



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl. (11) 공개번호 10-2007-0010106
C09K 11/06 (2006.01) (43) 공개일자 2007년01월22일

(21) 출원번호 10-2006-0135535(분할)
(22) 출원일자 2006년12월27일
심사청구일자 2006년12월27일
(62) 원출원 특허10-2003-0074930
원출원일자 : 2003년10월25일 심사청구일자 2003년10월25일

(71) 출원인 삼성에스디아이 주식회사
경기 수원시 영통구 신동 575

(72) 발명자 이관희
경기 용인시 기흥구 공세동 428-5
박수진
경기 용인시 기흥구 공세동 428-5
조효순
경기 용인시 기흥구 공세동 428-5
권태혁
경기 용인시 기흥구 공세동 428-5
최수연
경기 용인시 기흥구 공세동 428-5
홍종인
경기 용인시 기흥구 공세동 428-5
신대엽
경기 용인시 기흥구 공세동 428-5
정동현
경기 용인시 기흥구 공세동 428-5

(74) 대리인 리엔목특허법인

전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 카바졸 고리 함유 화합물 및 이를 이용한 유기 전계 발광소자

(57) 요약

본 발명에 따른 카바졸 고리 함유 화합물은 청색 발광 특성 또는 홀 수송 특성이 우수하며, 이는 청색 발광 재료로 사용하거나 또는 적색, 녹색, 청색, 백색 등과 같은 다양한 인광 또는 형광 도펀트에 대하여 호스트로 사용할 수 있다. 이러한 카바졸 고리 함유 화합물을 채용한 유기 전계 발광 소자는 고효율 발광이 가능하며, 저소비전력 특성을 갖는다.

대표도

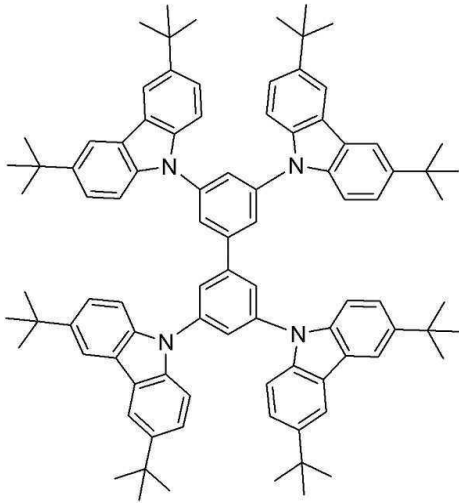
도 2

특허청구의 범위

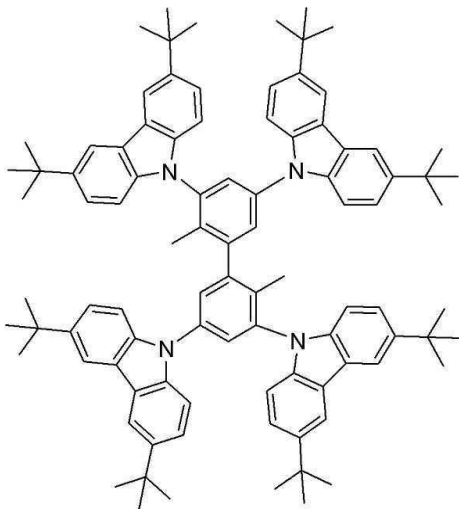
청구항 1.

하기 화학식 7, 화학식 8, 화학식 11, 화학식 13, 및 화학식 15로 표시되는 화합물중에서 선택된 하나인 것을 특징으로 하는 카바졸 고리 함유 화합물.

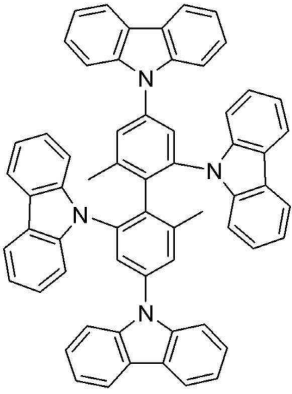
[화학식 7]



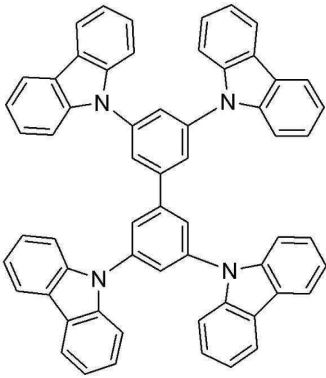
[화학식 8]



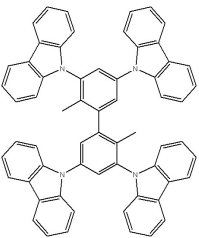
[화학식 11]



[화학식 13]



[화학식 15]



청구항 2.

한 쌍의 전극 사이에 유기막을 포함하는 유기 전계 발광 소자에 있어서,

상기 유기막이 제1항의 카바졸 고리 함유 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 3.

제2항에 있어서, 상기 유기막이 발광층인 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 4.

제3항에 있어서, 상기 발광층이 가시영역의 인광 또는 형광 도펀트를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 5.

제2항에 있어서, 상기 유기막이 홀 주입층 또는 홀 수송층인 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 카바졸 고리 함유 화합물 및 이를 이용한 유기 전계 발광 소자에 관한 것으로서, 보다 상세하기로는 청색 발광용 호스트 화합물과 이를 이용한 유기 전계 발광 소자에 관한 것이다.

유기 전계 발광 소자의 발광 재료는 그 발광 메커니즘에 따라 일중항 상태의 엑시톤을 이용하는 형광 재료와 삼중항 상태를 이용하는 인광 재료로 나뉜다. 인광 재료는 일반적으로 무거운 원자를 함유하는 유기 금속 화합물 구조를 가지고 있으며 무거운 원자에 의해 원래 금지 전이이던 삼중항 상태의 엑시톤이 허용 전이를 거쳐 발광 하게 된다. 인광 재료는 75% 생성 확률을 갖는 삼중항 엑시톤을 사용할 수 있게 되어 25% 일중항 엑시톤을 이용하는 형광 재료보다 매우 높은 발광 효율을 가질 수 있다.

인광 재료를 이용한 발광층은 호스트 물질과 이로부터 에너지를 전이받아 발광하는 도펀트 물질로 구성되어 있는데 도펀트 물질로는 이리듐 금속 화합물을 이용한 여러 재료들이 보고되고 있다. 특히 청색 발광 재료로는 (4,6-F₂ppy)₂Irpic 이나 불소화된 ppy 리간드 구조를 기본으로 하는 Ir 화합물이 개발되었으며, 이들 물질의 호스트 재료로는 CBP (4,4'-N,N'-dicarbazole-biphenyl) 물질이 많이 사용되고 있다. CBP 분자는 그 삼중항 상태의 에너지 밴드 갭이 녹색, 적색 재료의 에너지 갭에는 충분한 에너지 전이를 가능케 하지만 청색 재료의 에너지 갭보다는 적어 PL=475nm의 skyblue (4,6-F₂ppy)₂Irpic와 같은 재료에서도 발열 에너지 전이가 아닌 매우 비효율적인 발열 전이가 일어난다고 보고되고 있다. 이러한 결과로 CBP 호스트는 청색 도펀트로의 에너지 전이가 충분하지 못하므로 청색 발광 효율이 낮고 수명이 짧은 문제점들의 원인으로 지적되고 있다. 최근에 CBP보다 더 큰 삼중항 에너지 갭을 갖는 mCP (m-CarbazolePhenyl) 화합물이 사용되고 있으나 이 분자는 분자량이 너무 작고 안정성이 떨어지는 등의 문제점을 갖고 있다. 따라서 고효율 장수명 청색 발광 특성을 얻기 위해서는 CBP 보다 삼중항 에너지 갭이 더 커서 청색 도펀트로의 에너지 전이가 효율적인 호스트 재료의 확보가 매우 중요하고 시급하다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

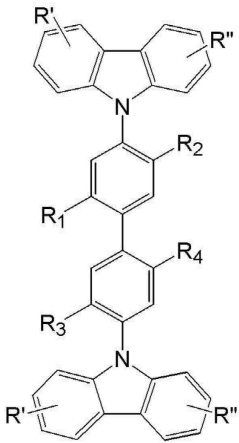
본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 본 발명은 위에서 제시된 문제점을 해결하기 위하여 기존 청색 인광 호스트 물질이 가지고 있는 문제점을 분석하여 CBP 보다 큰 삼중항 에너지 갭을 갖고 청색 도펀트로의 에너지 전이가 효과적인 고효율 청색 인광 호스트를 제공하는 것이다.

본 발명이 이루고자 하는 다른 기술적 과제는 상기 청색 인광 호스트를 채용하고 있는 유기 전계 발광 소자를 제공하는 것이다.

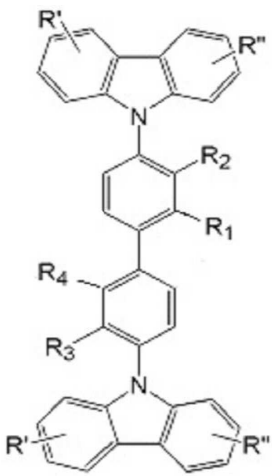
발명의 구성

상기 첫번째 기술적 과제를 이루기 위하여 본 발명에서는, 하기 화학식 2 또는 화학식 2A로 표시되는 카바졸 고리 함유 화합물을 제공한다.

[화학식 2]



[화학식 2A]



상기식중, R₁, R₂, R₃ 및 R₄는 서로 독립적으로 C1-C30의 알킬기, 할로겐 원자, C1-C30의 알콕시기, C1-C30의 알킬카르보닐기, C2-C30의 알킬카르복실기, C6-C30의 아릴기, C6-C30의 치환 또는 비치환된 아릴알킬기, C6-C30의 아릴카르보닐기, C7-C30의 아릴카르복실기, C2-C30의 헤테로아릴기, C2-C30의 헤테로아릴알킬기, C2-C30의 헤테로아릴카르보닐기, C4-C30의 사이클로알킬기, 시아노기, 아미노기, C1-C30의 알킬아미노기로 이루어진 군으로부터 선택되고,

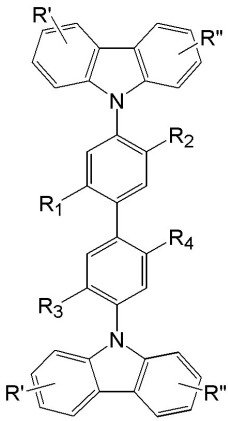
R'과 R''은 서로 독립적으로 일치환(mono-substituted) 또는 다치환(multi-substituted) 작용기로서, 수소, 탄소수 1 내지 30의 알킬기, 탄소수 1 내지 30의 알콕시기, 탄소수 4 내지 30의 사이클로알킬기, 탄소수 6 내지 30의 아릴기, C6-C30의 아릴알킬기, 탄소수 6 내지 30의 치환 또는 비치환된 아릴옥시기, 탄소수 2 내지 30의 헤테로아릴기, 탄소수 3 내지 30의 헤테로아릴알킬기, 탄소수 2 내지 30의 헤테로아릴옥시기, 탄소수 6 내지 30의 축합 다환기, 아미노기, 탄소수 1 내지 30의 알킬아미노기, 탄소수 6 내지 30의 아릴아미노기, 시아노기, 니트로기, 하이드록시기, 할로겐 원자, 탄소수 6 내지 30의 아릴 술폰닐기 또는 탄소수 1 내지 30의 알킬 술폰닐기를 나타낸다.

*본 발명의 다른 기술적 과제는 한 쌍의 전극 사이에 유기막을 포함하는 유기 전계 발광 소자에 있어서,

상기 유기막이 상술한 카바졸 고리 함유 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자에 의하여 이루어진다.

본 발명에 따른 카바졸 고리 함유 화합물은 특히 화학식 2로 표시되는 화합물인 것이 바람직하다.

[화학식 2]

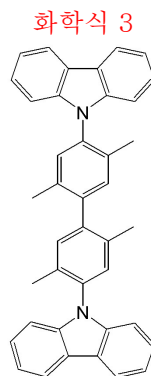


상기식중, R₁, R₂, R₃, R₄, R' 및 R''은 상술한 바와 같다.

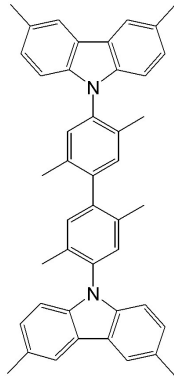
상기 화학식 2 또는 화학식 2A에서 R₁, R₂, R₃ 및 R₄는 서로 동일하거나 또는 상이하며, C1-C12의 알킬기인 것이 바람직하다.

상술한 화학식 2 또는 2A로 표시되는 카바졸 고리 함유 화합물은 종래의 mCP 구조의 단점이 낮은 승화점과 CBP 구조의 단점인 낮은 에너지 밴드갭으로 인한 에너지 이동의 문제점을 보완하여 인접 화합물과의 π-스택킹이 방해되도록 페닐렌기에 벌키한 구조를 갖는 치환기를 도입하여 엑시톤 상호작용이 줄어들고 이로 인하여 결정화가 억제되고 박막 안정성이 증가되는 효과를 얻을 수 있다. 예를 들어 상기 화학식 2로 표시되는 화합물은 CBP의 비페닐기에서 오르토 위치에 메틸기와 같은 치환기를 도입하여 비페닐간의 비틀림 각도(torsion angle)를 벌림으로써 삼중항 상태의 에너지 갭을 증가시킨다. 이렇게 증가된 삼중항 상태의 에너지 갭은 통상적인 청색 도펀트의 에너지 갭보다 더 큰 에너지 값을 가지므로 호스트로부터 도펀트의 에너지 전이가 효율적으로 일어나게 된다. 이와 같이 호스트-도펀트간의 에너지 전이가 효율적으로 일어나면 발광 효율이 향상된다. 그리고 상기 화학식의 카바졸 고리 함유 화합물은 청색 발광 재료로서, 인광, 형광 호스트 재료로서 유용하다.

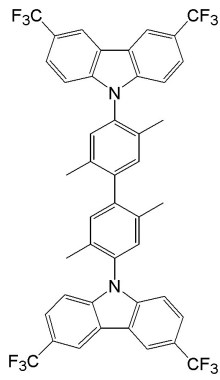
상기 화학식 2 또는 2A의 화합물의 예로서, R₁, R₂, R₃ 및 R₄는 모두 -CH₃이고, R' 및 R''은 모두 수소, -CH₃, -CF₃ 또는 페닐기인 화합물 즉, 하기 화학식 3 내지 6으로 표시되는 화합물, 화학식 9, 10, 또는 12로 표시되는 화합물 등이 있다.



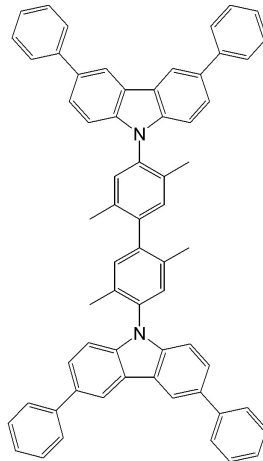
화학식 4



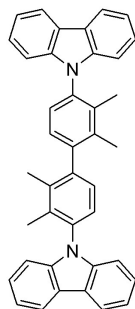
화학식 5



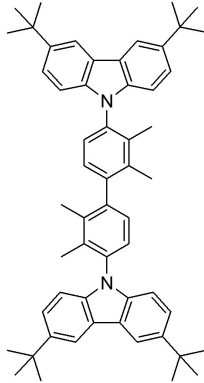
화학식 6



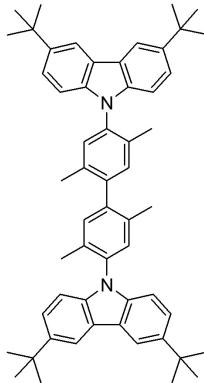
화학식 9



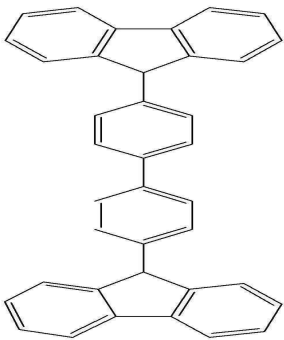
화학식 10



화학식 12

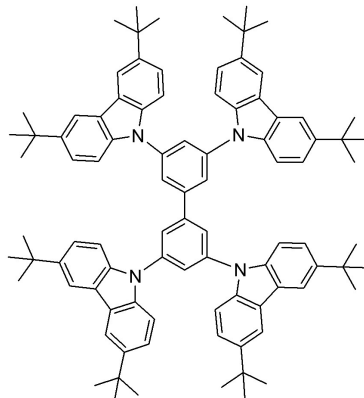


CBP

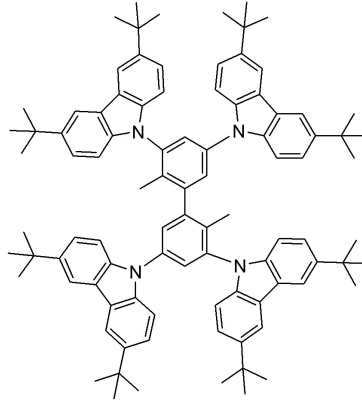


본 발명은 또한 하기 화학식 7, 8, 11, 13 또는 15로 표시되는 카바졸 화합물을 제공한다

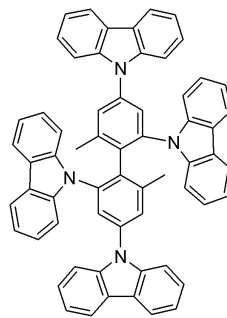
화학식 7



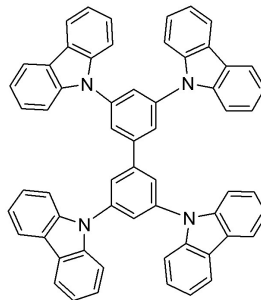
화학식 8



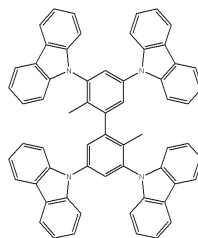
화학식 11



화학식 13



화학식 15



본 발명의 화학식에서 사용된 비치환된 C1-C30의 알킬기의 구체적인 예로는 메틸, 에틸, 프로필, 이소부틸, sec-부틸, 펜틸, iso-아밀, 헥실 등을 들 수 있고, 상기 알킬기중 하나 이상의 수소 원자는 할로겐 원자, 히드록시기, 니트로기, 시아노기, 아미노기, 아미디노기, 히드라진, 히드라존, 카르복실기나 그의 염, 술폰산기나 그의 염, 인산이나 그의 염, C1-C30의 알킬기, C1-C30의 알케닐기, C1-C30의 알키닐기, C6-C30의 아릴기, C7-C30의 아릴알킬기, C2-C20의 헤테로아릴기, 또는 C3-C30의 헤테로아릴알킬기로 치환될 수 있다.

본 발명의 화학식에서 사용된 비치환된 C1-C30의 알킬카르보닐기의 구체적인 예로서, 아세틸, 에틸카르보닐, 이소프로필카르보닐, 페닐카르보닐, 나프탈렌카르보닐, 디페닐카르보닐, 시클로헥실카르보닐 등이 있고, 이들 알킬카르보닐기중 적어도 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환 가능하다.

본 발명의 화학식에서 사용된 비치환된 C1-C30의 아릴카르보닐기의 구체적인 예로서, 페닐카르보닐, 나프탈렌카르보닐, 디페닐카르보닐, 등이 있고, 이들 아릴카르보닐기중 적어도 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환 가능하다.

본 발명의 화학식에서 사용된 비치환된 C1-C30의 알콕시기의 구체적인 예로서, 메톡시, 에톡시, 페닐옥시, 시클로헥실옥시, 나프틸옥시, 이소프로필옥시, 디페닐옥시 등이 있고, 이들 알콕시기 중 적어도 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환 가능하다.

본 발명의 화학식에서 사용된 비치환된 아릴기는 단독 또는 조합하여 사용되어, 하나 이상의 고리를 포함하는 탄소원자수 6 내지 30개의 방향족 탄소 고리를 시의미하며 상기 고리들은 펜던트 방법으로 함께 부착되거나 또는 융합될 수 있다. 아릴의 예로는 페닐, 나프틸, 테트라히드로나프틸 등을 포함한다. 상기 아릴기중 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환가능하다.

본 발명의 화학식에서 사용된 비치환된 아릴옥시기의 예로는 페닐옥시, 나프틸렌옥시, 디페닐옥시 등이 있다. 상기 아릴옥시기중 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.

본 발명의 화학식에서 사용되는 비치환된 아릴알킬기는 상기 정의된 바와 같은 아릴기에서 수소원자 중 일부가 저급알킬, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필 등과 같은 그룹으로 치환된 것을 의미한다. 예를 들어 벤질, 페닐에틸 등이 있다. 상기 아릴알킬기중 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.

본 발명에서 사용하는 비치환된 헤테로아릴기는 N, O, P 또는 S 중에서 선택된 1, 2 또는 3개의 헤테로원자를 포함하고, 나머지 고리원자가 C인 고리원자수 6 내지 30의 1가 모노사이클릭 또는 비사이클릭 방향족 2가 유기 화합물을 의미한다. 헤테로아릴기의 예로서, 티에닐, 피리딜, 퓨릴(furyl) 등이 있다. 상기 헤테로아릴기중 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.

본 발명에서 사용되는 비치환된 헤테로아릴옥시기는 상기 정의된 바와 같은 헤테로아릴기에 산소가 결합된 것을 의미한다. 예를 들어 벤질옥시, 페닐에틸옥시 등이 있다. 상기 헤테로아릴옥시기중 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.

본 발명에서 사용하는 비치환된 아릴알킬옥시기의 예로는 벤질옥시기 등이 있고, 상기 아릴알킬옥시기중 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.

본 발명에서 사용되는 비치환된 헤테로아릴알킬기는 상기 헤테로아릴기의 수소원자 일부가 알킬기로 치환된 것을 의미한다. 상기 헤테로아릴알킬기중 하나 이상의 수소원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.

본 발명에서 사용하는 비치환된 사이클로알킬기의 예로는 사이클로헥실기, 사이클로펜틸기 등이 있고, 사이클로알킬기중 하나 이상의 수소 원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.

본 발명에서 사용하는 디알킬아미노기의 예로는 디메틸아미노기 등이 있고, 디알킬아미노기중 하나 이상의 수소 원자는 상술한 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.

이하, 본 발명의 화학식 2 또는 2A로 표시되는 카바졸 고리 함유 화합물을 이용한 유기막을 채용한 유기 전계 발광 소자의 제조방법을 살펴보기로 한다.

도 1은 일반적인 유기 전계 발광소자의 구조를 나타내는 단면도이다.

먼저 기판 상부에 애노드 전극용 물질을 코팅하여 애노드 전극을 형성한다. 여기에서 기판으로는 통상적인 유기 EL 소자에서 사용되는 기판을 사용하는데 투명성, 표면 평활성, 취급용이성 및 방수성이 우수한 유기기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 그리고 애노드 전극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화인듐아연(IZO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO) 등을 사용한다.

상기 애노드 전극 상부에 홀 주입층 물질을 진공열 증착, 또는 스펀 코팅하여 홀 주입층(HIL)을 형성한다. 상기 홀 주입층 물질로는 특별히 제한되지 않으며 CuPc 또는 스타버스트(Starburst)형 아민류인 TCTA, m-MTDATA, m-MTDAPB를 홀 주입층으로 사용할 수 있다.

상기 홀 주입층 상부에 홀 수송층 물질을 진공열 증착 또는 스펀 코팅하여 홀 수송층(HTL)을 형성한다. 상기 홀 수송층 물질은 특별히 제한되지 않으며, N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(TPD), N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐 벤지딘, N,N'-디(naphthalene-1-yl)-N,N'-diphenyl-benzidine:α-NPD) 등이 사용된다.

이어서 상기 홀 수송층 상부에 발광층(EML)이 도입되며, 발광층 재료는 특별히 제한되지 않으며 상기 화학식 1의 화합물을 단독 또는 호스트로 사용할 수 있다. 상기 화합물을 발광 호스트로 사용할 때 같이 사용되는 도펀트의 경우 형광 도펀트로는 이데미츠사(Idemitsu사)에서 구입 가능한 IDE102, IDE105를 사용하며, 상기 인광 도펀트로는 Ir(ppy)₃ (ppy는 페닐피리딘의 약어임)(녹색), (4,6-F2ppy)₂Irpic (참조문헌: Chihaya Adachi etc. *Appl. Phys. Lett.*, 79, 2082-2084, 2001), PtOEP(platinum(II) octaethylporphyrin) 등을 사용한다.

상기 발광층 형성 방법은 발광층 재료에 따라 달라질 수 있고, 예를 들어 진공열 공증착법이 사용된다.

상기 도펀트의 함량은 발광층 형성재료 100 중량부 (즉, 호스트인 화학식 2 또는 2A의 화합물과 도펀트의 총중량 100 중량부)를 기준으로 하여 0.1 내지 20 중량부, 특히 0.5 ~ 12 중량부인 것이 바람직하다. 만약 도펀트의 함량이 0.1 중량부 미만이면 부가에 따른 효과가 미미하고 20 중량부를 초과하면 인광이나 형광 모두 다 농도 켄칭(quenching)과 같은 농도 소광이 일어나 바람직하지 못하다.

발광층위에 진공증착 방법, 또는 스펀 코팅방법으로서 전자 수송층(ETL)을 형성한다. 전자 수송층 재료로서는 특별히 제한되지 않으며 Alq₃를 이용할 수 있다. 그리고, 발광층에 인광 도펀트와 함께 사용할 경우에는 삼중항 여기자 또는 홀이 전자수송층으로 확산되는 현상을 방지하기 위하여 추가로 홀 블로킹 물질을 진공열 증착하여 홀 블로킹 층을 형성한다. 이때 홀 블로킹 물질은 특별히 제한되지 않으나 전자 수송 능력을 가지면서 발광화합물보다 높은 이온화 퍼텐셜을 가져야 하며 대표적으로 Balq, BCP등이 사용된다. 또한 전자 수송층위에 전자 주입층(EIL)이 선택적으로 적층될 수 있으며 이는 특별히 재료를 제한하지 않는다. 상기 전자 주입층 형성물질로는 LiF, NaCl, CsF, Li₂O, BaO 등의 물질을 이용할 수 있다. 그리고 나서, 전자 주입층 상부에 캐소드 형성용 금속을 진공열 증착하여 캐소드 전극을 형성함으로써 유기 EL소자가 완성된다. 여기에서 캐소드 형성용 금속으로는 리튬(Li), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘(Ca), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag)등이 이용된다. 또한 전면 발광소자를 얻기 위하여 ITO, IZO를 사용한 투과형 캐소드를 사용할 수 있다.

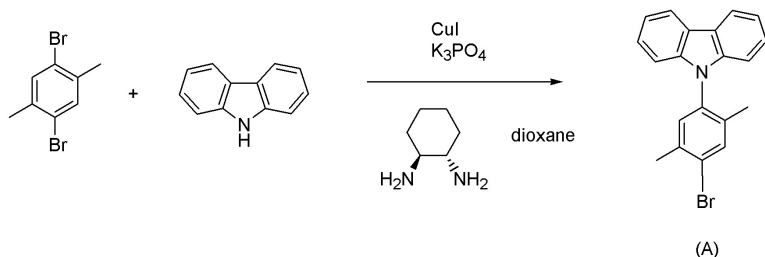
본 발명의 유기 전계발광 소자는 애노드 전극, 홀주입층, 홀수송층, 발광층, 홀 블로킹층, 전자수송층, 전자주입층, 캐소드 전극에 필요에 따라 한층 또는 2층의 중간층을 더 형성하는 것도 가능하다.

이하, 본 발명을 하기 실시예를 들어 설명하기로 하되, 본 발명이 하기 실시예로만 한정되는 것은 아니다.

가능하다면, 화학식 4 내지 6의 화합물의 합성에 및 이들 구조 확인데이터 등을 기술하는 것이 바람직합니다.

합성예 1. 화학식 3의 화합물의 합성

1) 화합물 (A)의 합성



밀봉튜브에 CuI(0.02mmol)와 K₃PO₄(potassium phosphate tribasic monohydrate)(2.1mmol), 카바졸(2.2mmol), 1,4-디옥산(15mL)을 넣고, 질소를 주입하여 30분간 교반한 뒤, 3,5-디브로모 톨루엔, (+, -)-트랜스-1,2-디아미노사이클로헥산(0.2mmol)을 부가하였다. 이어서, 상기 밀봉튜브의 마개를 닫아, 110℃에서 약 24시간 가열하며 교반하였다.

상기 반응 혼합물의 반응이 완결된 것을 TLC로 확인한 후 고진공 감압증류로 용매를 제거하였다. 이어서, 상기 반응 결과 물을 메틸렌 클로라이드로 추출한 후, 추출된 메틸렌 클로라이드층을 포화된 NaCl 수용액으로 세척하였다. 추출된 메틸렌 클로라이드 용액을 MgSO₄로 물을 제거한 후 헥산으로 프레쉬 컬럼(fresh column)을 실시하여 고체 물질을 얻었다. 이렇게 얻은 고체 물질을 진공펌프 하에 3시간 정도 건조하여 화합물 (A)를 얻었다. (수득률: 90%)

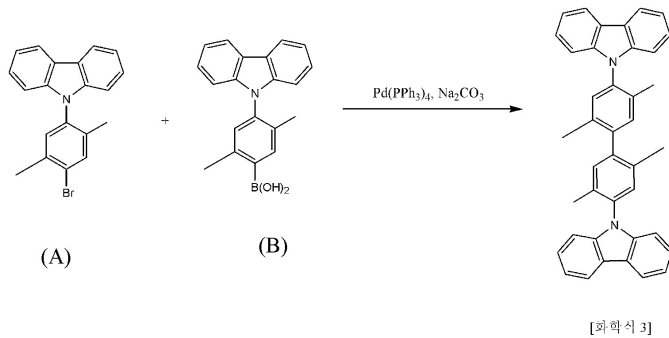
1) 화합물 (B)의 합성



화합물 (A)(1mmol)에 n-부틸리튬 (1.2mmol)을 -78℃에서 첨가한 후 20분 후 트리메틸보레이트 (2mmol)를 첨가하였다.

TLC로 반응을 확인하여 반응이 완결되면 고진공 감압증류로 용매를 제거한 후 메틸렌 클로라이드 100ml로 추출하였다. 추출된 메틸렌 클로라이드층을 포화된 NaCl 수용액으로 씻어 주었다. 추출된 메틸렌 클로라이드 용액을 MgSO₄로 물을 제거한 후 프레쉬 컬럼(fresh column)을 실시하여 고체 물질을 얻은 후 진공펌프 하에 3시간 정도 건조하여 화합물 (B)를 얻었다. 수득률은 50%이다.

1) 화학식 3의 화합물의 제조



상기 화합물 (A)와 화합물 (B)를 Pd(PPh₃)₄와 탄산나트륨을 넣고 180(C에서 24시간동안 가열하였다.

TLC로 반응을 확인하여 반응이 완결되면, 고진공 감압증류로 용매를 제거하여 메틸렌 클로라이드로 추출하였다. 추출된 메틸렌 클로라이드층을 포화된 NaCl 수용액으로 씻어준 다음, 이를 MgSO₄ 건조제로 물을 제거한 후 프레쉬 컬럼(fresh column)을 실시하여 고체 물질을 얻은 후 진공펌프 하에 3시간 정도 건조하여 화학식의 화합물을 얻었다.(수득률: 50%)

¹H-NMR(CDCl₃, 300MHz): δ(ppm) 2.27 (d, J=7.71, 4H) 7.50 ~ 7.39 (m, 8H) 7.34 ~ 7.22 (m , 4H), 7.125 (d , J = 21 , 4H) 2.28 (s , 6H) , 1.98 (s , 6H)

상기 합성에 1에 따라 얻은 화학식 1의 화합물의 UV 스펙트럼 및 PL 스펙트럼은 각각 도 2 및 3에 나타내었다.

도 2 및 3으로부터, 청색 인광 유기 전계 발광용 호스트가 가져야 할 높은 에너지 준위를 보여주는 청색파장의 PL 파장을 보여주고 있다. 위의 사실로 청색 인광 호스트로서 적절한 흡수와 발광파장을 나타내는 사실을 확인할 수 있었다.

실시에 1

에노드로는 코닝사의 10 Ω/cm² ITO 기판을 사용하였고, 상기 기판 상부에 IDE406 (이데미즈사)을 진공 증착하여 홀 주입층을 600Å 두께로 형성하였다. 이어서, 상기 홀 주입층 상부에 상기 IDE320 (이데미즈사)을 300Å의 두께로 진공 증착하여 홀 수송층을 형성하였다. 상기 홀 수송층 상부에 90:10 혼합중량비의 화학식 3로 표시되는 화합물과, (4,6-F2ppy)₂Irpc을 진공 증착하여 300Å 두께로 발광층을 형성하였다.

그 후 상기 발광층 상부에 BAlq을 진공 증착하여 50Å 두께의 HBL층을 형성하였다. 그 후 상기 발광층 상부에 Alq3를 진공 증착하여 200Å 두께의 전자 수송층을 형성하였다. 이 전자 수송층 상부에 LiF 10Å과 Al 3000Å을 순차적으로 진공 증착하여 캐소드를 형성함으로써 유기 전계 발광 소자를 완성하였다.

상기 실시예 1에 따라 제조된 유기 전계 발광 소자에 있어서, 휘도, 효율, 구동전압, 색순도 특성을 조사하였다.

비교예 1

에노드로는 코닝사의 10 Ω/cm² ITO 기판을 사용하였고, 상기 기판 상부에 CuPc 을 진공 증착하여 홀 주입층을 600Å 두께로 형성하였다. 이어서, 상기 홀 주입층 상부에 상기 NPB을 300Å의 두께로 진공 증착하여 홀 수송층을 형성하였다. 상기 홀 수송층 상부에 90:10 혼합중량비의 기존의 CBP로 표시되는 화합물과, (4,6-F2ppy)₂Irpc을 진공 증착하여 300Å 두께로 발광층을 형성하였다.

그 후 상기 발광층 상부에 BAlq을 진공 증착하여 50Å 두께의 HBL층을 형성하였다. 그 후 상기 발광층 상부에 Alq3를 진공 증착하여 200Å 두께의 전자 수송층을 형성하였다. 이 전자 수송층 상부에 LiF 10Å과 Al 3000Å을 순차적으로 진공 증착하여 캐소드를 형성함으로써 유기 전계 발광 소자를 완성하였다.

상기 실시예 1 및 비교예 1의 유기 전계 발광 소자에 있어서, 구동전압, 휘도, 효율 및 색순도 특성을 조사하여 하기 표 1에 나타내었다.

[표 1]

구분	구동전압(V)	휘도(cd/m ²)	효율(cd/A)	색순도
실시에 1	6	450	5.0	(0.15, 0.22)
비교예 1	6	400	4.5	(0.15, 0.32)

상기 표 1로부터, 실시예 1의 유기 전계 발광 소자는 비교예 1의 경우와 비교하여 구동전압은 동일하지만, 휘도, 효율 및 색순도 특성이 개선된다는 것을 확인할 수 있었다.

발명의 효과

본 발명에 따른 카바졸 고리 함유 화합물은 청색 발광 특성 또는 홀 수송 특성이 우수하며, 이는 청색 발광 재료로 사용하거나 또는 적색, 녹색, 청색, 백색 등과 같은 다양한 인광 또는 형광 도펀트에 대하여 호스트로 사용할 수 있다. 이러한 카바졸 고리 함유 화합물을 채용한 유기 전계 발광 소자는 고효율 발광이 가능하며, 저소비전력 특성을 갖는다.

도면의 간단한 설명

도 1은 일반적인 유기 전계 발광 소자의 구조를 나타낸 단면도이고,

도 2는 본 발명의 합성에 1에 따라 얻은 화학식 3의 화합물의 UV 스펙트럼을 나타낸 것이고,

도 3은 본 발명의 합성에 1에 따라 얻은 화학식 3의 화합물의 PL 스펙트럼을 나타낸 것이고,

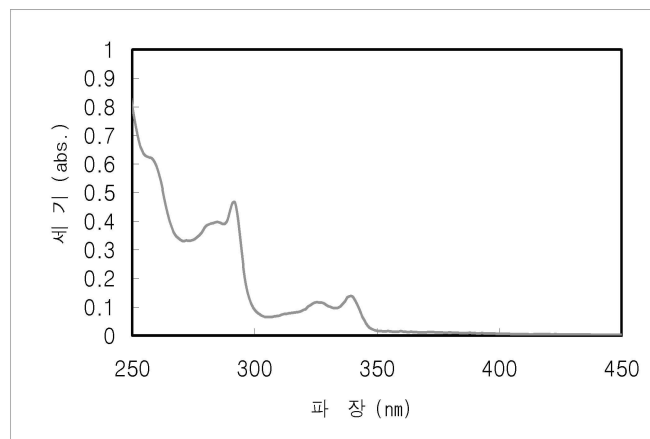
도 4은 본 발명의 합성에 1에 따라 얻은 화학식 3의 화합물 및 CBP의 PL 스펙트럼을 나타낸 것이다.

도면

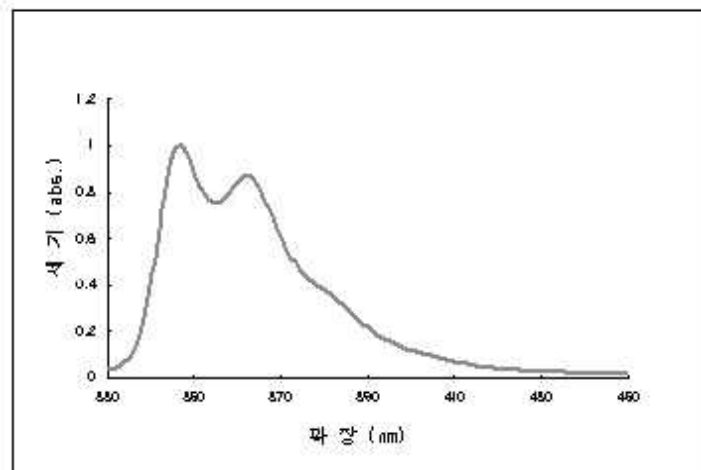
도면1

캐소드
EIL
ETL
HBL
EML
HTL
HIL
애노드
기판

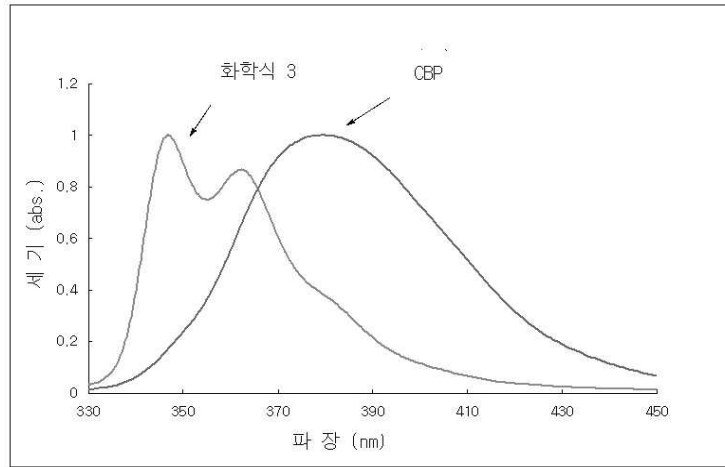
도면2



도면3



도면4



专利名称(译)	含咪唑环的化合物和使用其的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR1020070010106A	公开(公告)日	2007-01-22
申请号	KR1020060135535	申请日	2006-12-27
申请(专利权)人(译)	三星SD眼有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	三星SD眼有限公司		
[标]发明人	LEE KWAN HEE 이관희 PARK SOO JIN 박수진 CHO HYO SOON 조효순 KWON TAE HYUK 권태혁 CHOI SU YOUN 최수연 HONG JONG IN 홍종인 SHIN DAE YUP 신대엽 JUNG DONG HYUN 정동현		
发明人	이관희 박수진 조효순 권태혁 최수연 홍종인 신대엽 정동현		
IPC分类号	C09K11/06		
其他公开文献	KR100708754B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

用途：本发明提供一种含咪唑环化合物，其具有优异的蓝光发射特性或空穴传输特性，并用作蓝光发光材料，以及一种具有高效发光功能的有机电致发光显示装置和低能耗特性。

