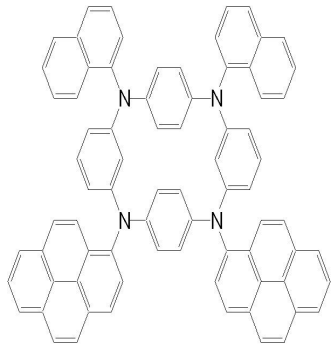
[화학식 18]



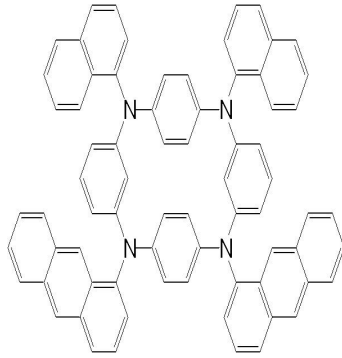
[화학식 19]



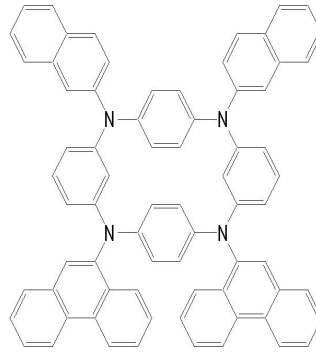
[화학식 20]



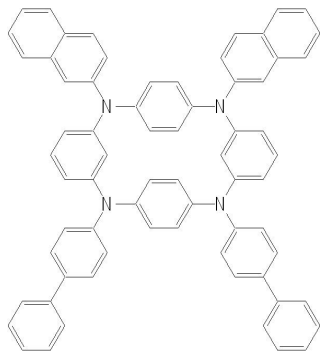
[화학식 21]



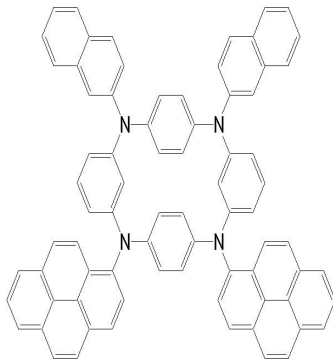
[화학식 22]



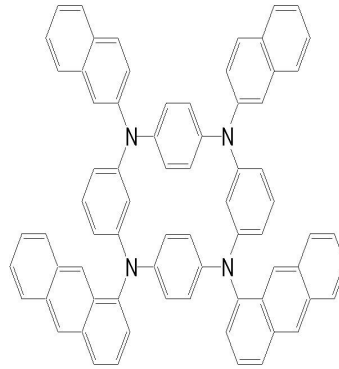
[화학식 23]



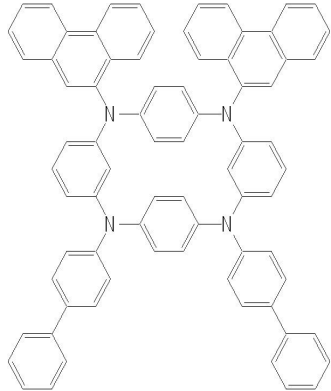
[화학식 24]



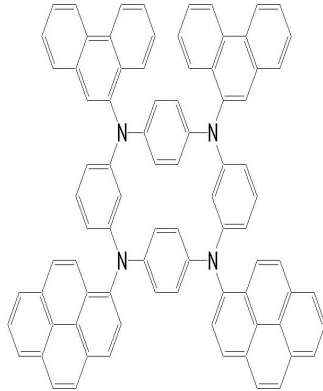
[화학식 25]



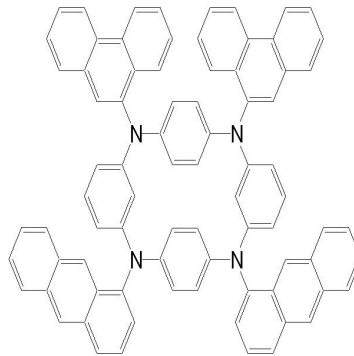
[화학식 26]



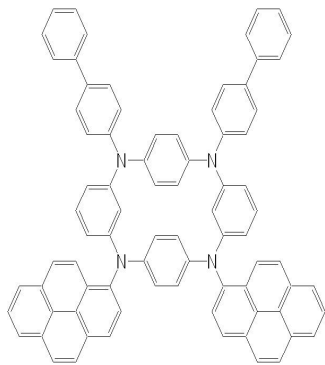
[화학식 27]



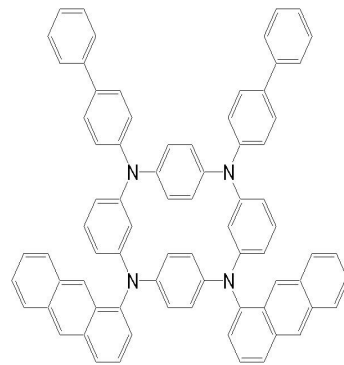
[화학식 28]



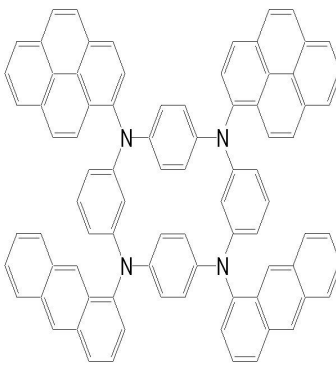
[화학식 29]



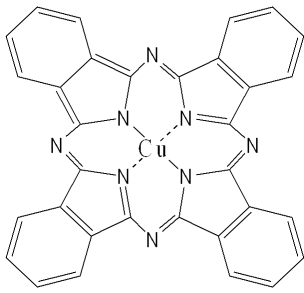
[화학식 30]



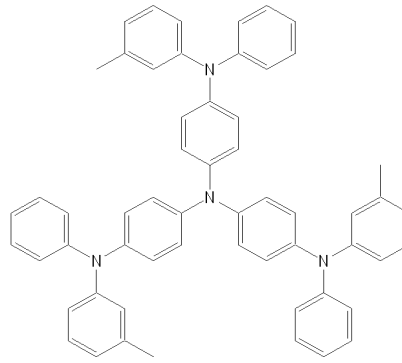
[화학식 31]



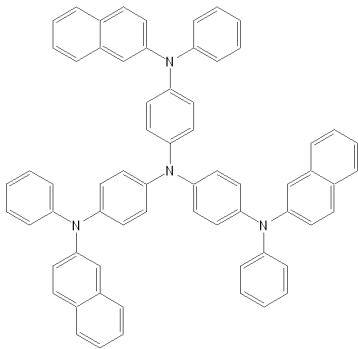
청구항 4



<15>



<16> [화학식 3]



<17>

<18> 그러나, 상기 CuPC는 금속착화합물이므로 ITO 기관과의 접촉성이 우수하고 가장 안정하기 때문에 널리 사용되지만 가시광선 영역에서 흡수가 일어나므로 총 천연색을 구현하는 것이 어렵고, 상기 m-MTDATA나 2-TNATA 역시 연구적으로 기존에 많이 사용되었으나 대량화 하는 과정에서 문제점이 많이 발생하기 때문에 역시 총 천연색을 구현하는 데는 문제점이 있다.

<19> 상기와 같이 종래의 유기 발광 다이오드에 사용되는 정공전달물질은 여전히 많은 문제점을 내포하고 있으며, 우수한 물적 특성을 가지는 성능 개량이 요구되고 있다. 따라서 유기 발광 다이오드의 발광효율을 향상시킬 수 있는 우수한 재료에 대한 개발이 절실히 요구된다.

<20> 상기와 같이 종래의 유기 발광 다이오드에 사용되는 정공전달물질은 여전히 많은 문제점을 내포하고 있으며, 우수한 물적 특성을 가지는 성능 개량이 요구되고 있다. 따라서 유기 발광 다이오드의 발광효율을 향상시키고, 높은 열안정성과 높은 유리전이온도를 갖는 우수한 재료에 대한 개발이 절실히 요구된다.

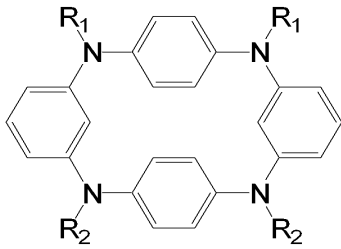
발명이 이루고자 하는 기술적 과제

<21> 본 발명은 종래의 상기와 같은 문제점들을 해결하고자 본 발명가들이 예의 연구를 거듭하여 얻은 결과로서, 신규 유기 발광 다이오드용 재료를 제공하는데 그 목적이 있다. 본 발명의 다른 목적은 유기 발광 다이오드의 발광 효율을 향상시키고 소자의 수명을 증가시킬 수 있는 우수한 유기 발광 다이오드용 유기 전계발광 재료 및 그 제조방법을 제공하는 것이다. 본 발명의 또 다른 목적은 높은 발광 효율을 나타내는 유기 발광 다이오드를 제공하는 것이다. 본 발명의 또 다른 목적은 연장된 수명을 갖는 유기 발광 다이오드를 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

<22> 본 발명은 유기 발광 다이오드에서 정공전달물질 또는 유기 전계 발광 재료로 유용한 하기 화학식 I로 표시되는 테트라아자사이클로판 유도체로써, 이들 화합물은 우수한 정공 주입, 수송 능력을 갖고 있으므로 이를 유기 전계 발광 재료로 사용하여 유기 발광 다이오드를 제작하면 발광 효율을 높이고 소자의 수명을 증가시킬 수 있는 것이다.

<23> [화학식 I]



<24>

<25> (상기 화학식 I에서, R₁ 과 R₂는 각각 치환되거나 비치환된 1 내지 6개의 알킬 그룹, 치환되거나 치환되지 않은 알릴 그룹, 치환되거나 치환되지 않은 아르알킬 그룹 또는 치환되거나 치환되지 않은 헤테로사이클릭 그룹이고, 상기 R₁ 과 R₂ 는 동일하거나 상이한 것이다.)

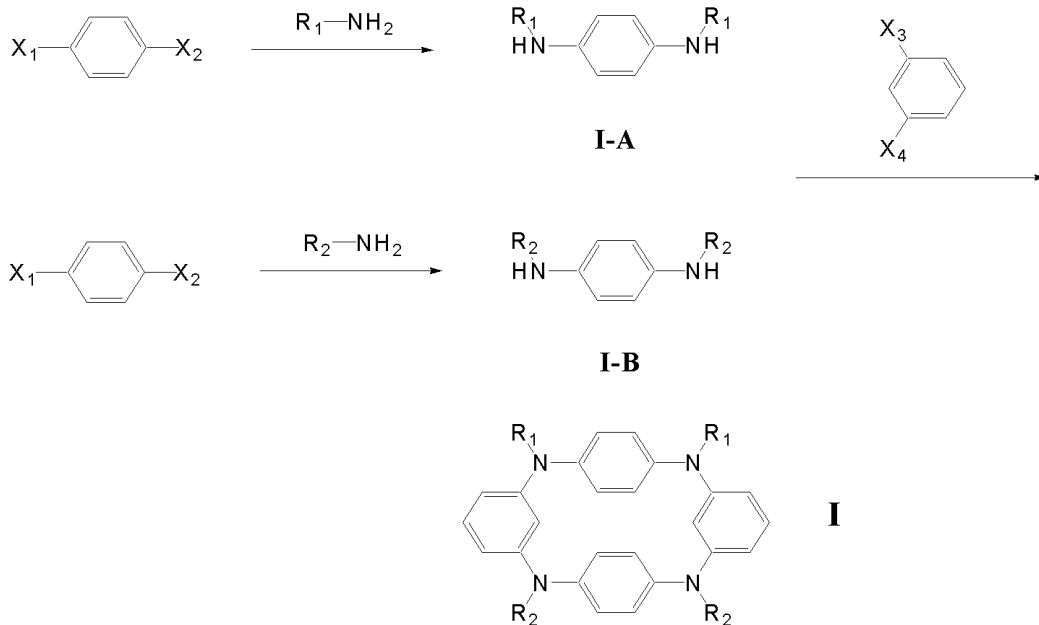
<26> 본 발명에 따른 높은 발광 효율과 긴 수명의 유기 발광 다이오드를 가능하게 하는 테트라아자사이클로판 유도체 화합물을 제조하는 과정을 이하에서 설명하기로 한다.

<27>

<28> 상기 화학식 I 를 제조하는 방법은 하기 단계로 이루어진다.

<29> 본 발명자들은 하기의 반응식 1과 같은 합성 경로로 화학식 I 의 일반 구조식을 갖는 화합물을 제조할 수 있었다.

<30> [반응식 1]



<31>

<32> 상기 반응식 1에서, R₁ 과 R₂ 는 각각 치환되거나 비치환된 1 내지 6개의 알킬 그룹, 치환되거나 치환되지 않은 알릴 그룹, 치환되거나 치환되지 않은 아르알킬 그룹 또는 치환되거나 치환되지 않은 헤테로사이클릭 그룹이고, 상기 R₁ 과 R₂ 는 동일하거나 상이할 수 있다. 또한, X₁ 내지 X₄ 는 이탈기로 바람직하게는 할로젠 원자이다.

<33> 먼저, *Org. Lett.* 1(13), 2057를 참조로 하여, 디할로벤젠에 아민화 반응을 통하여 I-A, I-B로 표시되는 디아미노 화합물을 제조하였고, 이를 1,3-디할로벤젠과의 아민화 반응을 통하여 최종적으로 본 발명에 따른 화학식 I 로 표시되는 테트라아자사이클로판 유도체의 유기 발광 다이오드 재료를 제조하였다. 본 제조과정에서 I-A, I-B를 합성하는 단계와 최종적으로 화학식 I 을 합성하는 단계에 사용되는 아민화 반응의 조건은 크게 두 가지 방법이 있다.

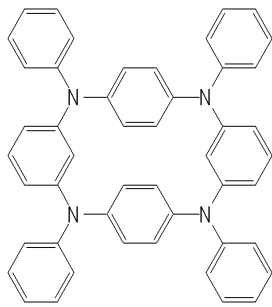
<34> 첫 번째 방법은 구리 촉매를 이용한 울만반응(Ullmann reaction)으로, 특별히 제한되지는 않지만 반응에 사용되

는 구리 촉매는 구리 분말이나 황산구리(CuSO₄)가 적당하고 반응 염기는 포타시움 카보네이트나 소듐 카보네이트가 가장 적당하며, 반응 용매는 사용하지 않거나 고온의 끓는점을 가진 *N,N*-디메틸설폭사이드, 니트로벤젠 또는 데칼린을 사용한다. 때로는 반응을 좀 더 원활히 수행하기 위하여 크라운 에테르나 폴리(에틸렌 글리콜)을 사용하기도 한다.

<35> 두 번째 방법은 팔라듐 촉매를 이용한 방법으로, 적당한 반응 용매 하에서 팔라듐 촉매, 포스핀 촉매 및 염기를 사용하여 아민화 반응을 수행하는 것으로 반응에 사용되는 팔라듐 촉매는 특별히 제한되지는 않지만 주로 팔라듐 아세테이트나 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐(0)을 사용하고 포스핀 촉매도 특별히 제한되지는 않고 트리-(*o*-톨릴)포스핀, 2,2'-비스(디페닐포스포노)-1,1'-비나프틸, 트리-(*n*-부틸)포스핀 또는 트리-(*t*-부틸)포스핀 등을 사용한다. 반응 염기는 소듐 *t*-부톡시드 또는 포타시움 *t*-부톡시드 등의 금속 알콕시드를 사용한다. 반응용매는 특별히 제한되지 않고 사용되는 시약에 대하여 반응성이 없고 반응을 원활히 진행될 수 있을 정도의 용해도를 가지고 있으면 된다. 구체적인 예로는 벤젠, 톨루엔, 자일렌, *N,N*-디메틸포름아마이드, *N,N*-디메틸설폭사이드 등이 있다. 상기 반응에 사용되는 시약이나 반응 용매는 특별히 이에 한정되는 것은 아니다.

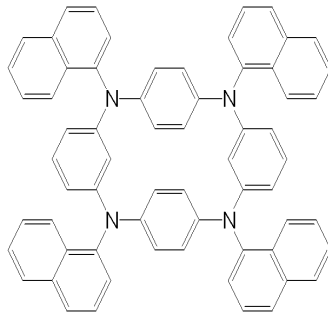
<36> 상기와 같은 방법으로 제조하여 최종적으로 높은 발광 효율과 긴 수명의 유기 발광 다이오드를 가능하게 하는 유기 전계발광 물질의 구체적인 테트라아자사이클로판 유도체의 예는 하기 화학식 4 내지 화학식 31의 화합물이 있다.

<37> [화학식 4]

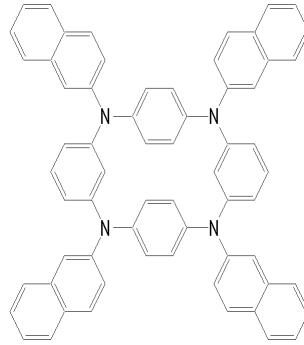


<38>

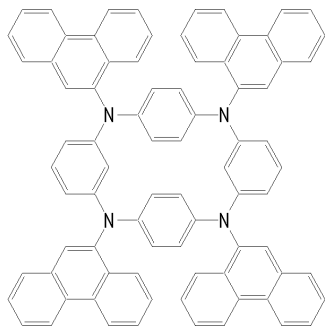
[화학식 5]



[화학식 6]

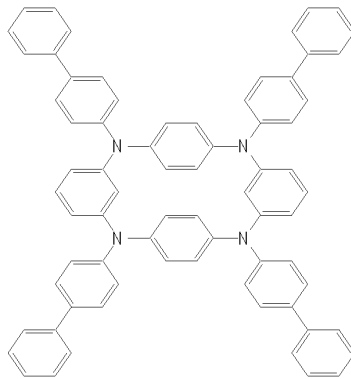


<39> [화학식 7]

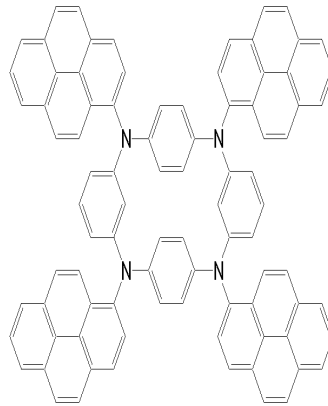


<40>

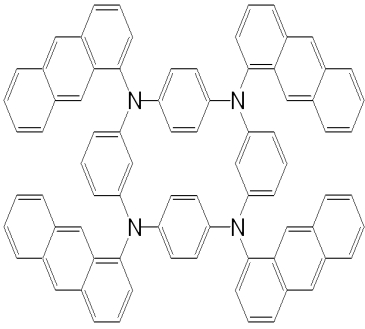
[화학식 8]



[화학식 9]

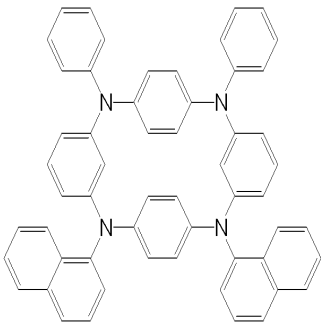


<41> [화학식 10]

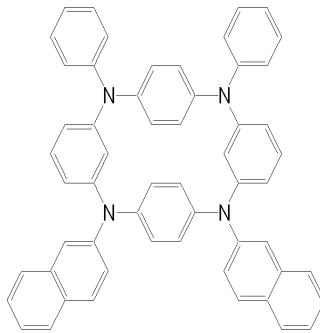


<42>

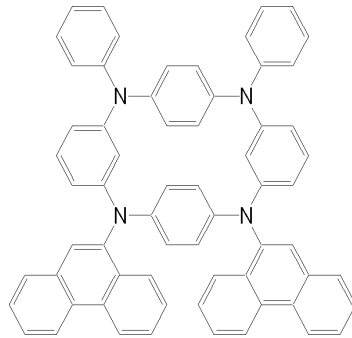
<43> [화학식 11]



[화학식 12]

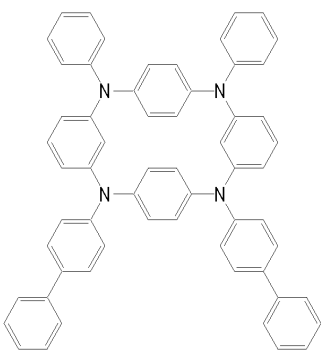


[화학식 13]

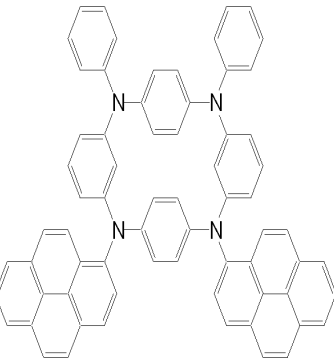


<44>

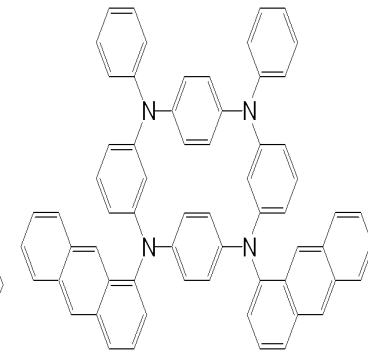
<45> [화학식 14]



[화학식 15]

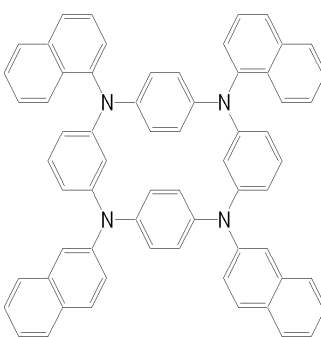


[화학식 16]

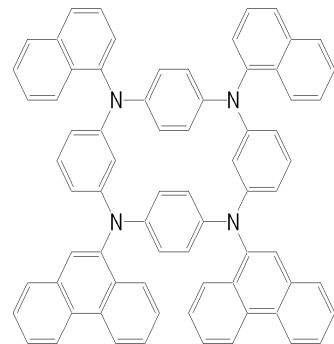


<46>

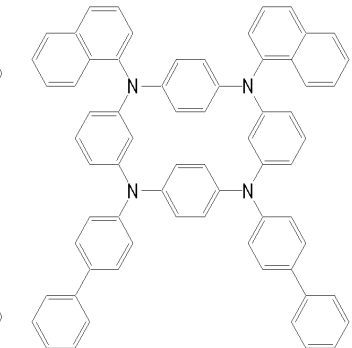
<47> [화학식 17]



[화학식 18]



[화학식 19]



<48>

<49> [화학식 20]

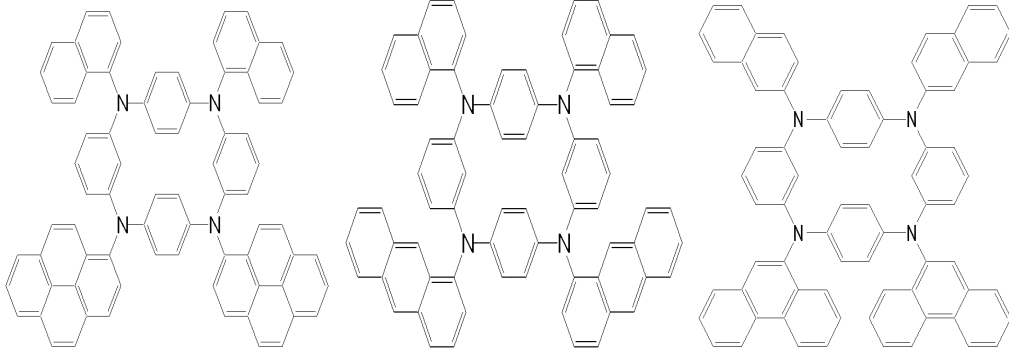


[화학식 21]



[화학식 22]





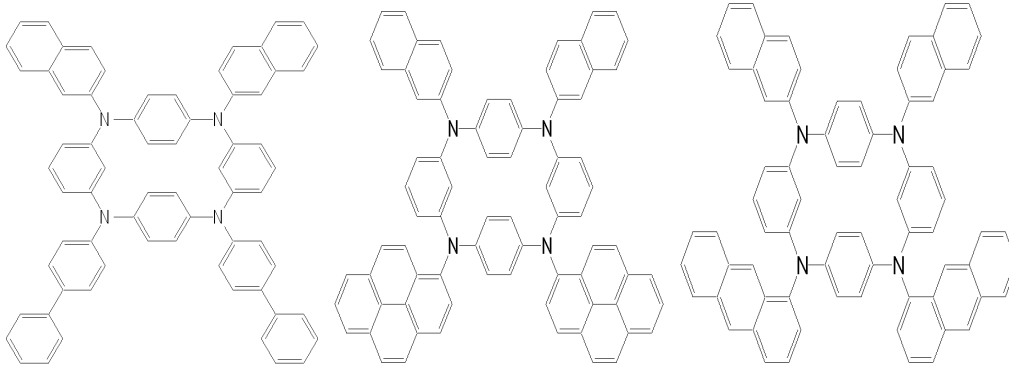
<50>

<51>

[화학식 23]

[화학식 24]

[화학식 25]



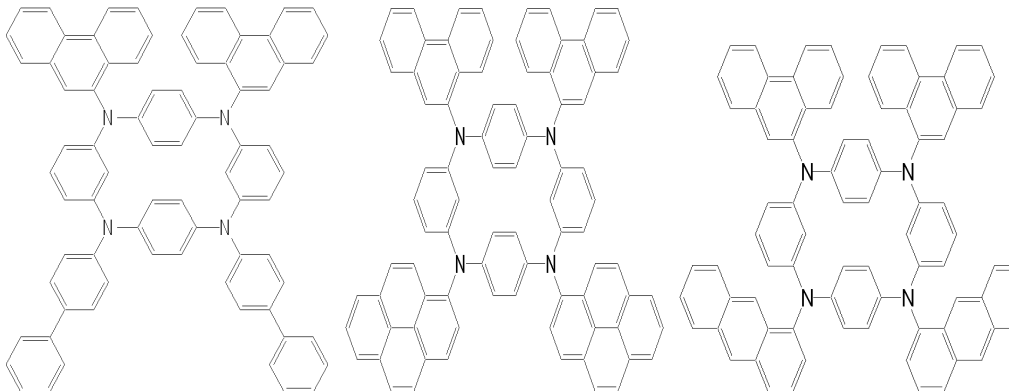
<52>

<53>

[화학식 26]

[화학식 27]

[화학식 28]



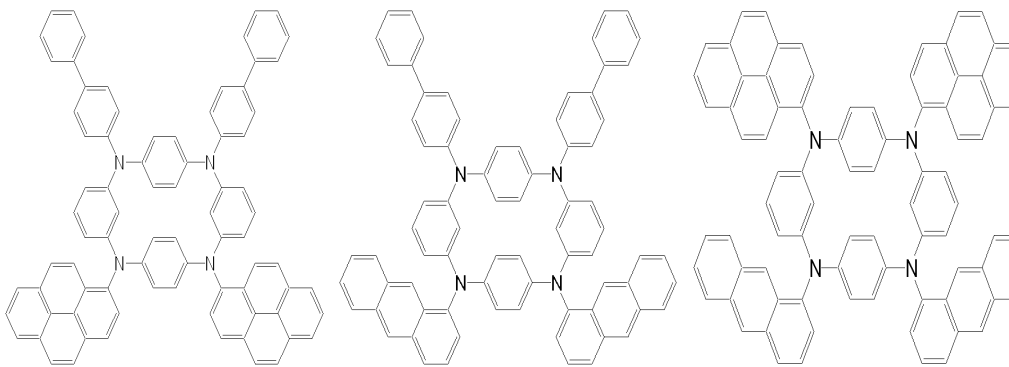
<54>

<55>

[화학식 29]

[화학식 30]

[화학식 31]



<56>

<57>

본 발명의 상기 화학식 I로 표시되는 테트라아자사이클로판 유도체 화합물은 상기와 같은 방법으로 제조가 가능하며, 이를 유기 발광 다이오드의 유기 전계발광 물질로 사용하면 고 발광 효율을 얻을 수 있는 소자를 제작할 수 있다. 또한 상기 화학식 I로 표시되는 화합물은 발광층에 사용되는 발광 재료의 발광색상 즉, 청색, 녹색 또는 적색에 관계없이 모두 정공전달물질로 사용이 가능하므로 총 천연색의 표시장치를 제작하는데 효과적으

로 사용되어 고성능의 종 친연색 표시장치 제작을 가능하게 한다.

<58> 상기와 같은 방법으로 합성된 본 발명의 상기 화학식 1로 표시되는 테트라아자사이클로판 유도체 화합물은 고 순도를 요구하는 유기 발광 다이오드의 특성상 재결정과 승화법을 이용하여 정제를 실시하였다. 합성에 대한 자세한 설명은 아래의 합성예에서 기술하였다. 이러한 정제과정을 거쳐 제조된 본 발명에 따른 화합물의 물성 및 광화학적 특성을 측정하였고, 그 중 대표적으로 화학식 4, 화학식 5에 대한 광화학적 특성 결과를 설명한다.

<59> 먼저, 본 발명에 따른 화학식 4와 5의 광화학적 특성을 확인하기 위하여 상기 화학식4와 화학식 5의 화합물에 대해 각각의 UV 최대 흡수 파장(λ_{max})을 측정한 결과가 각각 321nm, 360nm이었고, 이 최대 흡수파장을 여기파장으로 하여, 상기 화학식 4, 화학식 5의 화합물 각각에 대해 광 발광(PL) 스펙트럼을 측정하였고, 각각의 최대피크는 407nm, 488nm에서 측정되었다. 도 1에서는 상기 화학식 4의 화합물에 대한 UV/Vis. 및 형광 스펙트럼 측정 결과를, 도 2에서는 상기 화학식 5의 화합물에 대한 결과를 나타내었으며, 이로부터 본 발명에 따른 상기 화합물은 청색 내지 청록색으로 발광을 하고 있음을 알 수 있다.

<60> 한편, 위와 같은 본 발명에 따른 유기 전계발광 재료를 이용하여 아래의 실시예와 같은 방법으로 유기 발광 다이오드를 제작하였고, 이렇게 제작된 본 발명의 바람직한 하나의 예로써 유기 발광 다이오드의 구조는 도 3에 나타난 바와 같다. 즉, 투명기판 위에 음극과 양극이 존재하고, 상기 음극과 양극 사이에 발광층, 정공수송층, 정공주입층이 적층될 수 있으며, 본 발명에 따른 화학식 4 또는 5는 상기 발광층, 정공수송층 또는 정공주입층의 재료로 사용될 수 있는 것이다.

<61> 더불어서, 상술한 정제과정 및 제조방법을 거쳐서 본 발명에 따른 화합물로 제작된 유기 발광 다이오드의 물성 및 전기 발광 특성을 측정하였고, 이를 종래 기술로써 2-TNATA를 사용한 소자의 발광 특성과 비교하였다. 본 발명에 따른 화합물을 정공전달물질로 사용한 경우, 증착 두께에 관계없이 비교물질인 2-TNATA보다 전류 밀도, 휘도 그리고 발광 효율 등의 면에서 아주 우수한 발광 특성을 나타내었다. 구체적으로, 도 4의 전류밀도 스펙트럼(I-V)과 도 5의 전기발광(EL) 스펙트럼에 나타난 바와 같이 본 발명에 따라 화학식 4(실시예 3), 화학식 5(실시예 4)의 화합물에 의한 I-V와 EL 피크는 종래기술에 따른 2-TNATA(비교예 1)보다 높은 강도를 보이고 있다.

<62> 이하, 본 발명을 합성예, 실시예와 비교예를 참조하여 더욱 상세히 설명한다. 본 발명은 하기의 합성예, 실시예와 비교예에 의하여 보다 더 잘 이해될 수 있으며, 하기의 합성예와 실시예는 본 발명을 예시하기 위한 것이며 첨부된 특허청구범위에 의하여 한정되는 보호범위를 제한하고자 하는 것은 아니다.

<63> [실시예 1: 화학식 4의 제조]

<64> 본 실시예에서는 화학식 4와 같은 테트라아자사이클로판 유도체를 제조하고자, 먼저 N,N-디페닐-벤젠-1,4-디아민을 합성한 뒤(합성예 1-1), 이를 이용하여 화학식 4와 같은 테트라아자사이클로판 유도체를 제조하였다(합성예 1-2).

<65> [합성예 1-1: N,N-디페닐-벤젠-1,4-디아민의 합성]

<66> 500-ml, 3구 둥근바닥플라스크를 완전히 건조시킨 후 질소분위기 하에서 1,4-브로모클로로벤젠 100.0g(522mmol)을 투입하고 무수 톨루엔 500ml로 용해시켰다. 이 용액에 아닐린 116.75g(1.25mol), 트리(t-부틸)포스핀 4.23g (20.9mmol), 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라디움(0) 9.57g(10.4mmol) 및 소듐 t-부톡시드 120.5g(1.25mol)을 투입하였다. 이 혼합액을 4시간 동안 환류 시키고 실온으로 냉각한 다음 교반하는 메탄올 5000ml 붓는다. 생성된 고체를 여과하고 메탄올로 세척하여 생성물을 얻었다. 진공건조 하여 목적화합물 57g (수율 42%)을 얻었다.

<67> $^1\text{H NMR}$ (DMSO-d₆): δ 7.90(s, 2H), 7.17(t, $J = 8.1\text{Hz}$, 4H), 7.03(s, 4H), 6.95(d, $J = 7.7\text{Hz}$, 4H), 6.71(t, $J = 7.3\text{Hz}$, 2H).

<68> [합성예 1-2: 화학식 4와 같은 테트라아자사이클로판 유도체의 제조]

<69> 500-ml, 3구 둥근바닥플라스크를 완전히 건조시킨 후 질소분위기 하에서, 상기 합성예 1-1로 준비된 N,N-디페닐-벤젠-1,4-디아민 50.0g(192mmol)을 투입하고 무수 톨루엔 150ml로 용해시켰다. 이 용액에 1,3-디브로모벤젠 45.3g(192mmol), 트리(t-부틸)포스핀 1.55g(7.7mmol), 팔라디움 아세테이트 2.16g(9.6mmol) 및 소듐 t-부톡시드 44.3g(461mmol)을 투입하였다. 이 혼합액을 3시간 동안 환류 시키고 실온으로 냉각한 다음 아세톤 300ml를 넣고 충분히 교반시킨 후 메탄올 1500ml에 붓는다. 생성된 고체를 여과하고 메탄올로 세척하여 생

성물을 얻었다. 진공 건조하여 목적화합물 45.9g(수율 71.5%)을 얻었다.

<70> ^1H NMR (DMSO-d₆): δ 7.33(t, $J = 7.9\text{Hz}$, 8H), 7.13(d, $J = 7.9\text{Hz}$, 8H), 7.03~7.07(m, 6H), 6.87(s, 8H), 6.52(d, $J = 8.1\text{Hz}$, 4H), 6.18(s, 2H).

<71> MALDI-TOF mass(M+H⁺): C₄₈H₃₆N₄: 668.97(669.29)

<72> UV(λ_{max}): 321nm PL: 407nm 녹는점(mp): 375°C

<73> [실시예 2: 화학식 5의 제조]

<74> 본 실시예에서는 화학식 5와 같은 테트라아자사이클로판 유도체를 제조하고자, 먼저 N,N-디(1-나프틸)-벤젠-1,4-디아민을 합성한 뒤(합성예 2-1), 이를 이용하여 화학식 5와 같은 테트라아자사이클로판 유도체를 제조하였다(합성예 2-2).

<75> [합성예 2-1: N,N-디(1-나프틸)-벤젠-1,4-디아민의 합성]

<76> 500-ml, 3구 둥근바닥플라스크를 완전히 건조시킨 후 질소분위기 하에서 1,4-디브로모벤젠 30.0g(127mmol)을 투입하고 무수 톨루엔 150ml로 용해시켰다. 이 용액에 1-나프틸아민 38.24g(267mmol), 트리(t-부틸)포스핀 1.03g(5.09mmol), 트리스(디벤질리튬아세톤)디팔라디움(0) 2.33g(2.54mmol) 및 소듐 t-부톡사이드 29.33g(305mmol)을 투입하였다. 이 혼합액을 3시간 동안 환류 시키고 실온으로 냉각한 다음 메탄올 1500ml에 붓는다. 생성된 고체를 여과하고 메탄올로 세척하여 생성물을 얻었다. 진공건조 하여 목적화합물 33.8g(수율 74%)을 얻었다.

<77> ^1H NMR (DMSO-d₆): δ 8.25(d, $J = 8.9\text{Hz}$, 2H), 8.04(s, 2H), 7.85(d, $J = 9.2\text{Hz}$, 2H), 7.46~7.52(m, 4H), 7.38(d, $J = 8.0\text{Hz}$, 2H), 7.32(t, $J = 8.0\text{Hz}$, 2H), 7.14(d, $J = 7.4\text{Hz}$, 2H), 7.11(s, 4H).

<78> [합성예 2-2: 화학식 5와 같은 테트라아자사이클로판 유도체의 제조]

<79> 500-ml, 3구 둥근바닥플라스크를 완전히 건조시킨 후 질소분위기 하에서 상기 합성예 2-2에 의해 준비된 N,N-디(1-나프틸)-벤젠-1,4-디아민 15.0g(41.6mmol)을 투입하고 무수 톨루엔 45ml로 용해시켰다. 이 용액에 1,3-디브로모벤젠 9.82g(41.6mmol), 트리(t-부틸)포스핀 0.34g(1.7mmol), 팔라디움 아세테이트 0.47g(2.1mmol) 및 소듐 t-부톡사이드 9.60g(99.9mmol)을 투입하였다. 이 혼합액을 2시간 동안 환류 시키고 실온으로 냉각한 다음 메탄올 300ml에 붓는다. 생성된 고체를 여과하고 메탄올로 세척하여 생성물을 얻었다. 진공 건조하여 목적화합물 16.0g(수율 88.8%)을 얻었다.

<80> ^1H NMR (DMSO-d₆): δ 7.93~7.97(m, 8H), 7.82~7.85(m, 4H), 7.41~7.55(m, 16H), 6.96~7.34(m, 6H), 6.68~6.83(m, 6H), 5.74~5.90(m, 4H)

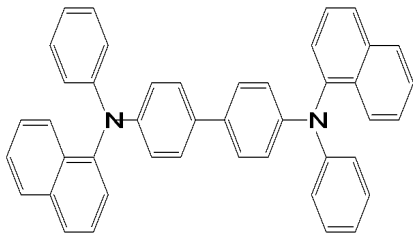
<81> MALDI-TOF mass(M+H⁺): C₇₄H₄₈N₄: 868.46(869.36)

<82> UV(λ_{max}): 360nm PL: 488nm 녹는점(mp): 418°C

<83> [실시예 3: 화학식 4을 이용한 유기 발광 다이오드 제작]

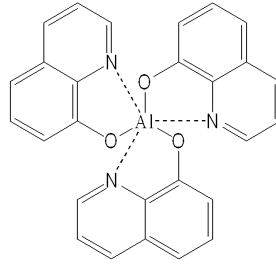
<84> 25mm × 75mm × 1.1mm 크기의 유리 기판 상에 막 두께가 750Å 인 인듐 주석 산화물(ITO)의 투명성 양극을 형성시켰다. 상기 유리 기판을 진공 증착장치에 넣어 약 10⁻⁷ torr로 감압하였다. 이어서 본 발명에 따라 상기 화학식 4와 같은 테트라아자사이클로판 유도체를 두께가 600Å이 되도록 증착시켜 정공주입층을 형성시켰다. 이어서 하기 화학식 32의 NPB[N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐벤지딘]를 두께가 200Å이 되도록 증착시켜 정공수송층을 형성하였다. 하기 화학식 33의 Alq₃[트리스(8-히드록시퀴놀린)알루미늄(III)]를 두께가 500Å이 되도록 증착시켜 발광층을 형성하였다. 최종적으로 알루미늄과 리튬을 동시에 증착시켜 1000Å의 두께를 갖는 음극을 형성시켰다. 상기와 같이 제작된 유기 발광 다이오드에 0 ~ 17V의 전압을 인가하여 발광시험을 실시하였다. 즉, 각각의 전압에서 전류밀도, 휘도, 발광효율, EL 피크 그리고 최고휘도를 측정하였다. 10V 인가전압에서, 전류밀도는 6.10mA/cm², 휘도는 149.9cd/m², 최고휘도는 17790cd/m², 발광효율은 2.82cd/A, 0.68lm/W이었다.

<85> [화학식 32]



<86>

[화학식 33]



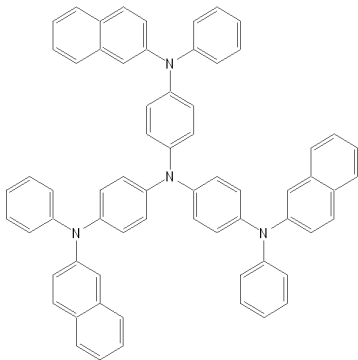
<87> [실시예 4: 화학식 5을 이용한 유기 발광 다이오드 제작]

<88> 본 실시예 4에서는 상기 실시예 3에서 화학식 4 대신 화학식 5에 따른 테트라아자사이클로판 유도체를 사용한 것을 제외하고는 실시예 4와 동일하게 유기 발광 다이오드를 제작하고 평가하였다. 10V 인가전압에서, 전류밀도는 7.78mA/cm², 휘도는 243.1cd/m², 최고휘도는 9056cd/m², 발광효율은 3.33cd/A, 1.13lm/W이었다.

<89> [비교예 1: 화학식 3(2-TNATA)을 이용한 유기 발광 다이오드 제작]

<90> 본 비교예 1에서는 상기 실시예 3에서 화학식 4 대신 종래에 널리 알려진 2-TNATA(하기의 화학식 3)를 사용한 것을 제외하고는 실시예 3과 동일하게 유기 발광 다이오드를 제작하고 평가하였다. 10V 인가전압에서, 전류밀도는 1.42A/cm², 휘도는 21.1cd/m², 최고휘도는 15780cd/m², 발광효율은 1.49cd/A, 0.47lm/W이었다.

<91> [화학식 3]



<92>

<93> 상술한 실시예 3과 실시예 4에 따른 발광 시험 결과를 정리하면, 하기의 표 1에 정리된 바와 같다.

<94> [표 1: 발광 시험 결과]

	전압(V)	전류밀도(mA/m ²)	휘도(cd/m ²)	최고휘도(cd/m ²)	효율(cd/A)	효율(lm/W)
실시예 3	10	6.10	149.9	17790	2.82	0.68
실시예 4	10	7.78	243.1	9056	3.33	1.13
비교예 1	10	1.42	21.1	15780	1.49	0.47

<96> 즉, 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 본 발명에 따른 화학식 4 또는 5의 테트라아자사이클로판 유도체를 사용하여 유기 발광 다이오드를 제작하고 발광특성을 평가한 결과, 기존의 정공전달물질인 화학식 3의 2-TNATA보다 전류 밀도, 휘도 그리고 발광 효율 등의 면에서 아주 우수한 발광 특성을 보이고 있음을 확인할 수 있다.

<97> 한편, 상기에서는 본 발명을 특정의 바람직한 실시예에 관련하여 도시하고 설명하였지만, 이하의 특허 청구범위에 의해 마련되는 본 발명의 기술적 특징이나 분야를 이탈하지 않는 한도 내에서 본 발명이 다양하게 개조 및 변화될 수 있다는 것은 당업계에서 통상의 지식을 가진에게 명백한 것이다.

발명의 효과

<98> 상술한 바와 같이, 본 발명에 따라 화학식 I로 표시되는 테트라아자사이클로판 유도체를 유기 전계 발광 재료 특히 정공주입층으로 사용하여 유기 발광 다이오드를 제작하면, 기존의 유기 발광 다이오드의 가장 큰

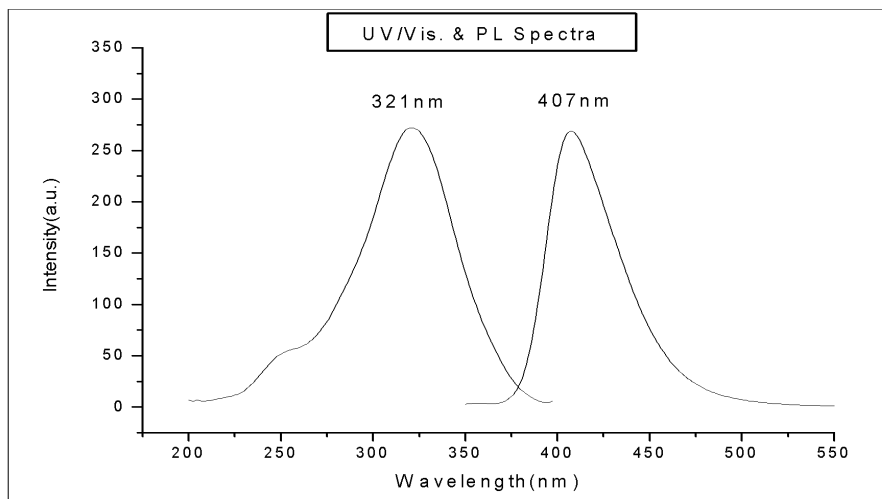
단점인 발광 휘도와 발광 효율이 낮은 문제를 동시에 해결할 수 있을 뿐만 아니라, 고성능의 유기 발광 다이오드의 제작이 가능하여 고효율, 고휘도 및 장수명이 요구되는 충전연색의 유기 발광 다이오드의 상용화에 크게 기여할 수 있다.

도면의 간단한 설명

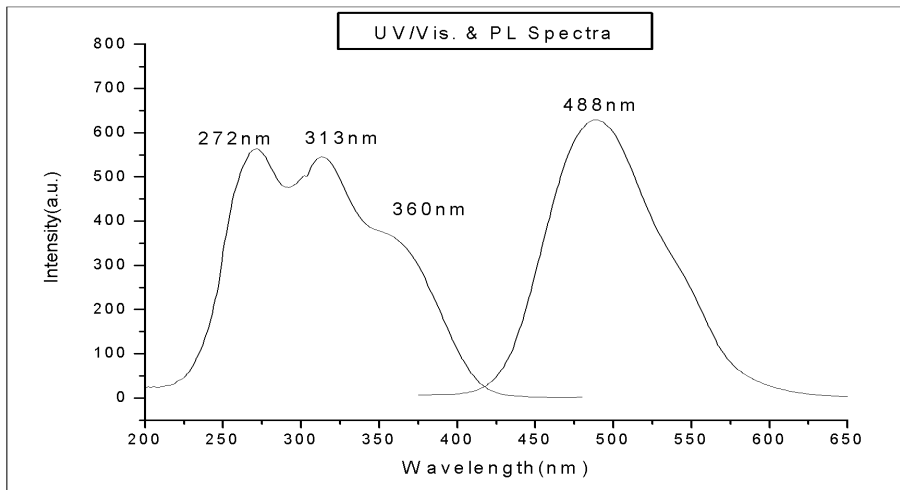
- <1> 도 1은 본 발명의 바람직한 일 실시예에 따른 화학식 4에 대한 UV/Vis. 및 형광 스펙트럼 그래프이다.
- <2> 도 2는 본 발명의 바람직한 다른 실시예에 따른 화학식 5에 대한 UV/Vis. 및 형광 스펙트럼 그래프이다.
- <3> 도 3은 본 발명에 따른 화학식 4 또는 5를 이용하여 제작된 유기 발광 다이오드의 다층 구조를 예시적으로 나타내는 도면이다.
- <4> 도 4는 본 발명에 따른 화학식 4 또는 5를 이용하여 제작된 유기 발광 다이오드의 전류밀도(I-V) 스펙트럼을 예시적으로 나타내는 그래프이다.
- <5> 도 5는 본 발명에 따른 화학식 4 또는 5를 이용하여 제작된 유기 발광 다이오드의 전기발광(EL) 스펙트럼을 예시적으로 나타내는 그래프이다.

도면

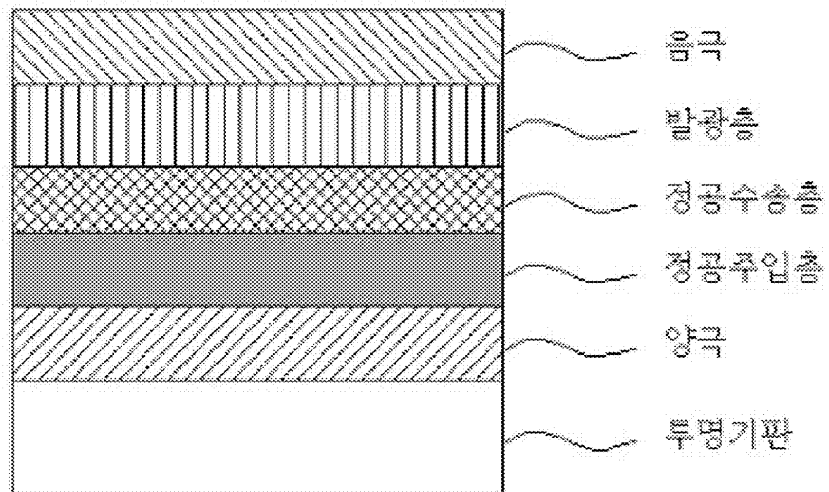
도면1



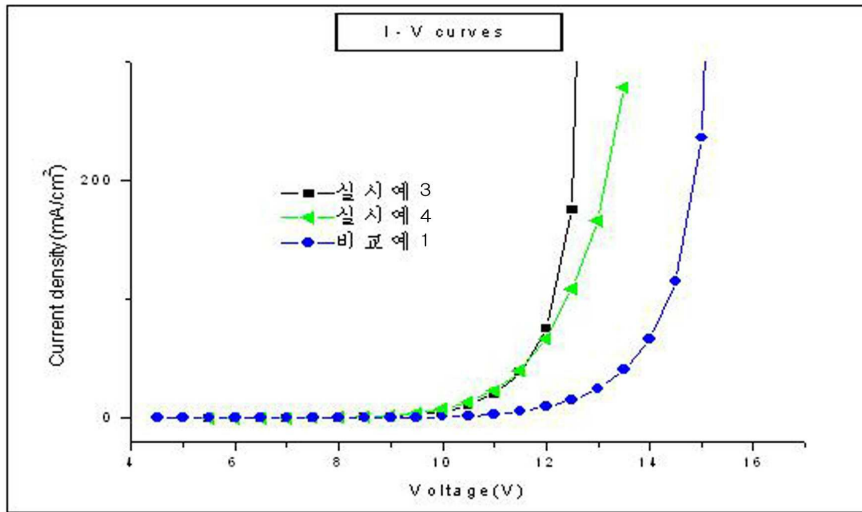
도면2



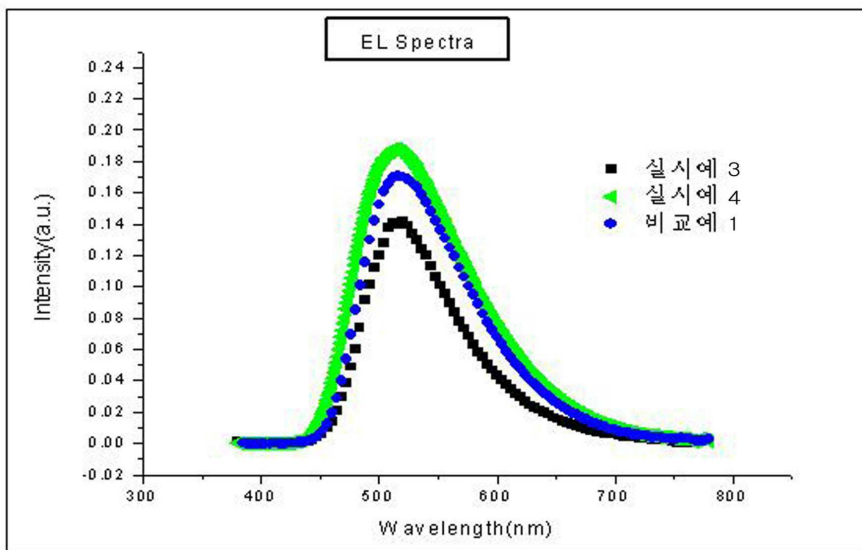
도면3



도면4



도면5



专利名称(译)	有机发光材料和有机发光二极管		
公开(公告)号	KR1020080071664A	公开(公告)日	2008-08-05
申请号	KR1020070009802	申请日	2007-01-31
[标]申请(专利权)人(译)	JU SUNG HOO 周星后 有限公司ELM 天津UNIV%用于教育INDAL合作		
申请(专利权)人(译)	周星后 M. ELK公司 天津大学学术合作		
当前申请(专利权)人(译)	周星后 M. ELK公司 天津大学学术合作		
[标]发明人	JEONG SOO YOUNG 정수영 PARK JONG YEK 박종억 JUNG JOON HO 정준호 BAEK YONG GU 백용구 KIM JIN YOUNG 김진영 JU SUNG HOO 주성후 YANG JAE WOONG 양재웅 PAEK KYEONG KAP 백경갑		
发明人	정수영 박종억 정준호 백용구 김진영 주성후 양재웅 백경갑		
IPC分类号	C09K11/06		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及有机发光材料和有机发光二极管 (OLED) , 提供优良的有机发光材料和有机发光二极管 , 同时最大程度地解决了发光效率低的问题。低发光亮度是装置寿命大的缺点 , 现有的有机发光材料用作有机发光二极管的有机电致发光材料 , 制造具有特定结构的四氮杂环戊烷衍生物化合物。有机电致发光 , 二极管和四氮杂环丙烷。

