

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. C09K 11/06 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년06월26일 10-0593310 2006년06월19일
---	-------------------------------------	--

(21) 출원번호 (22) 출원일자	10-2004-0038084 2004년05월28일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	10-2004-0103394 2004년12월08일
------------------------	--------------------------------	------------------------	--------------------------------

(30) 우선권주장	JP-P-2003-00153540 JP-P-2003-00206954	2003년05월29일 2003년08월08일	일본(JP) 일본(JP)
------------	--	----------------------------	------------------

(73) 특허권자 세이코 엡슨 가부시키키가이샤
일본 도쿄도 신주쿠구 니시신주쿠 2초메 4-1

(72) 발명자 시노하라다카시
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

 시노하라유지
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

 우에하라마사미츠
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

 시마즈마사미츠
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

 이시이류지
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

(74) 대리인 문두현
 문기상

심사관 : 손창호

(54) 발광 재료의 제조 방법

요약

본 발명은 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있는 발광 재료 및 발광 재료의 정제 방법을 제공하는 것이다.

유기 EL 디바이스(1)에서는, 양극(3)과 음극(5) 사이에 전압을 인가하면, 정공 수송층(41) 중을 정공이 이동하고, 전자 수송층(43) 중을 전자가 이동하여, 발광층(42)에서 정공과 전자가 재결합한다. 발광 재료는 상기 발광층(42)을 형성하는데 사용된다. 상기 발광층(42)이 상기 발광 재료를 사용하여 형성되는 경우, 발광층은 1종 이상의 금속 불순물을 함유하지만, 상기 층에 함유된 금속 불순물 중에서 그 함량이 가장 많은 금속 불순물의 함량이 2.5ppm 이하이고, 또는, 상기 발광재료

를 그 농도가 2.0중량%로 되도록 액체에 용해시키는 경우, 상기 용액은 1종 이상의 금속 불순물을 함유하지만, 상기 용액에 함유된 금속 불순물 중에서 그 함량이 가장 많은 금속 불순물의 함량이 50ppb 이하이다. 이러한 발광 재료를 사용함으로써, 유기 EL 디바이스(1)의 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있다.

대표도

도 1

색인어

유기 EL 디바이스, 발광 재료, 발광층, 발광 휘도

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 유기 EL 디바이스의 일례를 나타내는 종단면도.

[부호의 설명]

1...유기 EL 디바이스, 2...기판, 3...양극, 4...유기 EL 층

5...음극, 6...보호층, 41...정공 수송층, 42...발광층, 43...전자 수송층

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 유기 일렉트로루미네센스 디바이스에 구비되는 발광층에 사용되는 발광재료, 그 발광 재료의 제조 방법, 및 그 발광층의 형성 방법에 관한 것이다.

유기 일렉트로루미네센스 디바이스(이하, "유기 EL 디바이스"라 함)는 공지되어 있다. 이 유기 EL 디바이스는 적어도 하나의 발광층(유기 EL 층)이 음극과 양극 사이에 구비되어 있는 구조를 갖는다. 이러한 유기 EL 디바이스는 무기 EL 디바이스와 비교하여 인가되는 전압을 큰폭으로 저하시킬 수 있다. 또한, 다양한 발광 칼라를 제공할 수 있는 디바이스를 제조할 수 있다.

현재, 보다 고성능의 유기 EL 디바이스를 얻기 위해서, 사용되는 재료의 개발 및 개량은 물론, 그들의 디바이스 구조에 대한 다양한 연구가 활발히 행해지고 있다.

지금까지, 다양한 발광 칼라를 제공할 수 있는 유기 EL 디바이스 또는 고발광 및 고 효율의 유기 EL 디바이스들이 이미 개발되어 있지만, 디스플레이의 화소 또는 광원에 대한 적용 등 그들의 다양한 실용화를 실현하기 위해서, 더 많은 연구가 진행되고 있다.

그러나, 실용화의 관점에서, 현재의 유기 EL 디바이스는 장기간 사용했을 때 그들의 발광 휘도가 감쇠하거나 열화되는 문제가 여전히 남아 있으므로, 이 문제를 해결하기 위한 기술 수단의 확립이 요망된다.

유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 억제하기 위한 방법으로는, 고순도 유기 화합물을 사용하는 방법이 제안되어 있다(예를 들면, 일본 특개2002-175885호 공보 참조). 일본 특개2002-175885호 공보에는, 디바이스를 구성하는 재료에 함유된 할로젠 함유 화합물(불순물)의 함량을 1,000ppm 미만으로 함으로써, 장기간 사용한 경우에 일어나는 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있음이 개시되어 있다.

그러나, 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠와, 사용되는 구성 재료 중의 불순물의 종류와, 그 안에 함유된 그들의 함량 사이의 관계에 관한 특정 지수는 아직 확립되지 않았다. 그래서, 실용화를 실현하는 방향으로 더 많은 연구가 행해지고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

따라서, 본 발명의 목적은 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있는 발광 재료, 그 발광 재료를 제조하는 방법, 및 뛰어난 발광 성능을 갖는 발광층을 용이 또한 확실히 제공할 수 있는 발광층의 형성 방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

상기 목적을 달성하기 위해서, 본 발명은 유기 EL 디바이스에 구비되는 발광층에 사용되는 발광 재료가 제공되며, 상기 발광 재료는, 그 발광 재료를 사용하여 상기 발광층을 형성할 경우, 상기 발광층이 1종 이상의 금속 불순물을 함유하지만, 상기 층에 함유된 금속 불순물 중에 그 함량이 가장 많은 금속 불순물의 함량은 2.5ppm 이하인 점을 특징으로 한다.

상기한 본 발명에 의하면, 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있는 발광 재료를 제공할 수 있다.

상기 발광 재료에서는, 상기 발광층에 함유된 금속 불순물의 총함량이 10ppm 이하인 것이 바람직하다. 이로 인해 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 보다 확실히 억제할 수 있다.

또한, 상기 제거할 금속 불순물은 금속 원소 및 금속 이온을 포함한다. 이러한 금속 불순물을 제거함에 의해, 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 보다 확실히 억제할 수 있는 발광 재료를 제공할 수 있게 된다.

이 경우에, 상기 금속 원소는 주족 원소(main group element)인 것이 바람직하다. 이들 금속의 금속 불순물을 제거함에 의해, 발광 휘도의 감쇠를 억제하는 효과를 특히 현저히 발휘할 수 있다.

또한, 상기 발광 재료는 실온에서 고형물 또는 반고형물인 것이 바람직하다. 이로 인해 유기 EL 소자의 경시적인 변질이나 열화를 방지 또는 억제할 수 있게 되므로, 발광 휘도의 감쇠를 억제하는 효과를 향상시킬 수 있다.

또한, 본 발명에서는, 상기 유기 EL 디바이스는 투명 전극, 상기 투명 전극 상에 상기 발광 재료로 형성된 두께 50nm의 박막, 및 상기 박막 상에 마련되는 금속 전극을 포함하는 것이 바람직하며, 상기 유기 EL 디바이스에 6V의 전압을 인가하면, 10cd/m² 이상의 발광이 얻어진다. 상기 발광 재료를 사용하여 제조한 유기 EL 디바이스는 예를 들면 디스플레이에 적용한 경우, 시인성(visibility)이 높은 화상을 얻을 수 있다.

또한, 본 발명에서는, 상기 발광 재료는 저분자 발광 재료를 포함하는 것이 바람직하다. 이러한 저분자 발광 재료를 사용함으로써 치밀한 발광층을 마련할 수 있어, 상기 발광층의 발광 성능을 향상시킬 수 있다.

이 경우에, 상기 저분자 발광 재료는, 벤젠계 화합물, 나프탈렌계 화합물, 페난트렌계 화합물, 크리센계 화합물, 페릴렌계 화합물, 코로넨계 화합물, 안트라센계 화합물, 피렌계 화합물, 피란계 화합물, 아크리딘계 화합물, 스틸벤계 화합물, 티오펜계 화합물, 벤조옥사졸계 화합물, 벤조이미다졸계 화합물, 벤조티아졸계 화합물, 부타디엔계 화합물, 나프탈이미드계 화합물, 쿠마린계 화합물, 페리논계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 알다진계 화합물, 시클로펜타디엔계 화합물, 퀴나크리논계 화합물, 피리딘계 화합물, 스피로 화합물, 금속 또는 비금속 프탈로시아닌계 화합물, 플로렌계 화합물, 및 각종 금속 착체로 이루어진 군에서 선택하는 것이 바람직하다.

또한, 본 발명에서는, 발광 재료는 고분자 발광 재료를 포함하는 것도 바람직하다. 이러한 고분자 발광재료는 용매에 비교적 용이하게 용해되기 때문에, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 도포 방법에 의해 발광층을 형성할 수 있다.

이 경우, 고분자 발광 재료는 폴리아세틸계 화합물, 폴리파라페닐렌비닐렌계 화합물, 폴리티오펜계 화합물, 폴리플루오렌계 화합물, 폴리파라페닐렌계 화합물, 폴리카바졸계 화합물, 및 폴리실란계 화합물로 이루어지는 군에서 선택하는 것이 바람직하다.

또한, 본 발명에서는, 발광층의 두께는 10~150nm의 범위인 것이 바람직하다. 본 발명의 발광 재료는 이러한 비교적 얇은 발광층을 형성하는 경우에 특히 유용하다.

본 발명의 또다른 태양은, 유기 EL 디바이스에 구비된 발광층에 사용되는 발광 재료에 관한 것으로서, 상기 발광재료를 그 농도가 2.0중량%로 되도록 액체에 용해시켰을 때, 상기 용액은 1종 이상의 금속 불순물을 함유하지만, 상기 용액 중에 함유된 금속 불순물 중에서 함량이 가장 많은 금속 불순물의 함량이 50ppb 이하인 점을 특징으로 한다.

상술한 발명에 의하면, 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있는 발광 재료를 제공할 수 있다.

상기 발광 재료에서는, 상기 용액 중에 함유된 금속 불순물의 총합량은 200ppb 이하인 것이 바람직하다. 이로 인해 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 보다 확실하게 억제할 수 있게 된다.

또한, 제거할 금속 불순물은 금속 원소 및 금속 이온을 포함한다. 이러한 금속 불순물을 제거함으로써, 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있는 발광 재료를 보다 확실하게 제공할 수 있다.

이 경우에, 금속 원소는 주족 원소가 바람직하다. 이들 금속의 금속 불순물을 제거함으로써, 발광 휘도의 감쇠를 억제하는 효과를 특히 현저하게 나타낼 수 있다.

또한, 상기 발광 재료는 실온에서 고형물 또는 반고형물인 것이 바람직하다. 이로 인해 유기 EL 소자의 경시적인 변질 및 열화를 방지 또는 억제할 수 있게 되므로, 발광 휘도의 감쇠를 억제하는 효과를 향상시킬 수 있다.

또한, 본 발명에서, 유기 EL 디바이스는 투명 전극, 발광 재료로 형성된 박막(이 박막의 두께는 50nm이며 상기 투명 전극 상에 마련됨), 및 상기 박막 상에 마련되는 금속 전극을 포함하며, 이 유기 EL 디바이스에 6V의 전압을 인가하면, 10cd/m² 이상의 높은 발광 휘도가 얻어진다. 예를 들면, 상기 발광 재료를 사용하여 제조한 유기 EL 디바이스를 디스플레이에 적용한 경우, 시인성이 높은 화상을 얻을 수 있다.

또한, 본 발명에서는, 상기 발광재료는 저분자 발광 재료를 포함하는 것이 바람직하다. 이러한 저분자 발광재료의 사용에 의해 치밀한 발광층을 마련할 수 있으므로, 발광층의 발광 성능을 향상시킬 수 있다.

이 경우에, 상기 저분자 발광재료는 벤젠계 화합물, 나프탈렌계 화합물, 페난트렌계 화합물, 크리센계 화합물, 페릴렌계 화합물, 코노넨계 화합물, 안트라센계 화합물, 피렌계 화합물, 피란계 화합물, 아크리딘계 화합물, 스틸벤계 화합물, 티오펜계 화합물, 벤조옥사졸계 화합물, 벤조이미다졸계 화합물, 벤조티아졸계 화합물, 부타디엔계 화합물, 나프탈이미드계 화합물, 쿠마린계 화합물, 페리논계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 알다진계 화합물, 시클로펜타디엔계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 피리딘계 화합물, 스피로 화합물, 금속 또는 비금속 프탈로시아닌계 화합물, 플로렌계 화합물, 및 각종 금속 착체로 이루어지는 군에서 선택하는 것이 바람직하다.

또한, 본 발명에서, 상기 발광 재료는 고분자 발광재료를 포함하는 것이 바람직하다. 상기 고분자 발광 재료는 비교적 용이하게 용매에 용해되기 때문에, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 도포법에 의해 발광층을 형성할 수 있다.

이 경우에, 상기 고분자 발광재료는 폴리아세틸렌계 화합물, 폴리파라페닐렌비닐렌계 화합물, 폴리티오펜계 화합물, 폴리플루오렌계 화합물, 폴리파라페닐렌계 화합물, 폴라카바졸계 화합물, 및 폴리실란계 화합물로 이루어진 군에서 선택되는 것이 바람직하다.

또한, 본 발명에서, 상기 발광층의 두께는 10~150nm의 범위인 것이 바람직하다. 본 발명의 상기 발광재료는 이러한 비교적 얇은 발광층을 형성하는 경우에, 특히 유용하다.

또한, 본 발명의 또다른 태양은 유기 EL 디바이스에 구비되는 발광층에 사용되는 발광 재료의 제조 방법에 관한 것으로서, 이 방법은

발광 재료를 용매에 용해한 용액을 제조하는 공정; 및

금속 불순물을 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의해 상기 용액 중에 함유된 1종 이상의 금속 불순물을 제거한 다음, 상기 용액으로부터 용매를 제거함으로써, 상기 발광 재료를 정제하여 유기 EL 디바이스의 발광층에 사용할 정제 발광 재료를 얻는 공정을 포함한다.

상기한 본 발명의 제조 방법에 의하면, 비교적 단시간 내에 발광 재료에 함유된 금속 불순물을 제거할 수 있다. 또한, 사용되는 제거 수단의 종류를 적당히 선택함으로써, 목적으로 하는 금속 불순물을 효율적으로 확실히 제거할 수 있다.

또한 본 발명은 유기 EL 디바이스에 구비되는 발광층에 사용되는 발광 재료의 제조 방법에 관한 것으로서, 이 방법은

발광 재료를 용매에 용해한 용액을 제조하는 공정; 및

금속 불순물을 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의해 상기 용액 중에 함유된 1종 이상의 금속 불순물을 제거한 다음, 상기 용액으로부터 용매를 제거함으로써, 상기 발광재료를 정제하여 유기 EL 디바이스의 발광층에 사용할 정제 발광 재료를 얻는 공정을 포함하며,

이렇게 얻어진 정제 발광 재료는, 발광층이 상기 발광 재료를 사용하여 구성되는 경우, 상기 발광층은 1종 이상의 금속 불순물을 함유하지만, 상기 층에 함유된 금속 불순물 중에서 함량이 가장 많은 불순물의 함량이 2.5ppm 이하임을 특징으로 한다.

또한, 본 발명은 유기 EL 디바이스에 구비되는 발광층에 사용되는 발광 재료의 제조 방법에 관한 것으로서, 이 방법은

발광 재료를 용매에 용해한 용액을 제조하는 공정; 및

금속 불순물을 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의해 상기 용액 중에 함유된 1종 이상의 금속 불순물을 제거한 다음, 상기 용액으로부터 용매를 제거함으로써, 상기 발광 재료를 정제하여 유기 EL 디바이스의 발광층에 사용할 정제 발광재료를 얻는 공정을 포함하며,

이렇게 얻어진 정제 발광 재료는, 그 농도가 2.0중량%로 되도록 액체에 용해시켰을 때, 상기 용액은 1종 이상의 금속 불순물을 함유하지만, 상기 용액 중에 함유된 금속 불순물 중에서 그 함량이 가장 많은 금속 불순물의 함량이 50ppb 이하인 것을 특징으로 한다.

본 발명의 다른 태양은 유기 EL 디바이스에 구비되는 발광층의 형성 방법에 관한 것으로서, 이 방법은

청구항 1 내지 16 중의 어느 한 항 기재의 발광 재료를 제조하는 공정;

상기 발광 재료를 용매에 용해한 용액을 제조하는 공정; 및

상기 용액을 도포한 다음 건조하여 유기 EL 디바이스의 발광층을 형성하는 공정을 포함한다.

상술한 방법에 의하면, 뛰어난 발광 성능을 가진 발광층을 용이하고 확실히 형성할 수 있다.

본 발명의 이러한 목적, 구조, 및 이점은 첨부한 도면을 참조하여 설명한 본 발명의 하기 상세한 설명 및 실시예에 의해 명백해진다.

[발명의 상세한 설명]

먼저, 본 발명의 발광 재료, 이 발광재료의 제조 방법, 및 발광층의 형성 방법의 상세한 내용에 대해서 설명하기 전에, 본 발명의 발광 재료를 사용하여 형성되는 발광층을 구비하는 유기 EL 디바이스(유기 일렉트로루미네선스 디바이스)의 일례에 대해서 설명한다.

<유기 EL 디바이스>

도 1은 유기 EL 디바이스의 일례를 나타내는 종단면도이다.

도 1에 나타난 유기 EL 디바이스(1)는 투명 기판(2), 기판(2) 상에 마련되는 양극(3), 양극(3)상에 마련되는 유기 EL층(4), 유기 EL층(4) 상에 마련되는 음극(5), 및 이들 층(3, 4, 5)을 덮도록 마련되는 보호층(6)을 구비하고 있다.

상기 기관(2)은 유기 EL 디바이스(1)의 지지체로서 기능하며, 이 기관(2)상에 상기한 층들이 형성되어 있다.

상기 기관(2)의 구성 재료로는, 투광성을 갖고, 광학 특성이 양호한 재료를 사용할 수 있다. 이러한 재료의 예로는, 폴리에틸렌테레프탈레이트, 폴리에틸렌나프탈레이트, 폴리프로필렌, 시클로올레핀 중합체, 폴리아미드, 폴리에테르설폰, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리카보네이트, 및 폴리아릴레이트 등의 각종 수지 재료와, 각종 유리 재료 등을 들 수 있다. 이들 재료는 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

상기 기관(2)의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 약 0.1~30mm의 범위인 것이 바람직하고, 약 0.1~10mm의 범위인 것이 보다 바람직하다.

상기 양극(3)은 유기 EL층(4)(즉, 후술하는 정공 수송층(41))으로 정공을 주입하는 전극이다. 또한, 이 양극(3)은 유기 EL층(즉, 후술하는 발광층(42))으로부터의 발광을 시인할 수 있도록, 실질적으로 투명(무색 투명, 유색 투명, 또는 반투명)하게 되어 있다.

이러한 관점에서, 상기 양극(3)의 구성 재료(이하, "양극 재료"라 함)로는, 일함수가 크고, 도전성이 뛰어나고, 또한 투광성을 가진 재료가 바람직하게 사용된다.

이러한 양극 재료의 예로는, ITO(Indium Tin Oxide), SnO_2 , Sb-함유 SnO_2 및 Al-함유 ZnO 등의 산화물, Au, Pt, Ag, Cu, 및 이들 중 둘 이상을 함유하는 합금을 들 수 있다. 이들 재료는 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

상기 양극(3)의 두께는, 특별히 한정되지 않지만, 약 10~200nm의 범위인 것이 바람직하고, 약 50~150nm의 범위인 것이 보다 바람직하다. 양극(3)의 두께가 너무 얇으면, 양극(3)으로서의 기능이 충분히 발휘되지 않을 우려가 있다. 한편, 양극(3)이 너무 두꺼우면, 사용되는 양극 재료의 종류에 따라서, 광 투과율이 현저히 저하할 우려가 있으므로, 유기 EL 디바이스에서 실용에 적합하게 사용할 수 없다.

상기 양극 재료로는, 예를 들면, 폴리티오펜, 폴리피롤 등의 도전성 수지를 사용할 수도 있다.

한편, 음극(5)은 유기 EL층(4)(즉, 후술하는 전자 수송층(43))으로 전자를 주입하는 전극이다.

상기 음극(5)의 구성 재료(이하, "음극 재료"라 함)로는, 일함수가 작은 재료를 사용하는 것이 바람직하다.

이러한 음극 재료의 예로는 Li, Mg, Ca, Sr, La, Ce, Er, Eu, Sc, Y, Yb, Ag, Cu, Al, Cs, Rb, 및 이들 중 둘 이상을 함유하는 합금을 들 수 있다. 이들 재료는 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

특히, 음극 재료로서 합금을 사용하는 경우에는, Ag, Al, 또는 Cu 등의 안정한 금속 원소를 함유하는 합금, 즉 MgAg, AlLi 또는 CuLi 등의 합금을 사용하는 것이 바람직하다. 이러한 합금을 음극 재료로서 사용함으로써, 음극(5)의 전자 주입 효율 및 안정성을 향상시킬 수 있다.

상기 음극(5)의 두께는 약 1nm~1 μm 의 범위인 것이 바람직하고, 약 100~400nm의 범위인 것이 보다 바람직하다. 음극(5)의 두께가 너무 얇으면, 음극(5)으로서의 기능이 충분히 발휘되지 않을 우려가 있다. 한편, 음극(5)이 너무 두꺼우면, 발광 효율이 저하할 우려가 있다.

상기 양극(3)과 음극(5) 사이에는, 유기 EL층(4)이 마련되어 있다. 유기 EL층(4)은 정공 수송층(41), 발광층(42), 및 전자 수송층(43)을 구비하고 있다. 이 층들(41, 42, 및 43)은 이 순서로 양극(3)상에 형성되어 있다.

상기 정공 수송층(41)은 양극(3)으로부터 주입된 정공을 발광층(42)까지 수송하는 기능을 갖는다.

정공 수송층(41)의 구성 재료(이하, "정공 수송 재료"라 함)의 예로는, 1,1'-비스(4-디-파라-트리아미노페닐)시클로헥산, 및 1,1'-비스(4-디-파라-톨릴아미노페닐)-4-페닐시클로헥산 등의 아릴시클로알칸계 화합물; 4,4',4''-트리메틸트리페닐아민, N,N,N',N'-테트라페닐-1,1'-비페닐-4,4'-디아민, N,N'-디페닐-N,N'-비스(3-메틸페닐)-1,1'-비페닐-4,4'-디아민(TPD1), N,N'-디페닐-N,N'-비스(4-메톡시페닐)-1,1'-비페닐-4,4'-디아민(TPD2), N,N,N',N'-테트라키스(4-메톡시페닐)-1,1'-비페닐-4,4'-디아민(TPD3), 및 N,N'-디(1-나프틸)-N,N'-디페닐-1,1'-비페닐-4,4'-디아민(α -NPD) 등의

아릴아민계 화합물; N,N,N',N'-테트라페닐-과라-페닐렌디아민, N,N,N',N'-테트라(과라-톨릴)-과라-페닐렌디아민, 및 N,N,N',N'-테트라(메타-톨릴)-메타-페닐렌디아민(PDA) 등의 페닐렌디아민계 화합물; 카바졸, N-이소프로필카바졸, 및 N-페닐카바졸 등의 카바졸계 화합물; 스틸벤, 및 4-디-과라-톨릴아미노스티렌 등의 스틸벤계 화합물; 트리페닐메탄 등의 트리페닐메탄계 화합물; 1-페닐-3-(과라-디메틸아미노페닐)피라졸린 등의 피라졸린계 화합물; 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물; 트리아졸 등의 트리아졸계 화합물; 이미다졸 등의 이미다졸계 화합물; 옥사디아졸, 1,3,4-옥사디아졸, 및 2,5-디(4-디메틸아미노페닐)-1,3,4-옥사디아졸 등의 옥사디아졸계 화합물; 안트라센, 및 9-(4-디에틸아미노스티릴)안트라센 등의 안트라센계 화합물; 플루오레논, 2,4,7-트리니트로-9-플루오레논, 및 2,7-비스(2-히드록시-3-(2-클로로페닐 카바모일)-1-나프틸아조)플루오레논 등의 플루오레논계 화합물; 폴리아닐린 등의 아닐린계 화합물; 실란계 화합물; 폴리티오펜, 및 폴리(티오펜비닐렌) 등의 티오펜계 화합물; 폴리(2,2'-티에닐피롤), 및 1,4-디티오펜-3,6-디페닐-피롤-(3,4-c)피롤로피롤 등의 피롤계 화합물; 포르피린, 및 금속 테트라페닐포르피린 등의 포르피린계 화합물; 퀴나크리돈 등의 퀴나크리돈계 화합물; 프탈로시아닌, 구리프탈로시아닌, 테트라(t-부틸)구리프탈로시아닌, 및 철프탈로시아닌 등의 금속 또는 비금속의 프탈로시아닌계 화합물; 구리나프탈로시아닌, 바나딜나프탈로시아닌, 및 모노클로로갈륨 나프탈로시아닌 등의 금속 또는 비금속의 나프탈로시아닌계 화합물; N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐-벤지딘, 및 N,N,N',N'-테트라페닐벤지딘 등의 벤지딘계 화합물 등을 들 수 있다. 이들 화합물은 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

이들 화합물은 모노머 또는 올리고머(저분자 정공 수송 재료임)로서 사용하거나, 또는 주쇄 또는 측쇄에 이들 화합물을 함유하는 예비중합체(prepolymer) 또는 중합체(고분자 정공 수송 재료임)로서 사용할 수 있다.

상기 재료 외에도, 예를 들면, 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설폰산) (PECOT/PSS) 등을 정공 수송 재료로서 사용할 수 있다.

또한, 정공 수송 재료로서 사용할 수 있는 상기한 화합물들은 단독으로 또는 그들 중 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

정공 수송층(41)의 두께는, 특별히 한정되지 않지만, 약 10~150nm의 범위인 것이 바람직하고, 약 50~100nm의 범위인 것이 보다 바람직하다. 정공 수송층(41)의 두께가 너무 얇으면, 핀홀이 생성되어 단락이 생길 우려가 있다. 한편, 정공 수송층(41)이 너무 두꺼우면, 정공 수송층(41)이 착색되어, 유기 EL 소자(1)의 발광색의 색도(색상)가 변화될 우려가 있다.

전자 수송층(43)은 음극(5)으로부터 주입된 전자를 발광층(42)까지 수송하는 기능을 갖는다.

전자 수송층(43)의 구성 재료(전자 수송 재료)의 예로는, 1,3,5-트리스[(3-페닐-6-트리플루오로메틸)퀴놀살린-2-일]벤젠(TPQ1), 및 1,3,5-트리스[{3-(4-t-부틸페닐)-6-트리플루오로메틸}퀴놀살린-2-일]벤젠(TPQ2) 등의 벤젠계 화합물(스타버스트계 화합물); 나프탈렌 등의 나프탈렌계 화합물; 페난트렌 등의 페난트렌계 화합물; 크리센 등의 크리센계 화합물; 페틸렌 등의 페틸렌계 화합물; 안트라센 등의 안트라센계 화합물; 피렌 등의 피렌계 화합물; 아크리딘 등의 아크리딘계 화합물; 스틸벤 등의 스틸벤계 화합물; 티오펜계 화합물; 부타디엔 등의 부타디엔계 화합물; 쿠마린 등의 쿠마린계 화합물; 퀴놀린 등의 퀴놀린계 화합물; 비스티릴 등의 비스티릴계 화합물; 피라진, 및 디스티릴피라진 등의 피라진계 화합물; 퀴놀살린 등의 퀴놀살린계 화합물; 벤조퀴논, 및 2,5-디페닐-과라-벤조퀴논 등의 벤조퀴논계 화합물; 나프토퀴논 등의 나프토퀴논계 화합물; 안트라퀴논 등의 안트라퀴논계 화합물; 옥사디아졸, 2-(4-비페닐일)-5-(4-t-부틸페닐)-1,3,4-옥사디아졸(PBD) 등의 옥사디아졸계 화합물; 트리아졸, 및 3,4,5-트리페닐-1,2,4-트리아졸 등의 트리아졸계 화합물; 옥사졸계 화합물; 안트론 등의 안트론계 화합물; 플루오레논, 및 1,3,8-트리니트로-플루오레논(TNF) 등의 플루오레논계 화합물; 디페노퀴논, 및 MBDQ 등의 디페노퀴논계 화합물; 스틸벤퀴논, 및 MBSQ 등의 스틸벤퀴논계 화합물; 안트라퀴논디메탄계 화합물; 티오피란 디옥사이드계 화합물; 플루오레닐리덴메탄계 화합물; 디페닐디시아노에틸렌계 화합물; 프탈로시아닌, 구리프탈로시아닌, 및 철프탈로시아닌 등의 금속 또는 비금속 프탈로시아닌계 화합물; 및 8-하이드록시퀴놀린알루미늄(Alq_3), 및 벤조옥사졸 또는 벤조티아졸을 리간드로서 갖는 착체 등의 각종 금속 착체를 들 수 있다.

또한, 전자 수송 재료로서 사용할 수 있는 상술한 화합물들은 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

상기 전자 수송층(43)의 두께는, 특별히 한정되지 않지만, 약 1~100nm의 범위인 것이 바람직하고, 약 20~50nm의 범위인 것이 보다 바람직하다. 전자 수송층(43)의 두께가 너무 얇으면, 핀홀이 생성되어, 단락(short-circuit)이 생길 우려가 있다. 한편, 전자 수송층(43)이 너무 두꺼우면, 저항값이 높아질 우려가 있다.

양극(3)과 음극(5) 사이에 전류가 흐르면(즉, 양극(3)과 음극(5)을 가로질러 전압이 인가되면), 정공 수송층(41)중을 정공이 이동하고, 전자 수송층(43)중을 전자가 이동하여, 발광층(42)에서 정공과 전자가 재결합한다. 그 다음, 발광층(42)에서는, 이 재결합 시에 방출된 에너지에 의해 엑시톤(exiton)이 생성되어, 이 엑시톤이 기저 상태(ground state)로 돌아올 때에 에너지(형광 또는 인광 형태)를 방출하거나 발광한다.

상기 발광층(42)의 구성 재료(발광 재료)로는, 전압 인가 시에 양극(3)측으로부터 정공을 주입할 수 있고, 음극(5)측으로부터 전자를 주입할 수 있고, 정공과 전자가 재결합 가능한 장소를 제공할 수 있는 것이면, 어떠한 재료라도 사용할 수 있다.

또한, 발광 재료는 실온에서 고형물 또는 반고형물인 것이 바람직하다. 이러한 발광재료에 의해, 유기 EL 소자(1)의 경직적인 변질 및 열화를 방지 또는 억제할 수 있게 되므로, 유기 EL 디바이스에서의 발광 휘도의 감쇠를 억제하는 효과를 향상시킬 수 있다.

또한, 상기 발광 재료는, 투명 전극 상에 두께 50nm의 박막을 발광층으로서 형성하고, 그 박막 상에 금속 전극을 마련하는 경우, 6V의 전압을 인가하여, 10cd/m² 이상의 발광 휘도를 얻을 수 있어 바람직하다. 이러한 발광 재료로 구성된 유기 EL 소자(1)를, 예를 들면 디스플레이에 적용하는 경우에는, 시인성이 높은 화상을 얻을 수 있다.

상기 조건을 만족할 수 있는 발광 재료로는, 하기에 설명한 바와 같은 각종 저분자 발광 재료와 각종 고분자의 발광 재료가 알려져 있다. 본 발명에서는, 이들 재료를 단독으로 또는 2종 이상 조합하여 사용할 수 있다.

이 점에서, 이런 저분자 발광 재료를 사용함에 의해, 치밀한 발광층(42)을 얻을 수 있게 되므로, 발광층(42)의 발광 성능을 향상시킬 수 있다. 또한, 이런 고분자 발광 재료는 용매에 비교적 용이하게 용해시킬 수 있기 때문에, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 도포법에 의해, 발광층(42)을 용이하게 형성할 수 있다. 또한, 상기 저분자 발광 재료와 고분자 발광 재료를 함께 사용하면, 발광 효율이 뛰어난 치밀한 발광층(42)을, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 도포법에 의해, 용이하게 형성할 수 있다.

이러한 저분자 발광 재료의 예로는, 디스티릴벤젠(DSB), 및 디아미노디스티릴벤젠(DADSB) 등의 벤젠계 화합물; 나프탈렌, 및 나일 레드 등의 나프탈렌계 화합물; 페난트렌 등의 페난트렌계 화합물; 크리센, 및 6-니트로크리센 등의 크리센계 화합물; 페릴렌, 및 N,N'-비스(2,5-디-t-부틸페닐)-3,4,9,10-페릴렌-디-카복시이미드(BPPC) 등의 페릴렌계 화합물; 코로넨 등의 코로넨계 화합물; 안트라센, 및 비스스티릴안트라센 등의 안트라센계 화합물; 피렌 등의 피렌계 화합물; 4-(디-시아노메틸렌)-2-메틸-6-(파라-디메틸아미노스티릴)-4H-피란(DCM) 등의 피란계 화합물; 아크리딘 등의 아크리딘계 화합물; 스틸벤 등의 스틸벤계 화합물; 2,5-디벤조옥사졸티오펜 등의 티오펜계 화합물; 벤조옥사졸 등의 벤조옥사졸계 화합물; 벤조이미다졸 등의 벤조이미다졸계 화합물; 2,2'-(파라-페닐렌디비닐렌)-비스벤조티아졸 등의 벤조티아졸계 화합물; 비스스티릴(1,4-디페닐-1,3-부타디엔), 및 테트라페닐부타디엔 등의 부타디엔계 화합물; 나프탈이미드 등의 나프탈이미드계 화합물; 쿠마린 등의 쿠마린계 화합물; 페리논 등의 페리논계 화합물; 옥사디아졸 등의 옥사디아졸계 화합물; 알다진계 화합물; 1,2,3,4,5-펜타페닐-1,3-시클로펜타디엔(PCPP) 등의 시클로펜타디엔계 화합물; 퀴나크리돈 및 퀴나크리돈 레드 등의 퀴나크리돈계 화합물; 피롤로피리딘, 및 티아디아졸로피리딘 등의 피리딘계 화합물; 2,2',7,7'-테트라페닐-9,9'-스피로비플루오렌 등의 스피로 화합물; 프탈로시아닌(H₂Pc), 및 구리프탈로시아닌 등의 금속 또는 비금속 프탈로시아닌계 화합물; 플로렌 등의 플로렌계 화합물; 및 8-히드록시퀴놀린 알루미늄(Alq₃), 트리스(4-메틸-8-퀴놀리놀레이트)알루미늄(III)(Almq₃), 트리스(4-메틸-8-히드록시퀴놀린)알루미늄, 및 트리스(5-클로로-8-히드록시-퀴놀리네이트)알루미늄, 8-히드록시퀴놀린 아연(Znq₂), (1,10-페난트롤린)-트리스-(4,4,4-트리플루오로-1-(2-티에닐)-부탄-1,3-디오네이트)유로퓸(III)(Eu(TTA)₃(phen)), fac-트리스(2-페닐피리딘)이리듐(Ir(ppy)₃), 및 2,3,7,8,12, 13,17,18-옥타에닐-21H,23H-포르핀 플래티늄(II) 등의 각종 금속 착체를 들 수 있다. 이들 금속은 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

고분자 발광 재료의 예로는, 트랜스형 폴리아세틸렌,시스형 폴리아세틸렌, 폴리(디-페닐아세틸렌)(PDPA), 및 폴리(알킬, 페닐아세틸렌)(PAPA) 등의 폴리아세틸렌계 화합물; 폴리(파라-페닐렌비닐렌)(PPV), 폴리(2,5-디알콕시-파라-페닐렌비닐렌)(RO-PPV), 시아노-치환-폴리(파라-페닐렌비닐렌)(CN-PPV), 폴리(2-디메틸옥틸실릴-파라-페닐렌비닐렌)(DMOS-PPV), 및 폴리(2-메톡시-5-(2'-에틸헥소시)-파라-페닐렌비닐렌)(MEH-PPV) 등의 폴리파라페닐렌비닐렌계 화합물; 폴리(3-알킬티오펜) (PAT), 및 폴리(옥시프로필렌)트리올(POPT) 등의 폴리티오펜계 화합물; 폴리(9,9-디알킬플루오렌)(PDAF), 폴리(9,9'-디헥실-2,7-(2-시아노비닐렌)플루오렌, 및 폴리[9,9'-디옥틸-2,7-디비닐렌플루오렌]렌]-알트-코(비페닐-4,4'-디일) 등의 폴리플루오렌계 화합물; 폴리(파라-페닐렌)(PPP), 및 폴리(1,5-디알콕시-파라-페닐렌)(RO-PPP) 등의 폴리파라페닐렌계 화합물; 폴리(N-비닐카바졸)(PVK) 등의 폴리카바졸계 화합물; 및 폴리(메틸페

닐실란(PMPS), 폴리(나프틸페닐실란)(PNPS), 및 폴리(비페닐릴페닐실란)(PBPS) 등의 폴리실란계 화합물을 들 수 있다. 이들 화합물은 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 또한, 이들 화합물을 2종 이상 조합하여 사용하는 경우, 공중합체로서 사용하는 것이 바람직하다. 물론, 이들 2종 이상의 화합물은 배합체 또는 중합체 엘로이 등으로 사용해도 좋다. 이러한 종류의 화합물은 용매에 가용성이기 때문에, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 도포법에 특히 적합하게 사용할 수 있다.

상기 발광층(42)의 두께는, 특별히 한정되지 않지만, 약 10~150nm의 범위인 것이 바람직하고, 약 50~100nm의 범위인 것이 보다 바람직하다. 발광층의 두께를 상기 범위 내로 설정함에 의해, 정공과 전자의 재결합이 효율적으로 발생하므로, 발광층(42)의 발광 효율을 더 향상시킬 수 있다.

또한, 본 발명의 발광 재료는 이러한 비교적 얇은 발광층(42)을 형성하는 경우에 특히 유용하다.

본 발명의 실시 형태에서, 발광층(42), 정공 수송층(41) 및 전자수송층(43)을 각각이 별개로 마련하고 있지만, 정공 수송층(41)과 발광층(42)를 겸한 정공 수송성 발광층이나, 전자 수송층(43)과 발광층(42)를 겸한 전자 수송성 발광층으로 할 수도 있다. 이 경우에, 정공 수송성 발광층과 전자 수송층(43)의 계면 부근 영역, 또는, 전자 수송성 발광층과 정공 수송층(41)의 계면 부근 영역은 각각, 발광층(42)로서 기능한다. 이러한 변경에서, 상기 정공 수송성 발광층 및 전자 수송성 발광층의 구성 재료로는, 본 발명의 발광 재료 중, 전자 및 정공(즉, 캐리어)의 수송 기능을 가진 발광재료를 적당히 선택하여 사용할 수 있다.

상기한 바와 같이, 본 발명의 발광 재료는 단지 발광에 기여하는 재료 뿐만 아니라, 캐리어 주입 기능 및 캐리어 수송 기능 등의 부가 기능을 가진 재료도 포함한다.

또한, 정공 수송성 발광층을 사용하는 경우에는, 양극으로부터 정공 수송성 발광층에 주입된 정공이 전자 수송층에 의해서 가두어지고(trap), 또한, 전자 수송성 발광층을 사용하는 경우에는, 음극으로부터 전자 수송성 발광층에 주입된 전자가 전자 수송성 발광층에 가두어진다. 두 경우 모두, 정공과 전자의 재결합 효율을 향상시킬 수 있는 이점이 있다.

또한, 각 층(3, 4, 5)에서 인접한 층 사이에는, 목적에 따라 부가 층을 마련해도 좋다. 예를 들면, 정공 수송층(41)과 양극(3)의 사이에는 구리프탈로시아닌 등으로 구성되는 정공 주입층을 마련해도 좋고, 또는, 전자 수송층(43)과 음극(5)의 사이에는 LiF 등으로 구성되는 전자 주입층 등을 마련해도 좋다.

상기 보호층(6)은 유기 EL 디바이스(1)를 구성하는 각 층(3, 4, 5)을 덮도록 마련되어 있다. 이 보호층(6)은 유기 EL 디바이스(1)를 구성하는 각 층(3, 4, 5)을 기밀하게 밀봉하여 산소나 수분을 차단하는 기능을 갖는다. 이러한 보호층(6)을 마련함에 의해, 유기 EL 디바이스(1)의 신뢰성의 향상 및 변질·열화의 방지 효과를 얻을 수 있다.

상기 보호층(6)의 구성 재료의 예로는, Al, Au, Cr, Nb, Ta 및 Ti, 이들을 함유한 합금, 산화실리콘, 각종 수지 재료 등을 들 수 있다. 이 점에서, 보호층(6)의 구성 재료로서 도전성 재료를 사용하는 경우에는, 그 사이의 단락을 방지하기 위해서, 보호층(6)과 각층(3, 4, 5) 사이에는, 필요에 따라서, 절연막을 마련하는 것이 바람직하다.

이 유기 EL 디바이스(1)는, 예를 들면 디스플레이용으로서 사용할 수 있지만, 광원 등의 각종 광학 목적으로도 사용할 수 있다.

또한, 유기 EL 디바이스(1)를 디스플레이에 적용하는 경우, 그 구동 방식으로는, 특별히 한정되지 않지만, 액티브 매트릭스 방식, 패시브 매트릭스 방식 중 어느 것이라도 이용할 수 있다.

상기한 유기 EL 디바이스(1)는, 예를 들면, 하기의 방식으로 제조할 수 있다.

<1> 우선, 기판(2)을 준비하고, 이 기판(2)상에 양극(3)을 형성한다.

양극(3)은, 예를 들면, 플라즈마 CVD, 열 CVD, 또는 레이저 CVD 등의 화학 증착법(CVD); 진공 증착, 스퍼터링, 또는 이온 플레이팅 등의 건식 도금법; 전해 도금, 침지 도금, 또는 무전해 도금 등의 습식 도금법; 스퍼터링법; 졸-겔법; MOD법; 금속박의 접합 등에 의하여 형성할 수 있다.

<2> 다음에, 양극(3) 상에 정공 수송층(41)을 형성한다.

상기 정공 수송층(41)은, 예를 들면, 상술한 바와 같은 정공 수송 재료를 용매에 용해하여 얻어지는 정공 수송층 재료를, 양극(3) 상에 도포하여 형성할 수 있다.

상기 정공 수송층 재료의 도포 시에는, 스핀코팅법, 캐스팅법, 마이크로그래비아 코팅법, 그라비아 코팅법, 바 코팅법, 롤 코팅법, 와이어-바 코팅법, 딥 코팅법, 스프레이 코팅법, 스크린 인쇄법, 플렉소그래피 인쇄법, 오프셋 인쇄법, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 도포법을 사용할 수 있다. 이러한 도포법에 의하면, 정공 수송층(41)을 비교적 용이하게 형성할 수 있다.

정공 수송 재료를 용해하는 용매의 예로는, 질산, 황산, 암모니아, 과산화수소, 물, 이황화탄소, 사업화탄소, 및 에틸렌카보네이트 등의 무기 용매; 및 메틸에틸케톤(MEK), 아세톤, 디에틸케톤, 메틸이소부틸케톤(MIBK), 메틸이소프로필케톤(MIPK), 및 시클로헥산 등의 케톤계 용매; 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜(DEG), 및 글리세롤 등의 알콜계 용매; 디에틸에테르, 디이소프로필에테르, 1,2-디메톡시에탄(DME), 1,4-디옥산, 테트라히드로푸란(THF), 테트라히드로피란(THP), 아니솔, 디에틸렌글리콜디메틸에테르(디그림), 및 디에틸렌글리콜에틸에테르(카비톨) 등의 에테르계 용매; 메틸셀로솔브, 에틸셀로솔브, 및 페닐셀로솔브 등의 셀로솔브계 용매; 헥산, 펜탄, 헵탄, 및 시클로헥산 등의 지방족 탄화수소계 용매; 톨루엔, 크실렌, 및 벤젠 등의 방향족 탄화수소계 용매; 피리딘, 피라진, 푸란, 피롤, 티오펜, 및 메틸피롤리돈 등의 방향족 복소환화합물계 용매; N,N-디메틸포름아미드(DMF), 및 N,N-디메틸아세트아미드(DMA) 등의 아미드계 용매; 디클로로메탄, 클로로포름, 및 1,2-디클로로에탄 등의 할로젠 화합물계 용매; 아세트산에틸, 아세트산메틸, 및 포름산에틸 등의 에스테르계 용매; 디메틸설폭시드(DMSO), 및 설펜란 등의 황 화합물계 용매; 아세토니트릴, 프로피오니트릴, 아크릴로니트릴 등의 니트릴계 용매; 포름산, 아세트산, 트리클로로아세트산, 및 트리플루오로아세트산 등의 유기산계 용매, 및 이들의 함유하는 혼합 용매를 들 수 있다.

필요에 따라서, 얻어진 도막에는, 예를 들면, 대기 중 또는 불활성 분위기 중 또는 감압(또는 진공) 하에서 열처리를 행해도 좋다. 이것에 의해, 예를 들면, 도막의 건조(용매 또는 분산매의 제거), 또는 정공 수송 재료의 중합 등을 행할 수 있다. 또한 열처리하지 않고 도막을 건조해도 좋다.

또한, 저분자 정공 수송 재료를 사용하는 경우, 정공 수송층 재료 중에는, 필요에 따라, 바인더(고분자 바인더)를 첨가해도 좋다.

바인더로는, 전하 수송을 극도로 저해하지 않고, 또한, 가시광의 흡수율이 낮은 것을 사용하는 것이 바람직하다. 이러한 바인더의 구체예로는, 폴리에틸렌옥사이드, 폴리비닐리덴플루오라이드, 폴리카보네이트, 폴리아크릴레이트, 폴리메틸아크릴레이트, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리스티렌, 폴리염화비닐, 폴리실록산 등을 들 수 있으며, 이들은 단독으로 또는 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 필요에 따라서, 상기한 바와 같은 고분자 정공 수송 재료를 사용해도 좋다.

저분자 정공 수송 재료를 사용하는 경우, 정공 수송층(41)은, 예를 들면 진공 증착법 등을 사용하여 형성할 수도 있다.

<3> 다음에, 정공 수송층(41)상에 발광층(42)을 형성한다.

발광층(42)은 정공 수송층(41)과 동일한 방식으로 형성할 수 있다. 즉, 발광층(42)은 정공 수송층(41)에서 상술한 바와 동일한 방식으로 상기한 발광 재료를 사용하여 형성할 수 있다.

구체적으로, 상기 발광층(42)은 발광 재료를 용매에 용해하여 얻어진 발광층 재료(발광층을 형성하는 재료)를 정공 수송층(41)상에 도포한 다음 건조시켜 형성할 수 있다.

<4> 다음에, 발광층(42)상에 전자 수송층(43)을 형성한다.

전자 수송층(43)은 정공 수송층(41)과 동일한 방식으로 형성할 수 있다. 즉, 전자 수송층(43)은 상술한 바와 같은 전자 수송 재료를 사용하여, 정공 수송층(41)에서 상술한 바와 같은 방식으로 형성할 수 있다.

<5> 다음에, 전자 수송층(43)상에 음극(5)을 형성한다.

음극(5)은, 예를 들면, 진공 증착법, 스퍼터링법, 금속박의 접합 등에 의하여 형성할 수 있다.

<6> 다음에, 양극(3), 유기 EL층(4) 및 음극(5)을 덮도록, 보호층(6)을 형성한다.

상기 보호층(6)은, 예를 들면, 상술한 바와 같은 재료로 구성되는 박스형 보호 커버를, 각종 경화성 수지(접착제)를 사용하여 접합함에 의해 형성(마련)할 수 있다.

상기 경화성 수지로는, 열경화성 수지, 광경화성 수지, 반응성 경화 수지, 및 혐기성 경화 수지 모두를 사용할 수 있다.

유기 EL 디바이스(1)는 상기한 바와 같은 공정을 거쳐서 제조된다.

다음에, 본 발명에 의한 발광 재료 및 발광 재료의 제조 방법에 대해서 설명한다.

<발광 재료 및 발광 재료>

본 발명의 발광 재료는, 상술한 바와 같은 유기 EL 디바이스(1)의 발광층(42)에 사용된다.

본 발명자들은, 유기 EL 디바이스(1)의 발광 휘도의 감쇠를 억제하기 위해, 유기 EL 디바이스(1)를 구성하는 모든 층들의 구성 재료에 대한 폭넓은 탐구 및 연구를 하였으며, 그 구성 재료 중에서도, 특히, 발광 재료에 주목하여 예의 검토를 거듭하였다. 그 결과, 본 발명자들은 발광 재료 중에 함유되는 불순물, 특히, 금속 불순물의 함유량을 소정량 이하로 억제함으로써, 유기 EL 디바이스(1)의 발광 휘도의 감쇠를 효과적으로 억제할 수 있음을 알아내어, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

구체적으로, 본 발명은 하기의 조건(A) 및 (B) 중 적어도 하나를 만족할 필요가 있다.

(A) 본 발명의 발광 재료를 사용하여 발광층(42)을 형성하는 경우, 발광층(42) 중에 함유되는 금속 불순물 중, 가장 많이 함유되는 금속 불순물의 함량이 2.5ppm 이하(바람직하게는 1.0ppm 이하)이다.

(B) 본 발명의 발광층 재료를 그 농도가 2.0중량%로 되도록 액체에 용해하는 경우, 이 용액에 함유된 금속 불순물 중에서 가장 많이 함유된 금속 불순물의 함량이 500ppb 이하(바람직하게는 400ppb 이하)이다.

이들 조건 중의 적어도 하나를 만족시킴으로써, 유기 EL 디바이스(1)의 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있다. 그 결과, 장기간 뛰어난 발광 특성을 유지할 수 있는 유기 EL 디바이스(1)를 제공할 수 있게 된다. 이러한 결과가 얻어질 수 있는 이유는 불순물에 기인하는 부반응을 억제할 수 있는 사실 때문이며, 이것이 상기 효과에 대한 큰 요인의 하나인 것으로 추측된다.

또한, 발광 재료가 2종 이상의 금속 불순물을 함유하는 경우, 발광층(42)에 함유되는 금속 불순물의 총량은 10ppm 이하인 것이 바람직하고, 5ppm 이하인 것이 보다 바람직하다. 또한, 상기 2.0중량%의 용액 중에 함유된 금속 불순물의 총량은 200ppb 이하인 것이 바람직하고, 100ppb 이하인 것이 보다 바람직하다.

상기 발광층(42) 및 상기 2.0중량% 용액에 함유된 금속 불순물의 총량을 상기 범위 내로 조정함으로써, 유기 EL 디바이스(1)의 발광 휘도의 감쇠를 보다 확실하게 억제할 수 있다.

이 경우에, 제거할 금속 불순물은 금속 원소 또는 금속 이온인 것이 바람직하다. 이러한 금속 불순물을 제거함에 의해, 유기 EL 디바이스(1)의 발광 휘도의 감쇠를, 보다 확실하게 억제할 수 있는 발광 재료를 제공할 수 있게 된다.

이러한 금속 불순물을 구성하는 금속의 예로는, Li, Na, K, Rb, Sc, Fr, Be, Mg, Ca, Sr, Ba, Ra, Al, Ga, In, Ti, 및 Pb 등의 주족 금속 원소(main group metal element); 및 Sc, Y, Ti, Zr, Hf, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Mn, Tc, Re, Fe, Co, Ni, Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt, Cu, Ag, Au, Zn, Cd, 및 Hg 등과 같은 전이 금속 원소를 들 수 있지만, 이들 원소 중에서, Mg, Ca, Al, Na가 특히 바람직하다. 이들 금속의 금속 불순물을 제거함에 의해, 유기 EL 디바이스(1)의 발광 휘도의 감쇠를 억제하는 효과가 특히 현저하게 발휘된다.

<발광 재료의 정제 방법>

발광 재료로부터 금속 불순물을 제거하는 방법(제거 방법)으로는, 저분자 발광 재료와 고분자 발광 재료에 대해서, 각각, 예를 들면, 하기의 방법을 사용할 수 있다.

구체적으로, 저분자의 발광 재료의 경우, 그 제거 방법의 예로는, 전계 분리법, 중화법, 승화 정제법, 재결정법, 재침전법, 및 금속 불순물을 분리 또는 제거할 수 있는 제거 수단을 사용하는 방법을 들 수 있다. 이들 방법은 단독으로 또는 2종 이상 조합하여 사용할 수 있다.

여기서, 제거 수단의 예로는, 필터, 컬럼 필터, 투석막(투석기), 및 밀도 구배를 형성한 매체를 들 수 있다. 상기 제거 수단을 사용하는 제거 방법의 구체예로는, 여과법; 흡착 크로마토그래피법, 이온 교환 크로마토그래피법, 분배(순상(順相) 또는 역상) 크로마토그래피법, 분자체 크로마토그래피법(겔 여과법), 향류(向流:countercurrent) 분배 크로마토그래피법, 및 액적 향류 분배 크로마토그래피법 등의 각종 크로마토그래피법; 밀도 구배 원심분리법 등의 원심분리법; 한외 여과법; 및 투석법을 들 수 있다.

한편, 고분자 발광 재료의 경우, 여과법, 한외 여과법, 또는 투석법 등의, 제거 수단을 사용하는 제거 방법이 적합하게 사용된다.

이 방법들 중에서, 금속 불순물의 제거 방법으로는, 제거 수단을 사용하는 제거 방법(즉, 본 발명에서 사용하는 발광 재료의 정제 방법)을 사용하는 것이 바람직하고, 여과법을 사용하는 것이 특히 바람직하다. 이러한 방법에 의하면, 단시간내에 발광 재료로부터 금속 불순물을 비교적 용이하게 제거할 수 있다. 또한, 사용할 필터(제거 수단)의 종류를 적당히 선택하는 것만으로, 목적으로 하는 금속 불순물을 효율적으로 확실하게 제거할 수 있다.

이하, 금속 불순물의 제거 방법으로서, 여과법을 사용하는 경우를 대표로 하여 상세히 설명한다.

여과법에 의하면, 발광 재료를 용매에 용해하여 얻은 정제용 용액을 필터에 통과시켜, 정제용 용액 중으로부터 필터에 의해 금속 불순물을 분리, 제거한 뒤, 용매를 제거하여, 발광 재료를 정제한다. 이렇게 함으로써, 발광 재료 중에 함유된 금속 불순물의 양을, 목적으로 하는 범위(바람직하게는, 상술한 범위)내로 조정한다. 이러한 방법에 의하면, 발광 재료 중에 함유된 금속 불순물의 양을 상술한 범위내로 용이하게 조정할 수 있다.

정제용 용액의 제조 시에는, 유기 EL 디바이스(1)의 제조 방법(정공 수송층(41)의 형성 공정)에서 기재한 것과 동일한 용매를 사용할 수 있다.

여과법에 사용되는 필터로는, 각종 필터를 사용할 수 있지만, 특히, 양이온 교환 수지를 주성분으로 하여 형성한 필터가 적합하게 사용된다. 이러한 필터를 사용함에 의해, 목적으로 하는 금속 불순물을, 발광 재료로부터 효율적으로 제거할 수 있다.

상기 양이온 교환 수지의 예로는, 강산성 양이온 교환 수지, 약산성 양이온 교환 수지, 및 중금속을 선택적으로 제거할 수 있는 킬레이트 수지를 들 수 있다. 예를 들면, 스티렌계 중합체, 메타크릴계 중합체, 및 아크릴계 중합체 등의 각종 중합체의 주쇄에 $-SO_3M$, $-COOM$, $-N=(CH_2COO)_2M$ 등의 각종 관능기를 도입하여 얻어진 것을 사용할 수 있다. 이 점에서, 관능기는 양이온 교환 수지의 종류 등에 따라서 적당히 선택된다.

정제용 용액을 필터에 통과시킬 때의 속도(이하, "통액 속도"라 함)는, 특별히 한정되지 않지만, 약 1~1,000ml/분의 범위인 것이 바람직하고, 약 50~100ml/분의 범위인 것이 보다 바람직하다. 정제용 용액의 통액 속도를 상기 범위내의 값으로 조정함으로써, 금속 불순물의 제거를 보다 효율적으로 행할 수 있다.

또한, 정제용 용액의 온도(용액 온도)도, 특별히 한정되지 않지만, 금속 불순물의 제거 조작에 지장을 초래하지 않는 범위에서 가능한 한 높은 편이 바람직하다. 즉, 상기 용액 온도는 약 0~80℃의 범위인 것이 바람직하고, 약 10~25℃의 범위인 것이 보다 바람직하다. 상기 용액 온도를 상기 범위내의 값으로 설정함으로써, 금속 불순물의 제거를 보다 효율적으로 행할 수 있다.

이 경우에, 정제용 용액은 필터에 1회만 통과시키거나, 2회 이상 통과시켜도 좋고, 또는 다른 종류의 2개 이상의 필터를 통과시켜도 좋다. 또한, 이러한 여과 조작을 조합하여 행해도 좋다. 이렇게 함으로써, 보다 효율적으로 금속 불순물을 제거할 수 있다.

이 점에서, 정제 후의 정제용 용액은, 용매를 제거하지 않고, 그대로 유기 EL 디바이스(1)의 제조에 사용해도 좋다.

이상, 본 발명에 의한 발광 재료 및 발광 재료의 정제 방법에 대해서 설명하였지만, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

실시예

다음에, 본 발명의 구체적 실시예에 대해서 설명한다.

<발광 재료의 정제>

(실시예 1)

발광 재료로서, 폴리[9,9'-디헥실-2,7-(2-시아노비닐렌)플루오레닐렌](중량 평균 분자량:120,000)을 준비하였다.

다음에, 이 발광 재료를, 그 농도가 2.0중량%로 되도록 톨루엔에 용해시켜, 정제용 발광 재료 용액을 제조하였다.

다음에, 이 용액을, 6매의 필터를 구비한 컬럼 중에, 용액 온도 20℃, 통액 속도 50ml/분으로 통과시켜, 금속 불순물을 제거하였다.

여기서, 모든 필터는 스티렌계 설폰산형의 강산성 양이온 교환 수지제를 사용하였다.

(실시예 2)

6매의 필터 모두, 메타크릴계 카복실산형의 약산성 양이온 교환 수지제를 사용한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 3)

6매의 필터 모두, 아크릴계 카복실산형의 약산성 양이온 교환 수지제를 사용한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 4)

6매의 필터를, 상기 실시예 1과 동일한 필터 3매, 상기 실시예 2와 동일한 필터 3매로 대체한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 5)

6매의 필터를, 상기 실시예 1과 동일한 필터 3매, 상기 실시예 3과 동일한 필터를 3매로 대체한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 6)

6매의 필터를, 상기 실시예 2와 동일한 필터 3매, 상기 실시예 3과 동일한 필터를 3매로 대체한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 7)

6매의 필터를, 상기 실시예 1과 동일한 필터 2매, 상기 실시예 2와 동일한 필터 2매, 및 상기 실시예 3과 동일한 필터 2매로 대체한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 8)

6매의 필터를, 상기 실시예 1과 동일한 필터 2매, 상기 실시예 2와 동일한 필터 2매, 및, 스티렌계 이미노디아세트산형의 킬레이트 수지제 필터 2매로 대체한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 9)

6매의 필터를, 상기 실시예 1과 동일한 필터 2매, 상기 실시예 3과 동일한 필터 2매, 및, 스티렌계 이미노디아세트산형의 킬레이트 수지계 필터 2매로 대체한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 10)

6매의 필터를, 상기 실시예 2와 동일한 필터 2매, 상기 실시예 3과 동일한 필터 2매, 및, 스티렌계 이미노디아세트산형의 킬레이트 수지계 필터 2매로 대체한 것 외에는, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 11~20)

각 실시예 11~20에서는, 발광 재료로서, 상기 실시예 1과 동일한 발광 재료와 폴리[(9,9'-디옥틸-2,7-디비닐렌플루오레닐렌-알트-코-(비페닐-4,4'-디일)](중량 평균 분자량:20,000)을, 50:50(중량비)으로 혼합하여 얻은 발광 재료를 사용한 것 외에는, 상기 실시예 1~10과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 21~30)

각 실시예 21~30에서는, 발광 재료로서, 상기 실시예 1과 동일한 발광 재료와 트리스(4-메틸-8-히드록시퀴놀린)알루미늄을, 90:10(중량비)으로 혼합하여 얻은 발광 재료를 사용한 것 이외는, 상기 실시예 1~10과 동일한 방식으로, 각각, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(실시예 31~40)

각 실시예 31~40에서는, 발광 재료로서, 상기 실시예 1과 같은 발광 재료와 트리스(4-메틸-8-히드록시퀴놀린)알루미늄과 트리스-(5-클로로-8-히드록시-퀴놀리네이트)알루미늄을, 85:10:5(중량비)로 혼합하여 얻은 발광 재료를 사용한 것 외에는, 상기 실시예 1~10과 동일한 방식으로, 발광 재료의 정제를 행하였다.

(비교예 1)

상기 실시예 1과 동일한 발광 재료를 준비했지만, 그 정제는 생략하였다.

(비교예 2)

상기 실시예 11과 동일한 발광 재료를 준비했지만, 그 정제는 생략하였다.

(비교예 3)

상기 실시예 21과 동일한 발광 재료를 준비했지만, 그 정제는 생략하였다.

(비교예 4)

상기 실시예 31과 동일한 발광 재료를 준비했지만, 그 정제는 생략하였다.

<평가>

1. 금속 불순물의 함량 측정

각 실시예 1~40에서 얻어진 정제 발광 재료에 함유된 금속 불순물의 양, 및 각 비교예 1~4에서 얻어진 미정제 발광재료에 함유된 금속 불순물의 양을, 각각, 유도결합 플라즈마 질량 분광법(ICP-MS법:Inductively coupled plasma mass spectroscopy method)을 사용하여 측정하였다.

구체적으로는, 석영제 도가니에, 상기 발광 재료 용액을 0.5g 달고, 핫 플레이트 및 전기로에서, 순차 애싱(ashing) 처리를 행하였다. 다음에, 애싱처리물을 질산을 사용하여 가열 분해한 뒤, 묽은 질산을 사용하여 일정 용량으로 하였다. 얻어진 일정 용량의 용액을, ICP-MS법으로 분석하였다.

이 분석 결과는, 금속 불순물의 함량에 따라, 하기의 8단계 기준에 의해 평가하였다.

+ : 1ppb초과, 10ppb이하

2+ : 10ppb초과, 20ppb이하

3+ : 20ppb초과, 30ppb이하

4+ : 30ppb초과, 40ppb이하

5+ : 40ppb초과, 50ppb이하

6+ : 50ppb초과, 100ppb이하

7+ : 100ppb초과, 200ppb이하

8+ : 200ppb초과

2. 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠 평가

각 실시예 1~40에서 얻어진 정제 발광 재료, 및, 비교예 1~4에서 얻어진 미정제 발광 재료를 사용하여, 각각, 하기의 방식으로 유기 EL 디바이스를 제조하였다.

우선, 평균 두께 0.5mm의 투명한 유리 기판을 준비하였다.

다음에, 이 기판 상에, 진공 증착법에 의해, 평균 두께 100nm의 ITO 전극(양극)을 형성하였다.

다음에, 상기 ITO 전극 상에, 폴리티오펜계 화합물(바이엘사제, 「바이트론P」)의 2.0중량% 수용액을, 스핀코팅법에 의해 도포한 뒤, 건조하여, 평균 두께 50nm의 정공 수송층을 형성하였다.

다음에, 정공 수송층 상에, 상기 발광 재료 용액을 스핀코팅법에 의해 도포한 뒤, 건조하여, 평균 두께 50nm의 발광층을 형성하였다.

다음에, 상기 발광층 상에, 3,4,5-트리페닐-1,2,4-트리아졸을 진공 증착에 의해 형성하여, 평균 두께 20nm의 전자 수송층을 형성하였다.

다음에, 상기 전자 수송층 상에, 평균 두께 300nm의 AlLi 전극(음극)을 진공 증착법에 의해, 형성하였다.

다음에, 형성된 각층을 덮도록, 폴리카보네이트제의 보호 커버를 씌우고, 자외선 경화성 수지로 고정 및 밀봉하여, 유기 EL 디바이스를 완성하였다.

상기의 방식으로 제조된 각 유기 EL 디바이스의 ITO 전극과 AlLi 전극 사이에 6V의 전압을 인가하고, 각각, 발광 휘도를 측정하여, 발광 휘도가 초기값의 반으로 감쇠하는데 소요되는 시간(반감기)을 측정하였다.

상기 금속 불순물의 함량의 측정 결과 및 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠 평가 결과를, 하기의 표 1~표 4에 나타낸다.

또한, 표 1~표 4에는, Na, Mg, Al 및 Ca의 각 금속 불순물의 함량 및 금속 불순물의 총 함량을 나타낸다.

이와 관련하여, 발광 재료 용액의 제조에 사용한 톨루엔 중에는, ICP-MS법에 의해 금속 불순물이 검출되지 않았다. 따라서, 이 얻어진 결과는 발광 재료 중에 함유된 금속 불순물에 기인하는 것으로 생각된다.

또한, 각 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠 평가 결과는, 각 실시예 및 비교예의 발광 재료를 사용하여 제조한 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 반감기의 상대값으로 나타내었다. 여기서, 각 값은 각각의 대응하는 비교예의 발광 재료를 사용하여 제조된 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 반감기를 「1」로 하여 측정하였다.

[표 1]

	금속 불순물의 함량					발광 휘도의 감쇠 평가
	Na	Mg	Al	Ca	총계	반감기(상대값)
실시예 1	4+	+	+	2+	6+	1.4
실시예 2	4+	+	+	2+	6+	1.4
실시예 3	5+	+	+	3+	6+	1.3
실시예 4	5+	+	+	2+	6+	1.4
실시예 5	5+	+	+	3+	6+	1.5
실시예 6	5+	+	+	3+	6+	1.3
실시예 7	5+	+	+	3+	6+	1.3
실시예 8	4+	+	+	3+	6+	1.4
실시예 9	5+	+	+	3+	6+	1.2
실시예 10	4+	+	+	3+	6+	1.3
비교예 1	7+	+	3+	6+	8+	1

[표 2]

	금속 불순물의 함량					발광 휘도의 감쇠 평가
	Na	Mg	Al	Ca	총계	반감기(상대값)
실시예 11	5+	+	+	3+	6+	1.3
실시예 12	4+	+	2+	2+	6+	1.4
실시예 13	4+	+	+	2+	6+	1.4
실시예 14	5+	+	2+	2+	6+	1.3
실시예 15	5+	+	2+	4+	7+	1.2
실시예 16	4+	+	+	2+	6+	1.4
실시예 17	5+	+	+	3+	6+	1.3
실시예 18	5+	+	+	2+	6+	1.2
실시예 19	5+	+	+	4+	7+	1.2
실시예 20	5+	+	+	3+	6+	1.4
비교예 2	7+	+	4+	6+	8+	1

[표 3]

	금속 불순물의 함량					발광 휘도의 감쇠 평가
	Na	Mg	Al	Ca	총계	반감기(상대값)
실시예 21	5+	+	2+	3+	6+	1.2
실시예 22	4+	+	+	2+	6+	1.3
실시예 23	4+	+	+	2+	6+	1.3
실시예 24	5+	+	2+	4+	6+	1.2
실시예 25	4+	+	+	2+	6+	1.2
실시예 26	4+	+	2+	2+	6+	1.3
실시예 27	5+	+	2+	3+	7+	1.2
실시예 28	5+	+	+	4+	7+	1.3
실시예 29	5+	+	+	3+	7+	1.2
실시예 30	5+	+	+	4+	6+	1.3
비교예 3	6+	+	4+	6+	8+	1

[표 4]

	금속 불순물의 함량					발광 휘도의 감쇠 평가
	Na	Mg	Al	Ca	총계	반감기(상대값)
실시예 31	4+	+	2+	2+	6+	1.4
실시예 32	5+	+	2+	3+	6+	1.4
실시예 33	4+	+	2+	4+	6+	1.3
실시예 34	4+	+	2+	3+	6+	1.4
실시예 35	5+	+	+	4+	6+	1.3
실시예 36	4+	+	+	3+	6+	1.4
실시예 37	5+	+	2+	4+	6+	1.4
실시예 38	5+	+	+	5+	7+	1.2
실시예 39	5+	+	+	4+	7+	1.3
실시예 40	5+	+	+	4+	7+	1.2
비교예 4	6+	+	3+	6+	8+	1

표 1~표 4에 나타난 바와 같이, 각 실시예의 정제 발광 재료 용액의 경우에는, 금속 불순물의 함량이 감소하고, Na, Mg, Al 및 Ca의 함량은 50ppb이하로 제어되었다.

또한, 표 1~표 4에는 나타내지 않았지만, 용액 중의 Na, Mg, Al, 및 Ca 이외의 금속 불순물의 함량은 50ppb이하(특히 10ppb이하)였다.

또한, 각 실시예의 발광 재료 용액의 경우에는, 금속 불순물의 총합량이 200ppb이하로 제어되었다.

또한, 발광 재료 용액 중에 함유된 금속 불순물의 양으로부터, 발광층 중의 금속 불순물의 함량을 계산하면, 각 실시예의 유기 EL 디바이스에서는, 각 금속 불순물의 함량이 2.5ppm이하로 제어되고 금속 불순물의 총합량도 10ppm 이하로 제어됨을 알 수 있었다.

이에 비해, 정제하지 않은 비교예의 발광 재료 용액에서는, 용액 중에 불순물 중 가장 많이 함유된 금속 불순물의 함량이 50ppb를 상회하고 금속 불순물의 총 함량은 200ppb(특히 300ppb)를 상회하였다.

또한, 각 실시예의 발광 재료를 사용하여 제조한 유기 EL 디바이스는, 각 비교예의 발광 재료를 사용하여 제조한 유기 EL 디바이스에 비해, 발광 휘도의 반감기가 더 길었다. 즉, 발광 휘도의 감쇠가 억제되었다.

또한, 각 표는, 금속 불순물의 함량이 감소함에 따라, 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 반감기가 길어지는 경향을 나타낸다.

상기한 바와 같이, 본 발명의 발광 재료를 사용한 유기 EL 디바이스는, 각 금속 불순물의 함량이 2.0중량%의 용액 중에서 50ppb이하, 발광층 중에서 2.5ppm 이하로 되도록 제어된 발광재료를 사용한 뛰어난 것임을 알았다. 즉, 이러한 유기 EL 디바이스에서는, 발광 휘도의 감쇠가 억제되고, 장기간 뛰어난 발광 특성이 유지된다.

이 점에서, 각 실시예 및 각 비교예의 발광 재료를 사용하여 제조한 유기 EL 디바이스는 발광 휘도의 초기값이 1,000cd/m² 이상이였다.

마지막으로, 본 발명은 상기 구체예 및 실시예에 한정되지 않으며 본 발명의 범위로부터 벗어나지 않는 어떠한 첨가나 변화가 가능하다.

발명의 효과

본 발명에 의하면, 유기 EL 디바이스의 발광 휘도의 감쇠를 억제할 수 있는 발광 재료, 그 발광 재료를 제조하는 방법, 및 뛰어난 발광 성능을 가진 발광층을 용이 또한 확실히 제공할 수 있는 발광층의 형성 방법을 제공할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.
삭제

청구항 2.
삭제

청구항 3.
삭제

청구항 4.
삭제

청구항 5.
삭제

청구항 6.
삭제

청구항 7.
삭제

청구항 8.
삭제

청구항 9.
삭제

청구항 10.
삭제

청구항 11.
삭제

청구항 12.
삭제

청구항 13.
삭제

청구항 14.
삭제

청구항 15.
삭제

청구항 16.
삭제

청구항 17.

삭제

청구항 18.

삭제

청구항 19.

삭제

청구항 20.

삭제

청구항 21.

삭제

청구항 22.

삭제

청구항 23.

삭제

청구항 24.

유기 EL 디바이스에 설치되는 발광층에 사용되는 발광 재료의 제조 방법으로서,

발광 재료를 용매에 용해한 용액을 제조하는 공정과;

금속 불순물을 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의해 상기 용액 중에 함유된 한 종류 이상의 금속 불순물을 제거한 다음, 상기 용액으로부터 용매를 제거함으로써, 상기 발광 재료를 정제하여 유기 EL 디바이스의 발광층에 사용할 정제 발광 재료를 얻는 공정

을 포함하고,

이렇게 얻어진 정제 발광 재료는, 상기 발광층이 상기 발광 재료를 사용하여 형성되는 경우, 상기 발광층은 1종 이상의 금속 불순물을 함유하지만, 상기 층에 함유된 금속 불순물 중에서 함량이 가장 많은 불순물의 함량이 2.5ppm 이하이며,

상기 유기 EL 디바이스는 투명 전극과, 상기 발광 재료로 형성되고 50nm의 두께를 갖으며 상기 투명 전극 위에 설치되는 박막과, 상기 발광 재료를 사용하여 제조된 상기 박막 위에 설치되는 금속 전극을 포함하는 경우, 상기 유기 EL 디바이스에 6V의 전압을 인가하면 10cd/m² 이상의 발광 휘도가 얻어지는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 25.

유기 EL 디바이스에 설치되는 발광층에 사용되는 발광 재료의 제조 방법으로서,

발광 재료를 용매에 용해한 용액을 제조하는 공정과;

금속 불순물을 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의해 상기 용액 중에 함유된 1종 이상의 금속 불순물을 제거한 다음, 상기 용액으로부터 용매를 제거함으로써, 상기 발광 재료를 정제하여 유기 EL 디바이스에 사용할 정제 발광 재료를 얻는 공정

을 포함하고,

이렇게 얻어진 정제 발광 재료는, 그 농도가 2.0중량%로 되도록 액체에 용해시켰을 때, 상기 용액은 1종 이상의 금속 불순물을 함유하지만, 상기 용액 중에 함유된 금속 불순물 중에서 함량이 가장 많은 금속 불순물의 함량이 50ppb 이하이며,

상기 유기 EL 디바이스는 투명 전극과, 상기 발광 재료로 형성되고 50nm의 두께를 갖으며 상기 투명 전극 위에 설치되는 박막과, 상기 발광 재료를 사용하여 제조된 상기 박막 위에 설치되는 금속 전극을 포함하는 경우, 상기 유기 EL 디바이스에 6V의 전압을 인가하면 10cd/m^2 이상의 발광 휘도가 얻어지는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 26.

삭제

청구항 27.

제24항 또는 제25항에 있어서,

상기 발광층 중에 함유된 금속 불순물의 총함량은 10ppm 이하인 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 28.

제24항 또는 제25항에 있어서,

상기 금속 불순물은 금속 원소 및 금속 이온을 포함하는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 29.

제28항에 있어서,

상기 금속 원소는 주족 원소(main group element)인 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 30.

제24항 또는 제25항에 있어서,

상기 발광 재료는 실온에서 고형물 또는 반고형물인 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 31.

제24항 또는 제25항에 있어서,

상기 발광 재료는 저분자 발광 재료를 포함하는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 32.

제31항에 있어서,

상기 저분자 발광 재료는, 벤젠계 화합물, 나프탈렌계 화합물, 페난트렌계 화합물, 크리센계 화합물, 페릴렌계 화합물, 코로넨계 화합물, 안트라센계 화합물, 피렌계 화합물, 피란계 화합물, 아크리딘계 화합물, 스틸벤계 화합물, 티오펜계 화합물, 벤조옥사졸계 화합물, 벤조이미다졸계 화합물, 벤조티아졸계 화합물, 부타디엔계 화합물, 나프탈이미드계 화합물, 쿠마린계 화합물, 페리논계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 알다진계 화합물, 시클로펜타디엔계 화합물, 퀴나크리논계 화합물, 피리딘계 화합물, 스피로 화합물, 금속 또는 비금속 프탈로시아닌계 화합물, 플로렌계 화합물, 및 각종 금속 착체로 이루어진 군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 33.

제24항 또는 제25항에 있어서,

상기 발광 재료는 고분자 발광 재료를 포함하는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 34.

제33항에 있어서,

상기 고분자 발광 재료는, 폴리아세틸렌계 화합물, 폴리파라페닐렌비닐렌계 화합물, 폴리티오펜계 화합물, 폴리플루오렌계 화합물, 폴리파라페닐렌계 화합물, 폴리카바졸계 화합물, 및 폴리실란계 화합물로 이루어지는 군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 35.

제24항 또는 제25항에 있어서,

상기 발광층의 두께는 10nm 내지 150nm의 범위인 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 36.

제24항 또는 제25항에 있어서,

상기 제거 수단은 복수의 필터가 설치된 컬럼(column)인 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 37.

제36항에 있어서,

상기 필터는 스티렌계 설폰산형의 강산성 양이온 교환 수지로 이루어진 필터를 포함하는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 38.

제36항에 있어서,

상기 필터는 메타크릴계 카복실산형의 약산성 양이온 교환 수지로 이루어진 필터를 포함하는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

청구항 39.

제36항에 있어서,

상기 필터는 아크릴계 카복실산형의 약산성 양이온 교환 수지로 이루어진 필터를 포함하는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

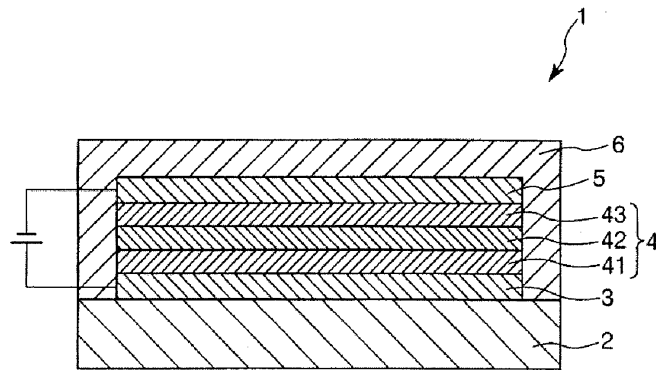
청구항 40.

제36항에 있어서,

상기 필터는 스티렌계 이미노디아세트산형의 킬레이트 수지로 이루어진 필터를 포함하는 것을 특징으로 하는 발광 재료의 제조 방법.

도면

도면1



专利名称(译)	制造发光材料的方法		
公开(公告)号	KR100593310B1	公开(公告)日	2006-06-26
申请号	KR1020040038084	申请日	2004-05-28
[标]申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
[标]发明人	SHINOHARA TAKASHI 시노하라다카시 SHINOHARA YUJI 시노하라유지 UEHARA MASAMITSU 우에하라마사미츠 SHIMAZU MASAMITSU 시마즈마사미츠 ISHII RYUJI 이시이류지		
发明人	시노하라다카시 시노하라유지 우에하라마사미츠 시마즈마사미츠 이시이류지		
IPC分类号	C09K11/06 H05B33/10 H01L51/00 H01L51/50 H05B33/14		
CPC分类号	H01L51/5012 C09K11/06 H05B33/14 C09K2211/14 H01L51/0025 Y10S428/917		
代理人(译)	MOON, KI桑		
优先权	2003153540 2003-05-29 JP 2003206954 2003-08-08 JP		
其他公开文献	KR1020040103394A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供一种发光材料和一种能够抑制有机EL器件的发光亮度衰减的发光材料的纯化方法。在有机EL器件1中，当在阳极3和阴极5之间施加电压时，空穴在空穴传输层41中移动，电子在电子传输层43中移动，42) 重新组合空穴和电子。发光材料用于形成发光层42。当使用发光材料形成发光层42时，发光层含有至少一种金属杂质，但该层中包含的金属杂质中含量最大的金属杂质的含量为2.5ppm或更少，或者，当发光材料溶解在液体中使其浓度变为2.0wt%时，溶液含有至少一种金属杂质，但溶液中所含金属杂质中含量最大的金属杂质的含量为50 ppb或更低。通过使用这种发光材料，可以抑制有机EL器件1的发光亮度的衰减。1 指数方面 有机EL器件，发光材料，发光层，发光亮度

