



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0126244
(43) 공개일자 2009년12월08일

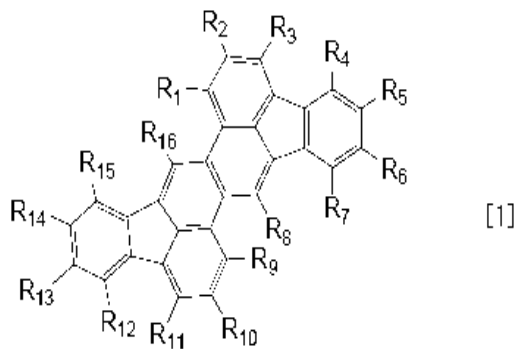
- (51) Int. Cl.
C09K 11/06 (2006.01) *H01L 51/54* (2006.01)
H01L 27/32 (2006.01) *C07C 15/62* (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2009-7017073
(22) 출원일자 2008년03월27일
심사청구일자 2009년08월17일
(85) 번역문제출일자 2009년08월17일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2008/056632
(87) 국제공개번호 WO 2008/120808
국제공개일자 2008년10월09일
- (30) 우선권주장
JP-P-2007-096343 2007년04월02일 일본(JP)
JP-P-2008-038299 2008년02월20일 일본(JP)
- (71) 출원인
캐논 가부시끼가이샤
일본 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2고
- (72) 발명자
네기시 치카
일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2고 캐논 가부시끼가이샤나이
사이토 아키히토
일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2고 캐논 가부시끼가이샤나이
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
장수길, 박충범

전체 청구항 수 : 총 3 항

(54) 유기 발광 소자의 축합환 방향족 화합물 및 그것을 가지는 유기 발광 소자

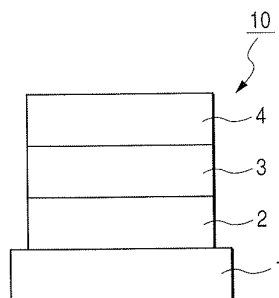
(57) 요약

본 발명은, 유기 화합물의 축합환 방향족 화합물과, 고효율 및 고휘도의 광출력과 내구성을 가진 유기 발광 소자를 제공하는 것이다. 유기 발광 소자는, 양극 및 음극과, 상기 양극과 상기 음극의 사이에 협지된 유기 화합물로 이루어진 층을 가지고, 상기 유기 화합물로 이루어진 층의 적어도 1층은 다음의 일반식 [1]로 나타내지는 축합환 방향족 화합물을 함유하는 것을 특징으로 한다.



상기 식 [1]에 있어서, R₁ 내지 R₁₆은, 각각 수소 원자, 할로젠 원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 알콕시기, 치환 또는 무치환의 아릴옥시기, 치환 또는 무치환의 아미노기, 치환 또는 무치환의 아릴기, 치환 또는 무치환의 복수환기를 나타내고, 각각 같아도 되고 달라도 된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

오루이 히로키

일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2
고 캐논 가부시끼가이샤나미

이와와키 히로노부

일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2
고 캐논 가부시끼가이샤나미

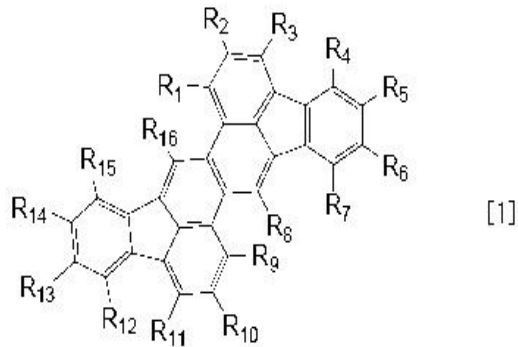
무라츠바키 마사노리

일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2
고 캐논 가부시끼가이샤나미

특허청구의 범위

청구항 1

아래의 일반식 [1]로 나타내지는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자의 축합환 방향족 화합물.



(식 [1]에 있어서, R₁ 내지 R₁₆는, 각각 수소 원자, 할로젠 원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 알콕시기, 치환 또는 무치환의 아릴옥시기, 치환 또는 무치환의 아미노기, 치환 또는 무치환의 아릴기, 또는 치환 또는 무치환의 복소환기를 나타내고, 각각 같아도 되고 달라도 됨).

청구항 2

양극 및 음극과,

상기 양극과 상기 음극과의 사이에 협지되는 유기 화합물로 이루어진 층으로 구성되고,

상기 유기 화합물로 이루어진 층은 제1항 기재의 축합환 방향족 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 축합환 방향족 화합물을 함유하는 유기 화합물로 이루어진 층이 발광층인 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자.

명세서

기술분야

<1> 본 발명은, 유기 발광 소자의 축합환 방향족 화합물 및 이 축합환 방향족 화합물을 가지는 유기 발광 소자에 관한 것이다.

배경기술

<2> 유기 발광 소자는, 양극과 음극 간에 형광성 유기 화합물을 포함한 박막을 협지한 소자이다. 각 전극으로부터 전자 및 홀(정공)을 주입하는 것에 의해, 형광성 화합물의 여기자를 생성시키고, 이에 의해, 상기 여기자가 기저 상태에 돌아올 때, 유기 발광 소자가 발광한다.

<3> 유기 발광 소자에 있어서의 최근의 진보는 현저하고, 그 특징의 예로서는, 저인가 전압에서의 고휘도, 발광 파장의 다양성, 고속 응답성, 발광 디바이스의 박형, 경량화의 가능성 등을 들 수 있다. 이들 특성에 따르면, 유기 발광 소자는 광범위한 용도에서의 사용 가능성이 시사되고 있다.

<4> 그렇지만, 현재 상태에서는, 더 고휘도의 발광능력 또는 고변환 효율이 필요하다. 또, 장시간의 사용에 의한 경시 변화나 산소를 포함한 분위기 기체, 그리고 습기 등에 의한 열화 등의 내구성의 면에서 아직도 많은 문제가 있다.

<5> 또 풀 컬러 디스플레이 등에서의 응용을 생각했을 경우에 색순도가 좋은 청색, 녹색, 적색의 발광이 필요하지만,

이러한 문제에 관해서도 충분히 해결되었다고 말할 수 없다. 따라서, 색순도가 좋고, 발광 효율이 높으며, 또한 내구성이 좋은 유기 발광 소자를 실현하기 위한 재료가 요구되고 있다.

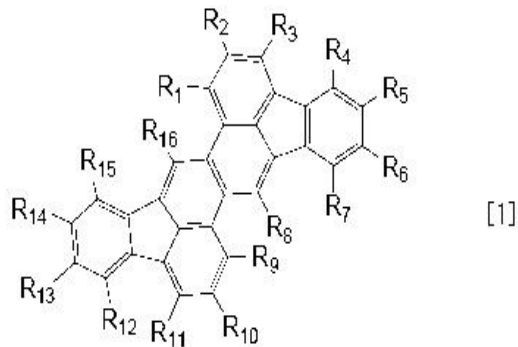
<6> 상술한 과제를 해결하기 위한 방법으로서, 축합환 방향족 화합물을 유기 발광 소자의 구성 재료로서 사용하는 것이 제안되어 있다. 축합환 방향족 화합물을 유기 발광 소자의 구성 재료로서 사용한 예로서, 일본 공개특허 제2001-102173호 공보, 미국 공개특허 제2004-0076853호 공보, 일본 공개특허 제2006-256979호 공보, 일본 특개평 제10-189248호 공보 및 일본 특개평9-241629호 공보에 개시되어 있다. 그러나, 본 발명의 축합환 방향족 화합물 또는 상기 화합물을 구성 재료로서 포함하는 유기 발광 소자의 개시는 없다. 또, J. Org.Chem. 64, 1650-1656, 1999에도 축합환 방향족 화합물이 개시되어 있다.

발명의 상세한 설명

<7> **발명의 개시**

<8> 본 발명은, 상술한 바와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위해서 이루어진 것이다. 즉, 본 발명의 목적은, 유기 발광 소자의 축합환 방향족 화합물을 제공하는 것이다. 또, 본 발명의 다른 목적은, 고효율이고 고휘도인 광출력을 가지고, 또한 내구성이 있는 유기 발광 소자를 제공하는 것이다.

<9> 본 발명의 발명자들은, 상술한 문제점을 해결하기 위해 연구한 결과, 본 발명의 완성에 이르렀다. 즉, 본 발명에 따르면, 다음의 일반식 [1]로 나타내지는 유기 발광 소자의 축합환 방향족 화합물이 제공된다.

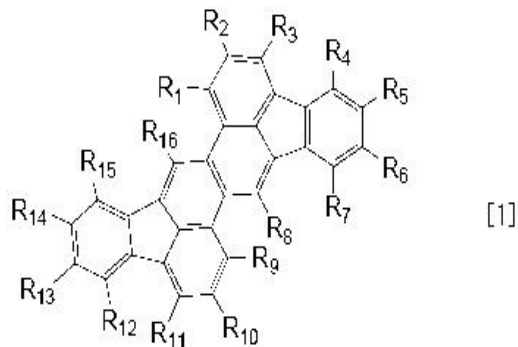


<10> 식 [1]에 있어서, R₁ 내지 R₁₆는, 각각 수소 원자, 할로젠 원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 알콕시기, 치환 또는 무치환의 아릴옥시기, 치환 또는 무치환의 아미노기, 치환 또는 무치환의 아릴기, 또는 치환 또는 무치환의 복소환기를 나타내고, 각각 같아도 되고 달라도 된다.

<12> 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 높은 양자효율을 가지기 때문에, 본 발명에 따르면, 고효율이고 고휘도인 광출력과 내구성을 가진 유기 발광 소자를 제공할 수 있다.

<13> **발명을 실시하기 위한 최선의 형태**

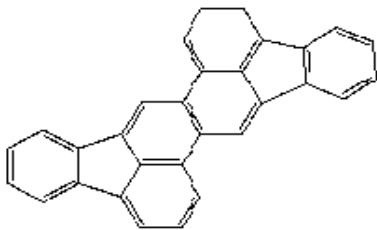
<14> 우선, 본 발명의 축합환 방향족 화합물에 관해서 상세하게 설명한다. 본 발명의 유기 발광 소자의 축합환 방향족 화합물은, 다음의 일반식 [1]로 나타내진다.



<15> 식 [1]에 있어서, R₁ 내지 R₁₆는, 각각 수소 원자, 할로젠 원자, 치환 또는 무치환의 알킬기, 치환 또는 무치환의 알콕시기, 치환 또는 무치환의 아릴옥시기, 치환 또는 무치환의 아미노기, 치환 또는 무치환의 아릴기, 또는

치환 또는 무치환의 복소환기를 나타내고, 이들은 각각 같아도 되고 달라도 된다.

- <17> 상기 일반식 [1]에서 R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 치환기의 구체적인 예를 다음에 나타낸다. 그러나 이에 한정되는 것은 아니다.
- <18> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 할로겐 원자의 예로서는, 불소, 염소, 브롬, 및 옥소 등을 들 수 있다.
- <19> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 알킬기의 예로서는 메틸기, 에틸기, 노말 프로필기, 이소프로필기, 노말 부틸기, tert-부틸기, sec-부틸기, 노말 펜틸기, 옥틸기, 1-아다만틸기, 2-아다만틸기, 벤질기, 및 페네틸기 등을 들 수 있다.
- <20> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 알콕시기의 예로서는, 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기, 2-에틸-옥틸옥시기, 및 벤질 옥시기 등을 들 수 있다.
- <21> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 아릴옥시기의 예로서는, 페녹시기, 4-tert-부틸페녹시기, 및 티에닐옥시기 등을 들 수 있다.
- <22> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 아미노기의 예로서는, N-메틸아미노기, N-에틸아미노기, N,N-다이메틸아미노기, N,N-다이에틸아미노기, N-메틸-N-에틸아미노기, N-벤질아미노기, N-메틸-N-벤질아미노기, N,N-다이벤질아미노기, 아닐리노기, N,N-다이페닐아미노기, N,N-다이나프틸아미노기, N,N-다이플루오레닐아미노기, N-페닐-N-톨릴아미노기, N,N-다이트릴아미노기, N-메틸-N-페닐아미노기, N,N-다이아니소틸아미노기, N-메시틸-N-페닐아미노기, N,N-다이메시틸아미노기, N-페닐-N-(4-tert-부틸페닐) 아미노기, N-페닐-N-(4-트리플루오르메틸페닐) 아미노기, N,N-다이(4-tert-부틸페닐) 아미노기, N,N-다이(3,5-다이메틸페닐) 아미노기, N-(9,9-다이메틸-플루오레닐)-N-페닐아미노기, N-(9,9-다이메틸-플루오레닐)-N-톨릴아미노기, N-(9,9-다이메틸-플루오레닐)-N-(3,5-다이메틸페닐) 아미노기, 및 N-(9,9-다이메틸-플루오레닐)-N-(2-나프틸) 아미노기 등을 들 수 있다.
- <23> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 아릴기의 예로서는, 페닐기, 나프틸기, 펜타레닐기, 인테닐기, 아즈레닐기, 안트릴기, 피레닐기, 인다세닐기, 아세나프테닐기, 페난트릴기, 페나레닐기, 플루오란테닐기, 아세페난트릴기, 아세안트릴기, 트리페니레닐기, 크리세닐기, 나프타세닐기, 페리레닐기, 펜타세닐기, 비페닐기, 테르페닐기, 및 플루오레닐기 등을 들 수 있다.
- <24> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 아릴기의 예로서는 다음의 화합물로부터 유래하는 치환기도 들 수 있다.

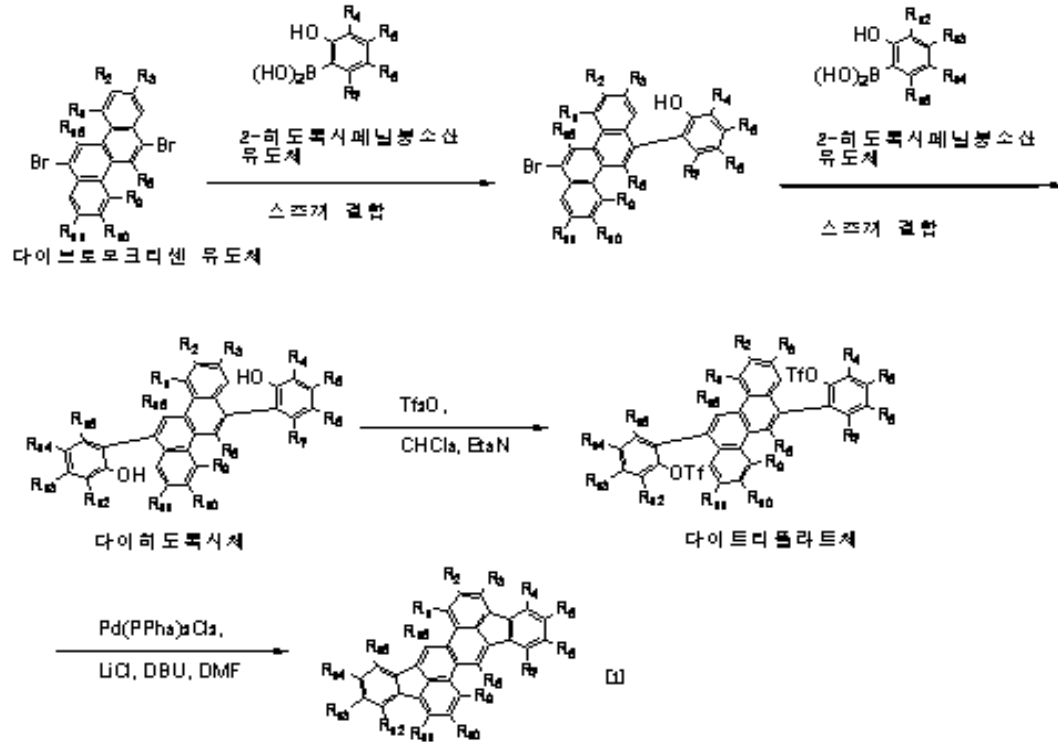


- <25>
- <26> 상기한 화합물은, 할로겐 원자; 메틸기, 에틸기, 이소프로필기, tert-부틸기 등의 알킬기; 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기 등의 알콕시기; 페녹시기, 4-tert-부틸페녹시기 등의 아릴옥시기; N,N-다이페닐아미노기, N,N-다이아프틸아미노기 등의 아미노기; 페닐기, 나프틸기 등의 아릴기; 또는 피리딜기, 및 피롤릴기 등의 복소환기 등을 가져도 된다.
- <27> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 복소환기의 예로서는, 피리딜기, 피로릴기, 옥사졸릴기, 옥사지아졸릴기, 티아졸릴기, 티아디아졸릴기, 퀴놀릴기, 이소퀴놀릴기, 카르바졸릴기, 아크리디닐기, 페난트로릴기 등을 들 수 있다.
- <28> R₁ 내지 R₁₆로 나타내지는 알킬기, 아릴기 및 복소환기가 가져도 되는 치환기의 예로서는, 메틸기, 에틸기, 및 프로필기 등의 알킬기, 벤질기 등의 아랄킬기, 페닐기, 및 비페닐기 등의 아릴기, 피리딜기, 및 피로릴기 등의 복소환기, 다이메틸아미노기, 다이에틸아미노기, 다이벤질아미노기, 다이페닐아미노기, 다이트릴아미노기, 및 다이아니소틸아미노기 등의 아미노기, 메톡시기, 에톡시기, 및 프로폭시기 등의 알콕시기, 페녹실기 등의 아릴 옥시기, 불소, 염소, 브롬, 및 옥소 등의 할로겐 원자, 및 시아노기 등을 들 수 있다.
- <29> 일반식 [1]로 나타내지는 축합환 방향족 화합물은, 예를 들면, 하기의 합성 경로 1 또는 2 또는 3에 나타낸 방

법으로 합성할 수 있다.

<30> [합성 경로 1]

<31> 일반식 [1]로 나타내지는 축합환 방향족 화합물은, 예를 들면, 다음의 합성 경로 1에 나타낸 바와 같이, 다이브로모크리센 유도체와 2-히드록시페닐 붕소산의 유도체 또는 브로모클로로요드벤젠의 유도체를 원료로 해서 합성할 수 있다. 그러나, 합성방법은 이에 한정되는 것은 아니다.

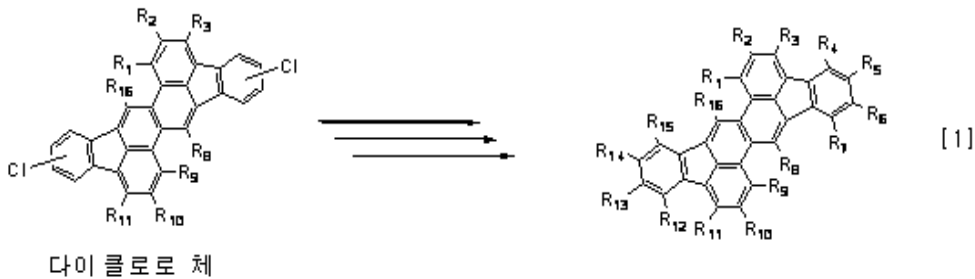
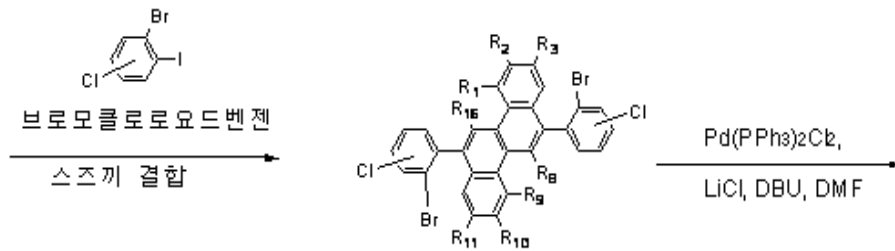
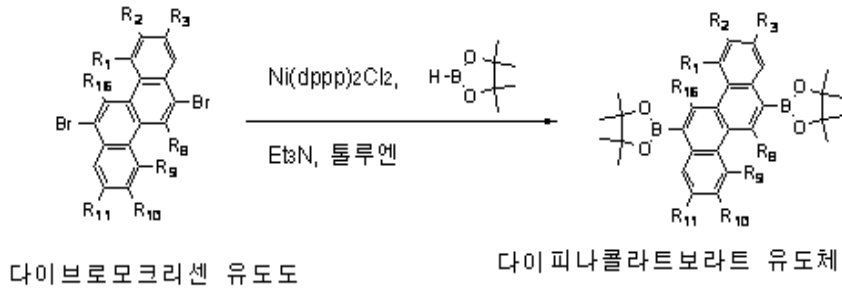


<32>

<33> 합성 경로 1의 구체적인 방법을 설명한다. 우선, 다이브로모크리센 유도체와 2-히드록시페닐붕소산의 유도체의 스즈끼-미야우라-결합 반응(예를 들면, Chem. Rev. 1995, 95, 2457-2483)에 의해 다이히드록시체를 합성한다. 다른방법으로서, 예를 들면, 니켈촉매를 이용한 야마모토법(예를 들면, Bull.Chem.Soc.Jpn. 51, 2091, 1978)도 들 수 있다. 다음에, 합성한 다이히드록시체를 다이트리플라트체로 유도하고, 이 다이트리플라트체에 분자내 고리화(예를 들면, J. Org. Chem. 68, 883-887, 2003)을 실시한다. 이에 의해, 일반식 [1]로 나타내지는 축합환 방향족 화합물을 얻을 수 있다.

<34> [합성 경로 2]

<35> 또, 일반식 [1]로 나타내지는 축합환 방향족 화합물은, 예를 들면, 다음의 합성 경로 2에 나타낸 바와 같이, 다이브로모크리센 유도체와 브로모 클로로 요드 벤젠의 유도체를 원료로 해서 합성할 수 있다.



<36>

합성 경로 2의 구체적인 방법을 설명한다.

<37>

<38>

합성 경로 2는, 상기 합성 공정의 3번째 공정의 생성 화합물인 다이클로로체를 경유하는 합성 방법이다. 이 경로는, 일반식 [1]의 R₄내지 R₇ 또는 R₁₂ 내지 R₁₅에 간편하고 용이하게 여러 가지 치환기를 도입하는 경우에 특히 유용하다. 구체적으로는, 다이브로모크리센 유도체를 다이피나콜라트체(예를 들면, J. Org. Chem. 65, 164, 2000)로 유도한다. 다음에, 브로모클로로이드벤젠의 유도체와의 스즈끼-미유라-결합 반응을 실시하고, 계속해서 상기 합성 경로 1의 분자내 고리화 반응과 같은 수법으로 분자내 고리화(예를 들면, J. Org. Chem. 68, 883-887, 2003)를 실시하고, 이에 의해 다이클로로체로 유도한다.

<39>

또, 이 다이클로로체를 중간체로서 이용해서 여러 가지 치환기를 도입하는 합성 방법의 예를 이하에 설명한다.

<40>

상기 예로서는, 스즈끼-미야우라 결합 반응(J. Am. Chem.Soc. 120, 9722, 1998), 스틸(Still) 반응(Macromolecules. 18, 321, 1985), 및 Heck(Heck) 반응(J. Org. Chem. 46, 1067, 1981) 등의 커플링 반응을 들 수 있다.

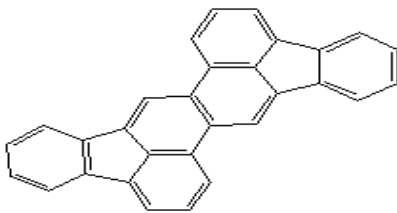
<41>

[합성 경로 3]

<42>

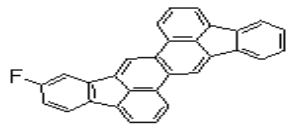
또, 일반식 [1]로 나타내지는 축합환 방향족 화합물은, 예를 들면, 다음의 합성 경로 3에 나타낸 바와 같이, 다이브로모크리센 유도체를 원료로 해서 합성할 수도 있다.

- <49> 분자 자체에 입체 장애를 주는 치환기의 예로서는, 알킬기, 알콕시기, 아릴옥시기, 아미노기, 아릴기, 및 복소환기 등을 들 수 있다. 바람직하게는, 상기 예는, 아미노기, 아릴기, 및 복소환기 등을 들 수 있다.
- <50> 또, 일반식 [1]로 나타내지는 화합물을 발광층으로서 이용하는 경우에는, 상기 화합물을 호스트 재료, 게스트 재료의 어느 것에서도 사용할 수 있다. 특히, 일반식 [1]로 나타내지는 화합물을 발광층의 호스트 재료로서 이용하는 경우, 유리 전이 온도가 높은 재료가 바람직하고, 그 때문에, 상기 화합물은 R₁ 내지 R₁₆에 치환기를 가지는 것이 바람직하다.
- <51> 유리 전이 온도를 향상시키기 위한 치환기의 예로서는, 바람직하게는, 아미노기, 아릴기, 복소환기 등을 들 수 있다.
- <52> 일반식 [1]로 나타내지는 화합물을 합성 공정의 중간체로서 사용하기 위해서 도입하는 치환기의 예로서는, 할로젠 원자를 들 수 있다. 이 경우는, 합성 반응에 있어서의 활성도의 점으로부터, 옥소, 브롬, 및 염소가 바람직하다.
- <53> 유기 발광 소자의 재료로서 사용되는 화합물은, 캐리어 주입성이 높은 것이 바람직하다. 캐리어 주입을 촉진하는 것에 의해 소자를 저전압으로 구동할 수 있다. 캐리어 주입성을 높게 하기 위해서 도입하는 치환기의 예로서는, 바람직하게는, 아미노기나 복소환기를 들 수 있다. 여기서, 일반적으로, 치환기로서 아미노기를 도입하면 홀 주입성이 향상된다. 반면에, 복소환기를 도입하면 전자 주입성이 향상된다.
- <54> 또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물의 무치환체는, 희석용매 중에서의 발광 파장을 CIE의 색도 좌표로 환산했을 경우에, 색순도가 양호한 청색을 나타낸다. 이 때문에, 이 무치환체로 π공역계를 신장하는 치환기를 도입하는 것에 의해, 청색으로부터 장파장측의 발광색으로의 변환이 가능하다. 여기서, π공역계를 신장하기 위한 치환기의 예로서는, 아미노기, 아릴기, 및 복소환기 등을 들 수 있다.
- <55> 상기 일반식 [1]에 있어서의 화합물의 구체적인 예를 이하에 나타낸다. 그러나, 본 발명은 이것들에 한정되는 것은 아니다.

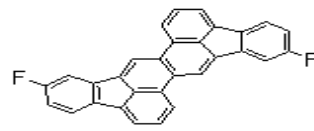


A-1

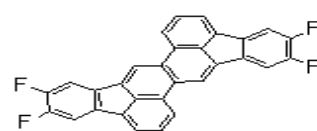
<56>



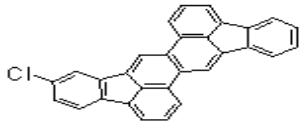
B-1



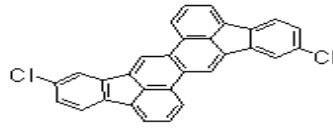
B-2



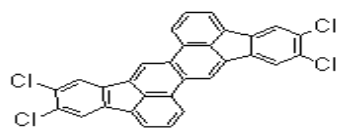
B-3



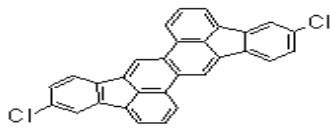
B-4



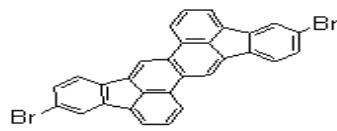
B-5



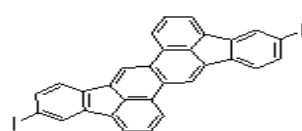
B-6



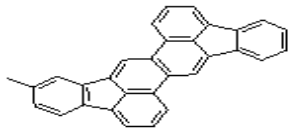
B-7



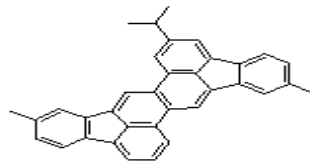
B-8



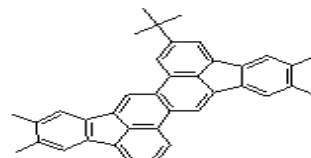
B-9



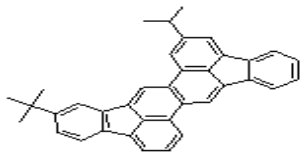
C-1



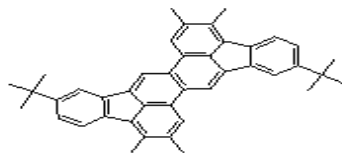
C-2



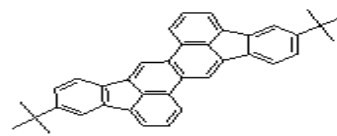
C-3



C-4

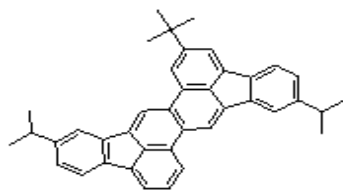


C-5

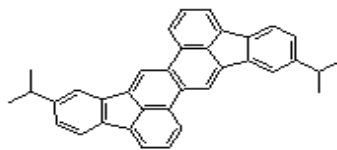


C-6

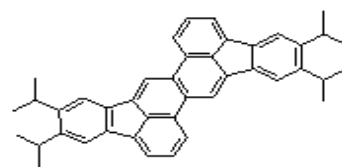
<57>



C-7

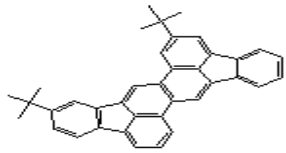


C-8

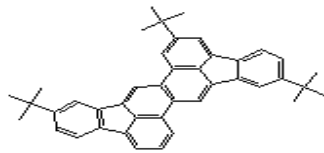


C-9

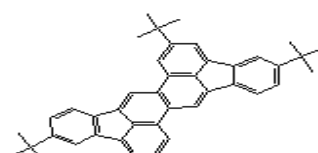
<58>



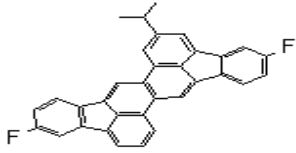
C-10



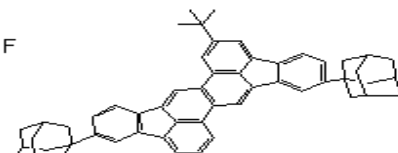
C-11



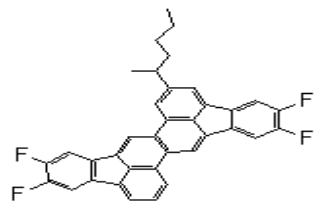
C-12



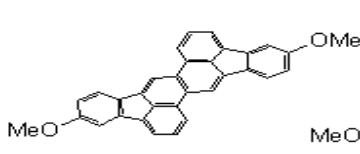
C-13



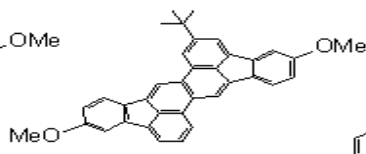
C-14



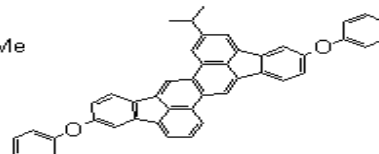
C-15



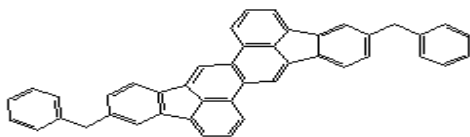
D-1



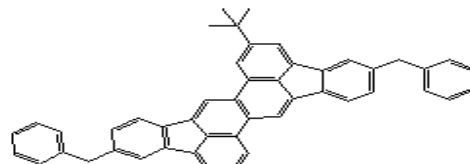
D-2



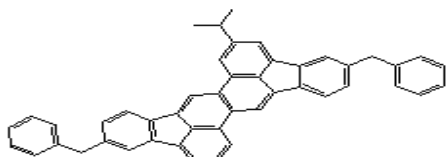
D-3



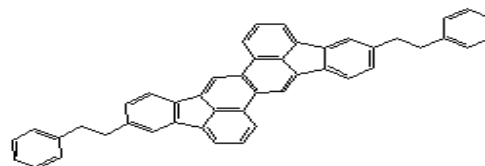
E-1



E-2

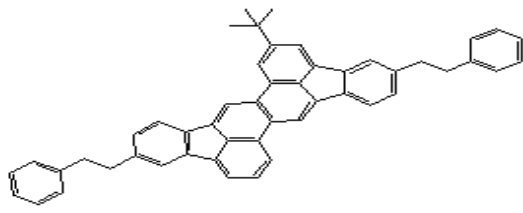


E-3

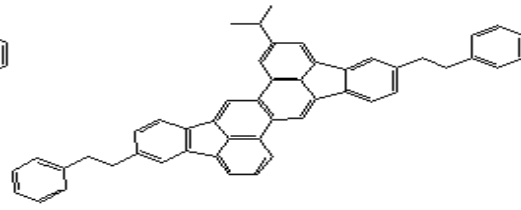


E-4

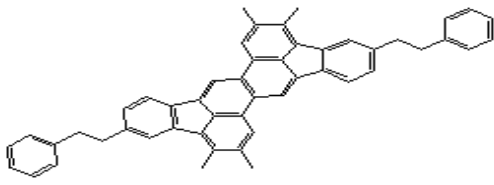
<59>



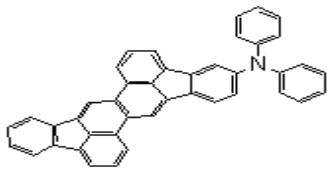
E-5



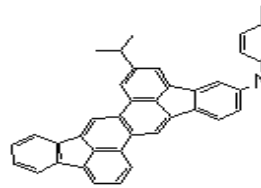
E-6



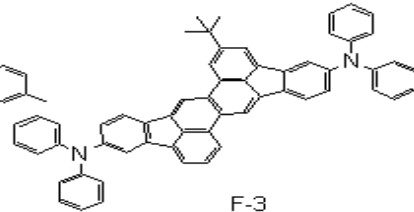
E-7



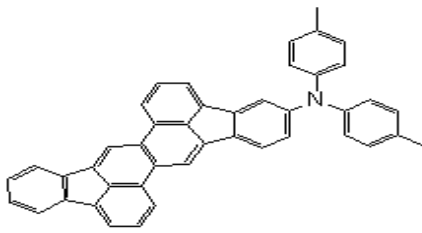
F-1



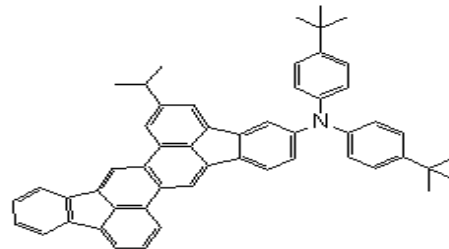
F-2



F-3

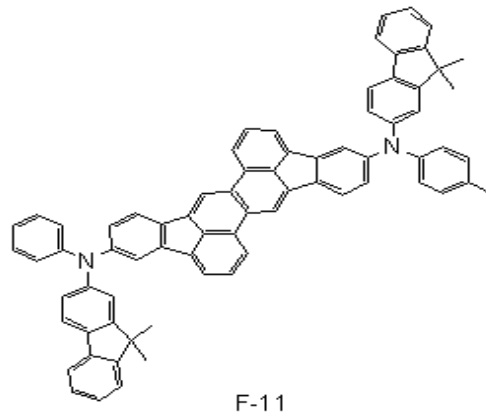
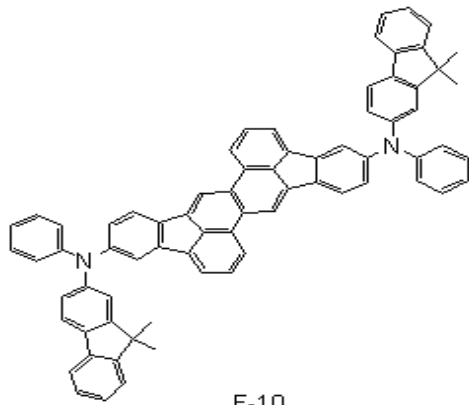
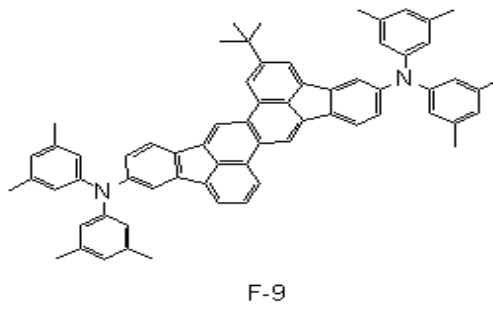
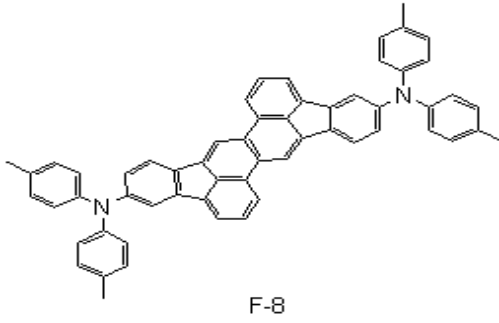
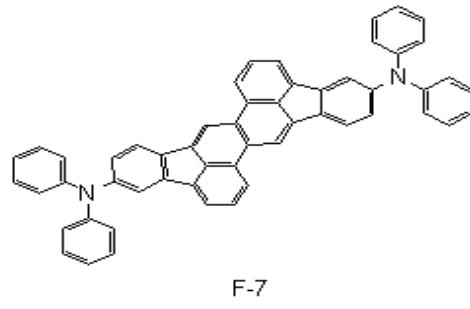
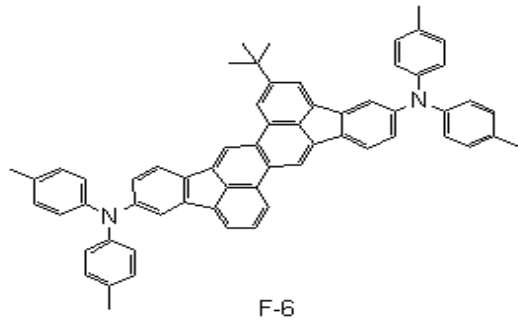


F-4

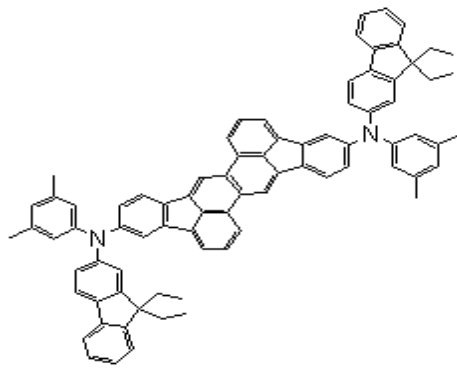


F-5

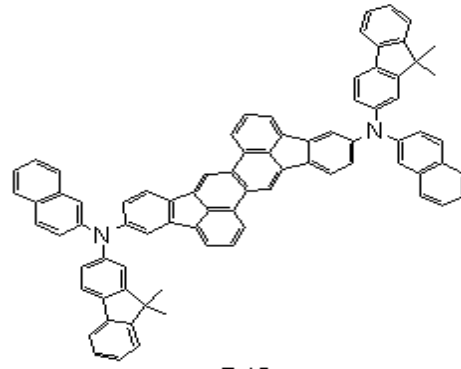
<60>



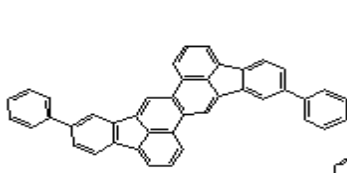
<61>



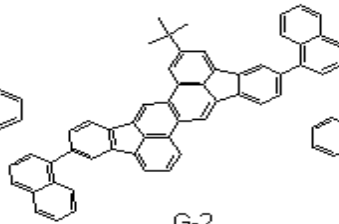
F-12



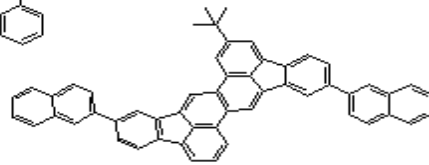
F-13



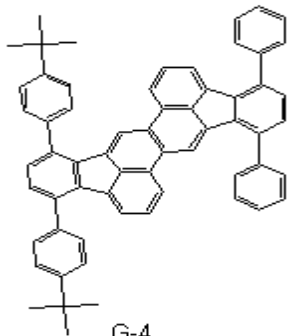
G-1



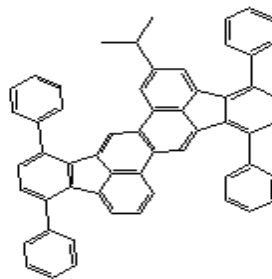
G-2



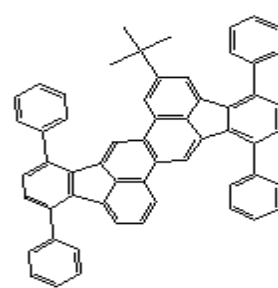
G-3



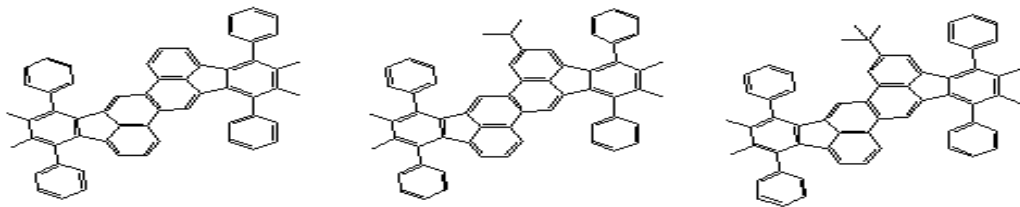
G-4



G-5



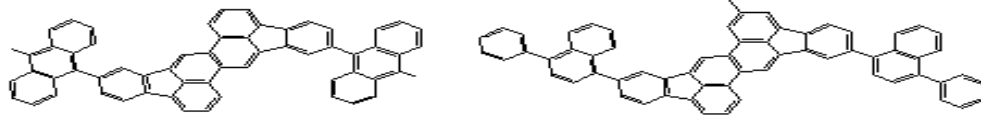
G-6



G-7

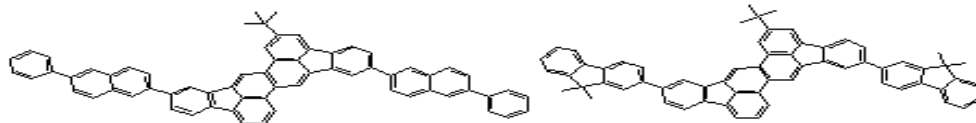
G-8

G-9



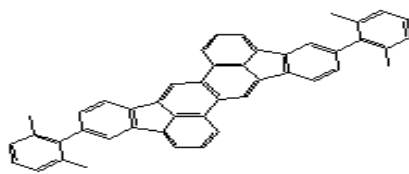
G-10

G-11

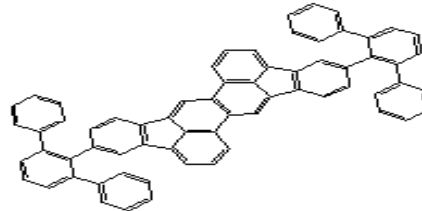


G-12

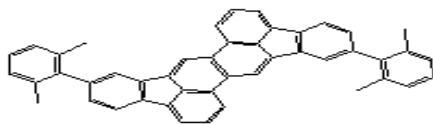
G-13



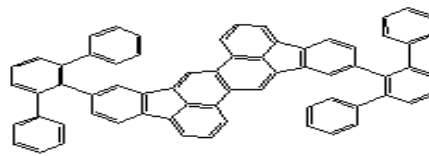
G-14



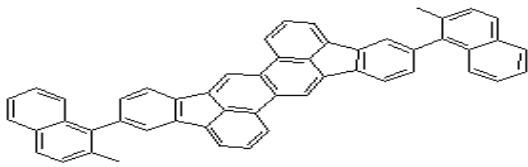
G-15



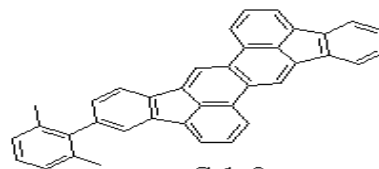
G-16



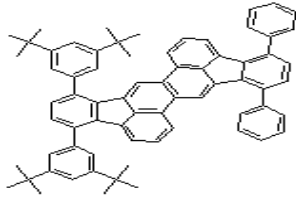
G-17



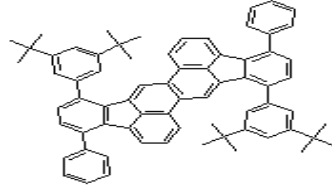
G-18



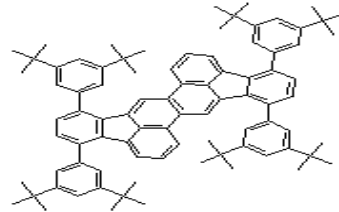
G-19



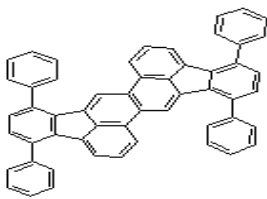
G-20



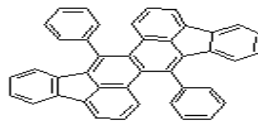
G-21



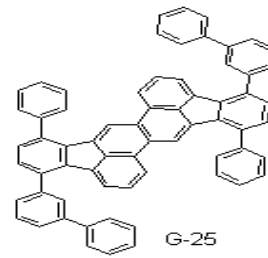
G-22



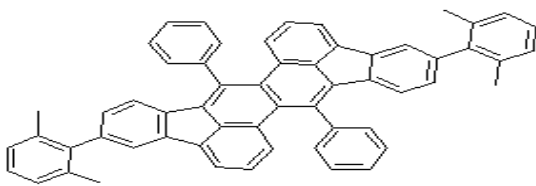
G-23



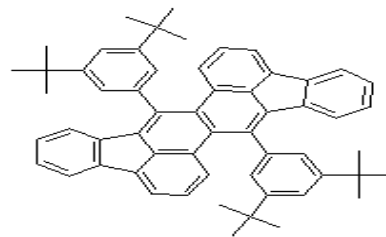
G-24



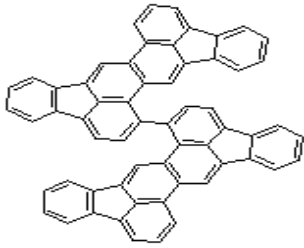
G-25



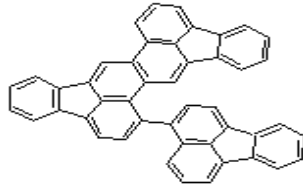
G-26



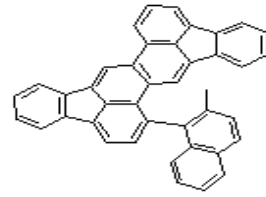
G-27



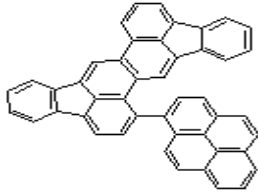
G-28



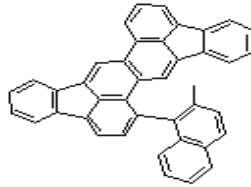
G-29



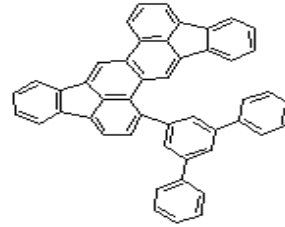
G-30



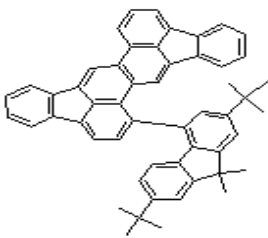
G-31



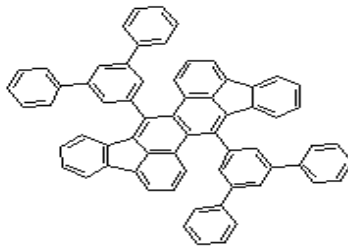
G-32



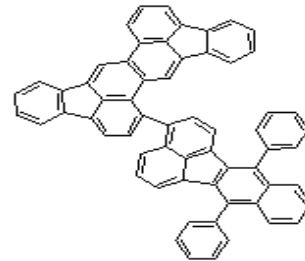
G-33



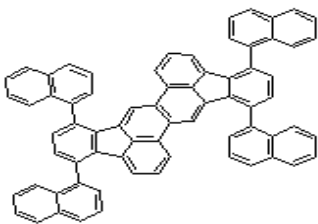
G-34



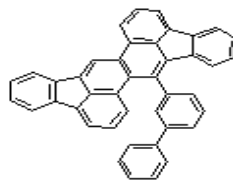
G-35



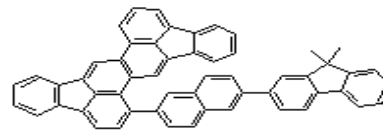
G-36



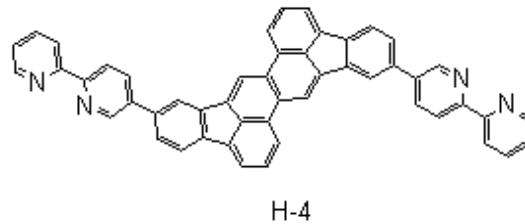
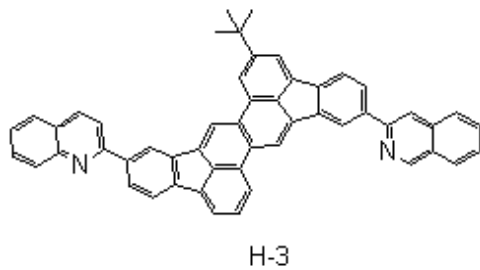
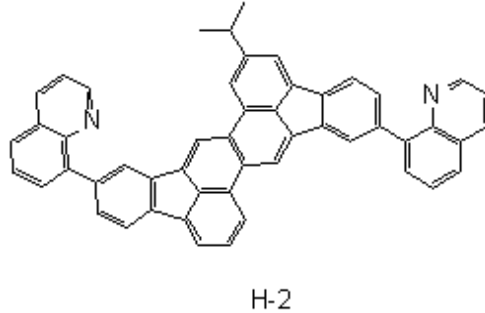
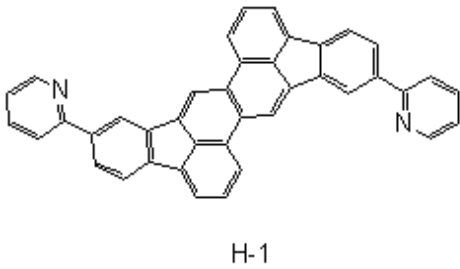
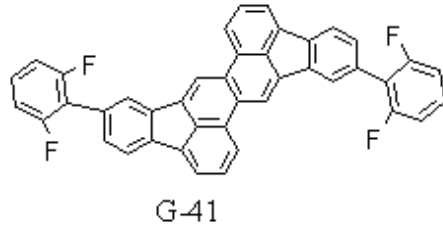
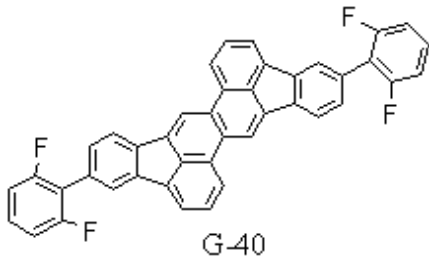
G-37



G-38



G-39



<66>

<67> 다음에, 본 발명의 유기 발광 소자에 관해서 구체적으로 상세하게 설명한다.

<68> 본 발명의 유기 발광 소자는, 양극과 음극, 그리고 상기 양극과 음극과의 사이에 협지되는 유기 화합물로 이루어진 층으로 구성된다. 또, 본 발명의 유기 발광 소자는, 유기 화합물로 이루어진 층이, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 함유한다.

<69> 본 발명의 유기 발광 소자는, 상기한 유기화합물로 이루어진 층 외에 다른 유기 화합물층을 가져도 된다. 다른 유기 화합물층의 예로서는, 홀 수송층, 홀 주입층 전자블로킹층, 홀블로킹층, 전자수송층, 전자주입층 등을 들 수 있다.

<70> 이하, 도면을 참조하면서, 본 발명의 유기 발광 소자를 구체적으로 상세하게 설명한다.

<71> 우선 도면의 참조번호에 대해 설명한다.

<72> (1)은 기관, (2)는 양극, (3)은 발광층, (4)는 음극, (5)는 홀수송층, (6)은 전자수송층, (7)은 홀주입층, (8)은 홀 및/또는 여기자를 차단하는 층, (10), (20), (30), (40) 및 (50)은 각각 유기 발광 소자를 나타낸다.

<73> 도 1은, 본 발명에 의한 유기 발광 소자에 있어서의 제1실시형태를 나타내지는 단면도이다. 도 1의 유기 발광 소자(10)에 있어서는, 기관(1) 상에, 양극(2), 발광층(3) 및 음극 (4)이 순차적으로 형성되어 있다. 이 유기 발광 소자(10)는, 발광층(3)이 홀 수송성, 전자 수송성 및 발광성의 성능을 모두 가지는 유기 화합물로 구성되어 있는 경우에 유용하다. 또, 발광층(3)이 홀 수송층, 전자 수송성 및 발광성의 성능 중의 어느 특성을 가지는 유기 화합물을 혼합해서 구성되는 경우에도 유용하다.

<74> 도 2는, 본 발명에 의한 유기 발광 소자에 있어서의 제2실시형태를 나타내지는 단면도이다. 도 2의 유기 발광 소자(20)에 있어서는, 기관(1) 상에, 양극(2), 홀 수송층(5), 전자 수송층(6) 및 음극(4)이 순차적으로 형성되어 있다. 이 유기 발광 소자(20)는, 홀 수송성 및 전자 수송성의 어느 하나를 구비하는 발광성의 유기 화합물과, 전자 수송성만, 또는 홀 수송성만을 구비하는 발광성의 유기 화합물을 조합해서 이용하는 경우에 유

용하다. 또, 상기 유기 발광 소자(20)는, 홀 수송층(5) 또는 전자 수송층(6)이 발광층으로서도 기능하고 있다.

- <75> 도 3은, 본 발명에 의한 유기 발광 소자에 있어서의 제3실시형태를 나타내지는 단면도이다. 도 3의 유기 발광 소자(30)는, 도 2의 유기 발광 소자(20)에 있어서, 홀 수송층(5)과 전자 수송층(6)의 사이에 발광층(3)을 삽입해서 구성된 것이다. 이 유기 발광 소자(30)는, 캐리어 수송과 발광의 기능을 분리한 것이고, 홀 수송성, 전자 수송성, 발광성의 각 특성을 가진 유기 화합물을 적당히 조합해서 이용할 수 있다. 이 때문에, 재료 선택의 자유도가 매우 증가하는 것과 동시에, 발광 파장을 달리하는 여러 가지의 유기 화합물을 사용할 수 있으므로, 발광 색상의 다양화가 가능하게 된다. 또, 중앙의 발광층(3)에 캐리어 또는 여기자를 유효하게 감금해서 유기 발광 소자(30)의 발광 효율의 향상을 도모하는 것도 가능하게 된다.
- <76> 도 4는, 본 발명에 의한 유기 발광 소자에 있어서의 제4실시형태를 나타내지는 단면도이다. 도 4의 유기 발광 소자(40)는, 도 3의 유기 발광 소자(30)에 있어서, 양극(2)과 홀 수송층(5)의 사이에 홀 주입층(7)을 형성해서 구성한 것이다. 이 유기 발광 소자(40)는, 홀 주입층(7)을 형성한 것에 의해 양극(2)과 홀 수송층(5)의 사이의 밀착성 또는 홀의 주입성이 개선되기 때문에 저전압화에 효과적이다.
- <77> 도 5는, 본 발명에 의한 유기 발광 소자에 있어서의 제5실시형태를 나타내지는 단면도이다. 도 5의 유기 발광 소자(50)는, 홀 또는 여기자(엑시톤)가 음극(4) 측으로 통과하는 것을 저해하는 층(홀/여기자 블로킹층(8))을, 발광층(3)과 전자 수송층(6)의 사이에 삽입해서 구성한 것이다. 이온화 퍼텐셜이 매우 높은 유기 화합물을 홀/여기자 블로킹층(8)으로서 이용하는 것에 의해, 유기 발광 소자(50)의 발광 효율이 향상한다.
- <78> 그러나, 상기의 제1 내지 제5실시형태는 매우 기본적인 소자 구성이며, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 이용한 유기 발광 소자의 구성은 이들 구조로 한정되는 것은 아니다. 예를 들면, 전극과 유기층의 계면에 절연성층, 접착층 또는 간섭층을 형성하고, 홀 수송층을 이온화 퍼텐셜이 다른 2개의 층으로 구성되는 다양한 층 구조로 형성할 수 있다.
- <79> 본 발명의 축합환 방향족 화합물은, 상기의 제1 내지 제5실시형태의 어느 실시형태에서도 사용할 수 있다. 또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 사용할 때는, 단일의 화합물을 사용해도 되고, 복수의 화합물을 조합해서 사용해도 된다.
- <80> 또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물은, 유기 화합물로 이루어진 층, 예를 들면, 제1 내지 제5실시형태에 있어서의, 발광층(3), 홀 수송층(5), 전자 수송층(6), 홀 주입층(7) 및 홀/여기자블로킹층(8)의 어느 쪽인가에 포함된다. 바람직하게는, 상기 축합환 방향족 화합물은 발광층(3)에 포함된다. 또, 이들 층에 포함되는 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 1 종류이어도 되고, 2 종류 이상이어도 된다.
- <81> 발광층(3)은, 바람직하게는, 호스트와 게스트로 이루어진다. 여기서, 발광층(3)이 캐리어 수송성을 가지는 호스트와 게스트로 이루어지는 경우, 발광에 이르는 주요한 과정은 이하의 몇개의 과정으로 이루어진다.
- <82> 1. 발광층 내에서의 전자와 홀의 수송.
- <83> 2. 호스트의 여기자 생성.
- <84> 3. 호스트 분자 간의 여기 에너지 전달.
- <85> 4. 호스트로부터 게스트로의 여기 에너지 이동.
- <86> 각각의 과정에 있어서의 소망한 에너지 이동이나 발광은 다양한 실험 과정과의 경쟁에서 일어난다.
- <87> 유기 발광 소자의 발광 효율을 높이기 위해서는, 발광 중심 재료 그 자체의 발광 양자효율을 크게 하는 것은 말할 필요도 없다. 그러나, 호스트와 호스트 사이, 또는 호스트와 게스트 사이의 에너지 이동이 얼마나 효율적으로 이루어질 수 있는지가 큰 문제가 된다. 또, 통전에 의한 발광 열화는 현재 원인은 분명하지 않지만, 적어도 발광 중심 재료 그 자체, 또는 그 주변 분자에 의한 발광재료의 환경 변화에 관련된 것으로 추측된다.
- <88> 여기서 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 호스트 또는 게스트에 이용하면, 소자의 발광 효율, 소자가 출력하는 광의 휘도 및 소자의 내구성이 향상한다.
- <89> 본 발명의 유기 발광 소자에 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 발광층용의 재료로서 사용하는 경우, 발광층을 본 발명의 축합환 방향족 화합물만으로 구성할 수 있다. 또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을, 게스트(불순물) 재료 또는 호스트 재료로서 사용할 수 있다.
- <90> 여기서, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 게스트 재료로서 사용하는 경우, 그 사용량은, 바람직하게는, 호스

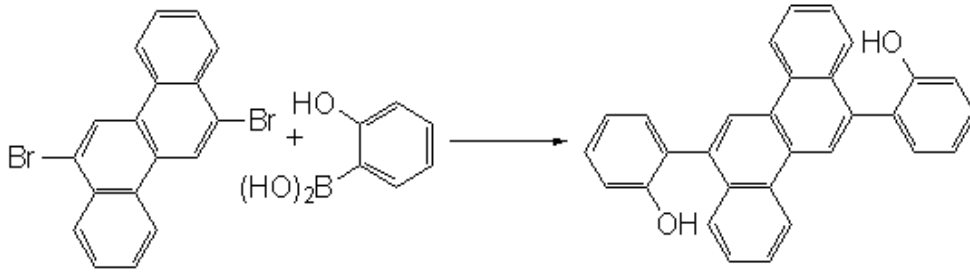
트 재료에 대해서 0.01 중량% 내지 20 중량%이며, 보다 바람직하게는 0.1 중량% 내지 15 중량%이다. 본 발명의 촉합환 방향족 화합물을 이 범위 내에서 사용하면, 발광층 내에 있어서 게스트끼리가 겹치는 것에 의해 일어나는 농도소광을 적당히 억제할 수 있다.

- <91> 본 발명의 촉합환 방향족 화합물을 게스트 재료로서 사용하는 경우, 호스트 재료의 에너지 갭은 게스트의 에너지 갭 보다 넓은 것이 바람직하다.
- <92> 본 발명에 있어서는, 특히, 발광층의 구성 재료로서 본 발명의 촉합환 방향족 화합물을 이용하지만, 필요에 따라서 지금까지 알려져 있는 저분자계 및 폴리머계의 홀 수송성 화합물, 발광성 화합물 또는 전자 수송성 화합물 등을 함께 사용할 수도 있다.
- <93> 홀 수송성 화합물의 예로서는, 트리아릴아민 유도체, 페닐렌 디아민 유도체, 트리아졸 유도체, 옥사디아졸 유도체, 이미다졸 유도체, 피라졸린 유도체, 피라놀론 유도체, 옥사졸 유도체, 플루오레논 유도체, 히드라존 유도체, 스틸벤 유도체, 프탈로시아닌 유도체, 포르피린 유도체, 폴리(비닐카르바졸), 폴리(실리렌), 폴리(티오펜), 그 외 도전성 고분자 등을 들 수 있다.
- <94> 발광성 화합물의 예로서는, 본 발명의 촉합환 방향족 화합물 외에, 나프탈렌 유도체, 페난트렌 유도체, 플루오렌 유도체, 피렌 유도체, 테트라센 유도체, 코로넨 유도체, 크리센 유도체, 피리렌 유도체, 9,10-다이페닐안트라센 유도체, 루브렌 유도체, 퀴나크리돈 유도체, 아크리돈 유도체, 쿠마린 유도체, 피란 유도체, 나일 레드, 피라진 유도체, 벤조이미다졸 유도체, 벤조티아졸 유도체, 벤즈옥사졸 유도체, 스틸벤 유도체, 유기 금속 착체 (예를 들면, 트리스(8-퀴놀리노라토) 알루미늄 등의 유기 알루미늄 착체, 유기베릴륨 착체) 및 폴리(페닐렌비닐렌) 유도체, 폴리(플루오렌) 유도체, 폴리(페닐렌) 유도체, 폴리(티에니렌비니렌) 유도체, 폴리(아세틸렌) 유도체 등의 고분자 유도체 등을 들 수 있다.
- <95> 전자 수송성 화합물의 예로서는, 옥사디아졸 유도체, 옥사졸 유도체, 티아졸 유도체, 티아디아졸 유도체, 피라진 유도체, 트리아졸 유도체, 트리아진 유도체, 페릴렌 유도체, 퀴놀린 유도체, 퀴녹사린 유도체, 플루오레논 유도체, 안트론 유도체, 페난트로렌 유도체, 및 유기 금속 착체 등을 들 수 있다.
- <96> 양극을 구성하는 재료의 예로서는, 금, 백금, 은, 동, 니켈, 팔라듐, 코발트, 세렌, 바나듐, 텅스텐 등의 금속 원소물질 또는 이들의 합금, 그리고, 산화 주석, 산화 아연, 산화 인듐, 산화 주석 인듐(ITO), 산화 아연 인듐 등의 금속 산화물을 들 수 있다. 또, 다른 예로서, 폴리아닐린, 폴리피롤, 폴리티오펜, 폴리페닐렌 술피드 등의 도전성 폴리머를 들 수 있다. 이들 전극 물질은 단독으로 이용해도 되고, 또는 복수개를 조합해서 이용할 수도 있다. 또, 양극은 단층 구성으로 해도 되고, 다층 구성을 취할 수도 있다.
- <97> 음극을 구성하는 재료의 예로서는, 리튬, 나트륨, 칼륨, 칼슘, 마그네슘, 알루미늄, 인듐, 루테튬, 티타늄, 망간, 이트륨, 은, 납, 주석, 크롬 등의 금속 원소물질을 들 수 있다. 또, 다른 예로서는, 리튬-인듐, 나트륨-칼륨, 마그네슘-은, 알루미늄-리튬, 알루미늄-마그네슘, 마그네슘-인듐 등의 복수의 합금도 들 수 있다. 산화 주석 인듐(ITO) 등의 금속 산화물도 예로 들 수 있다. 이들 전극 물질은 단독으로 이용해도 되고, 또는 복수개를 조합해서 이용할 수도 있다. 또, 음극은 단층 구성으로 해도 되고, 다층 구성을 취할 수도 있다.
- <98> 본 발명의 유기 발광 소자에 이용하는 기판은 특히 한정되지 않으며, 금속제 기판, 세라믹제 기판 등의 불투명성 기판이나, 유리, 석영, 플라스틱 시트 등의 투명성 기판이 이용된다.
- <99> 또, 기판에 칼라 필터막, 형광색변환 필터막, 유전체 반사막 등을 이용해서 발색광을 컨트롤하는 것도 가능하다. 또, 기판상에 박막 트랜지스터(TFT)를 작성하고, 거기에 접속해서 소자를 작성하는 것도 가능하다.
- <100> 또, 소자에 의한 광 도출 방향에 관해서는, 보텀 에미션(bottom emission) 구성(기판측으로부터 광을 도출하는 구성)과 탑 에미션(top emission)(기판의 반대 측으로부터 광을 도출하는 구성)의 양쪽 모두 가능하다.

실시예

- <113> 이하, 실시예에 의해 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예로 한정되는 것은 아니다.
- <114> <실시예 1> [예시 화합물 A-1의 합성]

<115> (1-1) 합성 중간 화합물 1-3의 합성



화합물 1-1

화합물 1-2

화합물 1-3

<116>

<117> 300ml-리커버리(recovery) 플라스크에 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 넣었다.

<118> 화합물 1-1: 1.3g(4.05mmol)

<119> 화합물 1-2: 1.22g(8.90mmol)

<120> 테트라키스트리페닐포스핀 팔라듐(0): 519mg(0.45mmol)

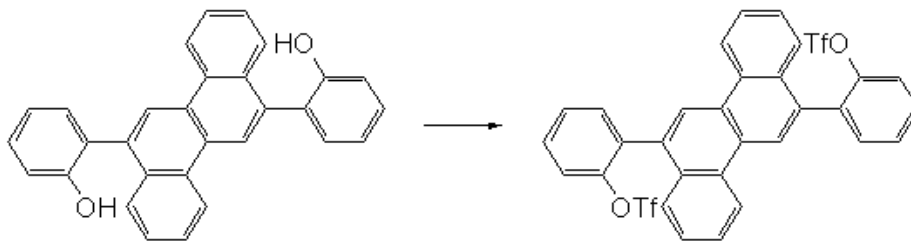
<121> 톨루엔: 100ml

<122> 에탄올: 50ml

<123> 2M-탄산나트륨 수용액: 20ml

<124> 반응 종료 후, 초산에틸 및 물을 가하여 유기층을 분리하고, 유기층을 황산마그네슘으로 건조한 후, 용매를 증류하여 제거하였다. 다음에, 실리카 겔 컬럼 크로마토 그래피(전개 용매: 톨루엔/헥산=1/1)에 의해 정제를 해서, 화합물 1-3을 1.3g(수율 78%) 얻었다.

<125> (1-2) 합성중간 화합물 1-4의 합성



화합물 1-3

화합물 1-4

<126>

<127> 이하에 나타내지는 시약, 용매 등을 리커버리 플라스크에 넣고, -20℃의 냉각조에서 30분간 교반했다.

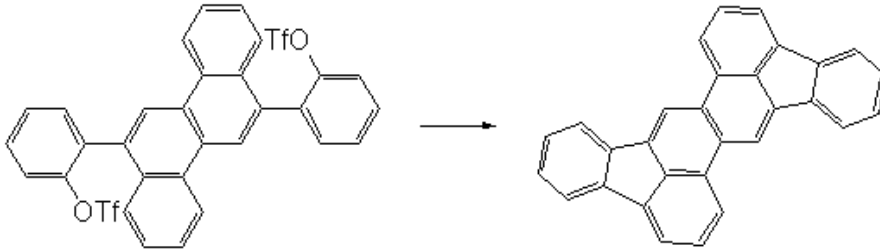
<128> 화합물 1-3: 1.3g(3.15mmol)

<129> 클로로포름: 100ml

<130> 트리에틸아민: 2ml

<131> 다음에, 트리플루오로메탄 술폰산 무수물 1.58ml(9.45mmol)를 천천히 적하하고, 실온에서 6시간 동안 교반했다. 반응 종료 후, 초산에틸 및 물을 가하여 유기층을 분리하고, 황산 마그네슘으로 건조한 후, 용매를 증류하여 제거하였다. 다음에, 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개 용매: 톨루엔/헥산=1/2) 으로 정제하고, 화합물 1-4를 1.74g(수율 82%) 얻었다.

<132> (1-3) 예시 화합물 A-1의 합성



화합물 1-4

예시 화합물 A-1

<133>

<134> 이하에 나타내지는 시약, 용매 등을 리커버리 플라스크에 넣고, 질소 기류하에서 80℃에서 8시간 동안 교반했다.

<135> 화합물 1-4: 270mg(0.4mmol)

<136> LiCl: 100mg(2.4mmol)

<137> 1,8-다이아자비시클로[5.4.0]7-운데센: 146mg(0.96mmol)

<138> 비스트리페닐포스핀팔라듐(II) 다이클로라이드: 40mg(0.04mmol)

<139> 다이메틸포름아미드: 50ml

<140> 반응 종료 후, 초산에틸 및 물을 가하여 유기층을 분리하고, 황산마그네슘으로 건조한 후, 용매를 증류하여 제거했다. 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개 용매: 톨루엔/헵탄=1/3)으로 정제하여, 예시 화합물 A-1을 72mg(수율 48%) 얻었다.

<141> 얻어진 화합물에 대해, 그 물성을 측정하고 평가했다.

<142> (분자량)

<143> MALDI-TOF-MS(Matrix-Assisted Laser Deposition Ionization-Time of Flight Mass Spectrometry; 매트릭스-지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광 분석)에 의해 M+가 376.4인 것을 확인하고, 예시 화합물 A-1을 동정(同定)했다.

<144> (NMR)

<145> NMR 측정에 의해 이 예시 화합물 A-1의 구조를 확인했다.

<146> ¹H-NMR(THF-d₈, 400MHz) σ(ppm):9.36(s, 2H), 8.80(d, 2H, J=8.0Hz), 8.18-8.16(m, 2H), 8.07(d, 2H, J=8.0Hz), 7.97-7.95(m, 2H), 7.82(m, 2H), 7.38(m, 4H)

<147> (융점)

<148> 시차(示差) 주사 열량 분석법(DSC)에 의해, 예시 화합물 A-1의 융점이 378℃인 것을 확인했다.

<149> (발광 특성)

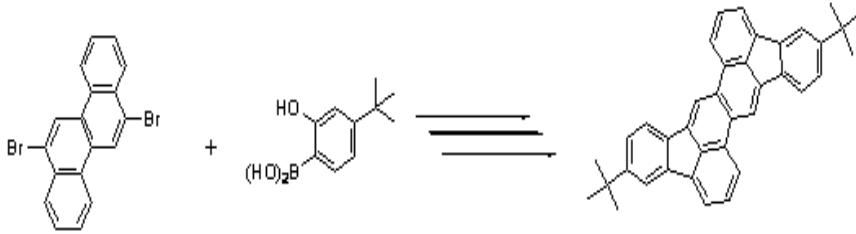
<150> 용액 상태에 있어서의 예시 화합물 A-1의 발광 스펙트럼을 측정했다. 발광 스펙트럼의 측정을 위해서, 미리 분광 광도계 U-3010(일본 히타치사제)를 사용해서, 예시 화합물 A-1의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 흡수스펙트럼을 측정했다. 흡수스펙트럼을 측정한 후, 분광 광도계 F-4500(일본 히타치 사제)를 사용해서, 예시 화합물 A-1의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 발광 스펙트럼(PL 스펙트럼)을 측정했다. 여기서, 흡수스펙트럼 측정의 결과로서 여기 파장을 340nm로 했다. 측정의 결과, 도 6에 나타내지는 PL 스펙트럼을 얻었다. 도 6에 나타내지는 PL 스펙트럼에 의하면, 예시 화합물 A-1의 최대 발광 파장의 제1 피크 및 제2 피크는 각각 436nm 및 461nm이고, 양호한 청색 발광을 나타내지는 것을 알 수 있었다.

<151> 또, 예시 화합물 A-1에 대해서 톨루엔 용액 중(1×10⁻⁵ mol/l)에서의 양자효율을 측정한 결과, 0.91로 높은 값을 나타냈다. 또, 양자효율의 측정에 있어서는, 플루오란텐을 비교 대조 화합물로서 사용해서 값을 상대적으로 산

출했다. 또, 플루오란텐의 희석용액 중에서의 양자효율은 0.35이다(Steven L, Murov., Handbook Of Photochemistry, Second Edition, Revised and Exapanded, (1993)).

<실시예 2> [예시 화합물 C-6의 합성]

실시예 1과 같은 합성 방법으로, 예시 화합물 C-6을 합성했다. 구체적으로는, 화합물 1-2를 화합물 1-5로 변경한 것 외는, 실시예 1과 같은 조건하에서 합성했다.



화합물 1-1

화합물 1-5

예시 화합물 C-6

얻어진 화합물에 대해, 그 물성을 측정하고 평가했다.

(분자량)

MALDI-TOF-MS(매트릭스-지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광 분석)에 의해 M+가 488.6인 것을 확인하고, 예시 화합물 C-6을 동정했다.

(NMR)

NMR 측정에 의해 상기 예시 화합물 C-6의 구조를 확인했다.

¹H-NMR(CDC1₃, 400MHz) σ(ppm):9.15(s, 2H), 8.69(d, 2H, J=8.0Hz), 8.08-8.01(m, 6H), 7.87-7.83(m, 2H), 7.52-7.48(m, 2H), 1.54(s, 18H)

(용점)

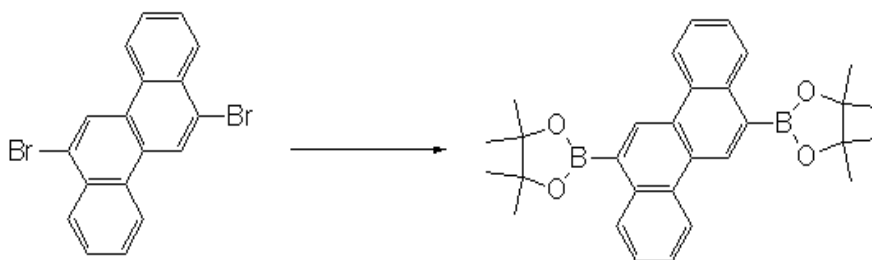
시차주사 열량 분석법(DSC)에 의해, 예시 화합물 C-6의 용점이 459℃인 것을 확인했다.

(발광 특성)

용액 상태에 있어서의 예시 화합물 C-6의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 흡수스펙트럼을 측정했다. 흡수스펙트럼을 측정한 후, 예시 화합물 C-6의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 발광 스펙트럼(PL 스펙트럼)을 측정했다. 이때, 흡수스펙트럼 측정의 결과로서 여기 파장을 355nm로 했다. 측정의 결과로서, 도 7에 나타내지는 PL 스펙트럼을 얻었다. 도 7에 나타낸 PL 스펙트럼에 의하면, 예시 화합물 C-6의 최대발광파장의 제1 피크 및 제2 피크는 각각 446nm 및 472nm이며, 양호한 청색발광을 나타내지는 것을 알 수 있었다.

<실시예 3> [예시 화합물 G-14 및 G-19의 합성]

(3-1) 합성 중간 화합물 1-6의 합성



화합물 1-1

화합물 1-6

300ml-리커버리 플라스크에 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 넣고, 질소 기류하에서 80℃에서 8시간 동안 교반했다.

<169> 화합물 1-1: 2.5g(6.48mmol)

<170> 4,4,5,5-테트라메틸-1,3,2-다이옥사보로란: 5.63ml(38.8mmol)

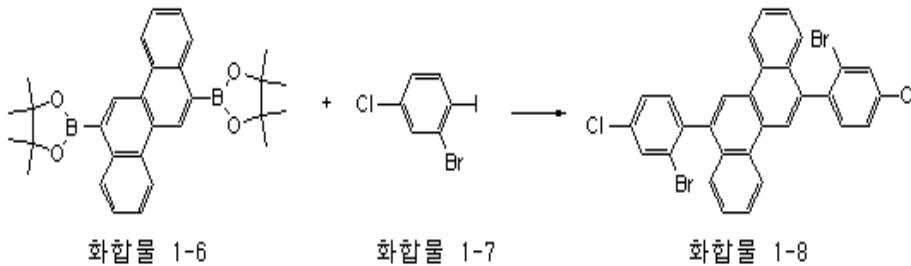
<171> [1,3-비스(다이페닐포스포노) 프로판]다이클로로니켈 (II): 325mg(0.65mmol)

<172> 톨루엔: 100ml

<173> 트리에틸아민: 30ml

<174> 반응종료 후, 온도를 실온까지 냉각한 후, 물을 가했다. 다음에, 염화 암모늄수용액을 가하고 3시 동안 교반했다. 다음에, 초산에틸 및 물을 가하여 유기층을 분리하고, 다음에, 황산마그네슘으로 건조한 후, 용매를 증류하여 제거하였다. 다음에, 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개 용매: 톨루엔)로 정제를 해서, 화합물 1-6을 2.1g(수율 68%) 얻었다.

<175> (3-2) 합성 중간 화합물 1-8의 합성



<176>

<177> 300ml-리커버리 플라스크에 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 넣고, 질소 기류하에서 80℃에서 4시간 동안 교반했다.

<178> 화합물 1-6: 2.0g(4.16mmol)

<179> 화합물 1-7: 2.7g(8.5mmol)

<180> 테트라키스트리페닐포스핀 필라뮴(0): 485mg(0.42mmol)

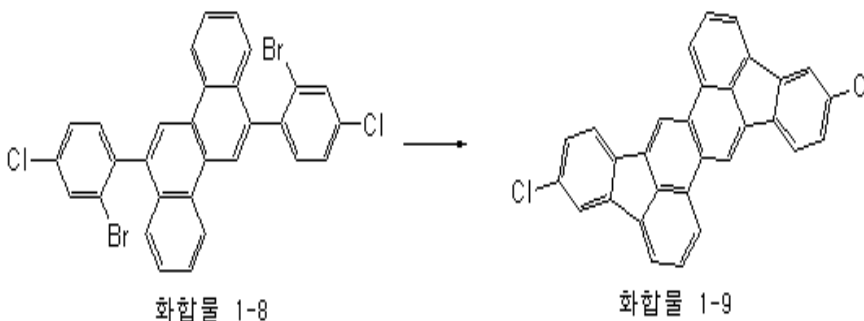
<181> 톨루엔: 100ml

<182> 에탄올: 50ml

<183> 2M-탄산나트륨 수용액: 20ml

<184> 반응 종료 후, 톨루엔 및 물을 가하여 유기층을 분리하고, 다음에, 황산마그네슘으로 건조한 후, 용매를 증류하여 제거하였다. 다음에, 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개용매: 톨루엔/헵탄=1/9)로 정제하여, 화합물 1-8을 1.81g(수율 72%) 얻었다.

<185> (3-3) 합성중간 화합물 1-9의 합성

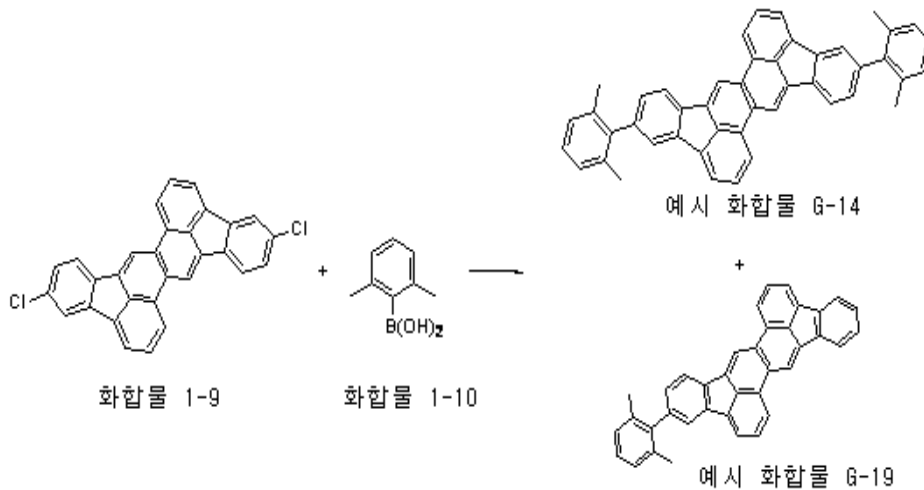


<186>

<187> 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 리커버리 플라스크에 넣고, 질소 기류하에서 100℃에서 8시간 동안 교반했다.

<188> 화합물 1-8: 1.5g(2.47mmol)

- <189> LiCl: 636mg(15.0mmol)
- <190> 1,8-다이아자비시클로[5.4.0]7-운데센: 943mg(6.20mmol)
- <191> 비스트리페닐포스핀 팔라듐(II) 다이클로라이드: 40mg(0.24mmol)
- <192> 다이메틸포름아미드: 150ml
- <193> 반응 종료 후, 물을 가하고 실온에서 1시간 동안 교반했다. 반응 용액중에서 등색의 침전물을 확인한 후, 이 침전물을 여과하고, 물, 메탄올 및 아세톤으로 여과물을 세정했다. 다음에, 이 여과물을 건조하여, 화합물 1-9를 1.1g(수율 51%) 얻었다.
- <194> 얻어진 화합물에 대해, 그 분자량을 측정했다.
- <195> (분자량)
- <196> MALDI-TOF-MS(매트릭스-지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광 분석)에 의해 M+가 445.3인 것을 확인하고, 화합물 1-9를 동정했다.
- <197> (3-4) 예시 화합물 G-14 및 G-19의 합성



- <198>
- <199> 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 리커버리 플라스크에 넣고, 질소 기류하에서 80℃에서 8시간 동안 교반했다.
- <200> 화합물 1-9: 500mg(1.12mmol)
- <201> 화합물 1-10: 100mg(2.4mmol)
- <202> 초산 팔라듐(II): 75mg(0.33mmol)
- <203> 2-다이클로헥실포스포노-2', 6'-다이메톡시비페닐: 410mg(0.99mmol)
- <204> 인산 트리칼륨: 713mg(3.36mmol)
- <205> 톨루엔: 50ml
- <206> 반응종료 후, 톨루엔 및 물을 가하여 유기층을 분리하고, 다음에, 황산마그네슘으로 건조한 후, 용매를 증류하여 제거하였다. 다음에, 실리카 겔 컬럼 크로마토그래피(전개용매: 톨루엔/헵탄=1/3)로 정제하여, 예시 화합물 G-14를 209mg(수율 32%) 및, 예시 화합물 G-19를 97mg(수율 18%) 얻었다.
- <207> 얻어진 화합물에 대해서, 그 물성을 측정하고 평가했다.
- <208> (분자량)
- <209> MALDI-TOF-MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/ 이온화 비행 시간형 질량 분광 분석)에 의해 각각, M+가 584.7 및 480.6인 것을 확인하고, 예시 화합물 G-14 및 G-19를 동정했다.
- <210> (NMR)
- <211> NMR 측정에 의해 예시 화합물 G-14의 구조를 확인했다.

<212> $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 400\text{MHz}) \sigma(\text{ppm}): 9.22(\text{s}, 2\text{H}), 8.74(\text{d}, 2\text{H}, J=9.6\text{Hz}), 8.19(\text{d}, 2\text{H}, J=9.2\text{Hz}), 8.03(\text{d}, 2\text{H}, J=8.2\text{Hz}), 7.88(\text{dd}, 2\text{H}, J=8.4\text{Hz}, J=8.2\text{Hz}), 7.78(\text{d}, 2\text{H}, J=0.96\text{Hz}), 7.27-7.20(\text{m}, 8\text{H}), 2.18(\text{s}, 12\text{H})$

<213> NMR 측정에 의해 예시 화합물 G-19의 구조도 확인했다.

<214> $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 400\text{MHz}) \sigma(\text{ppm}): 9.10(\text{s}, 2\text{H}), 9.08(\text{s}, 2\text{H}), 8.63(\text{d}, 2\text{H}, J=9.6\text{Hz}), 8.14(\text{d}, 1\text{H}, J=7.2\text{Hz}), 8.01-8.06(\text{m}, 1\text{H}), 7.99(\text{dd}, 1\text{H}, J=7.2\text{Hz}, J=11.2\text{Hz}), 7.95-7.92(\text{m}, 1\text{H}), 7.84-7.76(\text{m}, 2\text{H}), 7.46-7.42(\text{m}, 2\text{H}), 7.26-7.18(\text{m}, 4\text{H}), 2.19(\text{s}, 6\text{H})$

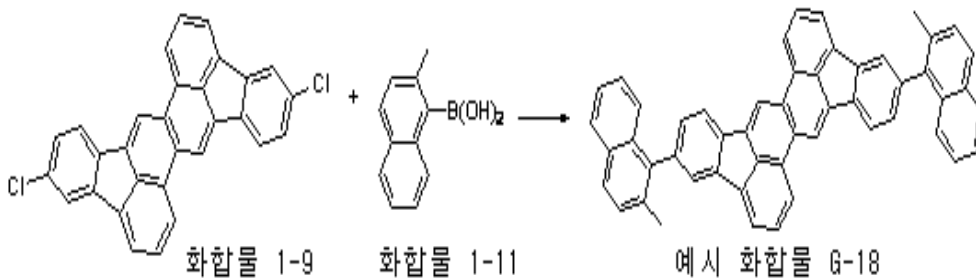
<215> (발광 특성)

<216> 실시예 1과 같은 방법으로 발광 특성의 측정을 실시했다.

<217> 용액상태에서 예시 화합물 G-14 및 G-19의 톨루엔 용액($1 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$)의 흡수스펙트럼을 각각 측정했다. 흡수스펙트럼을 측정한 후, 예시 화합물 G-14 및 G-19의 톨루엔 용액($1 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$)의 발광 스펙트럼(PL 스펙트럼)을 각각 측정했다. 이때, 흡수스펙트럼 측정의 결과로서, 여기 파장을 340nm로 했다. 측정의 결과, 도 7에 나타내지는 PL 스펙트럼을 얻었다. 도 7에 나타내지는 PL 스펙트럼에 의하면, 예시 화합물 G-14의 최대 발광 파장의 제1 피크 및 제2 피크는 각각 444nm 및 470nm이며, 청색 발광을 나타내지는 것을 알 수 있었다. 또, 예시 화합물 G-19의 최대 발광 파장의 제1 피크 및 제2 피크는 각각 440nm 및 467nm이며 청색 발광을 나타내지는 것을 알 수 있었다.

<218> <실시예 4> [예시 화합물 G-18의 합성]

<219> 실시예 3과 같은 합성 방법으로, 예시 화합물 G-18을 합성했다. 구체적으로는, 실시예 1에서 화합물 1-10을 화합물 1-11로 변경한 것 외는, 실시예 3과 같은 조건하에서 합성을 하였다.



<220>

<221> 얻어진 화합물에 대해, 그 물성을 측정하고 평가했다.

<222> (분자량)

<223> MALDI-TOF-MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광 분석)에 의해 M+가 656.8인 것을 확인하고, 예시 화합물 G-18을 동정했다.

<224> (NMR)

<225> NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인했다.

<226> $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 600\text{MHz}) \sigma(\text{ppm}): 9.34(\text{s}, 2\text{H}), 8.82(\text{d}, 2\text{H}, J=5.8\text{Hz}), 8.30(\text{d}, 2\text{H}, J=6.3\text{Hz}), 8.06(\text{d}, 2\text{H}, J=5.8\text{Hz}), 7.93-7.86(\text{m}, 8\text{H}), 7.62(\text{d}, 2\text{H}, J=7.1\text{Hz}), 7.51(\text{d}, 2\text{H}, J=7.1\text{Hz}), 7.46-7.39(\text{m}, 6\text{H}), 2.40(\text{s}, 6\text{H})$

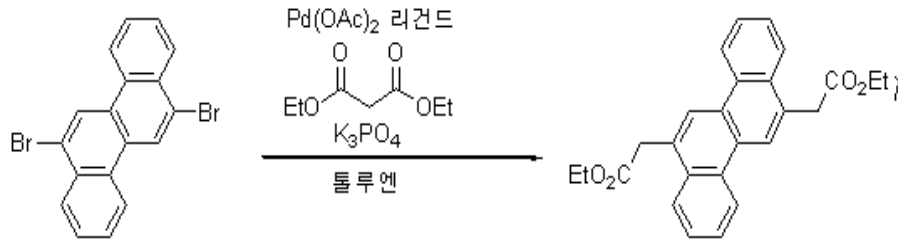
<227> (발광특성)

<228> 실시예 1과 같은 방법으로 발광특성의 측정을 실시했다. 용액상태에서 예시 화합물 G-18의 톨루엔 용액($1 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$)의 흡수스펙트럼을 측정했다. 흡수스펙트럼을 측정한 후, 예시 화합물 G-18의 톨루엔 용액($1 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$)의 발광스펙트럼(PL 스펙트럼)을 측정했다. 이때, 흡수스펙트럼의 측정의 결과로서, 여기 파장을 355nm로 했다. 측정의 결과, 도 7에 나타내지는 PL 스펙트럼을 얻었다. 도 7에 나타내지는 PL 스펙트럼에 의하면, 예시 화합물 G-18의 최대 발광 파장의 제1 피크 및 제2 피크는 각각 442nm 및 469nm이며, 양호한 청색 발광을 나

타내지는 것을 알 수 있었다.

<229> <실시예 5> [예시 화합물 G-22의 합성]

<230> (5-1) 합성 중간 화합물 1-12의 합성



화합물 1-1

화합물 1-12

<232> 300ml-리커버리 플라스크에 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 넣고, 질소 기류하에서 80℃에서 18시간 동안 교반했다.

<233> 화합물 1-1: 5.0g(13.0mmol)

<234> 아세트산 에틸: 6.74g(51.8mmol)

<235> 인산 트리칼륨: 16.5g(77.7mmol)

<236> 초산 팔라듐(II): 116mg(0.52mmol)

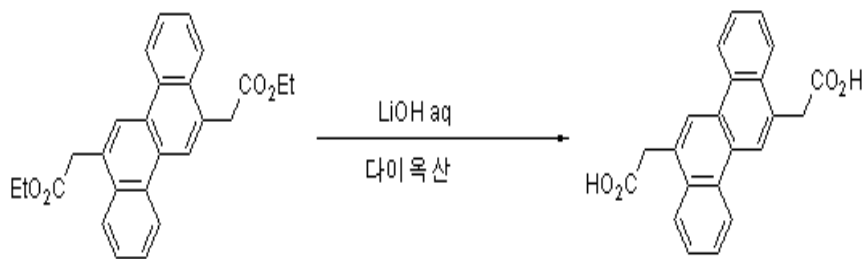
<237> 2-(다이터셔리-부틸포스포노)-2'-메톡시비페닐: 324mg(1.04mmol)

<238> 톨루엔: 100ml

<239> 에탄올: 15ml

<240> 반응종료 후, 톨루엔 및 물을 가하여 유기층을 분리하고, 다음에, 황산 마그네슘으로 건조한 후, 용매를 증류하여 제거하였다. 다음에, 실리카 겔 컬럼 크로마토 그래피(전개용매: 톨루엔/클로로포름=1/1)에 의해 정제하여, 화합물 1-2를 2.87 g(수율 55%) 얻었다.

<241> (5-2) 합성 중간 화합물 1-13의 합성



화합물 1-12

화합물 1-13

<243> 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 리커버리 플라스크에 넣고, 90℃에서 24시간 동안 교반했다.

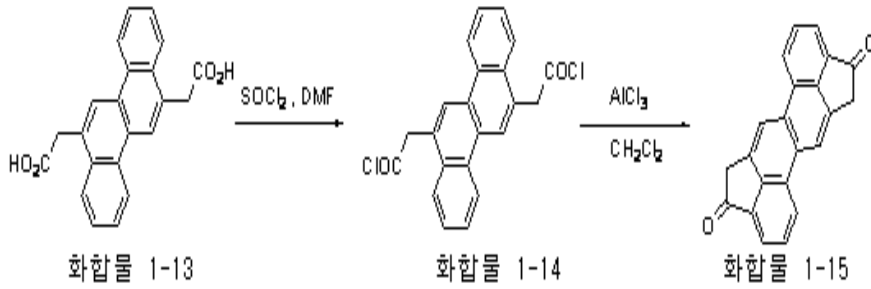
<244> 화합물 1-12: 3.76g(89.6mmol)

<245> 다이옥산: 30ml

<246> 수산화 리튬 1 수화물: 3.76g(89.6mmol)

<247> 다음에, 이 현탁액에 농염산(20ml)을 서서히 가한 후, 이 혼합물을 실온에서 5시간 동안 교반했다. 다음에, 물(200ml)을 가하고, 여과에 의해 석출한 결정을 분리했다. 다음에, 이 결정을 물, 메탄올, 다이에틸 에테르로 차례차례 세정을 실시하고, 고진공 상태에서 가열 건조하여, 화합물 1-13을 2.87g(수율 93%) 얻었다.

<248> (5-3) 합성 중간 화합물 1-15의 합성



<249>

<250> 이하에 나타내지는 시약 및 용매 등을 리커버리 플라스크에 넣고, 80℃에서 2시간 동안 교반했다.

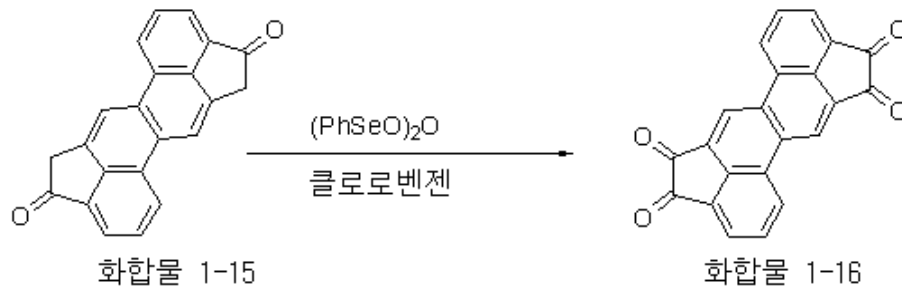
<251> 화합물 1-13: 2.87g(6.36mmol)

<252> 염화 티오닐: 50ml

<253> 다이메틸프롬아미드: 300 μl

<254> 다음에, 현탁액을 감압하에 증류하고, 잔류물에, 다이클로로메탄 50ml 및 3 염화 알루미늄 2.1g(15.9mmol)를 차례차례 가한 후, 그 혼합물을 실온에서 18시간 동안 격렬하게 교반했다. 다음에, 이 현탁액에 농염산 180ml를 가한 후, 가열하면서 1시간 동안 교반했다. 다음에, 이 현탁액을 여과에 의해 분리하고, 이 여과물에 대해서, 클로로포름을 용매로서 사용한 속스레 추출(S Soxhlet extraction)을 실시하고, 실리카 겔 컬럼 크로마토 그래피 (전개용매: 클로로포름/초산 에틸=15/1)로 정제하여, 화합물 1-15를 1.2g(수율 61%) 얻었다.

<255> (5-4) 합성 중간 화합물 1-16의 합성



<256>

<257> 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 리커버리 플라스크에 넣고, 130℃에서 18시간 동안 교반했다.

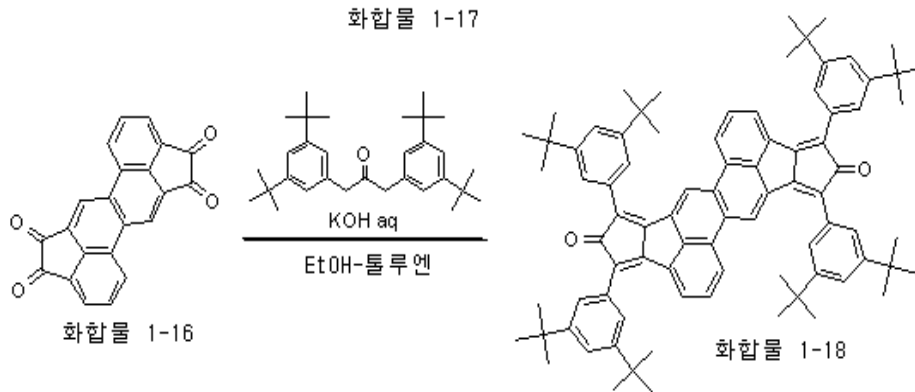
<258> 화합물 1-15: 1.2g(3.89mmol)

<259> 벤젠 셀렌산 무수물: 4.4g(8.56mmol)

<260> 클로로벤젠: 60ml

<261> 현탁액을 100℃까지 냉각하고, 석출된 결정을 여과에 의해 분리했다. 얻어진결정을 헥산으로 세정을 실시하고 고진공하에서 건조하여, 화합물 1-16을 1.27g(수율 97%) 얻었다.

<262> (5-5) 합성 중간 화합물 1-18의 합성



<263>

<264> 리커버리 플라스크에 이하에 나타내지는 시약 및 용매를 넣고, 질소 기류하에서 80℃에서 18시간 동안 교반했다.

<265> 화합물 1-16: 37mg(0.0046mmol)

<266> 화합물 1-17: 40mg(0.0092mmol)

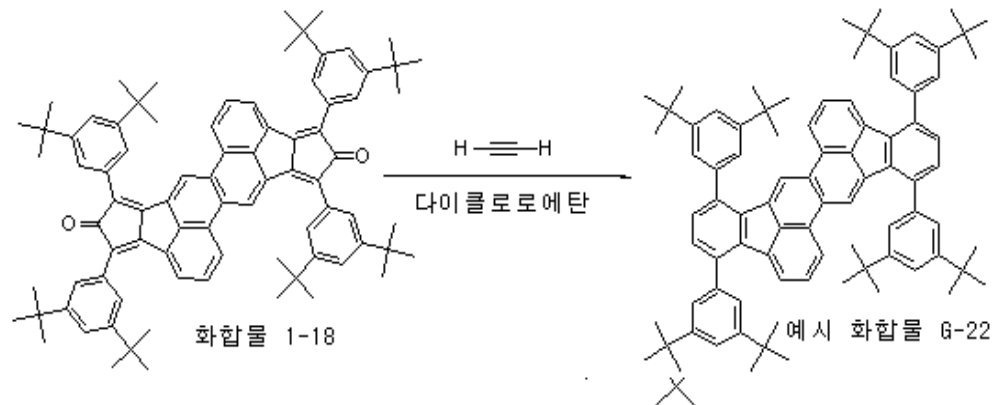
<267> 에탄올: 2ml

<268> 톨루엔: 0.4ml

<269> 6N-수산화 칼륨: 300 μl

<270> 반응종료 후, 결정을 실온까지 방냉(放冷)하고, 여과에 의해 분리했다. 다음에, 이 결정을 메탄올과 IPE로 차례 차례 세정을 실시한 후, 고진공하에서 건조하여, 화합물 1-18을 55mg(수율 99%) 얻었다.

<271> (5-6) 예시 화합물 G-22의 합성



<272>

<273> 오토클레이브(autoclave)에 이하에 나타내는 시약 및 용매, 아세틸렌 가스를 넣고 밀봉했다. 그리고, 190℃에서 24시간 동안 교반했다.

<274> 화합물 1-18: 200mg(0.176mmol)

<275> 다이클로로에탄: 4ml

<276> 반응종료 후, 결정을 실온까지 방냉한 후, 여과에 의해 분리했다. 이 결정을 헥산/톨루엔=2/1로 충분히 세정했다. 다음에, 실리카 겔 컬럼 크로마토 그래피(전개 용매: 헥산/클로로포름=4/1)로 정제하여, 예시 화합물 G-22를 0.14g(수율 70%) 얻었다.

<277> 얻어진 화합물에 대해, 그 물성을 측정하고 평가했다.

<278> (분자량)

<279> MALDI-TOF-MS(매트릭스-지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광 분석)에 의해 M+가 1129.68인 것을 확

인하고, 예시 화합물 G-22를 동정했다.

(NMR)

NMR 측정에 의해 예시 화합물 G-22의 구조를 확인했다.

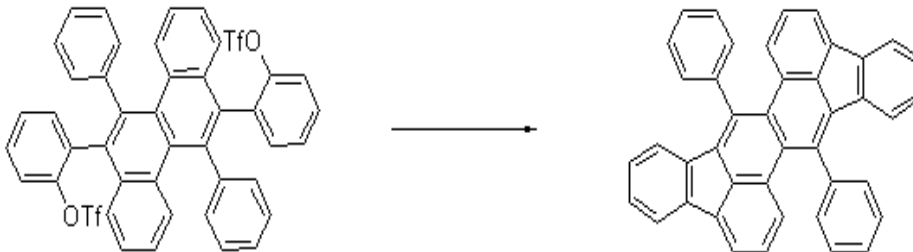
¹H-NMR(CDC1₃, 400MHz) σ(ppm):8.01(s, 2H), 7.80(d, 2H, J=8.0Hz), 7.80 (t, 2H, J=2.0Hz), 7.57(t, 2H, J=2.0Hz), 8.18-8.16(m, 2H), 8.07(t, 2H, J= 2.0Hz), 7.54(d, 4H, J=2.0Hz), 7.53(d, 4H, J=2.0Hz), 7.40-7.32(m, 4H), 1.42(s, 36H), 1.40(s, 36H)

(발광 특성)

실시에 1과 같은 방법으로 발광 특성의 측정을 실시했다.

용액상태에서 예시 화합물 G-22의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 흡수스펙트럼을 측정했다. 흡수스펙트럼을 측정 한 후, 예시 화합물 G-22의 톨루엔 용액(1× 10⁻⁵ mol/l)의 발광 스펙트럼(PL 스펙트럼)을 측정했다. 이때, 흡수 스펙트럼 측정의 결과로서, 여기 파장을 355nm로 했다. 측정의 결과, 도 11에 나타내는 PL 스펙트럼을 얻었다. 도 11에 나타내는 PL 스펙트럼에 의하면, 예시 화합물 G-22의 최대 발광 파장의 제1 피크 및 제2 피크는 458nm 및 486nm이며, 양호한 청색 발광을 나타내는 것을 알 수 있었다.

<실시에 6> [예시 화합물 G-24의 합성]



화합물 1-19

예시 화합물 G-24

이하에 나타내는 시약 및 용매 등을 리커버리 플라스크에 넣고, 질소 기류하에서 150℃에서 1시간 동안 교반했다.

화합물 1-19: 500mg(0.603mmol)

LiCl: 76mg(1.81mmol)

1,8-다이아자비시클로[5.4.0]7-운데센: 918mg(6.03mmol)

초산 팔라듐: 13.5mg(0.0603mmol)

2-다이시클로헥실포스포노-2', 6'-다이메톡시비페닐:56.8mg(0.133mmol)

다이메틸프롬아미드: 30ml

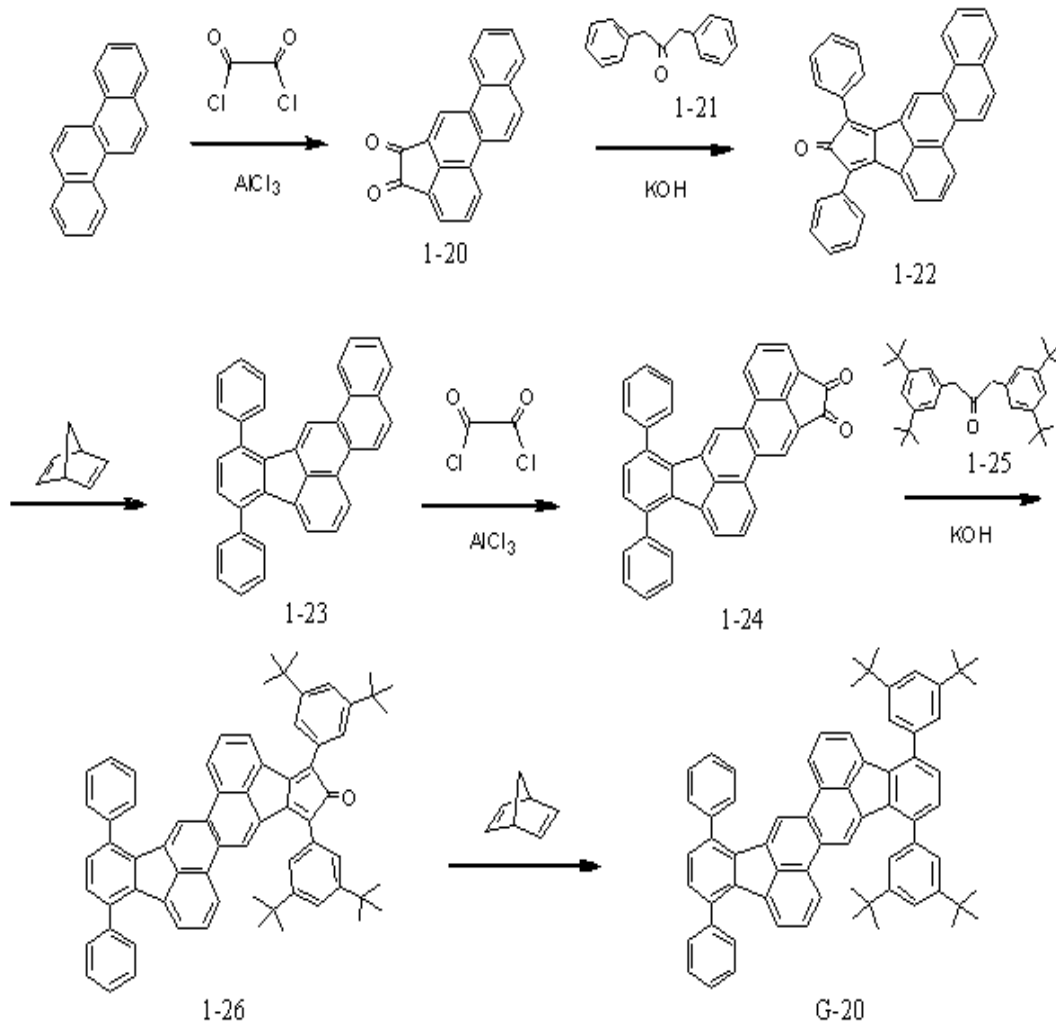
반응 종료 후, 초산 에틸 및 물을 가하여 유기층을 분리하고, 다음에, 황산마그네슘으로 건조한 후, 용매를 증류하여 제거하였다. 다음에, 실리카 겔 컬럼 크로마토 그래피(전개용매: 톨루엔/헥산=1/2)로 정제하여, 예시 화합물 G-24를 32mg(수율 10%) 얻었다.

얻어진 화합물에 대해, 그 물성을 측정하고 평가했다.

(분자량)

MALDI-TOF-MS(매트릭스-지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광 분석)에 의해 M+가 528.6인 것을 확인 하고, 예시 화합물 G-24를 동정했다.

<299> <실시예 7>[예시 화합물 G-20의 합성]



<300>

<301> (7-1) 화합물 1-20의 합성

<302> 크리센 20.0g(87.6mmol), 염화 알루미늄 46.7g(350mmol) 및 다이클로로메탄 400ml를 500ml 3구 플라스크 (three-necked flask)에 넣고, 질소 분위기 하에서 -78°C 의 온도에서 교반하면서 염화옥사릴 55.6g(438mmol)을 적하한 후, 그 혼합물을 30분간 더 교반하였으며, 반응 온도가 2시간에 걸쳐 실온까지 상승하였다. 반응 혼합물을 교반하면서 4L의 얼음물에 붓고, 발생된 고체를 여과해서 고체를 분산시키고 100ml의 메탄올로 세정했다. 상기 고체를 여과하고 진공 가열하여 건조시켜서 화합물 1-20(등색 분말)을 21.5g(수율: 87%) 얻었다.

<303> (7-2) 화합물 1-22의 합성

<304> 화합물 1-20을 2.01g(7.10mmol), 화합물 1-21를 1.50g(7.13mmol), 그리고 에탄올 100ml를 200ml의 3구 플라스크에 넣고, 수산화칼륨 4.00g이 용해된 수용액 25ml를 실온에서 질소 분위기하에서 교반하면서 적하하였다. 다음에, 그 혼합물 75°C 까지 가열하고 1시간 30분간 교반하였다. 반응액을 냉각하고, 석출된 고체를 여과하고 건조해서 화합물 1-22(녹색 분말)를 3.08g(수율: 95%) 얻었다.

<305> (7-3) 화합물 1-23의 합성

<306> 화합물 1-22를 3.00g(6.58mmol), 2,5-노르보르나디엔을 4.97g(54mmol), 그리고 아세트산 무수물 40ml를 200ml 3구 플라스크에 넣고, 그 혼합물을 질소 분위기하에서 90°C 까지 가열하고, 18시간 동안 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각하고, 용매를 감압하에서 증류하여 제거한 후, 잔류물을 살리카겔 크로마토 그래피(전개 용매: 톨루엔과 헵탄의 혼합물)에 의해 정제하여 화합물 1-23(노란색 분말)을 1.58g 얻었다.

<307> (7-4) 화합물 1-24의 합성

<308> 화합물 1-23을 1.00g(2.20mmol), 염화알루미늄을 1.06g(7.92mmol), 그리고 다이클로로메탄 50ml를 100ml 3구

플라스크에 넣고, 염화옥사릴 1.11g(8.80mmol)을 질소 분위기하에서 78℃의 온도에서 교반하면서 적하한 후, 그 혼합물을 또 30분간 교반하고, 반응 온도를 2시간에 걸쳐서 실온까지 상승시켰다. 이 반응 혼합물을 1L의 얼음 물에 교반하면서 붓고, 발생된 고체를 여과해내어, 이 고체를 분산시키고 30ml의 메탄올로 세정했다. 상기 고체를 여과하고, 진공 가열하면서 건조하여 화합물 1-24(등색 분말)를 0.494g(수율: 80%) 얻었다.

<309> (7-5) 화합물 1-26의 합성

<310> 화합물 1-24를 0.890g(1.75mmol), 화합물 1-25를 0.855g(1.97mmol), 에탄올을 100ml, 그리고 톨루엔 10ml를 200ml 3구 플라스크에 넣고, 수산화칼륨 1.11g이 용해된 수용액 5ml를 질소 분위기하에서 실온에서 교반하면서 적하하였다. 다음에, 그 혼합물을 75℃까지 가열하고, 2시간 30분간 교반하였다. 반응액을 냉각하고, 석출된 고체를 여과하고 건조해서, 화합물 1-26(녹색 분말)을 0.49g(수율: 31%) 얻었다.

<311> (7-6) 예시 화합물 G-20의 합성

<312> 화합물 1-26을 0.49g(0.541mmol), 2,5-노르보르나디엔을 4.97g(54mmol), 그리고 아세트산 무수물 40ml를 200ml 3구 플라스크에 넣고, 그 혼합물을 질소 분위기하에서 90℃까지 가열하고, 18시간 동안 교반했다. 반응 혼합물을 실온까지 냉각하고, 용매를 감압하에서 증류하여 제거한 후, 잔류물을 실리카 겔 크로마토 그래피(전개 용매: 톨루엔과 헵탄의 혼합물)에 의해 정제하여 예시 화합물 G-20(노란색 분말)를 0.17g(수율: 35%) 얻었다.

<313> 얻어진 화합물에 대해, 물성을 측정하고 평가했다.

<314> (분자량)

<315> MALDI-TOF-MS(매트릭스-지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광 분석)에 의해 M+가 905.5인 것을 확인하고, 예시 화합물 G-20을 동정했다.

<316> (NMR)

<317> 상기 예시 화합물 G-20의 구성을 NMR 측정에 의해 확인하였다.

<318> ¹H-NMR(CDC1₃, 400MHz) σ(ppm): 8.35(s, 1H), 8.00(s, 1H), 7.81(dd, 2H, J=8.4Hz, J=10.4Hz), 7.76-7.73(m, 3H), 7.69-7.64(m, 5H), 7.56-7.50(m, 8H), 7.45-7.30(m, 7H), 7.22(d, 1H, J=7.2Hz), 1.42(s, 18H), 1.40(s, 18H)

<319> (발광 특성)

<320> 실시예 1과 같은 방법으로 발광 특성의 측정을 행하였다.

<321> 용액 상태에서 예시 화합물 G-20의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 흡수 스펙트럼을 측정했다. 흡수 스펙트럼을 측정한 후, 예시 화합물 G-20의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 발광 스펙트럼(PL 스펙트럼)을 측정했다. 이때, 흡수 스펙트럼의 측정 결과로서, 여기파장을 355nm로 했다. 측정의 결과, 도 12에 나타낸 PL 스펙트럼을 얻었다. 도 12에 나타낸 PL 스펙트럼에 의하면, 예시 화합물 G-20의 최대 발광파장의 제1 피크 및 제2피크는 각각 456nm 및 482nm이었고, 양호한 청색발광을 나타내는 것을 알 수 있었다.

<322> 실시예 1에서의 혼합물 1-1 및 1-2 대신에 다음의 표 1 및 표 2에 나타낸 화합물을 이용한 것 이외는, 예시 화합물 B-2, C-12, D-1, E-8, F-6, G-1, G-2, G-7, G-10, G-40, G-41 및 H-2를 실시예 1과 같은 조건하에서 합성할 수 있다.

표 1

예시 화합물	다이브로모크리센 유도체	2-히드록시페닐브롬산 유도체
B-2		
C-12		
D-1		
E-8		
F-6		
G-1		
G-2		

표 2

예시 화합물	다이브로모크리센 유도체	2-히드록시페닐보론산 유도체
G-7		
G-10		
G-40		
G-41		
H-2		

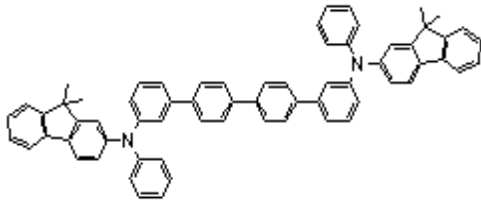
<324>

<325>

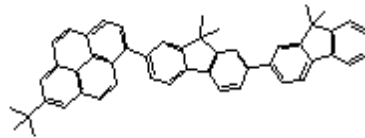
<326>

<실시예 8> [유기 발광 소자의 제작]

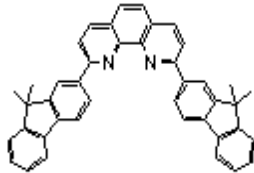
본 실시예에서는, 도 3에서 나타내는 유기 발광 소자를 제작했다. 우선, 유리 기판(기판 (1)) 상에 막두께 100nm로 산화 주석 인듐(ITO)(양극(2))을 패터닝해서 ITO 전극 부착 유리 기판을 제작했다. 다음에, 이 ITO 전극 부착 유리 기판 상에, 유기 화합물로 이루어진 층과 음극을 저항 가열에 의한 진공 증착에 의해 연속해서 성막했다. 구체적으로는, 우선, 홀 수송층(5)으로서 다음에 나타내는 화합물 2를 막두께 20nm로 성막했다. 다음에, 발광층(3)으로서, 호스트인 다음에 나타내는 화합물 3과 게스트인 예시 화합물 A-1을, 화합물 3에 대해서 예시 화합물 A-1의 함유량이 1 중량%가 되도록 공증착했다. 이때, 발광층(3)의 막두께를 30nm로 했다. 다음에, 전자 수송층(6)으로서, 다음에 나타내는 화합물 4를 막두께를 30nm로 성막했다. 다음에, KF를 막두께 1nm로 성막하고, 마지막에 A1을 막두께 100nm로 성막했다. 여기서, KF 및 A1은 음극(4)으로서 기능한다.



화합물 2



화합물 3



화합물 4

<327>

<328> 또, 성막할 때에, 진공 챔버 내의 압력을 10^{-5} Pa로 했다. 또, 소자를 제작하기 위해서, 대향하는 전극 면적을 3 mm^2 로 하였다. 이상과 같이 해서 상술한 유기 발광 소자를 얻었다.

<329> 얻어진 유기 발광 소자에 대해, 그 특성을 측정하고 평가했다. 구체적으로는, 소자의 전류-전압 특성을 휴렛 팩커드사제의 미소 전류계 4140B로 측정하고, 소자의 발광 휘도는 탐콘사제의 BM7로 측정했다. 그 결과, 4.0V의 인가 전압으로 발광휘도 360 cd/m^2 의 청색 발광이 관측되었다. 또, 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30 mA/cm^2 로 유지하고, 100시간 동안 전압을 인가하는 조건하에서 소자를 구동했는데, 초기 휘도가 800 cd/m^2 내지 740 cd/m^2 이었다. 이상의 설명에 따르면, 양호한 발광 효율과 뛰어난 내구성을 가지는 유기 발광 소자를 실현하였다고 말할 수 있다.

<330> <실시예 9> [유기 발광 소자의 제작]

<331> 실시예 8과 같은 방법에 의해, 예시 화합물 C-6의 유기 발광 소자의 평가를 실시했다. 구체적으로는, 실시예 8에 있어서, 예시 화합물 A-1을 예시 화합물 C-6로 변경한 것 외에는, 실시예 8과 같은 조건하에서 소자를 제작했다.

<332> 그 결과, 4.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 810 cd/m^2 의 청색 발광이 관측되었다. 또, 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30 mA/cm^2 로 유지하고 100시간 동안 전압을 인가하는 조건하에서 소자를 구동했는데, 초기 휘도가 1250 cd/m^2 내지 1000 cd/m^2 로 되었다. 상술한 바에 따르면, 양호한 발광 효율과 뛰어난 내구성을 가지는 유기 발광 소자를 실현하였다고 말할 수 있다.

<333> <실시예 10> [유기 발광 소자의 제작]

<334> 실시예 8과 같은 방법으로, 예시 화합물 G-14의 유기 발광 소자의 평가를 실시했다. 구체적으로는, 실시예 8에 있어서, 예시 화합물 A-1을 예시 화합물 G-14로 변경한 것 외는, 실시예 8과 같은 조건으로 소자를 제작했다.

<335> 그 결과, 4.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 950 cd/m^2 의 청색 발광이 관측되었다. 또, 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30 mA/cm^2 로 유지하고 100시간 동안 전압을 인가한 조건으로 소자를 구동했는데, 초기 휘도가 1320 cd/m^2 내지 1210 cd/m^2 가 되었다. 상술한 바에 의하며, 양호한 발광 효율과 뛰어난 내구성을 가지는 유기 발광 소자가 실현되었다고 말할 수 있다.

<336> <실시예 11> [유기 발광 소자의 제작]

<337> 실시예 8과 같은 방법으로, 예시 화합물 G-18의 유기 발광 소자의 평가를 실시했다. 구체적으로는, 실시예 8에 있어서, 예시 화합물 A-1을 예시 화합물 G-18로 변경한 것 외에는, 실시예 8과 같은 조건으로 소자를 제작했다.

<338> 그 결과, 4.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 1250 cd/m^2 의 청색 발광이 관측되었다. 또, 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30 mA/cm^2 로 유지하고 100시간 동안 전압을 인가한 조건으로 소자를 구동했는데, 초기 휘도가 1500 cd/m^2 내지 1400 cd/m^2 로 되었다. 상술한 바에 의하면, 양호한 발광 효율과 뛰어난 내구성을 가지는 유기 발광 소자를 실현하였다고 말할 수 있다.

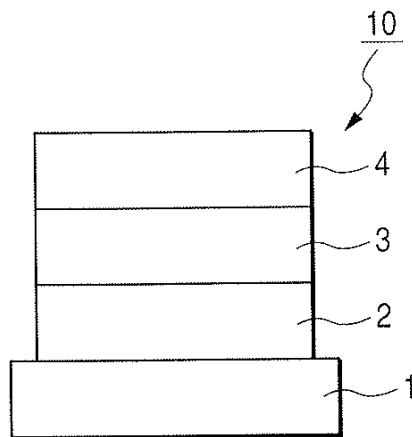
- <339> <실시예 12> [유기 발광 소자의 제작]
- <340> 실시예 8과 같은 방법으로, 예시 화합물 G-20의 유기 발광 소자의 평가를 실시했다. 구체적으로는, 실시예 8에 있어서, 예시 화합물 A-1을 예시 화합물 G-20으로 변경한 것을 제외하고는, 실시예 8과 같은 조건으로 소자를 제조하였다.
- <341> 그 결과, 4.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 1340cd/m²의 청색 발광이 관측되었다. 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30mA/cm²로 유지하고, 100시간 동안 전압을 인가한 조건으로 소자를 구동했는데, 초기 발광 휘도가 1480cd/m² 내지 1320cd/m²로 되었다. 상술한 바에 의하면, 양호한 발광 효율과 뛰어난 내구성을 가지는 유기 발광 소자를 실현하였다고 말할 수 있다.
- <342> 본 출원은 여기에서 전체로서 참조에 의해 구체화된, 일본 특허출원 제2007-096343호(2007년 4월 2일 출원)와 일본 특허출원 제2008-038299호(2008년 2월20일 출원)의 이점을 주장하는 것이다.

도면의 간단한 설명

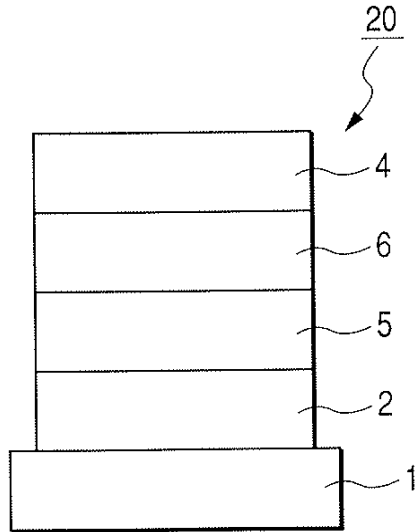
- <101> 도 1은 본 발명의 유기 발광 소자의 제1실시형태를 나타내지는 단면도;
- <102> 도 2는 본 발명의 유기 발광 소자의 제2실시형태를 나타내지는 단면도;
- <103> 도 3은 본 발명의 유기 발광 소자의 제3실시형태를 나타내지는 단면도;
- <104> 도 4는 본 발명의 유기 발광 소자의 제4실시형태를 나타내지는 단면도;
- <105> 도 5는 본 발명의 유기 발광 소자의 제5실시형태를 나타내지는 단면도;
- <106> 도 6은 예시 화합물 A-1의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 PL 스펙트럼(여기 과장: 340nm)을 나타내지는 도면;
- <107> 도 7은 예시 화합물 C-6의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 PL 스펙트럼(여기 과장: 355nm)을 나타내지는 도면;
- <108> 도 8은 예시 화합물 G-14의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 PL 스펙트럼(여기 과장: 355nm)을 나타내지는 도면;
- <109> 도 9는 예시 화합물 G-19의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 PL 스펙트럼(여기 과장: 355nm)을 나타내지는 도면;
- <110> 도 10은 예시 화합물 G-18의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 PL 스펙트럼(여기 과장: 355nm)을 나타내지는 도면;
- <111> 도 11은 예시 화합물 G-22의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 PL 스펙트럼(여기 과장: 355nm)을 나타내지는 도면.
- <112> 도 12는 예시 화합물 G-20의 톨루엔 용액(1×10⁻⁵ mol/l)의 PL 스펙트럼(여기 과장: 355nm)을 나타내지는 도면.

도면

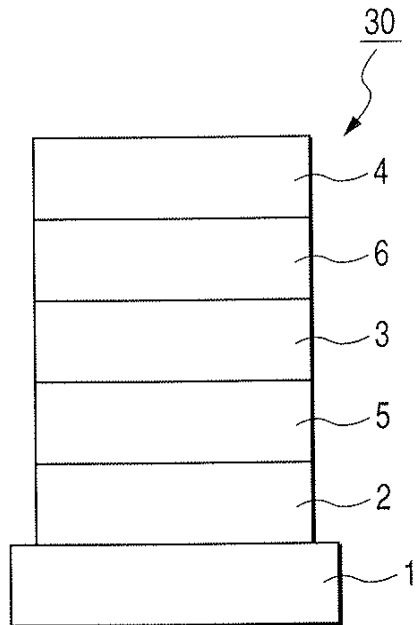
도면1



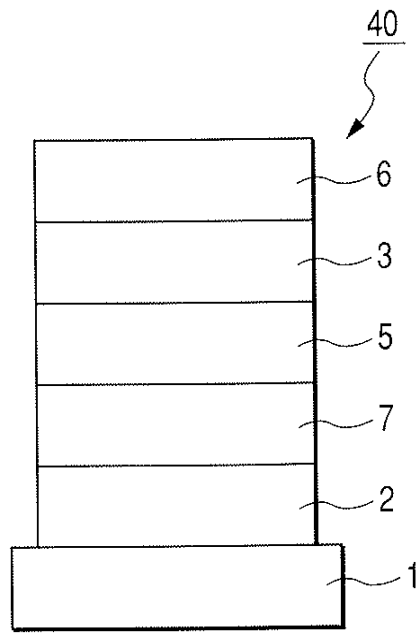
도면2



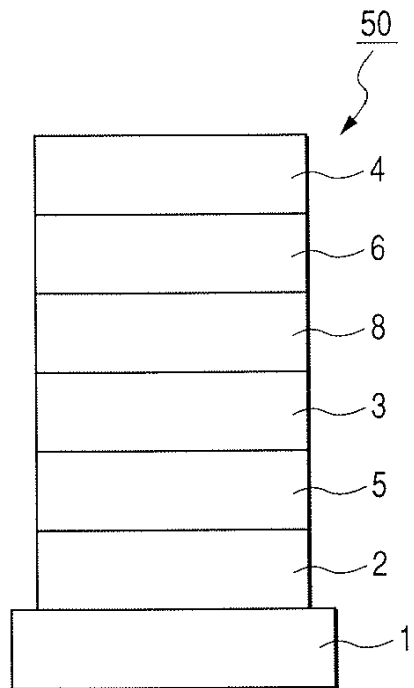
도면3



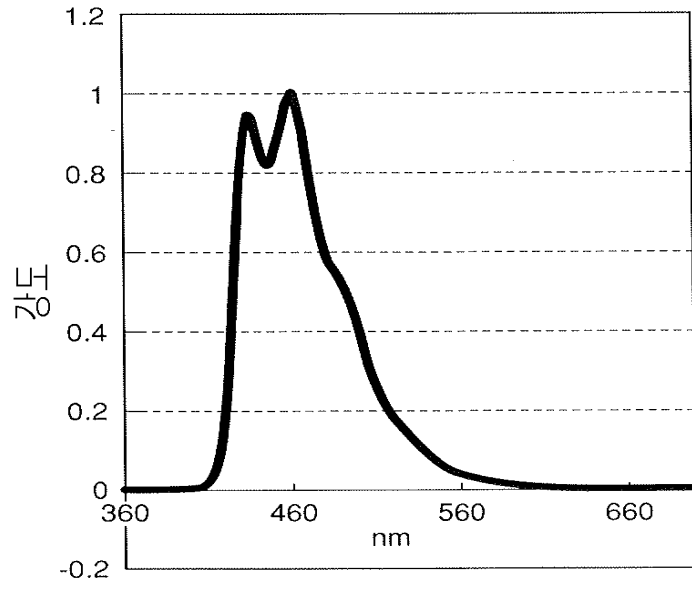
도면4



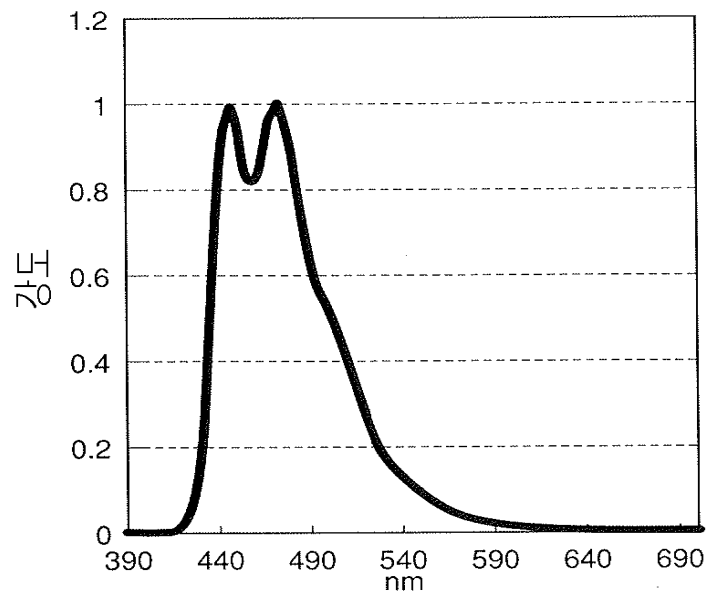
도면5



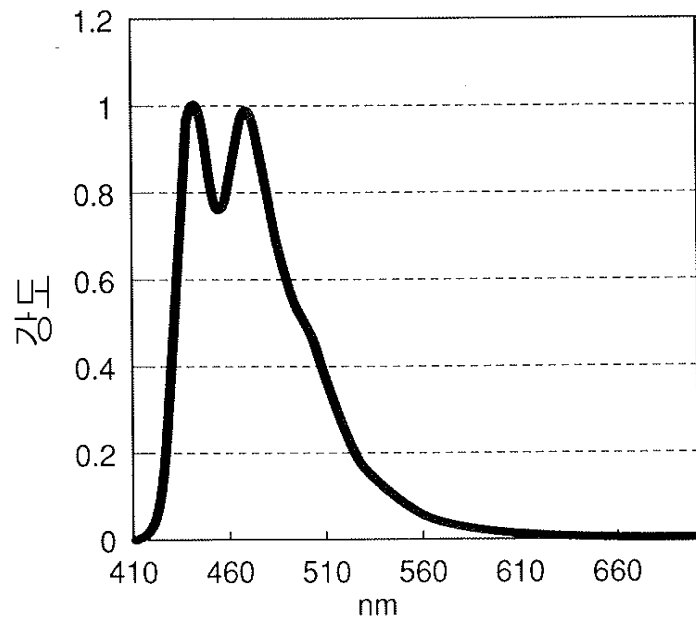
도면6



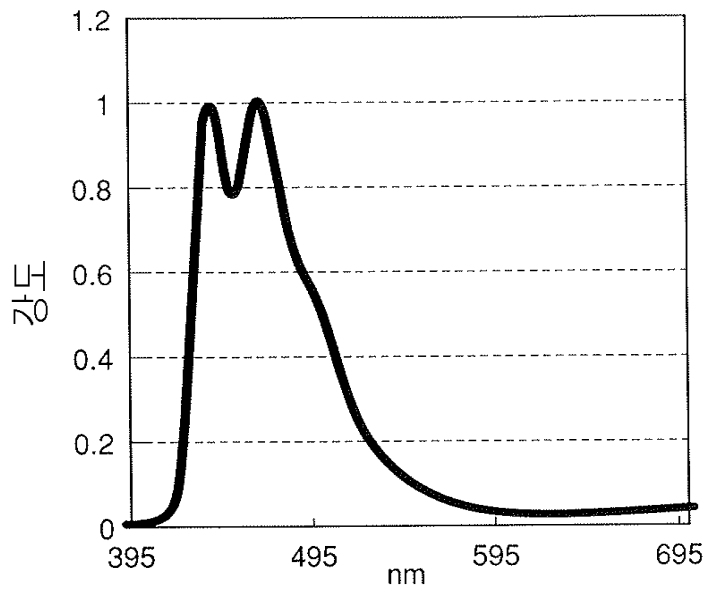
도면7



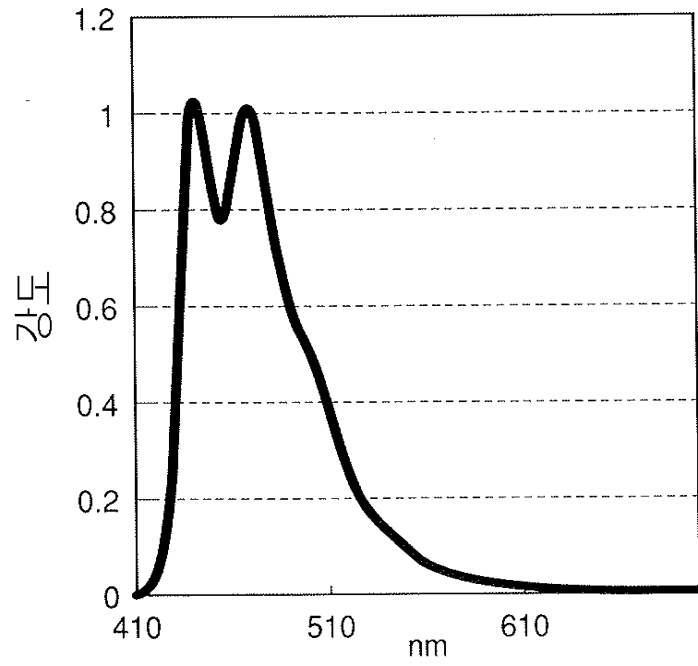
도면8



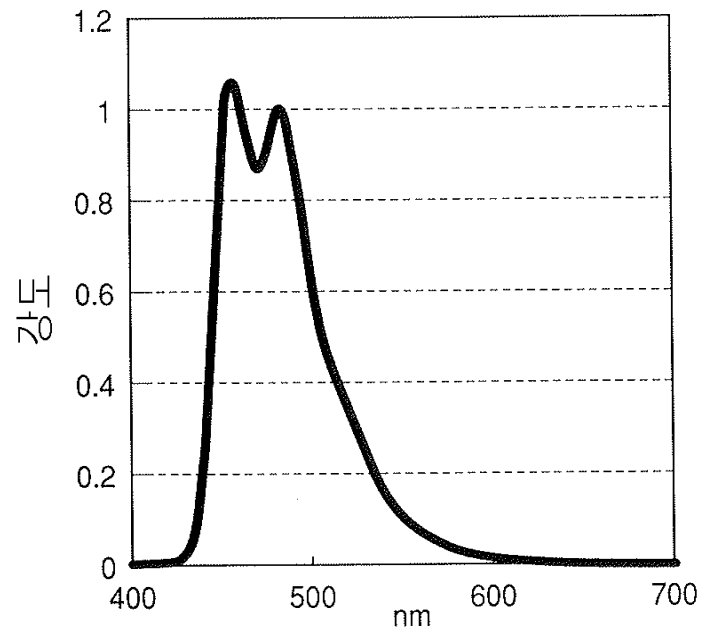
도면9



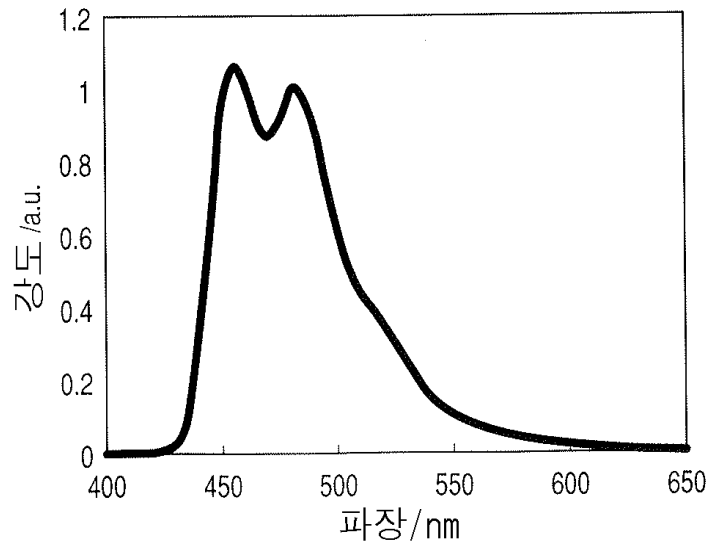
도면10



도면11



도면12



专利名称(译)	有机发光器件的稠合环芳族化合物和具有其的有机发光器件		
公开(公告)号	KR1020090126244A	公开(公告)日	2009-12-08
申请号	KR1020097017073	申请日	2008-03-27
[标]申请(专利权)人(译)	佳能株式会社		
申请(专利权)人(译)	佳能sikki有限公司		
[标]发明人	NEGISHI CHIKA 네기시치카 SAITOH AKIHITO 사이토아키히토 OHRUI HIROKI 오루이히로키 IWAWAKI HIRONOBU 이와와키히로노부 MURATSUBAKI MASANORI 무라츠바키마사노리		
发明人	네기시치카 사이토아키히토 오루이히로키 이와와키히로노부 무라츠바키마사노리		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/54 H01L27/32 C07C15/62		
CPC分类号	C07C25/22 C07C13/62 C07C17/25 C07C17/263 C07C43/21 C07C43/275 C07C49/665 C07C2603/18 C07C2603/50 C07C2603/52 C07C2603/54 C07C2603/74 C07D471/04 C09K11/06 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 C09K2211/1029 C09K2211/1044 H01L51/0057 H01L51/006 H01L51/ /5012 H01L51/5036 H05B33/14 Y10S428/917		
代理人(译)	Jangsugil Bakchungbeom		
优先权	2007096343 2007-04-02 JP 2008038299 2008-02-20 JP		
其他公开文献	KR101124889B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供用于有机发光器件的稠环芳族化合物，以及具有高效率和高发光性并具有耐久性的光学输出的有机发光器件。一种有机发光装置，包括阳极和阴极，以及插入在阳极和阴极之间的有机化合物层，其中至少一层由有机化合物制成的层含有稠环芳族化合物，如图所示。下述通式1：式中，R 1~R 16各自独立地表示氢原子，卤原子，取代或未取代的烷基，取代或未取代的烷氧基，取代或未取代的芳氧基，取代或未取代的氨基，取代或未取代的芳基，或取代或未取代的杂环基，可以相同或不同。COPYRIGHT KIPO 0026 # WIPO 2010

