(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) 。Int. Cl. [7]
C09K 11/06

(11) 공개번호 특2001-0077773
(43) 공개일자 2001년08월20일

(21) 출원번호 10-2000-0005814
(22) 출원일자 2000년02월08일

(71) 출원인 삼성에스디아이 주식회사
김순택
경기 수원시 팔달구 신동 575번지

(72) 발명자 이지훈
대전광역시유성구전민동세종아파트101-306
기인서
대전광역시유성구전민동엑스포아파트206-1306
조성우
경기도성남시분당구구미동주공아파트1206-2406
채병훈
서울특별시서초구반포동85-11203호

(74) 대리인 최덕규

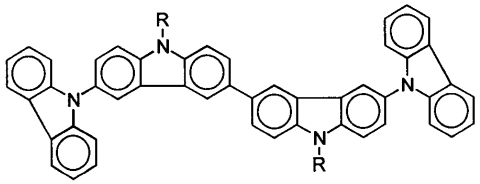
심사청구 : 있음

# (54) 열안정성이 우수한 유기 전기발광 소자용 정공수송성화합물 및 그 제조방법

## 요약

본 발명은 유기 전기발광 소자에 사용되는 정공수송성 화합물 및 그 제조방법에 관한 것이며, 더욱 상세하게는 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl]을 기본 분자 골격으로 하며 하기 화학식(1)로 이루어지는 정공수송성 화합물의 제조에 관한 것이다:

화학식 1



상기식에서 R은 H, 탄소수가 1 12개 사이인 지방족 알킬기, 가지난 알킬기 또는 고리형 알킬기, 또는 탄소수가 4 14개 사이인 방향족기(aromatic group)들이고, 여기에서 상기 방향족기에는 1개 이상의 알콕시 또는 아민이 치환가능함.

## 대표도

도 1

## 명세서

## 도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 정공수송성 화합물이 합성되는 과정을 도식화한 것이다.

도 2는 본 발명에 따른 BCDC[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl]의 $^{1}$H-NMR 스펙트럼을 나타낸 것이다.

도 3은 본 발명에 따른 BCDC의 FT-IR 스펙트럼을 나타낸 것이다.

도 4는 본 발명에 따른 BCDC의 UV-Vis 스펙트럼을 나타낸 것이다.

도 5는 본 발명에 따른 BCDC의 형광 스펙트럼(Photoluminescence Spectrum)을 나타낸 것이다.

도 6은 본 발명에 따른 BCDC의 TGA 곡선을 나타낸 것이다.

도 7은 본 발명에 따른 BCDC의 DSC 곡선을 나타낸 것이다.

도 8은 본 발명의 정공 수송성 화합물을 이용하여 제작된 전기발광 소자의 단면도를 나타낸 것이다.

도 9는 본 발명의 BCDC를 이용하여 제작된 [ITO/CuPc/BCDC/$Alq_3$/LiF/Al] 및 [ITO/CuPc/BCDC/$Alq_3$+(1.5% coumaline6)/$Alq_3$/LiF/Al]의 소자 구조에 있어서 전류 밀도에 대한 휘도 곡선을 나타낸 것이다.

도 10은 본 발명의 BCDC를 이용하여 제작된 [ITO/CuPc/BCDC/$Alq_3$/ LiF/Al] 및 [ITO/CuPc/BCDC/$Alq_3$+(1.5% coumaline6)/$Alq_3$/LiF/Al]의 소자 구조에있어서 전류 밀도에 대한 발광효율(cd/A) 곡선을 나타낸 것이다.

## 발명의 상세한 설명

### 발명의 목적

#### 발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

발명의 분야

본 발명은 유기 전기발광 소자용 신규의 정공수송성 화합물 및 그 제조방법에 관한 것이다. 보다 구체적으로 본 발명은 높은 열안정성을 가진 정공수송성 화합물 및 그 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl]이 기본 분자 골격 구조를 이루고 있는 열안정성이 우수한 정공수송성 화합물 및 그 제조방법에 관한 것이다.

발명의 배경

실리콘이 반도체 재료로 사용된 이래 눈부신 발전을 거듭해온 전자 기술은 인류의 문화생활을 크게 향상시켰다. 특히, 최근 광통신과 멀티미디어 분야의 빠른 성장은 고도의 정보화 사회로의 발전을 가속화시키고 있다. 이에 따라, 광자(photon)의 전자(electron)로의 변환, 또는 전자의 광자로의 변환을 이용하는 광전자 소자(optoelectronic device)는 현대 정보 전자 산업의 핵이 되고 있다. 이러한 반도체 광전자 소자는 크게 전기발광 소자, 수광 소자 및 이것들이 결합된 소자로 분류할 수 있다. 이제까지 대부분의 디스플레이는 수광형인데 반해, 자기 발광형인 전기발광 디스플레이(electro luminescence display: ELD)는 응답속도가 빠르고 배면광(backlight)이 필요없으며, 휘도가 뛰어나는 등 여러 가지 장점을 가지고 있어 전기발광 소자의 개발은 미래형 천연색 표시소자에의 응용성으로 인하여 최근 가장 연구가 활발히 이루어지고 있는 분야이다. 이러한 전기발광 현상은 GaN, ZnS 및 SiC 등을 이용한 무기물 반도체에서 잘 개발되어 실제적인 표시소자로 사용되고 있다. 그러나, 무기물로 이루어진 전기발광 소자(EL device)의 경우 구동전압이 교류 200V 이상 필요하고, 소자의 제작방법이 진공 증착으로 이루어지므로 대형화가 어렵고 가격 또한 고가인 단점이 있다. 무기 소자 이외에 유기 및 고분자 소재를 이용한 전기발광 현상도 알려져 있는데, 1963년 Pope 등에 의하여 유기물질의 전기발광 현상이 발표되었으며, 1987년 이스트만 코닥(Eastmann Kodak)에서 Tang 등에 의하여 알루미나-퀴논(alumina-quinone, $Alq_3$)이라는 π-공액 구조의 색소를 이용해 제작된 그린-방사(Green-emiting) 소자로 10V 이하에서 양자효율이 1%, 휘도가 1000 cd/㎡의 다층구조를 갖는 발광 소자가 발표된 이후 많은 연구가 진행되고 있다. 특히 저분자 유기재료는 합성 경로가 간단하고 적절한 분자 설계를 통해서 가시광 영역의 삼원색인 Red, Green 및 Blue의 발광 재료를 다양하게 합성할 수 있는 장점이 있다. 이러한 저분자 재료를 이용한 디스플레이(display)는 현재 수동 매트릭스(passive matrix) 방식의 완전 색상 디스플레이(full color display)에 있어서는 약 10인치 크기까지, 그리고 박막 트랜지스터(thin film transistor) 기술을 채용한 능동 매트릭스(active matrix) 방식으로는 약 3인치 정도까지 개발된 것으로 발표되었다.

그러나 현재 상태에서 극복해야 할 가장 큰 장애물은 소자의 발광효율과 수명이라고 할 수 있다. 각각의 단색소자에서의 수명은 Blue가 20,000 시간(Indemitsu), Green이 50,000 시간 (Kodak), 그리고 Red가 20,000 시간(Kodak)으로 어느 정도 장수명이 달성되었지만, 실제적으로 Red나 Blue의 발광효율에 있어서는 개선의 여지가 더 남아있고, 완전 색상(full color)의 적용시 해결해야 할 많은 문제점들이 있다.

또한 발광효율적인 면에서는 버퍼층(buffer layer), 정공수송층(hole transporting layer), 전자전달층(electron transporting layer), 정공차단층(hole blocking layer) 등과 같은 다층 구조(multilayer system)를 이용하지 않으면 고효율 및 고휘도의 발광특성을 기대하기는 불가능하다. 그리고 실제 소자가 고효율 및 고휘도의 발광 특성을 발현하기 위해서는 각각의 기능층(functional layer)들이 소자 작동시에 열적으로 또한 전기적으로 안정해야 하는데, 특히 정공수송층으로 사용되는 재료의 열적 그리고 전기적 안정성은 소자의 수명에 큰 영향을 미친다. 왜냐하면 전압을 걸어주었을 때 소자에서 발생되는 열로 인하여 열안정성이 낮은 분자는 결정 안정성(morphological stability)이 낮아 재배열 현상이 일어나게 되고, 결국 국부적으로 결정화가 발생되어 발광효율이 떨어지게 되는 등의 문제가 야기되므로 결국 소자의 수명을 단축시키게 된다. 현재 많이 사용되고 있는 TPD[N,N'-bis (3-methyl-phenyl)-N,N'-diphenyl-(1,1'-biphenyl)-4,4'-diamine] 또는 NPB [N,N'-bis(naphthalene-1-yl)-N,N'-diphenylbenzidine, NPD로 불리움)의 유리전이온도($T_g$)는 각각 60 ℃ 및 96 ℃로 그리 높은 편은 아니다. 이들 정공수송성 재료의 진공증착막은 균일한 비정질막을 형성하지만 증착 후 점차적으로 결정화되거나 응집되는 현상이 일어나고 막의 균일성이 없어져서 결국 소자의 수명을 저하시킨다. 실제 옥외용도나 차량용도로 사용하고자 하면, 85 ℃에서의 구동 또는 보존이 요구되고 100 ℃이상의 $T_g$가 요구된다. 따라서 이를 보완한 높은 열안정성과 높은 $T_g$를 갖는 정공수송성 재료의 개발은 시급한 당면과제이다.

이에 본 발명자들은 기존에 널리 알려진 정공수송층 재료의 단점을 극복하기 위하여, 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질을 기본 분자골격으로 한 우수한 열안정성을 가진 정공수송성 화합물 및 그 제조방법을 개발하기에 이른 것이다.

## 발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 열안정성이 우수한 유기 전기발광 소자용 정공수송성 화합물 및 그 제조방법을 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 다른 목적은 높은 유리전이온도($T_g$)를 갖는 유기 전기발광 소자용 정공수송성 화합물 및 그 제조방법을 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 전기적 안정성이 우수한 유기 전기발광 소자용 정공수송성 화합물 및 그 제조방법을 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 고효율의 발광특성이 발현되는 유기 전기발광 소자를 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 수명이 연장된 유기 전기발광 소자를 제공하기 위한 것이다.

본 발명의 상기 및 기타의 목적들은 하기 설명되는 본 발명에 의하여 모두 달성될 수 있다.

## 발명의 구성 및 작용

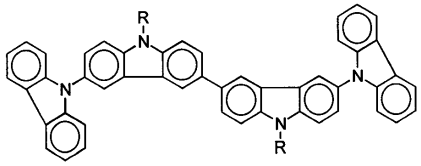
유기재료를 이용한 전기발광 소자에서 구동전압을 지배하는 것은 정공 주입의 용이도이며, 발광효율을 지배하는 것은 전자 주입의 효율성이다. 발광층으로의 정공의 유입은 쉬운 반면 전자의 유입은 상대적으로 힘이 들며, 게다가 전하이동도에 있어서는 정공의 이동도가 전자의 이동도에 비해 약 20배가 빠르기 때문에 실제 소자내의 주전하(major charge carrier)는 정공이 된다.

일반적인 전기발광 소자의 발광 메카니즘(mechanism)은, 양극(anode)에서는 정공(hole)이 주입되고, 음극(cathode)에서는 전자(electron)가 주입되어, 상기 정공과 전자가 발광층에서 만나 재결합(recombination)하여 여기자(singlet exiton)를 형성하고, 이 여기자가 방사붕괴(radiative decay)되면서 물질의 밴드 갭(band gab)에 해당하는 파장의 빛이 방출되는 것이다. 또한 이때 발광효율도 결정된다. 즉, 유입된 정공의 양과 전자의 양이 서로 균형을 이룰 때 최대의 발광효율을 나타낼 수 있다.

따라서 운반자의 수송이 비슷하게 이루어지려면 주입된 정공과 전자의 이동도와 밀도가 균형을 이루어야 한다. 그러나 일반적으로 정공의 수송이 훨씬 유리하여 운반자간의 불균형이 발생하고 효율을 저하시키는 요인으로 작용한다. 따라서 이를 보완해 주기 위해 전자의 이동도가 좋은 전자전달층(electron transport layer)을 도입한 다층막 형태를 갖는 소자를 제작한다.

본 발명의 열안정성이 우수한 유기 전기발광 소자용 정공수송성 화합물은 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl]을 기본 분자 골격 구조로 한다. 본 발명의 정공수송성 화합물은 하기 화학식(1)으로 표시된다:

화학식 1



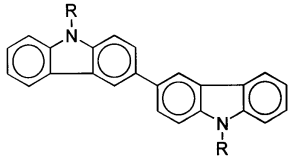

상기식에서 R은 H, 탄소수가 1 12개 사이인 지방족 알킬기, 가지난 알킬기 또는 고리형 알킬기, 또는 탄소수가 4 14개 사이인 방향족기(aromatic group)들이고, 여기에서 상기 방향족기에는 1개 이상의 알콕시 또는 아민이 치환가능함.

특히 상기 구조에서 디카아바질(dicarbazyl) 분자의 6,6' 위치에서 두 개의 카아바졸(carbazole)을 치환시킴으로써 재료의 열안정성은 물론 우수한 결정 안정성을 갖는 정공수송성 화합물을 합성하고, 꼬인 방향족 고리(twisted aromatic ring) 구조가 입체적 장애를 유도하여 비정질화(amorphous)하게 된다. 본 발명의 상기 정공수송성 화합물은 이러한 높은 열안정성으로 인해 소자 적용시 수명을 상당히 향상시켰다.

본 발명의 정공수송성 화합물을 제조하기 위한 방법은 하기 단계로 이루어진다:

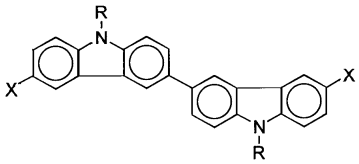
(ⅰ) N-치환-카아바졸을 클로로포름으로 용해시킨 후, 염화철 및 클로로포름의 현탁액에 용해시켜 하기 화학식(2)의 N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질(N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl)을 제조하고:

화학식 2



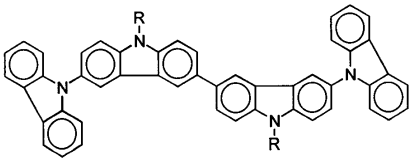
(ⅱ) 상기 (ⅰ) 단계에서 제조된 화합물 및 할로겐화물을 반응시켜 하기 화학식(3)의 N,N'-이치환-6,6'-디할로-3,3'-바이카아바질(N,N'-disubstituted-6,6'-dihalo -3,3'-bicarbazyl)을 제조하고:

화학식 3



(ⅲ) 상기 (ⅱ) 단계에서 제조된 화합물을 방향족 화합물을 용매로 한 용액에 용해시켜 최종 생성물인 하기 구조식의 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl]을 제조하는:

화학식 1



단계로 이루어지며, 여기에서 사용될 수 있는 치환기(R)로는 H, 탄소수가 1 12개 사이인 지방족 알킬기, 가지난 알킬기 또는 고리형 알킬기, 또는 탄소수가 4 14개 사이인 방향족기(aromatic group)들이 있고, 상기 방향족기에는 1개 이상의 알콕시 또는 아민이 치환되어 사용될 수 있고, 바람직한 치환기(R)로는 에틸(ethyl) 및 페닐(phenyl)기가 있으며, 상기 구조식에서 X는 할로겐임.

본 발명의 제조방법의 바람직한 구체예에 의하여, 상기 (ⅱ) 단계에서 첨가될 수 있는 상기 할로겐화물은 $Br_2$, 또는 KI 및 $KIO_3$이 바람직하며, 상기 할로겐화물은 각각 클로로포름 및 아세트산에 용해되어 이용될 수 있다.

본 발명의 바람직한 구체예에 의하여, 상기 (ⅲ) 단계에서 이용되는 방향족 화합물을 용매로 한 용액은 상기 (ⅱ) 단계에서 첨가되는 할로겐화물에 따라 다르게 선택될 수 있다. 예를 들어 상기 (ⅱ) 단계에서 $Br_2$가 첨가되는 경우, 상기 (ⅲ) 단계에서는 톨루엔에 $Pd_2dba_3$, dppf 및tert-BuONa 등을 용해시킨 용액을 이용할 수 있고, 그리고 상기 (ⅱ) 단계에서 KI 및 $KIO_3$가 첨가되는 경우, 상기 (ⅲ) 단계에서는 1,2-디클로로벤젠에 Cu, $K_2CO_3$ 및18-Crown-6 등을 용해시킨 용액을 이용할 수 있다.

본 발명의 정공수송성 화합물을 제조하는 방법은 상기 (ii) 단계에서 첨가되는 상기에서 언급한 할로겐화물의 종류에 상관없이 동일한 최종 목적 생성물을 제공한다. 즉, 도 1에서 도시한 바와 같이 상기 (ii) 단계에서 $Br_2$를 첨가한 경우, N,N'-이치환-6,6'-디브로모-3,3'-바이카아바질이 생성되며, 상기 반응 생성물을 상기 톨루엔을 용매로 한 용액에 용해시킴으로써 최종 물질인 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질이 제조된다. 그리고 상기 (ii) 단계에서 KI 및 $KIO_3$을 이용한 경우에도, N,N'-디에틸-6,6'-디요오도-3,3'-바이카아바질이 생성되어, 상기 반응 생성물을 상기 1,2-디클로로벤젠을 용매로 한 용액에 용해시킴으로써 앞에서 언급한 화합물과 동일한 본 발명의 목적 화합물이 제공된다.

본 발명에 의한 유기 전기발광 소자는 양극/정공수송층/발광층/음극, 양극/버퍼층/정공수송층/발광층/음극, 양극/정공수송층/발광층/전자전달층/음극, 양극/버퍼층/정공수송층/발광층/전자전달층/음극, 양극/정공수송층/발광층/전자전달층/정공차단층/음극 또는 양극/버퍼층/정공수송층/발광층/전자전달층/정공차단층/음극으로 이루어진 구조를 갖는다.

상기 버퍼층은 CuPc(cupper phthalocyanine), m-MTDATA, 폴리티오펜(polythiophene), 폴리아닐린(polyaniline), 폴리아세틸렌(polyacetylene), 폴리피롤(polypyrrole) 또는 폴리페닐렌비닐렌(polyphenylene vinylene) 유도체인 것이 바람직하다. 또한 상기 정공차단층은 LiF 또는 $MgF_2$ 등이다. 상기 양극은 인듐 산화물(Indium oxide), 주석 산화물(Tin oxide), 아연 산화물(Zinc oxide), 또는 이들의 혼합체를 유리기판, PET, 폴리카보네이트(Polycarbonate) 또는 폴리이미드(Polyimide)와 같은 연질(Flexible) 기판에 입힌 것이 바람직하다.

본 발명은 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질이 기본 분자 골격 구조를 이루는 것으로서 우수한 열안정성 및 전기적 안정성을 갖는 정공수송성 화합물을 제공한다.

본 발명은 하기의 실시예에 의하여 보다 구체화될 것이며, 하기 실시예는 본 발명의 예시 목적을 위한 것이며 첨부된 특허청구범위에 의하여 한정되는 보호범위를 제한하고자 하는 것은 아니다.

실시예

실시예 1:6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-디에틸-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis (9H,9-carbazolyl)-N,N'-diethyl-3,3'-bicarbazyl](BCDC)의 합성

(1) N,N'-디에틸-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diethyl-3,3'-bicarbazyl)의 합성

250 mL의 Schlenk flask에 N-에틸카아바졸(N-ethylcarbazole) 20 g(99.35 mmol)을 넣고 약 150 mL의 클로로포름으로 용해시킨후 약 4.0 eq의 $FeCl_3$ 64.46 g(0.397 mol)을 100 mL정도의 클로로포름에 현탁시킨 후 상기 반응 혼합물에 적하하였다. 이때 용액(solution)은 카아바졸 양이온 라디칼(carbazole cation radical)이 형성되어 점차적으로 dark green으로 변하였다. 24 시간 후 반응 혼합물을 다량의 MeOH에 부은 다음 생성된 고체를 여과시킨 후 계속해서 다량의 MeOH와 $H_2O$로 세척하였다(세 번 정도). 건조시킨 후 얻어진 수율은 95 %였다. 실리카 겔 크로마토그래피를 이용하여 더 정제될 수 있다(전개액 : 에틸 아세테이트/n-헥산 ="3/1)." 구조는 $^1H$-NMR를 통해 확인하였다 :$^1H$-NMR ($CDCl_3$): δ 1.50(t, 6H, 2-$CH_3$), 4.45(quartet, 4H, 2-$NCH_2$), 7.26 8.5(m, 14H, aromatic protons)

(2) N,N'-디에틸-6,6'-디할로-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diethyl-6,6'-dihalo-3,3'-bi carbazyl)의 합성

A. N,N'-디에틸-6,6'-디브로모-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diethyl-6,6'- dibromo-3,3'-bicarbazyl)의 합성

100 mL의 Schlenk flask에 N,N'-디에틸-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diethyl-3,3'-bicarbazyl) 4 g(10 mmol)을 넣고 약 50 mL의 클로로포름으로 용해시킨 후 약 3.0 eq의 브롬 5.0 g(31mmol)을 10 mL 정도의 클로로포름에 용해시킨 다음 상기 반응 혼합물에 적하하였다. 이때 온도는 아이스 배스(ice bath)를 이용하여 0 ℃로 유지하였다. 용액은 점차 dark green으로 보였다. 약 30 40 분 후 반응 혼합물을 다량의 $H_2O$에 붓고 1.0 N NaOH(aq)으로 여러 번 세척하였다. 분리된 클로로포름 층을 다시 MeOH에 부은 후, 여기에서 생성된 고체를 여과한 다음 계속해서 다량의 MeOH와 $H_2O$로 여러 번 세척하였다. 건조한 후 얻어진 수율은 90 %였다. 실리카 겔 크로마토그래피를 이용하여 더 정제할 수 있다(전개액 : 에틸 아세테이트/n-헥산 ="3/1)." 구조는 $^1H$-NMR로 확인되었다:$^1H$-NMR ($CDCl_3$): δ 1.46(t, 6H, 2-$CH_3$), 4.34(qurtet, 4H, 2$NCH_2$), 7.26 8.33(m, 12H, aromatic protons)

B. N,N'-디에틸-6,6'-디요오도-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diethyl-6,6'-diiodo-3,3'-bicarbazyl)의 합성

100 mL의 Schlenk flask에 N,N'-디에틸-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diethyl-3,3'-bicarbazyl) 3 g(7.72 mmol), KI 3.46 g(20.85 mmol), $KIO_3$ 4.96 g(23.2 mmol)을 넣고 약 70 80 mL의 아세트산으로 채운 뒤 약 70 ℃까지 가열한 다음, 약 20 30 분 후 반응 혼합물을 다량의 $H_2O$에 부은 다음 1.0 N NaOH(aq)으로 세척하였다. 클로로포름을 이용하여 추출한 후 분리된 클로로포름 층을 다시 MeOH에 붓고, 여기에서 생성된 고체를 여과한 후 계속해서 다량의 MeOH와 $H_2O$로 여러 번 세척하였다. 건조한 후 얻어진 수율은 88 %였다. 실리카 겔 크로마토그래피를 이용하여 더 정제할 수 있다(전개액 : 에틸 아세테이트/n-헥산 ="4/1)." 구조는 $^1H$-NMR를 통해 확인되었다:$^1H$-NMR ($CDCl_3$) : δ 1.50(t, 6H, 2-$CH_3$), 4.38(quartet, 4H, 2-$NCH_2$), 7.21 8.5(m, 12H, aromatic protons)

(3) 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-디에틸-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-diethyl-3,3'-bicarbazyl](BCDC)의 합성

A. 트리(디벤질리디엔아세톤)디팔라듐[Tris(dibenzylidineacetone) dipalladium](Pd $_2dba_3$) 0.0755 g($8.25\times10^{-5}$ mol), 디페닐포스피노페로센(diphenyl phosphinoferrocene)(dppf) 0.0686 g($1.238\times10^{-5}$ mol), N,N'-디에틸-6,6'-디브로모-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diethyl-6,6'-dibromo-3,3'-bicarbazyl) 1.5 g(2.75 mmol)를 약 40 50 mL의 무수톨루엔(anhydrous toluene)에 녹인 후 약 20분 동안 교반한 다음, 다른 플라스크에 담겨있던 카아바졸(carbazole) 0.92 g(5.50 mmol, EtOH에서 재결정)과 sodiumtert-butoxide 0.817 g(8.25 mmol)을 상기 반응 혼합물에 첨가하였다. 그 다음 상기 최종 반응 혼합물을 다시 약 15 분 동안 교반시킨 뒤 가열하고 18 시간 동안 reflux 시켰다. 모든 시약을 질소 분위기하에서 이송(transfer)하였다. 반응은 TLC에 의하여 점검되었으며, 카아바졸(carbazole)이 모두 사라졌을 때 온도를 낮추고 1.0 M의 HCl(aq) 10 mL를 첨가하고 5분 정도 교반한 후 다량의 MeOH에 부은 뒤 여과하고 건조시켰다. 수율은 90 %이었으며, 실리카 겔 크로마토그래피를 통해 정제하였다. $^1H$-NMR ($CDCl_3$): δ 1.56(t, 6H, 2-$CH_3$), 4.51(quartet, 4H, 2-$NCH_2$-), 7.27 8.39(m, 28H, aromatic protons)

B. N,N'-디에틸-6,6'-디요오도-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diethyl-6,6'-diiodo-3,3'-bicarbazyl) 2 g(3.12 mmol), 카아바졸(carbazole) 1.045 g(6.25 mmol, EtOH에서 재결정), 활성화된 Cu(activated Cu) 0.4g(6.25 mmol), 탄산칼륨 1.76 g(12.48 mmol) 및 18-crown-6 0.25 g(3 mol%)을 약 30 40 mL의 1,2-디클로로벤젠(1,2-dichlorobenzene)에 녹인 후 180 ℃에서 2 3일 동안 반응시켰다. 모든 시약은 질소 분위기에서 이송(transfer)되었다. 반응은 TLC에 의하여 점검되었으며, 카아바졸(carbazole)이 모두 사라졌을 때 온도를 낮추고 다량의 MeOH에 부은 뒤 여과하고 건조시켰다. 수율은 95 %이었으며, 실리카 겔 크로마토그래피를 통해 정제하였다. $^1H$-NMR ($CDCl_3$): δ 1.56(t, 6H, 2-$CH_3$), 4.51(quartet, 4H, 2-$NCH_2$-), 7.27 8.39(m, 28H, aromatic protons)

실시예 2: 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-디페닐-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-diphenyl-3,3'-bicarbazyl]의 합성

(1) N,N'-디페닐-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diphenyl-3,3'-bicarbazyl)의 합성

250 mL의 Schlenk flask에 N-페닐카아바졸(N-phenylcarbazole) 4.85 g(19.93 mmol)을 넣고 약 75 mL의 클로로포름으로 용해시킨 후, 약 4.0 eq의 $FeCl_3$ 12.93 g(79.7 mmol)를 80 mL 정도의 클로로포름에 현탁시킨 다음, 상기 반응 혼합물에 적하하였다. 이때 용액은 카아바졸 양이온 라디칼이 형성되어 점차적으로 dark green으로 변하였다. 24 시간 후 반응 혼합물을 다량의 MeOH에 부은 뒤 생성된 고체를 여과한 후, 계속해서 다량의 MeOH와 $H_2O$로 세척하였다(세 번 정도). 여기에서 얻어진 고체를 뜨거운 클로로포름에 용해시킨 뒤 녹지 않는 부분은 제거하고 다시 MeOH에 붓고 건조하였다. 얻어진 수율은 93 %였다. 실리카 겔 크로마토그래피를 이용하여 더 정제될 수 있다(전개액 : 에틸 아세테이트/n-헥산 ="4/1)." 구조는 $^1H$-NMR를 통해 확인되었다:$^1H$-NMR ($CDCl_3$): δ 7.34 8.48(m, 24H, aromatic protons)

(2) N,N'-디페닐-6,6'-디할로-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diphenyl-6,6'-dihalo-3,3'-bicarbazyl)의 합성

A. N,N'-디페닐-6,6'-디브로모-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diphenyl-6,6'-di bromo-3,3'-bicarbazyl)의 합성

100 mL의 Schlenk flask에 N,N'-디페닐-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diphenyl-3,3'-bicarbazyl) 4.87 g(10 mmol)을 넣고 약 50 mL의 클로로포름으로 용해시킨 후 약 3.0 eq의 브롬 5.0 g(31 mmol)을 10 mL 정도의 클로로포름에 용해시킨 다음 상기 반응 혼합물에 적하하였다. 이때 온도는 아이스 배스를 이용하여 0 ℃로 유지하였다. 용액은 점차 dark green으로 보였다. 약 40 50 분 뒤 반응 혼합물을 다량의 $H_2O$에 부은 다음 1.0 N NaOH(aq)으로 세척하였다. 여기에서 분리된 클로로포름 층을 다시 MeOH에 붓고, 여기에서 생성된 고체를 여과시킨 후, 계속해서 다량의 MeOH와 $H_2O$로 여러 번 세척하였다. 건조한 후 얻어진 수율은 85 %였다. 실리카 겔 크로마토그래피를 이용하여 더 정제할 수 있다(전개액 : 에틸 아세테이트/n-헥산 ="3/1)." 구조는 $^1H$-NMR를 통해 확인되었다:$^1H$-NMR ($CDCl_3$): δ 7.25 8.38(m, 22H, aromatic protons)

B. N,N'-디페닐-6,6'-디요오도-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diphenyl-6,6'-diiodo-3,3'-bicarbazyl)의 합성

100 mL의 Schlenk flask에 N,N'-디페닐-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diphenyl-3,3'-bicarbazyl) 3.76 g(7.72 mmol), KI 3.46 g(20.85 mmol), $KIO_3$ 4.96 g(23.2 mmol)을 넣고 약 70 80 mL의 아세트산으로 채운 후 약 70 ℃까지 가열한 다음, 약 20 30 분 후에 반응 혼합물을 다량의 $H_2O$에 부은 다음 1.0 N NaOH(aq)으로 세척하였다. 클로로포름을 이용하여 추출한 후 분리된 클로로포름 층을 다시 MeOH에 붓고, 여기에서 생성된 고체를 여과한 다음 계속해서 다량의 MeOH와 $H_2O$로 여러 번 세척하였다. 건조시킨 후 얻어진 수율은 85 %였다. 실리카 겔 크로마토그래피를 이용하여 더 정제할 수 있다(전개액 : 에틸 아세테이트/n-헥산 ="4/1)." 구조는 $^1H$-NMR를 통해 확인되었다:$^1H$-NMR ($CDCl_3$): δ 7.23 8.5(m, 22H, aromatic protons)

(3) 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-디페닐-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-diphenyl-3,3'-bicarbazyl]의 합성

A. 트리(디벤질리디엔아세톤)디팔라듐[Tris(dibenzylidineacetone) dipalladium](Pd $_2dba_3$) 0.0855 g($9.34\times10^{-5}$ mol), 디페닐포스피노페로센(diphenyl phosphinoferrocene) (dppf) 0.0776 g($1.40\times10^{-4}$ mol), N,N'-디페닐-6,6'-디브로모-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diphenyl-6,6'-dibromo-3,3'-bicarbazyl) 2.0 g(3.11 mmol)를 약 50 mL의 무수톨루엔(anhydrous toluene)에 녹인 후 약 20분 동안 교반한 다음, 다른 플라스크에 담겨있던 카아바졸(carbazole) 1.04 g(6.22 mmol, EtOH에서 재결정)과 sodiumtert-butoxide 0.898 g(9.34 mmol)를 상기 반응 혼합물에 첨가하였다. 그 다음 상기 최종 반응 혼합물을 다시 약 20 분 동안 교반한 뒤 가열하고 24시간 동안 reflux 시켰다. 모든 시약은 질소 분위기에서 이송(transfer)되었다. 반응은 TLC에 의하여 점검되었으며, 카아바졸(carbazole)이 모두 사라졌을 때 온도를 낮추고 1.0 M의 HCl aq) 10 mL를 첨가하고 5분 정도 교반한 후 다량의 MeOH에 부은 뒤 여과하고 건조시켰다. 수율은 91 %이었으며, 실리카겔 크로마토그래피를 통해 정제하였다.$^1H$-NMR ($CDCl_3$): δ 7.26 8.41(m, 38H, aromatic protons).

B. N,N'-디페닐-6,6'-디요오도-3,3'-바이카아바질(N,N'-Diphenyl-6,6'-diiodo-3,3'-bicarbazyl) 2 g(3.12 mmol), 카아바졸(carbazole) 1.045 g(6.25 mmol, EtOH에서 재결정), 활성화된 Cu(activated Cu) 0.4g(6.25 mmol), 탄산칼륨 1.76 g(12.48 mmol) 및 18-crown-6 0.25g(3 mol%)을 약 30 40 mL의 1,2-디클로로벤젠(1,2-dichlorobenzene)에 녹인 다음 180 ℃에서 2 3일 동안 반응시켰다. 모든 시약은 질소 분위기하에서 이송되었다. 반응은 TLC로 점검되어 카아바졸(carbazole)이 모두 사라졌을 때 온도를 낮추고 다량의 MeOH에 부은 다음 여과하고 건조시켰다. 수율은 90 %이며, 실리카 겔 크로마토그래피를 통해 정제하였다. $^1$H-NMR ($CDCl_3$): δ 7.26 8.41(m, 38H, aromatic protons).

전기발광 소자(EL device) 제작

실시예 1에서 제조된 정공수송성 재료를 이용하여 EL device를 제작하였다. 제작된 EL device의 구조를 도 8에 나타내었다. EL device의 제작과정은 다음과 같다. ITO(indium-tin oxide)가 유리기판 위에 코팅된 투명 전극 기판을 깨끗이 세정한 후, 원하는 모양으로 ITO를 감광성 수지(photoresist resign)와 에천트를 이용하여 패터닝(patterning)하였다. 아세톤 및 IPA로 각각 20 분 동안 초음파 처리(ultrasonication) 및 boiling IPA 처리하여 기판 세정을 하였고, 기판 전처리 과정으로 UV-오존 클리닝(UV-ozone cleaning)을 15 분 동안 행하였다. 그 위에 버퍼층으로 CuPc를 약 20 nm의 두께로 증착(1Å/sec)시킨 후 연이어서 제조된 정공수송층 재료(50 nm, 1Å/sec), 발광층으로는 Alq$_3$ (70 nm, 1Å/sec) 또는 약 1.5%의 coumarin 6(0.015Å/sec)이 도핑된 Alq$_3$ (30 nm)(이때 다시 전자전달층으로 Alq$_3$ (40 nm)를 사용함), 정공차단층 및 전자전달층용으로 LiF(1 nm, 0.1Å/sec)를 증착하고 최종 음극 전극으로 Al(200 nm, 10Å/sec)을 증착하고 캡슐화(encapsulation)하였다(건조한 N$_2$ 조건하의 장갑 상자에서 BaO 분말을 집어넣고 metal can으로 봉합한 다음 UV 경화제로 최종 처리하였다). 진공도를 1×10$^{-6}$ torr 이하로 유지하였고, 증착시 막 두께 및 막의 성장속도를 크리스탈 센서(crystal sensor)를 이용하여 조절하였으며, 발광면적은 4㎟으로, 그리고 구동전압은 직류전압으로 순방향 바이어스 전압(forward bias voltage)을 사용하였다. Keithley SMU238 및 BM7을 이용하여 constant current 모드로 10 100 mA/㎠로 스캔(scan)하여 이때 전압과 휘도를 측정하였다. ITO/CuPc(20nm)/BCDC(50nm)/Alq$_3$ (70nm)/LiF(1nm)/Al(200nm) 소자구조에서는 100 mA/㎠에서 휘도는 3500 cd/㎡였고 전압은 11.32 V였다. ITO/CuPc(20nm)/BCDC(50nm)/Alq$_3$ +1.5%C6(30nm)/Alq$_3$ (40nm)/LiF(1nm)/Al(200nm)의 C6-doped 소자구조 에서는 100 mA/㎠에서 휘도는 10290 cd/㎡였고 전압은 12.47 V였다.

물성 측정

(1) 광학적 특성 측정

실시예 1에서 제조한 정공수송층 재료를 PMMA와 1:10 (중량%)로 혼합하여 제조한 고분자 용액(용매:클로로벤젠)들을 quartz 위에 스핀 코팅하여 고분자 박막이 형성되도록 한 후, UV 흡수 피크와 PL 스펙트럼(photoluminescence spectrum)을 측정하였다. 각각의 측정 결과를 도 4 및 5에 나타내었고, BCDC의 경우 UV 흡수 피크는 238, 293, 306 및 340 ㎚였으며, 여기파장을 320 ㎚로 하여 측정한 PL 스펙트럼에서의 PL 최대 피크는 415 ㎚로 측정되었다.

(2) 열적 특성 측정

본 발명의 제조된 정공수송재료의 열적 특성을 살펴보기 위해 TGA(Thermogravimetric analysis)와 DSC(Differential Scanning Calorimetry)를 이용하였으며 질소분위기에서 10 ℃/min의 속도로 측정하였다. 각각의 측정 결과를 도 6 및 7에 나타내었다. BCDC의 경우 5 %의 중량 손실이 약 500 ℃ 근처에서 관측되었으며, 600 ℃근처에서 약 50 중량%의 잔존량을 보였다. 한편 DSC 측정 결과, 약 200 ℃ 근처에서 유리전이온도($T_g$)가 관측되었다. 따라서 종래의 정공수송층 재료로 사용되던 TPD[N,N'-bis(3-methyl-phenyl)-N,N'-diphenyl-(1,1'-biphenyl)-4,4'-diamine] 및 NPB의 경우보다 상당히 높은 $T_g$값이 측정되었음을 알 수 있었다($T_g$는 각각 60 ℃ 및 96 ℃).

(3) 전기발광 특성 측정

상기에서 제작한 EL device의 전기발광 특성을 평가하였다. 여기에서 사용된 소자 구성은 다음과 같다. 기본 소자는 ITO/CuPc(20nm)/BCDC(50nm) /Alq $_3$(70nm)/LiF(1nm)/Al(200nm)로 구성되었고, 비교 소자로는 ITO/CuPc(20nm)/NPB(50nm)/Alq $_3$(70nm)/LiF(1nm)/Al(200nm)로 구성되었다. 그리고 발광효율을 향상시키기 위하여 coumarin 6 (C6) Doped device를 사용하였는데 그 구조는 다음과 같다. 기본 소자는 ITO/CuPc(20nm)/BCDC(50nm)/Alq$_3$+1.5% C6(30nm)/Alq $_3$(40nm)/LiF(1nm)/Al(200nm)로 구성되었고, 비교 소자는 ITO/CuPc(20nm)/NPB(50nm)/Alq $_3$+1.5%C6(30nm)/Alq $_3$(40nm)/LiF(1nm)/Al(200nm)로 구성되었다. 도 8은 본 발명의 정공수송층 재료를 이용하여 제작된 전기 발광소자의 단면도이다. 발광은 Alq$_3$와 coumarin 6에서 비롯되었으며 발광층과 정공수송층과의 여기 복합체(exciplex) 현상은 관찰되지 않았다. 모두 균일한 면 발광을 보였으며, 우수한 정류 특성을 보였다.

도 9에서는 제작된 각각의 소자 구조들의 전류 밀도에 대한 휘도 곡선을 나타내었으며, 도 10에서는 전류 밀도에 대한 발광 효율(cd/A)곡선을 나타내었다. L-I efficiency를 비교해 본 결과, 낮은 전류 밀도(low current density)에서는 정공수송층으로 BCDC를 사용한 경우(4.0 cd/A)가 NPB를 사용한 경우(3.9 cd/A) 보다 그 효율이 다소 높았고, 반면 높은 전류 밀도(high current density)에서는 BCDC를 사용한 경우(3.5 cd/A)가 NPB를 사용한 경우(4.1 cd/A) 보다 상기 효율이 다소 낮게 나타났다. 이러한 특성은 coumarin 6를 도핑하여 사용한 소자의 경우에도 유사한 양상을 보였다. 즉 낮은 전류 밀도에서는 정공수송층으로 BCDC를 사용한 경우(11.3 cd/A)가 NPB를 사용한 경우(11.0 cd/A) 보다 L-I 효율이 다소 높았고, 높은 전류 밀도에서는 반대로 BCDC를 사용한 경우(10.3 cd/A)가 NPB를 사용한 경우(11.1 cd/A) 보다 상기 효율이 다소 낮았다. 한편 소자의 수명 측정을 한 결과 BCDC를 사용한 소자가 보다 나은 내구성과 재현성을 보였다. 이는 정공수송층으로 사용되는 화합물인 BCDC의 열안정성에 기인한 것이다.

## 발명의 효과

본 발명은 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질이 기본 분자 골격 구조를 이루고 있는 열안정성이 우수하고, 높은 유리전이온도 값을 가지며, 전기적 안정성이 우수한 유기 전기발광 소자용 정공수송성 화합물 및 그 제조 방법을 제공하며, 이로 인해 고효율의 발광 특성이 발현되고 수명이 연장된 유기 전기발광 소자가 제공되는 효과를 갖는다.

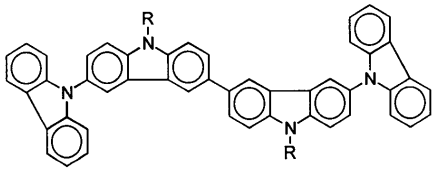
본 발명의 단순한 변형 내지 변경은 이 분야의 통상의 지식을 가진 자에 의하여 용이하게 실시될 수 있으며, 이러한 변형이나 변경은 모두 본 발명의 영역에 포함되는 것으로 볼 수 있다.

## (57) 청구의 범위

### 청구항 1.

6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl]이 기본 분자 골격 구조를 이루고, 하기 화학식(1)으로 표시되는 것을 특징으로 하는 열안정성이 우수한 유기 전기발광 소자용 정공수송성 화합물:

화학식 1



상기식에서 R은 H, 탄소수가 1 12개 사이인 지방족 알킬기, 가지난 알킬기 또는 고리형 알킬기, 또는 탄소수가 4 14개 사이인 방향족기(aromatic group)들이고, 여기에서 상기 방향족기에는 1개 이상의 알콕시 또는 아민이 치환가능함.

청구항 2.

정공수송층이 제1항의 화합물로 이루어지며, 양극/정공수송층/발광층/음극, 양극/버퍼층/정공수송층/발광층/음극, 양극/정공수송층/발광층/전자전달층/음극, 양극/버퍼층/정공수송층/발광층/전자전달층/음극, 양극/정공수송층/발광층/전자전달층/정공차단층/음극 및 양극/버퍼층/정공수송층/발광층/전자전달층/정공차단층/음극으로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 전기발광 소자.

청구항 3.

제2항에 있어서, 상기 버퍼층은 CuPc(cupper phthalocyanine), m-MTDATA, 폴리티오펜(polythiophene), 폴리아닐린(polyaniline), 폴리아세틸렌(polyacetylene), 폴리피롤(polypyrrole) 또는 폴리페닐렌비닐렌(PPV) 유도체인 것을 특징으로 하는 유기 전기발광 소자.

청구항 4.

제2항에 있어서, 상기 정공차단층은 LiF 또는 $MgF_2$인 것을 특징으로 하는 유기 전기발광 소자.

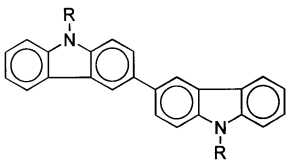
청구항 5.

제2항에 있어서, 상기 양극은 인듐 산화물(Indium oxide), 주석 산화물(Tin oxide), 아연 산화물(Zinc oxide) 또는 이들의 혼합체를 유리기판, PET, 폴리카보네이트(Polycarbonate) 또는 폴리이미드(Polyimide)와 같은 연질(Flexible) 기판에 입힌 것을 특징으로 한 유기 전기발광 소자.

청구항 6.

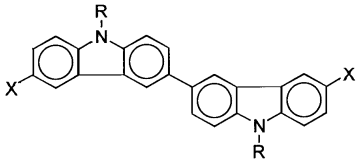
(ⅰ) N-치환-카아바졸을 클로로포름으로 용해시킨 후, 염화철 및 클로로포름의 현탁액에 용해시켜 하기 화학식(2)의 N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질(N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl)을 제조하고:

화학식 2



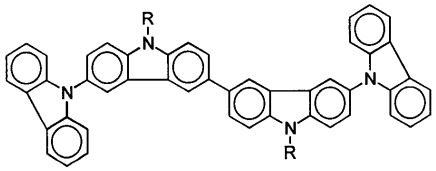
(ⅱ) 상기 (ⅰ) 단계에서 제조된 화합물 및 할로겐화물을 반응시켜 하기 화학식(3)의 N,N'-이치환-6,6'-디할로-3,3'-바이카아바질(N,N'-disubstituted-6,6'-dihalo -3,3'-bicarbazyl)을 제조하고:

화학식 3



(iii) 상기 (ii) 단계에서 제조된 화합물을 방향족 화합물을 용매로 한 용액에 용해시켜 최종 생성물인 하기 화학식(1)의 6,6'-비스(9H,9-카아바졸릴)-N,N'-이치환-3,3'-바이카아바질[6,6'-bis(9H,9-carbazolyl)-N,N'-disubstituted-3,3'-bicarbazyl]을 제조하는:

화학식 1



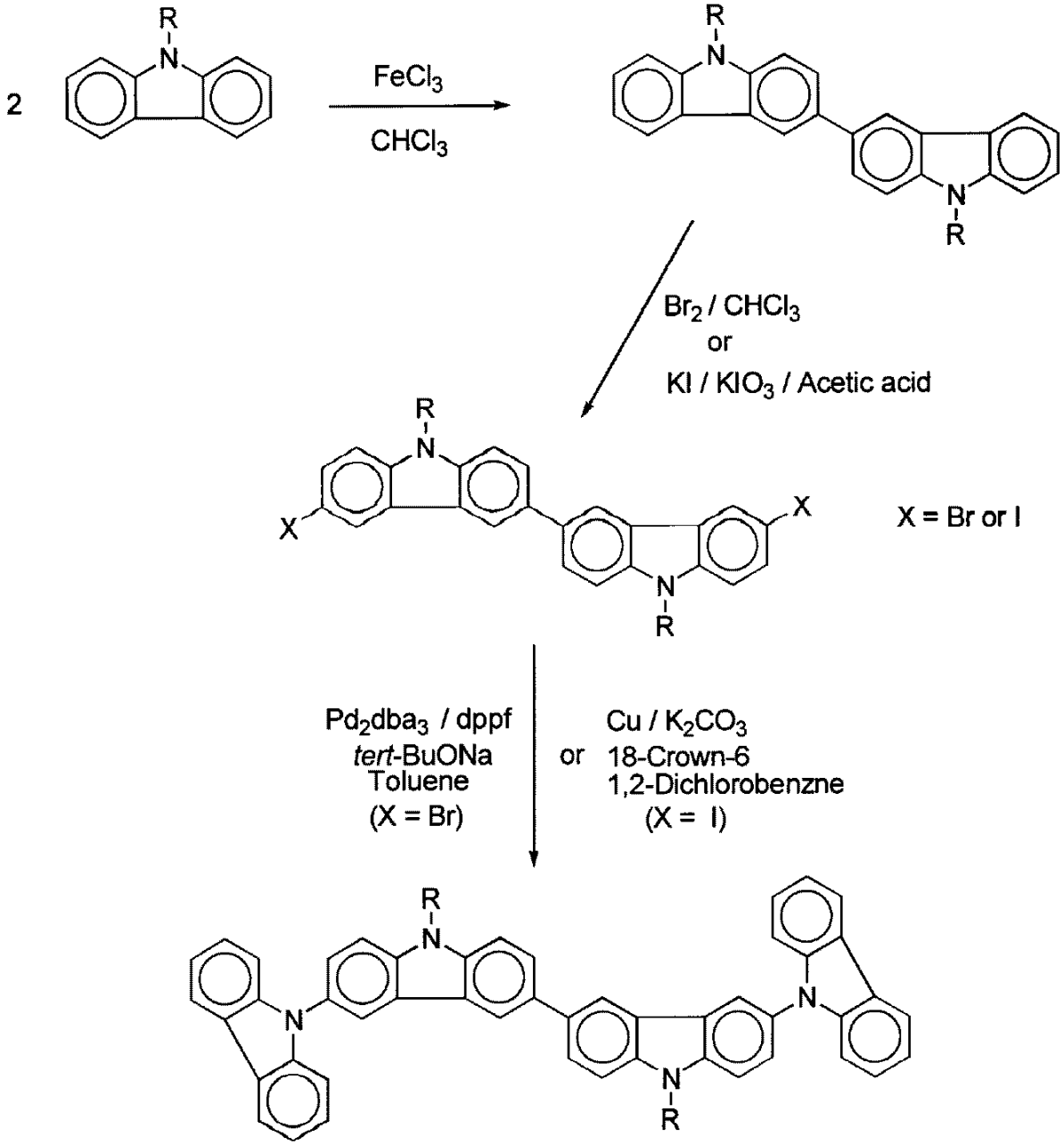
단계로 이루어지는 것을 특징으로 하는 열안정성이 우수한 유기 전기발광 소자용 정공수송성 화합물의 제조방법:

상기식에서 R은 H, 탄소수가 1 12개 사이인 지방족 알킬기, 가지난 알킬기 또는 고리형 알킬기, 또는 탄소수가 4 14개 사이인 방향족기(aromatic group)들이고, 여기에서 상기 방향족기에는 1개 이상의 알콕시 또는 아민이 치환가능하고, 그리고 X는 할로겐임.

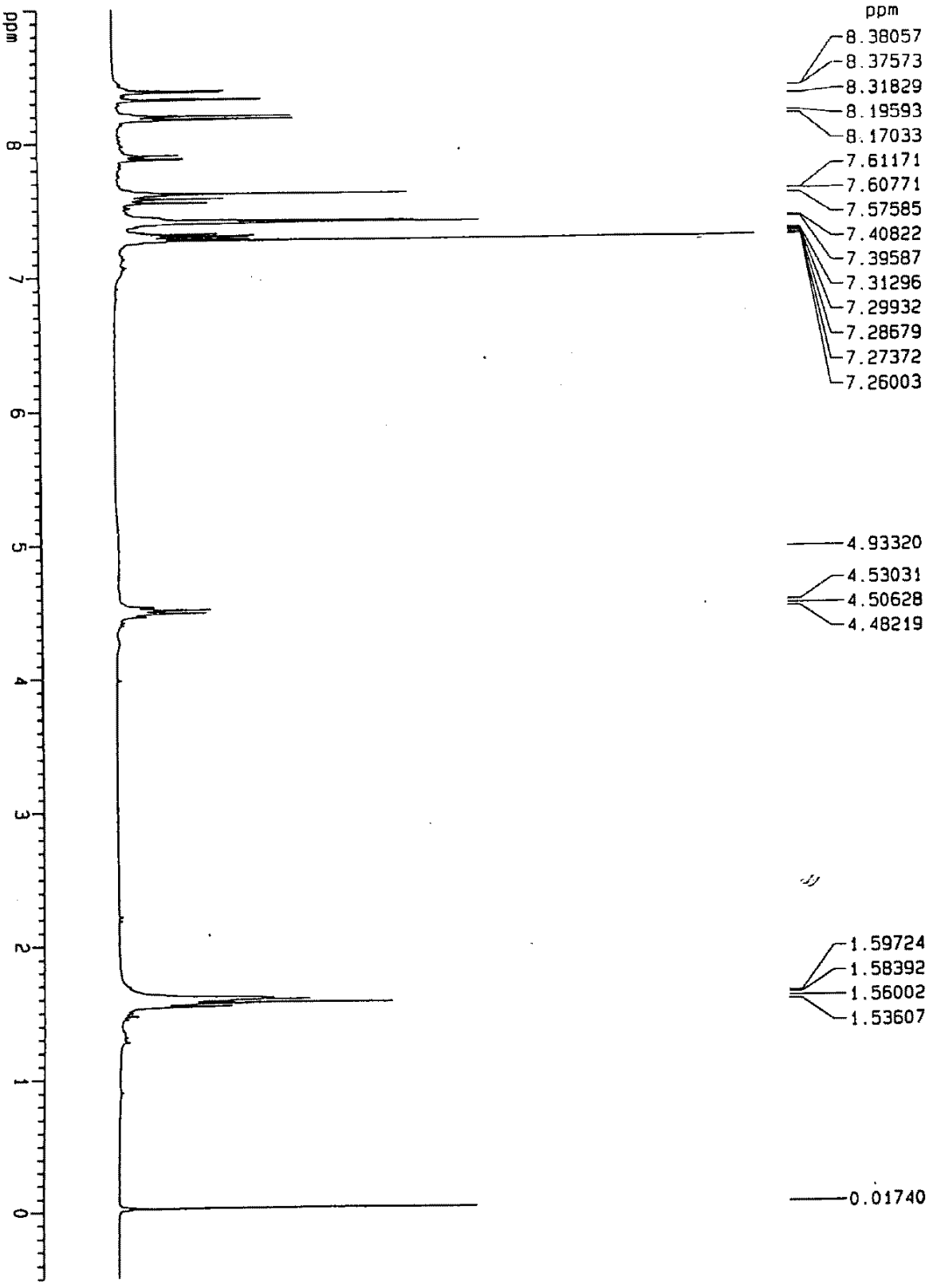
도면

도면 1

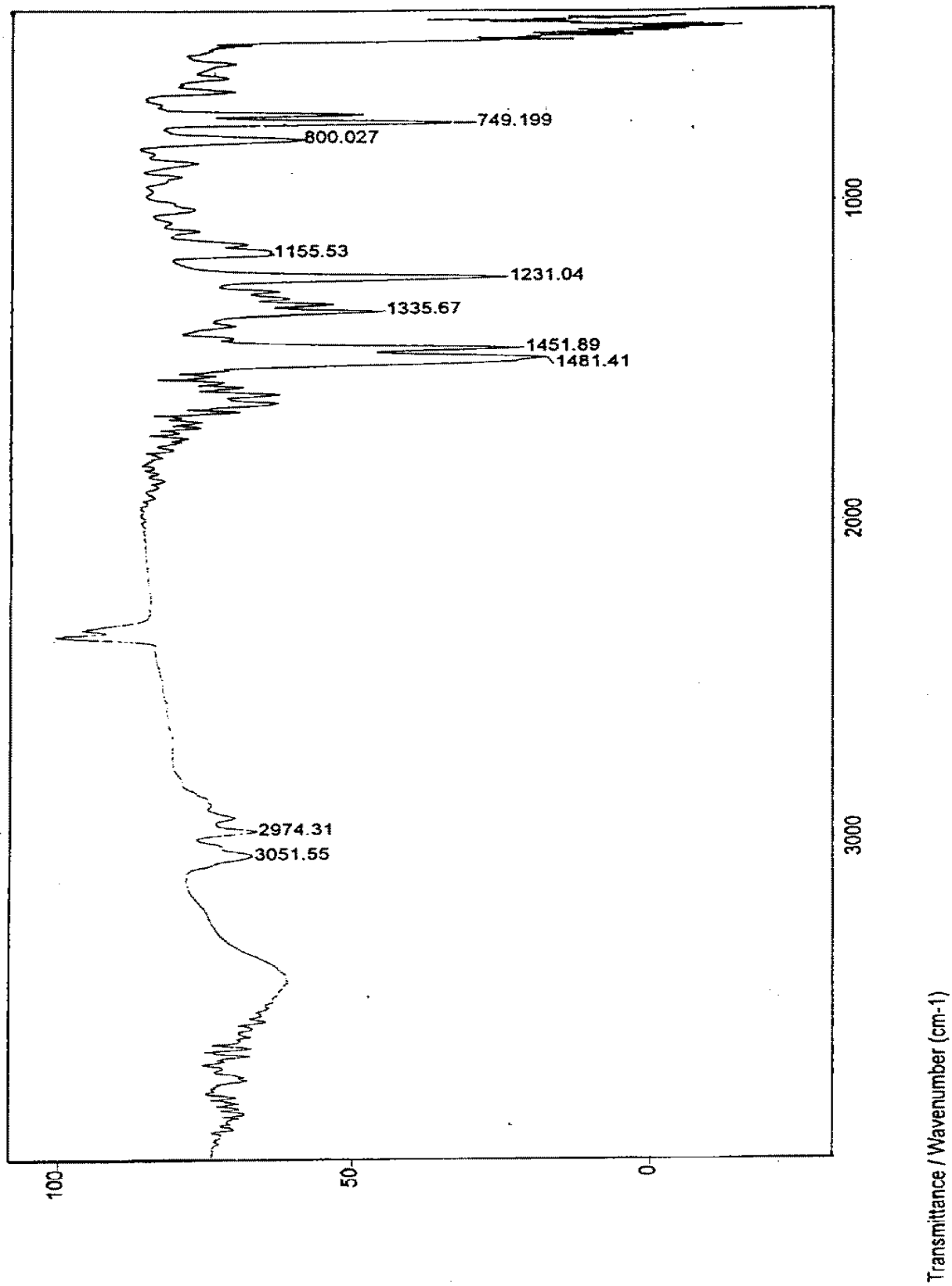
**Scheme 1**


2
FeCl3
CHCl3
Br2 / CHCl3
or
KI / KIO3 / Acetic acid
X = Br or I
Pd2dba3 / dppf
tert-BuONa
Toluene
(X = Br)
or
Cu / K2CO3
18-Crown-6
1,2-Dichlorobenzne
(X = I)

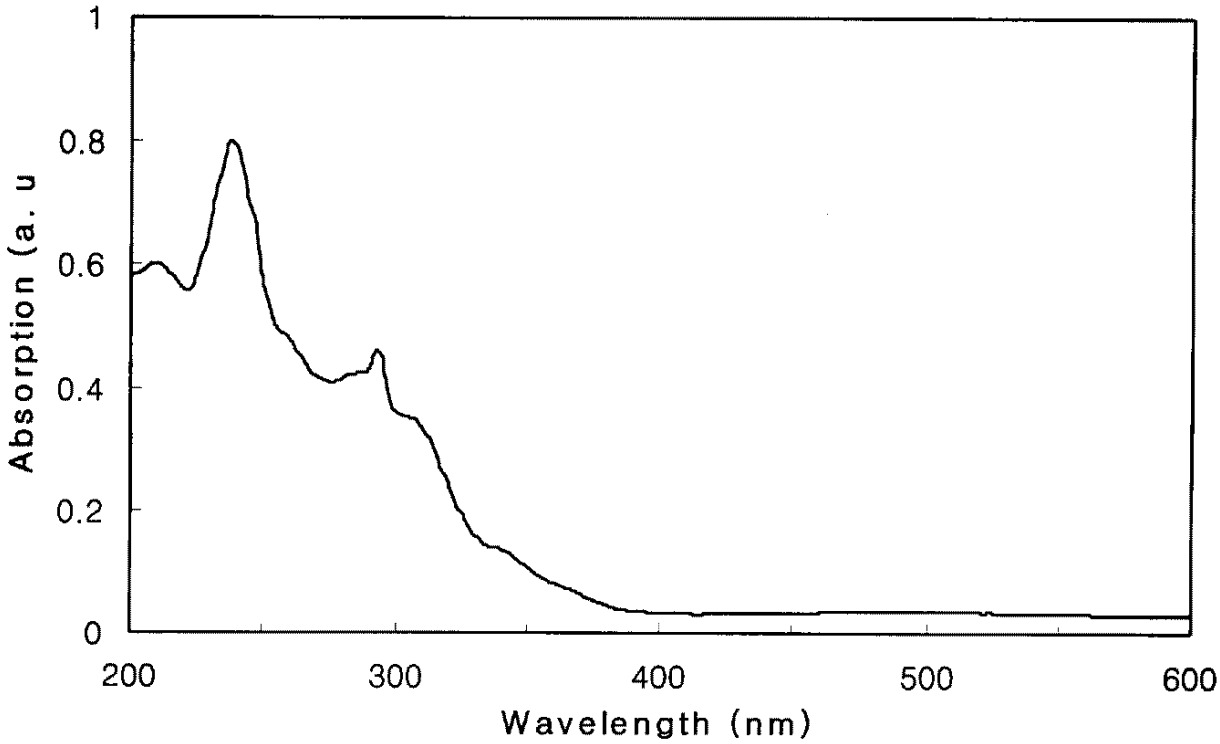
도면 2


ppm
8.38057
8.37573
8.31829
8.19593
8.17033
7.61171
7.60771
7.57585
7.40822
7.39587
7.31296
7.29932
7.28679
7.27372
7.26003
4.93320
4.53031
4.50628
4.48219
1.59724
1.58392
1.56002
1.53607
0.01740

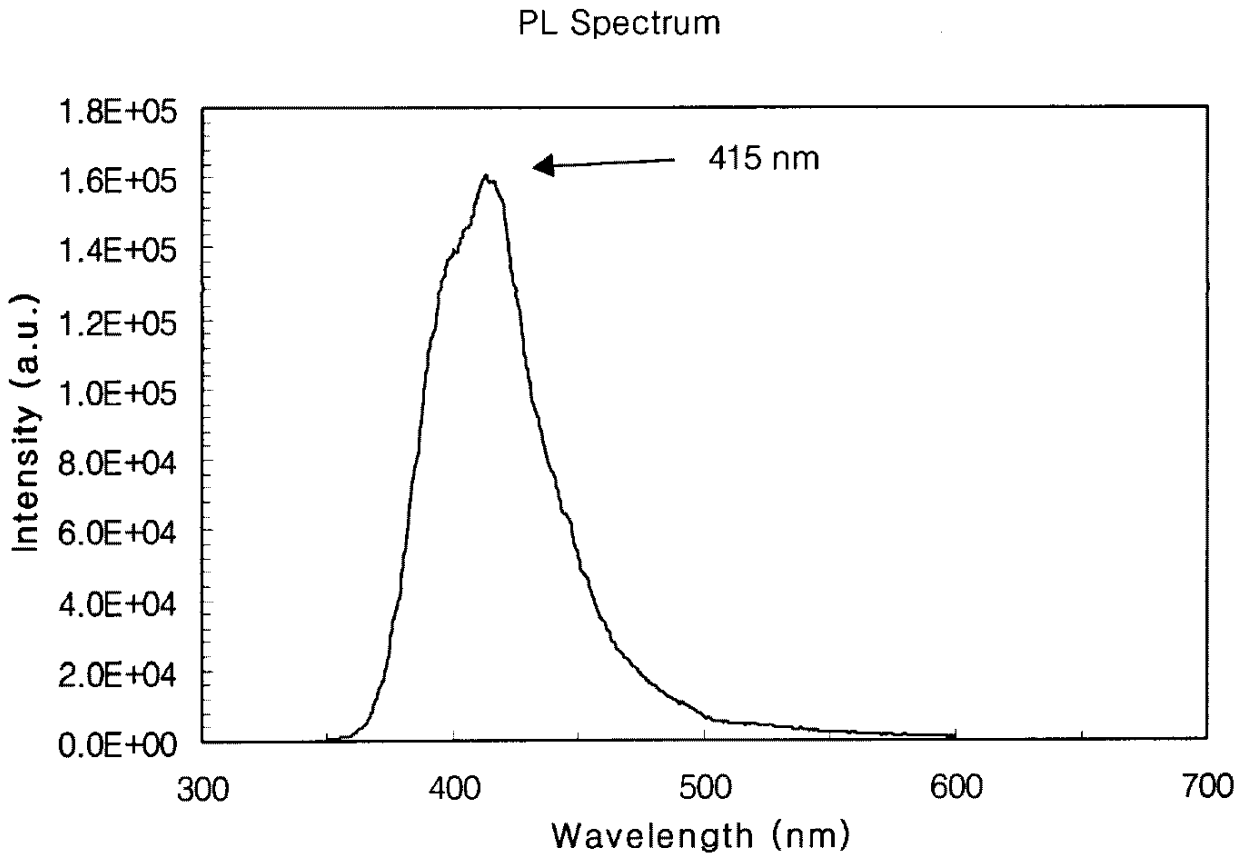
도면 3


749.199
800.027
1155.53
1231.04
1335.67
1451.89
1481.41
2974.31
3051.55
100
50
0
1000
2000
3000
Transmittance / Wavenumber (cm-1)

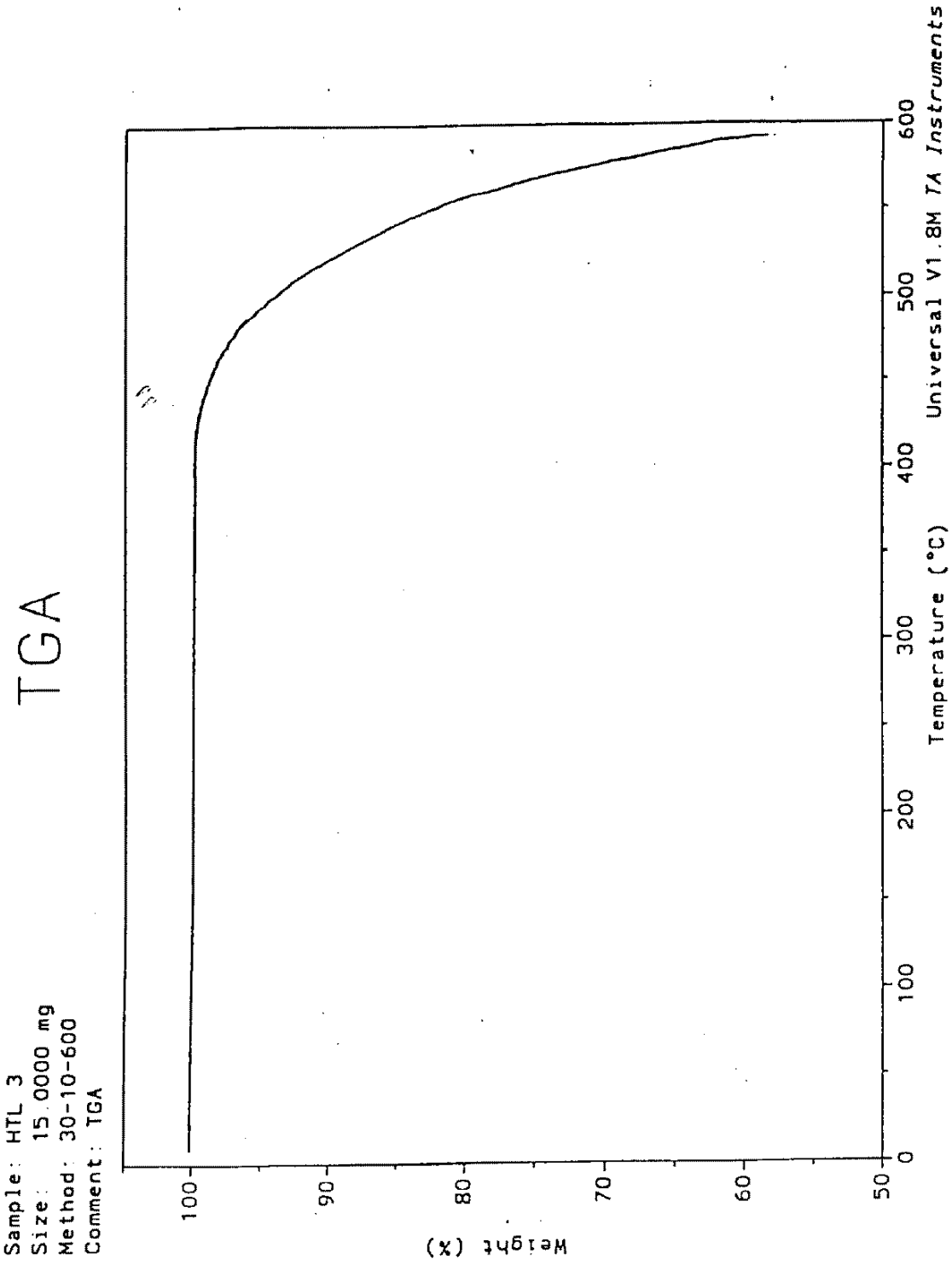
도면 4


Absorption (a. u
1
0.8
0.6
0.4
0.2
0
200
300
400
500
600
Wavelength (nm)

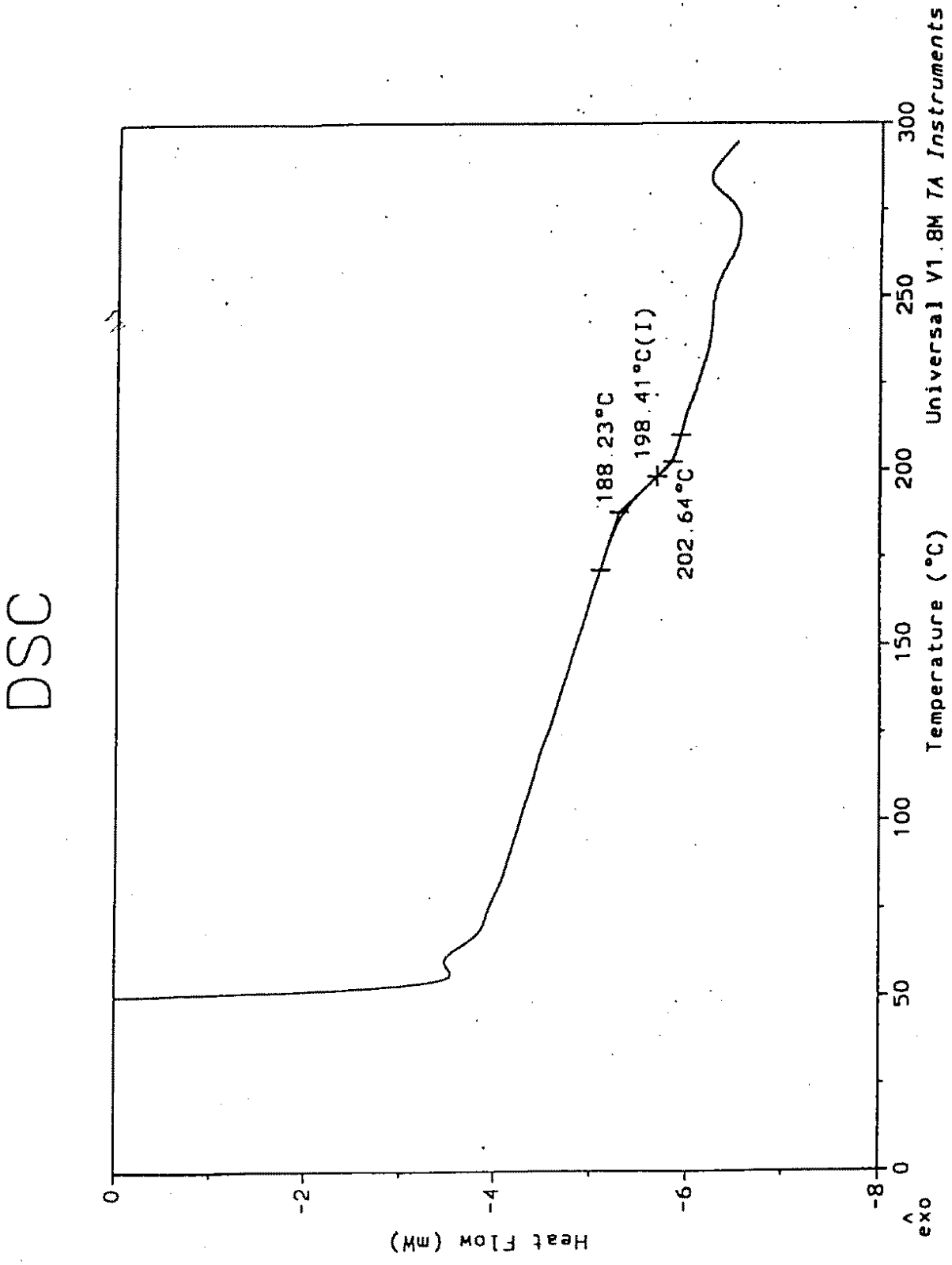
도면 5


PL Spectrum
Intensity (a.u.)
1.8E+05
1.6E+05
1.4E+05
1.2E+05
1.0E+05
8.0E+04
6.0E+04
4.0E+04
2.0E+04
0.0E+00
415 nm
300
400
500
600
700
Wavelength (nm)

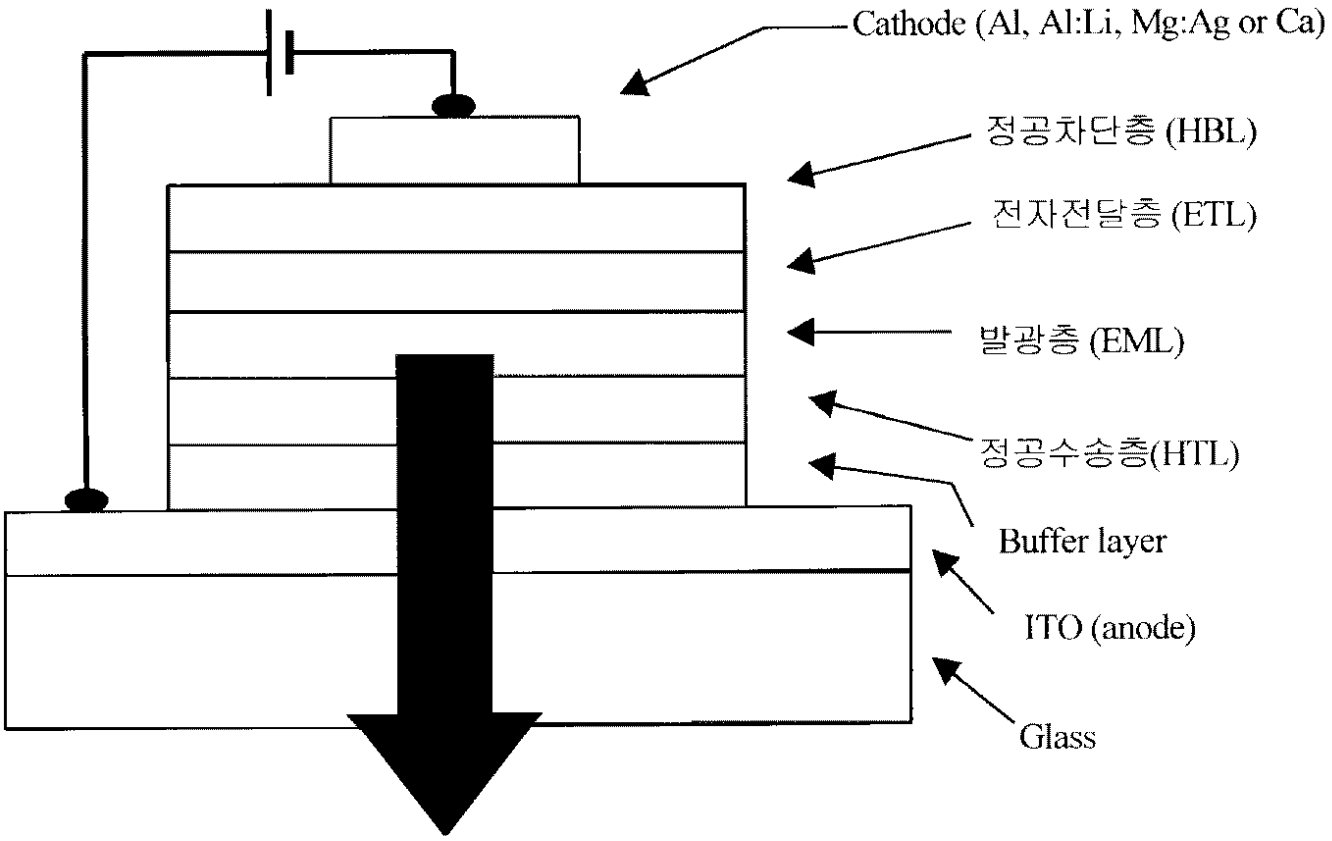
도면 6


TGA
Sample: HTL 3
Size: 15.0000 mg
Method: 30-10-600
Comment: TGA
Weight (%)
100
90
80
70
60
50
0
100
200
300
400
500
600
Temperature (°C)
Universal V1.8M TA Instruments

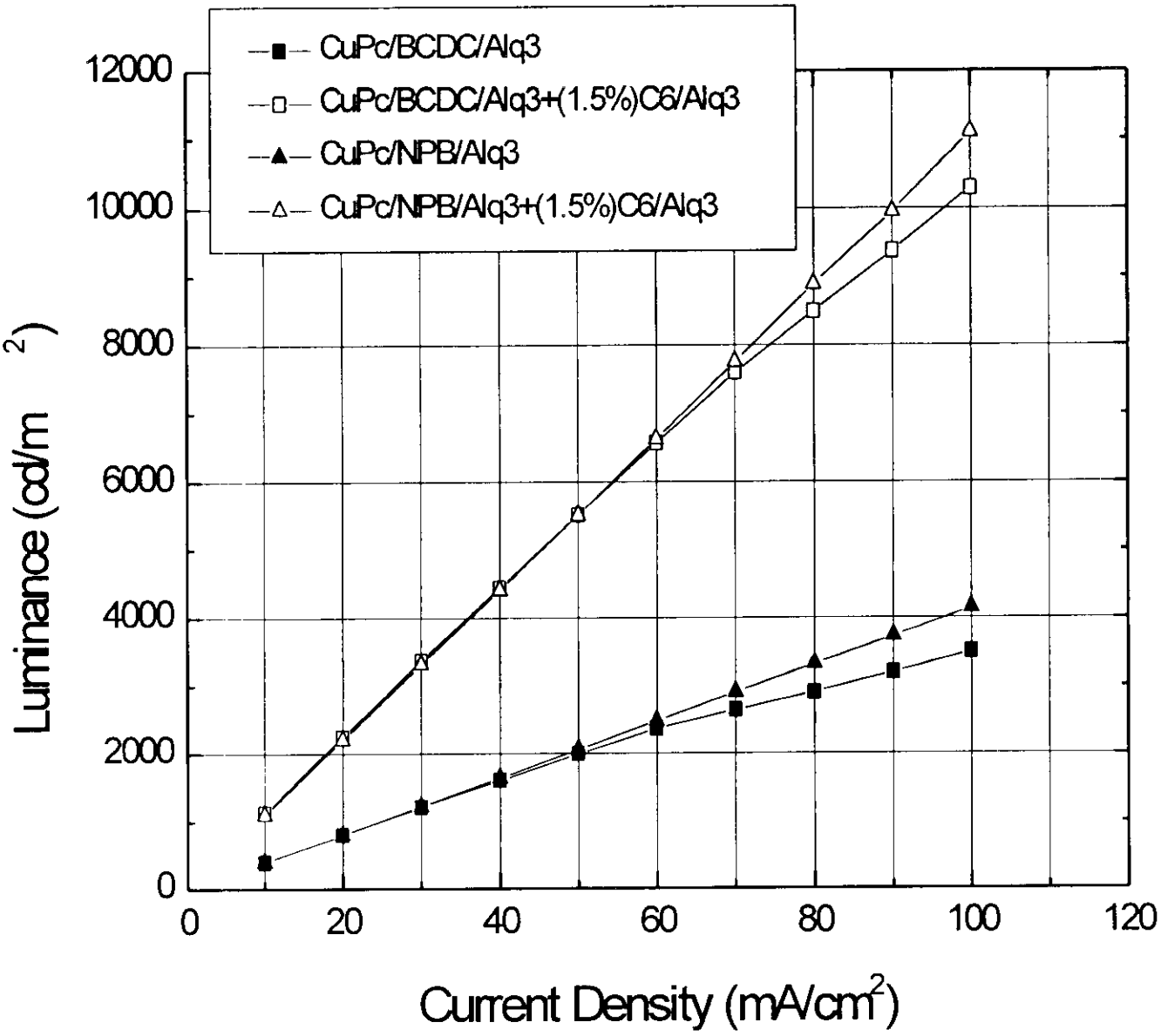
도면 7


DSC
Heat Flow (mW)
0
-2
-4
-6
-8
^exo
0
50
100
150
200
250
300
Temperature (°C)
Universal V1.8M TA Instruments
188.23°C
198.41°C(I)
202.64°C

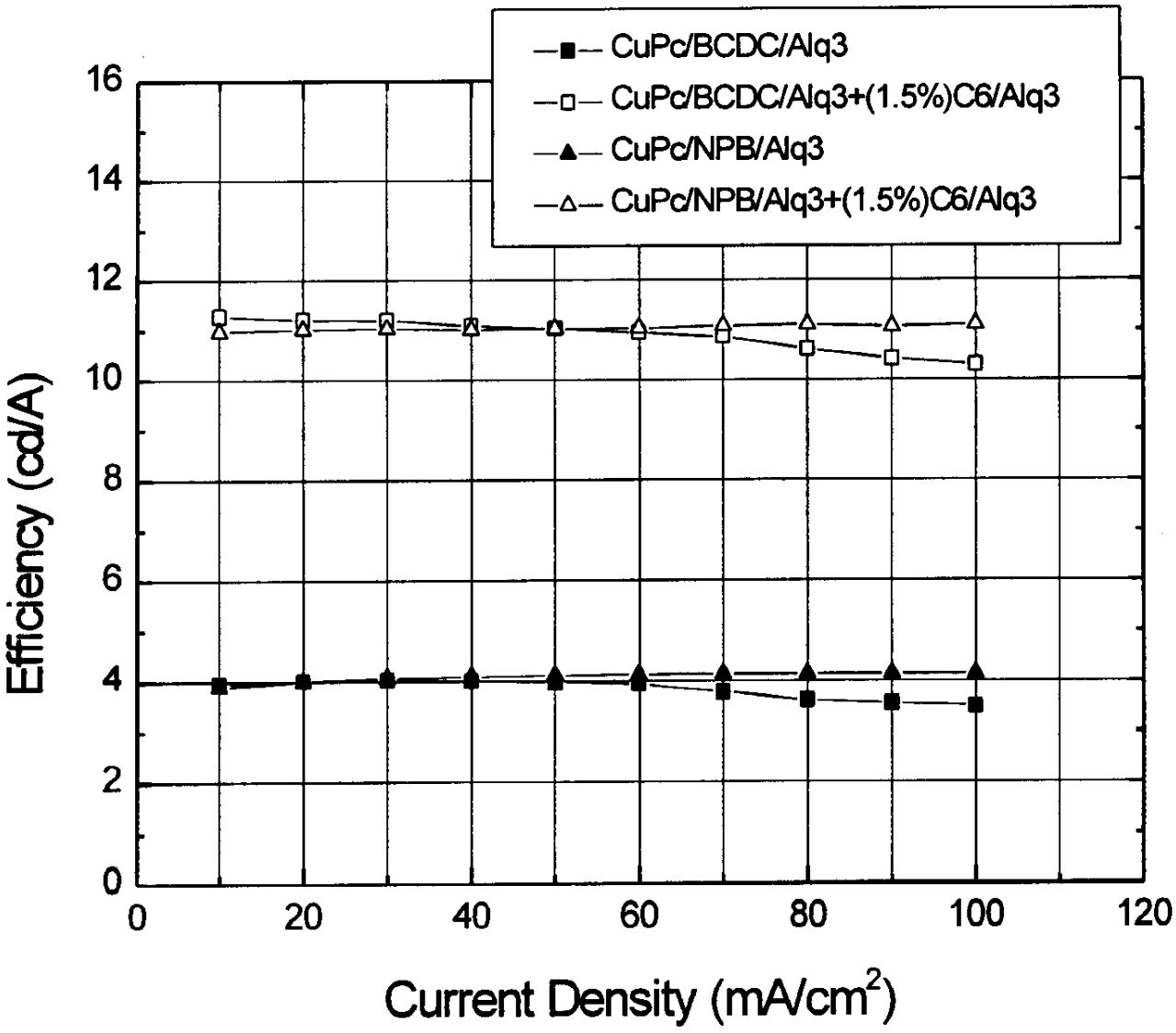
도면 8


Cathode (Al, Al:Li, Mg:Ag or Ca)
정공차단층 (HBL)
전자전달층 (ETL)
발광층 (EML)
정공수송층(HTL)
Buffer layer
ITO (anode)
Glass

도면 9


CuPc/BCDC/Alq3
CuPc/BCDC/Alq3+(1.5%)C6/Alq3
CuPc/NPB/Alq3
CuPc/NPB/Alq3+(1.5%)C6/Alq3
Luminance (cd/m2)
Current Density (mA/cm2)
0
2000
4000
6000
8000
10000
12000
0
20
40
60
80
100
120

도면 10


CuPc/BCDC/Alq3
CuPc/BCDC/Alq3+(1.5%)C6/Alq3
CuPc/NPB/Alq3
CuPc/NPB/Alq3+(1.5%)C6/Alq3
Efficiency (cd/A)
Current Density (mA/cm2)
0
2
4
6
8
10
12
14
16
0
20
40
60
80
100
120

| | | | |
|---|---|---|---|
| 专利名称(译) | 用于具有优异热稳定性的有机电致发光器件的空穴传输化合物及其制备方法 | | |
| 公开(公告)号 | KR1020010077773A | 公开(公告)日 | 2001-08-20 |
| 申请号 | KR1020000005814 | 申请日 | 2000-02-08 |
| 申请(专利权)人(译) | 三星SD眼有限公司 | | |
| 当前申请(专利权)人(译) | 三星SD眼有限公司 | | |
| [标]发明人 | LEE JIHOON<br>이지훈<br>KEE INSEO<br>기인서<br>CHO SUNGWOO<br>조성우<br>CHAE BYUNGHOON<br>채병훈 | | |
| 发明人 | 이지훈<br>기인서<br>조성우<br>채병훈 | | |
| IPC分类号 | H01L51/50 H01L51/30 C07D209/88 H05B H05B33/12 C09K C07D209/00 C09K11/06 H05B33/14 H05B33/22 H01L51/05 H01L H01L51/00 | | |
| CPC分类号 | H01L51/5012 H01L51/0072 C07D209/88 Y10S428/917 H01L2251/308 H01L51/0081 | | |
| 代理人(译) | CHOI，DUK KYU | | |
| 其他公开文献 | KR100346984B1 | | |
| 外部链接 | Espacenet | | |


摘要(译)

本发明涉及用于有机电致发光器件的空穴传输化合物及其制造方法。更具体地，它涉及空穴传输化合物的制备，其包含以下化学式（1），而6,6' - 双（9H，9-咔唑卷取物）-N，N' - 二取代-3,3' - bi car basils [6,6'-双（9H，9-咔唑基）-N，N'-二取代-3,3'-二咔唑基]到分子的基础框架：它与脂肪族烷基在其中成本R为化学式1中的H，式中碳原子数为1~12，其中兰烷基，环烷基或碳原子数为4~14的芳香族基团间隔。在芳族基团中，至少一个烷氧基或胺可以用这里取代。