

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2009-0036392
		(43) 공개일자 2009년04월14일
(51) Int. Cl.	(71) 출원인	
C09K 11/06 (2006.01)	(주)루디스	
(21) 출원번호 10-2007-0101558	경기 성남시 분당구 백현동 404-1	
(22) 출원일자 2007년10월09일	(72) 발명자	
심사청구일자 2007년10월09일	최대혁	
	경기 성남시 분당구 수내동 24 양지마을 510-1201	
	김동하	
	대구 달성군 화원읍 성산리 대백맨션 102-905	
	(뒷면에 계속)	
	(74) 대리인	
	장성구, 위정호	

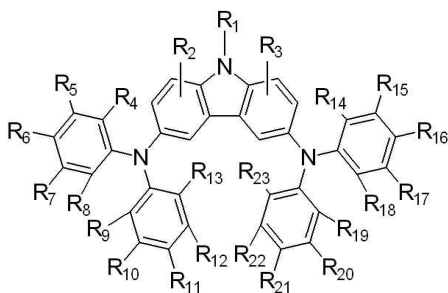
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 정공주입층/정공수송층 물질 및 이를 포함하는유기전계발광소자

(57) 요약

본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 정공주입층 물질 또는 정공수송층 물질 및 이를 포함하는 유기전계발광소자에 관한 것으로서, 화학식 1로 표시되는 화합물은 기존 물질에 비해 우수한 정공주입능 및 정공수송능을 나타내므로, 유기전계발광소자의 정공주입층 및/또는 정공수송층 물질로 사용되어 유기전계발광소자의 구동전압, 발광 효율 및 수명 특성을 현저히 개선시킬 수 있다:

화학식 1

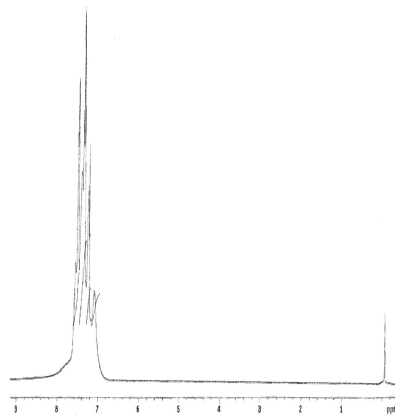


상기 화학식 1에서,

R₁은 S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₁₋₃₀의 알킬기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₁₋₁₀의 알킬기를 포함하는 C₅₋₃₀의 아릴기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₅₋₃₀의 아릴기; 및 C₅₋₃₀의 다환고리 방향족 화합물 중에 선택되며,

R₂ 내지 R₂₃은 각각 독립적으로 수소; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₁₋₃₀의 알킬기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₁₋₃₀의 알킬기를 포함하는 C₅₋₃₀ 아릴기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₅₋₃₀의 아릴기; 및 C₅₋₃₀의 다환고리 방향족 화합물 중에 선택되며, 상기 R₄ 내지 R₂₃중 인접한 2개의 기는 서로 결합하여 접합 방향족 고리를 형성할 수 있다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

김대성

경기 용인시 처인구 김량장동 현대아파트 101-601

박정철

경남 진해시 석동 355-3번지 락희빌라 301호

남현국

광주 북구 오치1동 1017-1 용운빌라 501호

홍철광

경기 광명시 철산2동 주공아파트 1105-409

박용욱

경기 안양시 동안구 갈산동 샘마을 우방아파트 50
8동 202호

유한성

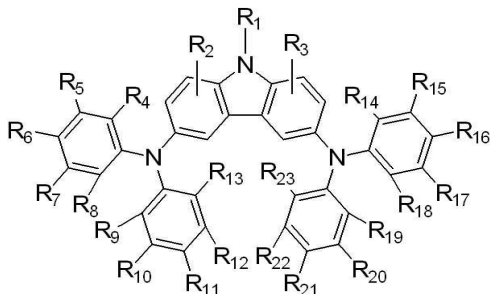
경기 안양시 동안구 귀인동 꿈마을 건영아파트
305-1002

특허청구의 범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 화합물:

화학식 1



상기 화학식 1에서,

R_1 은 S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C_{1-30} 의 알킬기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C_{1-10} 의 알킬기를 포함하는 C_{5-30} 의 아릴기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C_{5-30} 의 아릴기; 및 C_{5-30} 의 다환고리 방향족 화합물 중에 선택되며,

R_2 내지 R_{23} 은 각각 독립적으로 수소; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C_{1-30} 의 알킬기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C_{1-30} 의 알킬기를 포함하는 C_{5-30} 의 아릴기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C_{5-30} 의 아릴기; 및 C_{5-30} 의 다환고리 방향족 화합물 중에 선택되며, 상기 R_4 내지 R_{23} 중 인접한 2개의 기는 서로 결합하여 접합 방향족 고리를 형성할 수 있다.

청구항 2

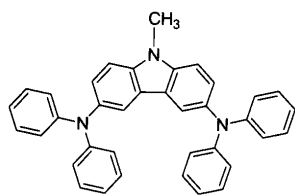
제 1 항에 있어서,

R_1 내지 R_{23} 중 하나 이상이 메틸, 에틸, 프로필, 페닐, 1-나프틸, 2-나프틸 및 바이페닐 중에서 선택되는 화합물.

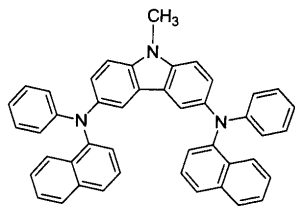
청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

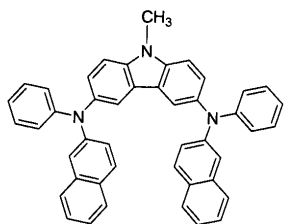
상기 화학식 1의 화합물이 하기 화합물 1 내지 18 중에서 선택되는 화합물:



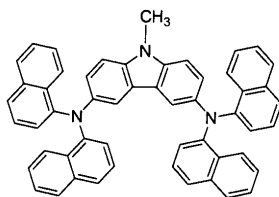
화합물 1



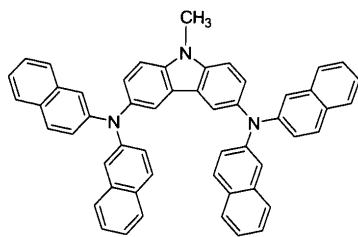
화합물 2



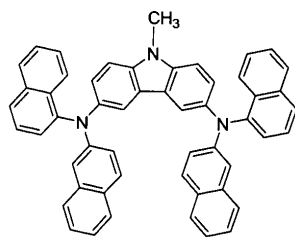
화합물 3



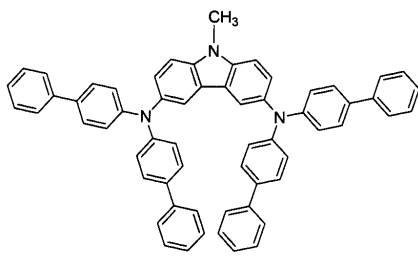
화합물 4



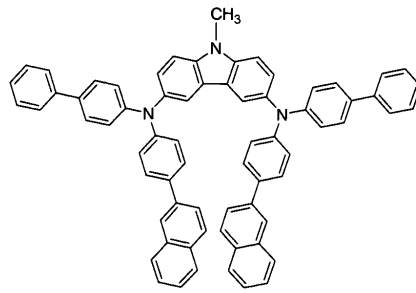
화합물 5



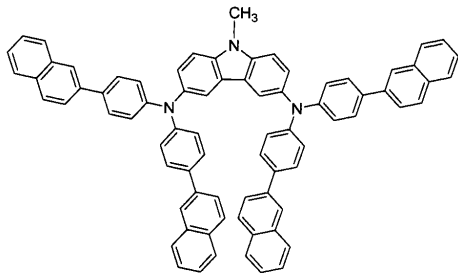
화합물 6



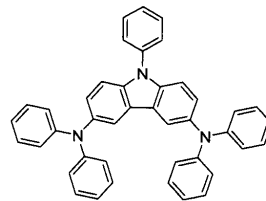
화합물 7



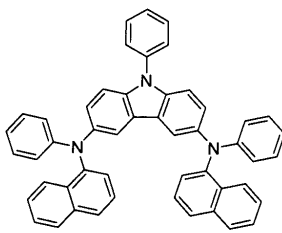
화합물 8



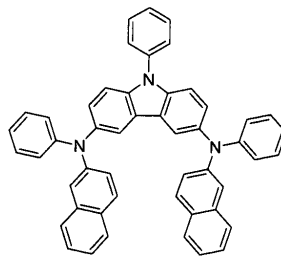
화합물 9



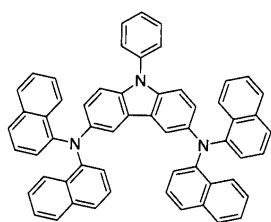
화합물 10



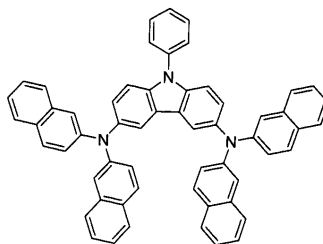
화합물 11



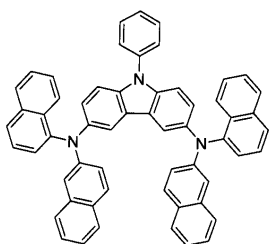
화합물 12



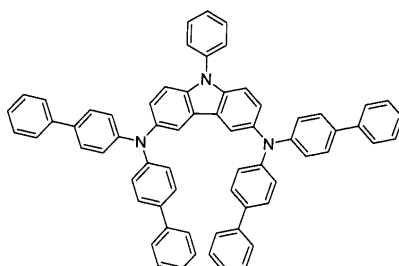
화합물 13



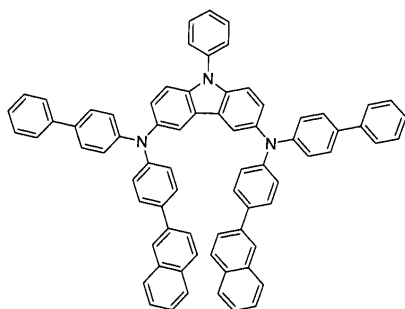
화합물 14



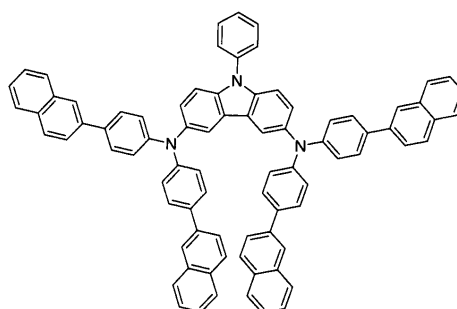
화합물 15



화합물 16



화합물 17



화합물 18

청구항 4

제 1 항에 따른 화합물을 함유하는 정공주입층.

청구항 5

제 1 항에 따른 화합물을 함유하는 정공수송층.

청구항 6

양극, 음극 및 두 전극 사이에 개재된 발광층을 포함하는 유기전계발광소자로서, 제 4 항에 따른 정공주입층, 제 5 항에 따른 정공수송층 또는 이들 모두를 포함하는 유기전계발광소자.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

양극, 정공주입층, 정공수송층, 발광층, 전자수송층, 전자주입층 및 음극이 순차적으로 적층된 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명은 정공주입층 및/또는 정공수송층 물질로 사용가능한 신규 물질, 및 이를 정공주입층 및/또는 정공수송층에 포함하는 유기전계발광소자에 관한 것이다.

배경 기술

- <2> 최근, 자체 발광형으로 저전압 구동이 가능한 유기전계발광소자는, 평판 표시소자의 주류인 액정디스플레이(LCD, liquid crystal display)에 비해, 시야각, 대조비 등이 우수하고 백라이트가 불필요하여 경량 및 박형이 가능하며 소비전력 측면에서도 유리하고 색 재현 범위가 넓어, 차세대 표시소자로서 주목을 받고 있다.
- <3> 일반적으로, 유기전계발광소자는 음극(전자주입전극)과 양극(정공주입전극), 및 상기 두 전극 사이에 유기층을 포함하는 구조를 갖는다. 이때, 유기층은 발광층(EML, light emitting layer) 이외에, 정공주입층(HIL, hole injection layer), 정공수송층(HTL, hole transport layer), 전자수송층(ETL, electron transport layer) 및 전자주입층(EIL, electron injection layer) 중 하나 이상을 포함할 수 있으며, 발광층의 발광특성상, 전자차단층(EBL, electron blocking layer) 및 정공차단층(HBL, hole blocking layer) 중 하나 이상을 추가로 포함할 수 있다. 양극/정공주입층/정공수송층/발광층/정공차단층/전자수송층/전자주입층/음극 순으로 적층된 구조를 갖는 일반적인 유기전계발광소자의 구조를 도 1에 나타내었다.
- <4> 이러한 구조의 유기전계발광소자에 전기장이 가해지면, 양극으로부터 정공이 주입되고, 음극으로부터 전자가 주입되어, 정공과 전자는 각각 정공수송층과 전자수송층을 거쳐 발광층에서 재조합(recombination)하게 되어 발광 여기자(exitons)를 형성한다. 형성된 발광여기자는 바닥상태(ground states)로 전이하면서 빛을 방출한다. 발광 상태의 효율과 안정성을 증가시키기 위하여, 발광 색소(도펀트)를 발광층(호스트)에 도핑하기도 한다.
- <5> 유기전계발광소자의 정공주입층 및/또는 정공수송층에 사용되는 물질로서 카바졸 유도체가 다양하게 알려져 있다.
- <6> [문헌 1] US 6979414(Idemitsu Kosan Corporation) 2005. 12. 27.
- <7> [문헌 2] US 6670054(Xerox Corporation) 2003. 12. 30.
- <8> [문헌 3] US 6660410(Idemitsu Kosan Corporation) 2003. 12. 9.
- <9> [문헌 4] KR 10-0351234(주식회사 비스툼) 2002. 8. 21.
- <10> [문헌 5] KR 10-0346984(SDI Corporation) 2002. 7. 19.
- <11> [문헌 6] US 5591554(Xerox Corporation) 1997. 1. 7.
- <12> [문헌 7] US 4521605(Hodogaya Chemical Corporation) 1985. 1. 4.
- <13> 그러나, 이제까지 알려진 카바졸 유도체를 포함하는 정공주입층 또는 정공수송층을 이용한 유기전계발광소자의 경우 높은 구동전압, 낮은 효율 및 짧은 수명으로 인해 실용화하는 데에 많은 어려움이 있었다. 이에, 카바졸 유도체를 이용한 다양한 종류의 정공주입층 또는 정공수송층 물질을 이용하여 저전압구동, 고효율 및 긴 수명을 갖는 유기전계발광소자를 개발하려는 노력이 지속되어 왔다.

발명의 내용

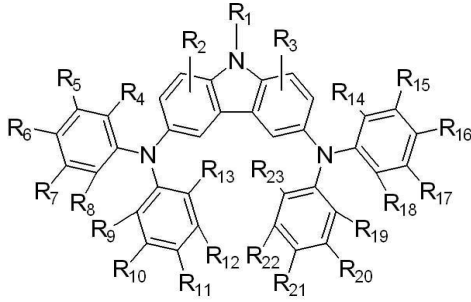
해결 하고자하는 과제

- <14> 따라서, 본 발명의 목적은 우수한 정공주입능 및 정공수송능을 가져 유기전계발광소자의 구동전압, 발광효율 및 수명 특성을 현저히 개선시킬 수 있는 정공주입층/정공수송층 물질, 및 이를 포함하는 유기전계발광소자를 제공하는 것이다.

과제 해결수단

- <15> 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 화합물을 제공한다:

<16> 화학식 1



<17>

<18> 상기 화학식 1에서,

<19> R₁은 S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₁₋₃₀의 알킬기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₁₋₁₀의 알킬기를 포함하는 C₅₋₃₀의 아릴기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₅₋₃₀의 아릴기; 및 C₅₋₃₀의 다환고리 방향족 화합물 중에 선택되며,

<20> R₂ 내지 R₂₃은 각각 독립적으로 수소; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₁₋₃₀의 알킬기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₁₋₃₀의 알킬기를 포함하는 C₅₋₃₀의 아릴기; S, N, O, P 및 Si 중 하나 이상의 헤테로 원자를 함유하거나 함유하지 않는 C₅₋₃₀의 아릴기; 및 C₅₋₃₀의 다환고리 방향족 화합물 중에 선택되며, 상기 R₄ 내지 R₂₃중 인접한 2개의 기는 서로 결합하여 접합 방향족 고리를 형성할 수 있다.

<21> 상기 화학식 1에서, R₁ 내지 R₂₃은 바람직하게는 메틸, 에틸, 프로필, 페닐, 1-나프틸, 2-나프틸, 바이페닐 등이다.

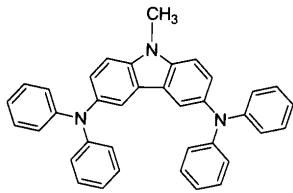
<22> 또한, 본 발명은 상기 화학식 1의 화합물을 정공주입층 및/또는 정공수송층에 포함하는 유기전계발광소자를 제공한다.

효 과

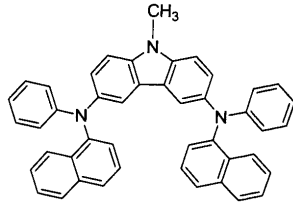
<23> 본 발명의 화합물은 기존 물질에 비해 우수한 정공주입능 및 정공수송능을 가지므로, 유기전계발광소자의 정공주입층/정공수송층 물질로 사용되어 유기전계발광소자의 구동전압, 발광효율 및 수명 특성을 현저히 개선시킬 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

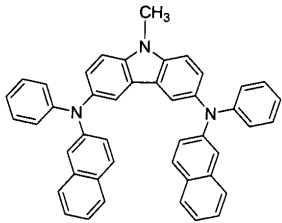
<24> 상기 화학식 1로 표시되는 알킬- 및 아릴-치환된 카바졸 유도체의 구체적인 예로서 하기 화합물 1 내지 18을 들 수 있다.



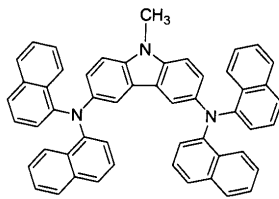
화합물 1



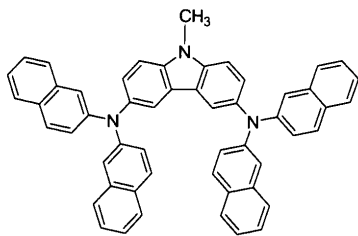
화합물 2



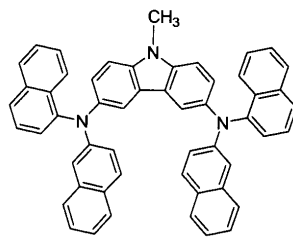
화합물 3



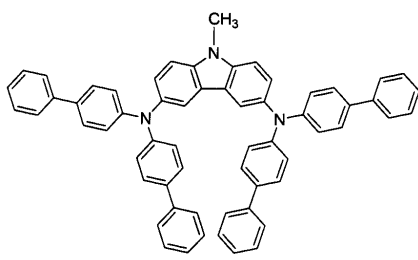
화합물 4



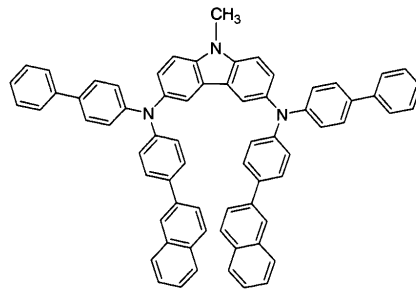
화합물 5



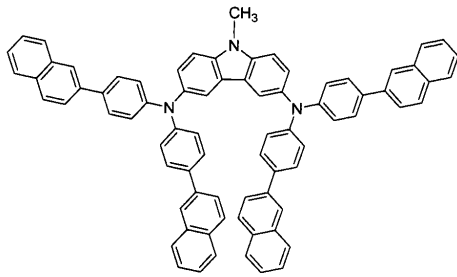
화합물 6



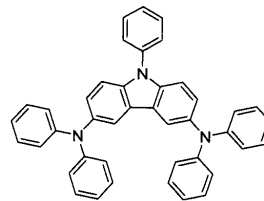
화합물 7



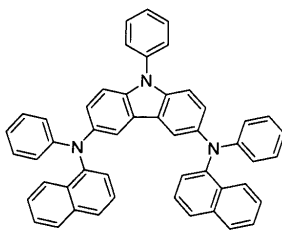
화합물 8



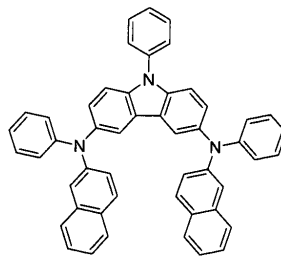
화합물 9



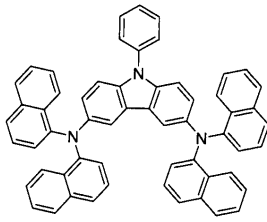
화합물 10



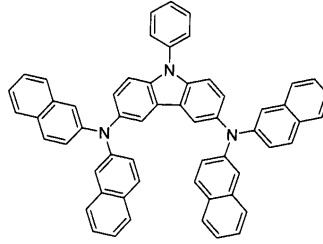
화합물 11



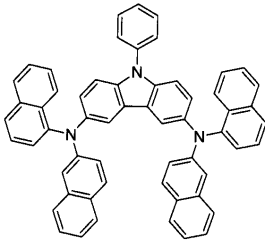
화합물 12



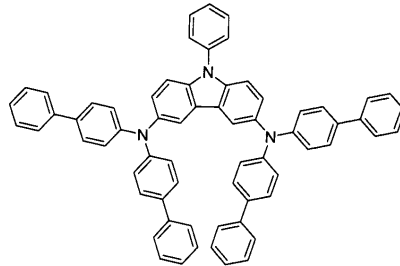
화합물 13



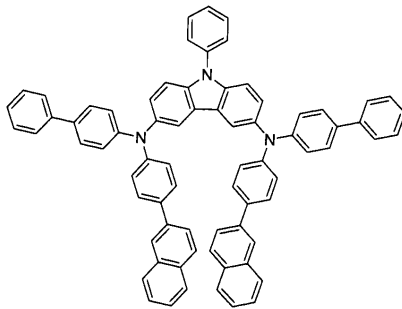
화합물 14



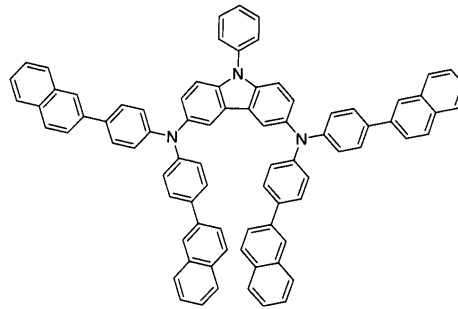
화합물 15



화합물 16



화합물 17



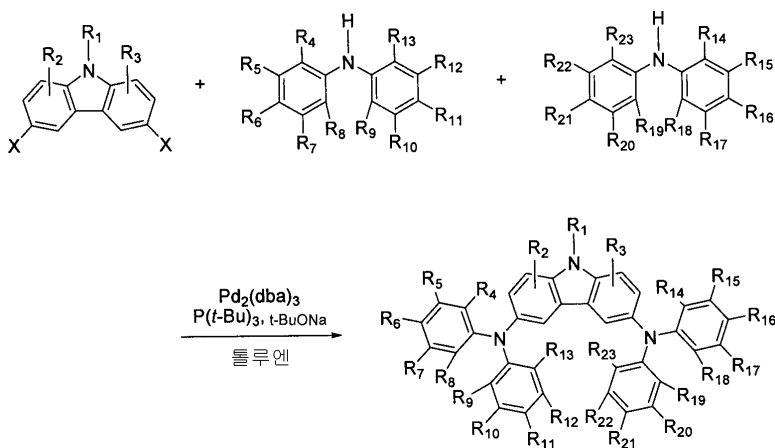
화합물 18

<27>

<28>

본 발명에 따른 화학식 1의 화합물은 방향족 붕소 화합물과 방향족 할로젠 화합물을 탄소-탄소 짝지음 반응 중 널리 알려진 부쉬발드-하르트위그(Buchwald-Hartwig) 아민반응을 통해 제조할 수 있다. 예를 들어, 하기 반응식 1에 나타난 바와 같이 본 발명의 화학식 1의 화합물을 제조할 수 있다.

반응식 1



<29>

<30>

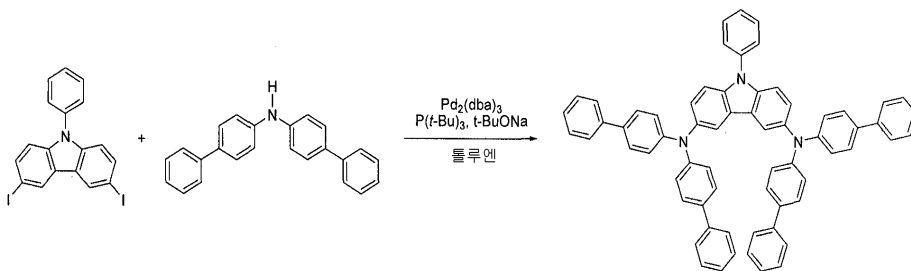
상기 식에서,

- <31> R₁ 내지 R₂₃은 상기 정의한 바와 같고,
- <32> X는 할로겐 원자이며, 바람직하게는 I 또는 Br이다.
- <33> 또한, 본 발명은, 상기 화학식 1의 화합물이 전자주입층 및/또는 전자수송층 형성용 물질로서 사용되는 유기전계발광소자를 제공한다.
- <34> 본 발명의 유기전계발광소자는 양극(정공주입전극), 상기 화학식 1의 화합물을 함유하는 정공주입층(HIL) 및/또는 정공수송층(HTL), 발광층(EML) 및 음극(전자주입전극)이 순차적으로 적층된 구조를 가지며, 바람직하게는, 양극과 발광층 사이에 전자차단층(EBL)을, 그리고 음극과 발광층 사이에 전자수송층(ETL), 전자주입층(EIL) 또는 정공차단층(HBL)을 추가로 포함할 수 있다.
- <35> 양극/정공주입층/정공수송층/발광층/정공차단층/전자수송층/전자주입층/음극 순으로 기판 위에 적층된 유기전계발광소자의 구조를 도 1에 나타내었다.
- <36> 하기에서는 유기전계발광소자의 일반적인 제조방법을 설명한다.
- <37> 먼저, 기판 표면에 양극용 물질을 통상적인 방법으로 코팅하여 양극을 형성한다. 이때, 사용되는 기판은 투명성, 표면 평활성, 취급 용이성 및 방수성이 우수한 유리 기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 또한, 양극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화인듐아연(IZO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO) 등이 사용될 수 있다.
- <38> 다음으로, 상기 양극 표면에 정공주입층(HIL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 정공주입층을 형성한다. 이때, 정공주입층 물질로서 상기 화학식 1의 화합물을 사용하며, 화학식 1의 화합물과 함께 사용될 수 있는 정공주입층 물질로는 특별히 제한되지 않는다. 이러한 화학식 1의 화합물과 함께 사용될 수 있는 정공주입층 물질로는 구리 프탈로시아닌(CuPc), 4,4',4"-트리스(3-메틸페닐아미노)트리페닐아민(m-MTDATA), 4,4',4"-트리스(3-메틸페닐아미노)페녹시벤젠(m-MTDAPB), 스타버스트(starburst)형 아민류인 4,4',4"-트리(N-카바졸릴)트리페닐아민(TCTA), 4,4',4"-트리스(N-(2-나프틸)-N-페닐아미노)-트리페닐아민(2T-NATA) 또는 이데미츠사(Idemitsu)에서 구입가능한 IDE406을 들 수 있다.
- <39> 상기 정공주입층 표면에 정공수송층(HTL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 정공수송층을 형성한다. 이때, 정공수송층 물질로서 상기 화학식 1의 화합물을 사용하며, 화학식 1의 화합물과 함께 사용될 수 있는 정공수송층 물질로는 특별히 제한되지 않는다. 이러한 화학식 1의 화합물과 함께 사용될 수 있는 정공수송층 물질로는 비스(N-(1-나프틸-n-페닐))벤지딘(α -NPD), N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐-벤지딘(NPB) 또는 N,N'-디페닐-N,N'-비스(3-메틸페닐)-1,1'-디페닐-4,4'-디아민(TPD)을 들 수 있다.
- <40> 상기 정공수송층 표면에 발광층(EML) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 발광층을 형성한다. 이때, 사용되는 발광층 물질 중 호스트 물질은 특별히 제한되지 않으며, 그 예로서 트리스(8-퀴놀리놀라토)알루미늄(Alq₃)을 들 수 있다. 발광층 물질 중 발광 호스트와 함께 사용되는 도펀트(dopant)는 특별히 제한되지 않으며, 형광 도펀트의 예로는 이데미츠사(Idemitsu)에서 구입 가능한 IDE102, IDE105, 또는 C-545T(녹색 형광 도펀트로서 "2,3,6,7-테트라하이드로-1,1,7,7-테트라메틸-1H,5H,11H-10-(2-벤조티아졸릴)퀴놀리지노-[9,9a,1gh]쿠마린")을 들 수 있고, 인광 도펀트의 예로는 트리스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(Ir(ppy)₃), 이리듐(III) 비스[(4,6-디플루오로페닐)피리디나토-N,C-2']피콜린산염(FIrpic)(참조문헌[Chihaya Adachi etc. *Appl. Phys. Lett.*, **2001**, *79*, pp.3082-3084]), 플라티늄(II) 옥타에틸포르피린(PtOEP), TBE002(코비온사) 등을 들 수 있다.
- <41> 상기 발광층 표면에 전자수송층(ETL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 전자수송층을 형성한다. 이때, 사용되는 전자수송층 물질은 특별히 제한되지 않으며, 그 예로서 트리스(8-퀴놀리놀라토)알루미늄(Alq₃)을 들 수 있다.
- <42> 선택적으로는, (8-퀴놀리놀라토)리튬(Liq), 비스(8-하이드록시-2-메틸퀴놀리놀라토)-알루미늄 비페녹사이드(BAlq), 바췌쿠프로인(Bathocuproine, BCP) 및 LiF와 같은 정공차단층(HBL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 및 스핀 코팅하여 발광층과 전자수송층 사이에 정공차단층을 형성하고 발광층에 인광 도펀트를 함께 사용함으로써, 삼중항 여기자 또는 정공이 전자수송층으로 확산되는 현상을 방지할 수 있다. 이때, 사용되는 정공차단층 물질은 특별히 제한되지는 않는다.

- <43> 상기 전자수송층 표면에 전자주입층(EIL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 전자주입층을 형성한다. 이때, 사용되는 전자주입층 물질은 특별히 제한되지 않으며, 그 예로는 LiF, Liq, Li₂O, BaO, NaCl, CsF 등의 물질을 들 수 있다.
- <44> 마지막으로, 상기 전자주입층(EIL) 표면에 음극용 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착하여 음극을 형성한다. 이때, 사용되는 음극용 물질의 예로는 리튬(Li), 알루미늄(Al), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘(Ca), 마그네슘(Mg), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag) 등을 들 수 있다. 또한, 전면 발광 유기전계소자의 경우 ITO 또는 IZO를 사용하여 빛이 투과할 수 있는 투명한 음극을 형성할 수도 있다.
- <45> 본 발명에 따른 유기전계발광소자는 상술한 바와 같은 순서, 즉 양극/정공주입층/정공수송층/발광층/정공차단층/전자수송층/전자주입층/음극 순으로 제조하여도 되고, 그 반대로 음극/전자주입층/전자수송층/정공차단층/발광층/정공수송층/정공주입층/양극의 순서로 제조하여도 무방하다.
- <46> 본 발명의 카바졸 유도체는 우수한 정공주입능 및 정공수송능을 가져 유기전계발광소자의 정공주입층/정공수송층 물질로서 유용하게 사용될 수 있다.
- <47> 이하 본 발명을 하기 실시예에 의거하여 좀 더 상세하게 설명하고자 한다. 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하기 위한 것일 뿐 본 발명을 한정하고자 하는 것은 아니다.

<48> 실시예

<49> 실시예 1: 화합물 16(3,6-비스(N, N-다이바이페닐아미노)-9-페닐-9H-카바졸)의 합성



- <50>
- <51> 1L들이의 2구 둥근 바닥 플라스크에 3,6-다이아이오도-9-페닐-9H-카바졸(5 g, 10 mmol)과 비스(바이페닐-4-일)-아민(7.1 g, 22 mmol), Pd₂(dba)₃(0.5 g, 0.5 mmol), P(t-Bu)₃(0.05 g, 0.5mmol), t-BuONa (2.1 g, 22mmol)를 넣은 후 톨루엔 500 mL를 가한다. 위의 반응 혼합물을 120 °C에서 6시간 동안 교반하였다. 다이클로로메탄으로 추출한 후 무수황산마그네슘을 이용하여 유기 용매 안에 포함되어 있는 수분을 제거하고 유기 용매를 농축하였다. 오일 상태의 생성물을 헥산과 아세톤 용매를 사용하여 침전시켜 침전물을 수득하였다. 이렇게 수득된 침전물을 다시 톨루엔 용매를 사용하여 용해시킨 후 여과하였다. 여과한 용액을 농축시킨 후 낮은 온도에서 서서히 재침전을 시켜 5.56 g의 화합물 16을 수득하였다.

- <52> 수율 : 64 %

- <53> ¹H-NMR(CDCl₃) δ 7.8 ~ 6.8(m, 47H).

- <54> 상기 실시예 1에서 수득한 화합물 16에 대해서, 핵자기 공명(NMR) 스펙트럼을 도 2에, UV-Vis 스펙트럼을 도 3에, 광발광(PL, photoluminescence) 스펙트럼을 도 4에, 열중량분석(TGA, thermogravimetric analysis) 그래프를 도 5에, 시차 주사 열량계(DSC, differential scanning calorimeter) 그래프를 도 6에 각각 나타내었다.

<55> 시험예 1: 본 발명에 따른 화합물 16을 정공주입층용 물질로서 사용한 유기전계발광소자의 제작 및 물성 측정

- <56> 한편, 화합물 16을 정공주입층 물질로 사용하여 통상적인 방법에 따라 유기전계발광소자를 제작하였다. 먼저, 유리 기판에 형성된 ITO층(양극) 위에 1000 Å 두께의 정공주입층(정공주입층 물질 : 화합물 16), 300 Å 두께의 정공수송층(정공수송층 물질 : NPB), 450 Å 두께의 C-545T가 1% 도핑된 발광층(이때, C-545T는 녹색 형광 도펀트로서 "2,3,6,7-테트라하이드로-1,1,7,7-테트라메틸-1H,5H,11H-10-(2-벤조티아졸릴)퀴놀리노[9,9a,1gh]쿠마린"이고, 발광 호스트 물질로는 트리스(8-퀴놀리놀라토)알루미늄(Alq₃)을 사용하였다), 250 Å 두께의 전자수송층 (전자수송층 물질: 트리스(8-퀴놀리놀라토)알루미늄(Alq₃)), 10 Å 두께의 전자주입층 (전자주입층 물질: LiF) 및 1500 Å 두께의 알루미늄 음극을 순차적으로 증착시켜 유기전계발광소자를 제작하였다.

이 소자에 대하여, 발광 특성을 확인하고 색 좌표를 측정하였다. 이러한 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<57> 또한, 제조된 유기전계발광소자에 대해서, 전압-휘도, 전류밀도-휘도, 발광효율-휘도 및 양자효율-휘도 곡선 각각을 도 7 내지 도 10에, X 및 Y 색좌표-휘도 곡선을 도 11에, 휘도-수명 곡선을 도 12에, 전기발광 스펙트럼을 도 13에 나타내었다.

<58> **비교예 1: 2T-NATA를 정공주입층 물질로 사용한 유기전계발광소자의 제작 및 물성 측정**

<59> 비교를 위해, 시험예 1에서 본 발명의 화합물 16 대신에 4,4',4"-트리스(N-(2-나프틸)-N-페닐아미노)-트리페닐아민(2T-NATA)을 정공주입층 물질로 사용하여 상기와 동일한 구조의 유기전계발광소자를 제작하고, 시험예 1과 동일하게 발광 특성을 확인하고 색 좌표를 측정하였다. 이러한 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

<60> 또한, 제조된 유기전계발광소자에 대해서, 전압-휘도, 전류밀도-휘도, 발광효율-휘도 및 양자효율-휘도 곡선 각각을 도 7 내지 도 10에, X 및 Y 색좌표-휘도 곡선을 도 11에, 휘도-수명 곡선을 도 12에, 전기발광 스펙트럼을 도 13에 나타내었다.

<61> **시험예 2: 본 발명에 따른 화학식 16을 정공수송층 물질로 사용한 유기전계발광소자의 제작 및 물성 측정**

<62> 화합물 16을 정공수송층 물질로 사용하여 통상적인 방법에 따라 유기전계발광소자를 제작하였다. 먼저, 유리 기판에 형성된 ITO층(양극) 위에 600 Å 두께의 정공주입층(정공주입층 물질 : 2T-NATA), 300 Å 두께의 정공수송층(정공수송층 물질 : 화합물 16), 450 Å 두께의 C-545T가 1% 도핑된 발광층(이때, C-545T는 녹색 형광 도펀트로서 "2,3,6,7-테트라하이드로-1,1,7,7-테트라메틸-1H,5H,11H-10-(2-벤조티아졸릴)퀴놀리지노-[9,9a,1gh]쿠마린"이고, 발광 호스트 물질로는 트리스(8-퀴놀리놀라토)알루미늄(AlQ_3)을 사용하였다), 250 Å 두께의 전자수송층 (전자수송층 물질: 트리스(8-퀴놀리놀라토)알루미늄(AlQ_3)), 10 Å 두께의 전자주입층 (전자주입층 물질: LiF) 및 1500 Å 두께의 알루미늄 음극을 순차적으로 증착시켜 유기전계발광소자를 제작하였다. 이 소자에 대하여, 발광 특성을 확인하고 색 좌표를 측정하였다. 이러한 결과를 표 2에 나타내었다.

<63> 제조된 유기전계발광소자에 대해서, 전압-휘도, 전류밀도-휘도, 발광효율-휘도 및 양자효율-휘도 곡선 각각을 도 14 내지 도 17에, X 및 Y 색좌표-휘도 곡선을 도 18에, 전기발광 스펙트럼을 도 19에, 휘도-수명 곡선을 도 20에 나타내었다.

<64> **비교예 2: NPB를 정공수송층 물질로 사용한 유기전계발광소자의 제작 및 물성 측정**

<65> 비교를 위해, 시험예 2에서 본 발명의 화합물 16 대신에 N,N'-다이-1-나프틸-N,N'-다이페닐벤지딘(NPB)을 정공수송층 재료로 사용하여 상기와 동일한 구조의 유기전계발광소자를 제작하고, 시험예 2와 동일하게 발광 특성을 확인하고 색 좌표를 측정하였다. 이러한 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

<66> 또한, 제조된 유기전계발광소자에 대해서, 전압-휘도, 전류밀도-휘도, 발광효율-휘도 및 양자효율-휘도 곡선 각각을 도 14 내지 도 17에, X 및 Y 색좌표-휘도 곡선을 도 18에, 전기발광 스펙트럼을 도 19에, 휘도-수명 곡선을 도 20에 나타내었다.

표 1

	정공주입층 물질	구동전압(V)	전류 밀도(mA/cm ²)	효율(cd/A)	CIE xy
시험예 1	화합물 16	6.42	20.71	19.28	(0.261, 0.677)
비교예 1	2T-NATA	7.39	20.85	19.18	(0.265, 0.672)
4000nit에서 측정함					

<67> 상기 표 1에 의하면, 본 발명의 화합물을 사용하여 정공주입층을 형성한 시험예 1의 유기전계발광소자는 비교예 1의 유기전계발광소자에 비해 구동전압이 낮음과 동시에 효율은 높게 측정되었다.

표 2

	정공수송층 물질	구동전압(V)	전류 밀도(mA/cm ²)	효율(cd/A)	CIE xy
10,000 nit에서 측정시					
시험예 2	화합물 16	8.65	46.69	21.43	(0.287, 0.628)
비교예 2	NPB	9.43	55.80	17.86	(0.283, 0.622)
50,000nit에서 측정시					
시험예 2	화합물 16	11.16	222.79	22.45	(0.282, 0.623)
비교예 2	NPB	12.02	265.17	18.86	(0.279, 0.617)

<69>

<70>

상기 표 2에 의하면, 본 발명의 화합물을 사용하여 정공수송층을 형성한 시험예 2의 유기전계발광소자는 비교예 2의 유기전계발광소자에 비해 구동전압이 낮음과 동시에 효율은 높게 측정되었다.

<71>

또한, 하기 도 7 내지 20로부터 알 수 있듯이, 본 발명의 화합물이 유기전계발광소자의 정공주입층 및/또는 정공수송층 물질로 사용된 유기전계발광소자는 구동전압, 발광효율 및 수명이 현저히 개선되었다.

도면의 간단한 설명

<72>

도 1은 일반적인 유기전계발광소자의 구조를 나타내는 단면도이고,

<73>

도 2는 본 발명의 화합물 16으로 표시되는 화합물의 핵자기 공명(NMR) 스펙트럼이고,

<74>

도 3은 본 발명의 화합물 16으로 표시되는 화합물의 UV-Vis 스펙트럼이고,

<75>

도 4는 본 발명의 화합물 16으로 표시되는 화합물의 광발광(PL, photoluminescence) 스펙트럼이고,

<76>

도 5는 본 발명의 화합물 16으로 표시되는 화합물의 열중량분석(TGA, thermogravimetric analysis) 그래프이고,

<77>

도 6은 본 발명의 화합물 16으로 표시되는 화합물의 시차 주사 열량계(DSC, differential scanning calorimeter) 그래프이고,

<78>

도 7은 화합물 16을 정공주입층으로 사용한 유기전계발광소자의 전압-휘도의 곡선이다.

<79>

도 8은 화합물 16을 정공주입층으로 사용한 유기전계발광소자의 전류밀도-휘도의 곡선이다.

<80>

도 9는 화합물 16을 정공주입층으로 사용한 유기전계발광소자의 발광효율-휘도의 곡선이다.

<81>

도 10은 화합물 16을 정공주입층으로 사용한 유기전계발광소자의 양자효율-휘도의 곡선이다.

<82>

도 11은 화합물 16을 정공주입층으로 사용한 유기전계발광소자의 X 및 Y 색좌표-휘도 곡선이다.

<83>

도 12는 화합물 16을 정공주입층으로 사용한 유기전계발광소자의 휘도-수명 곡선이다.

<84>

도 13은 화합물 16을 정공주입층으로 사용한 유기전계발광소자의 전기발광 스펙트럼이다.

<85>

도 14는 화합물 16을 정공수송층으로 사용한 유기전계발광소자의 전압-휘도의 곡선이다.

<86>

도 15는 화합물 16을 정공수송층으로 사용한 유기전계발광소자의 전류밀도-휘도의 곡선이다.

<87>

도 16은 화합물 16을 정공수송층으로 사용한 유기전계발광소자의 발광효율-휘도의 곡선이다.

<88>

도 17은 화합물 16을 정공수송층으로 사용한 유기전계발광소자의 양자효율-휘도의 곡선이다.

<89>

도 18은 화합물 16을 정공수송층으로 사용한 유기전계발광소자의 X 및 Y 색좌표-휘도 곡선이다.

<90>

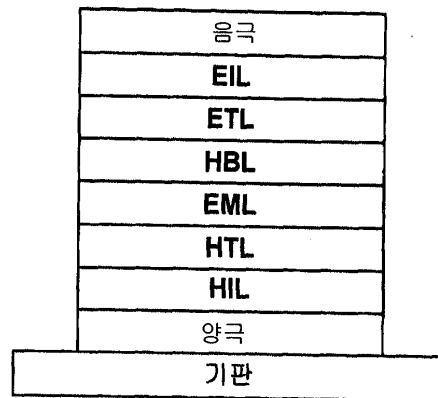
도 19는 화합물 16을 정공수송층으로 사용한 유기전계발광소자의 전기발광 스펙트럼이다.

<91>

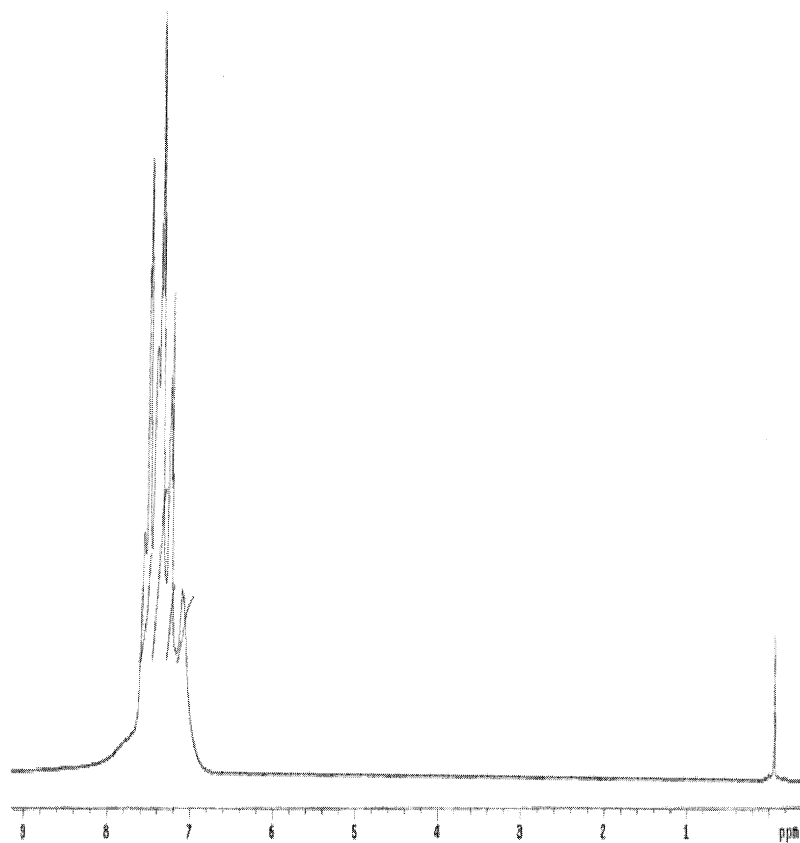
도 20은 화합물 16을 정공수송층으로 사용한 유기전계발광소자의 휘도-수명 곡선이다.

도면

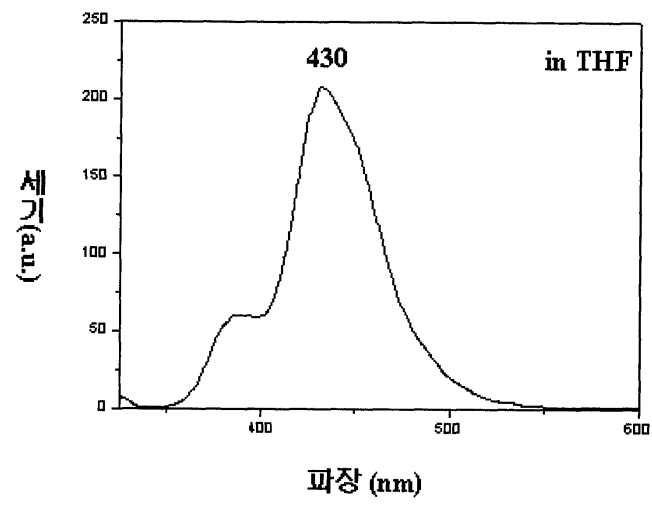
도면1



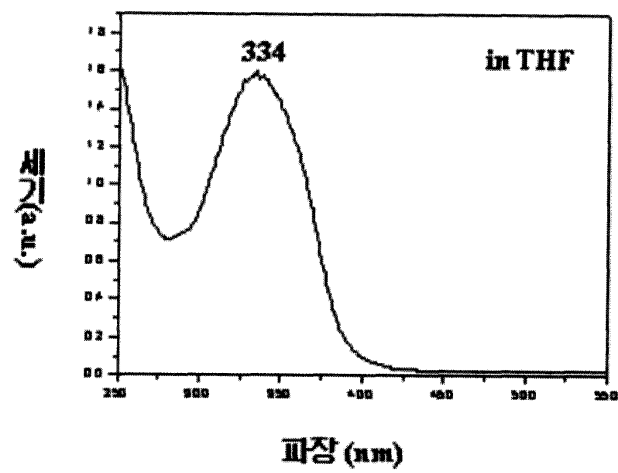
도면2



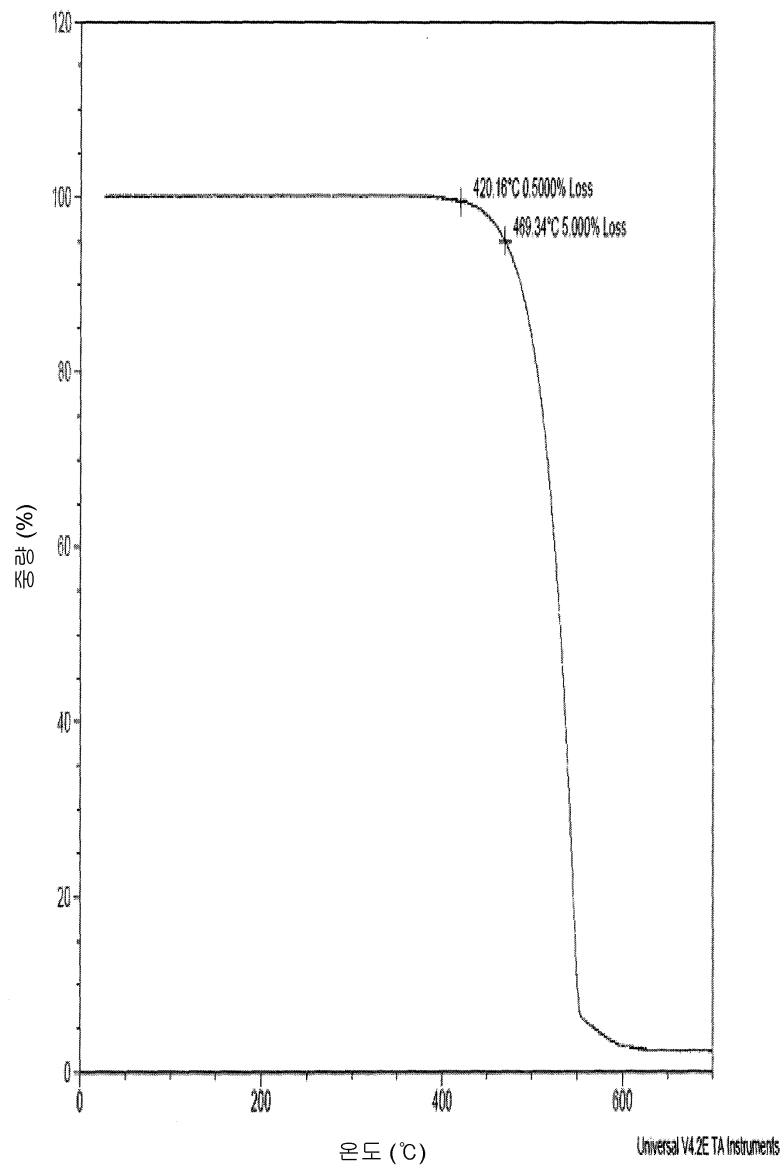
도면3



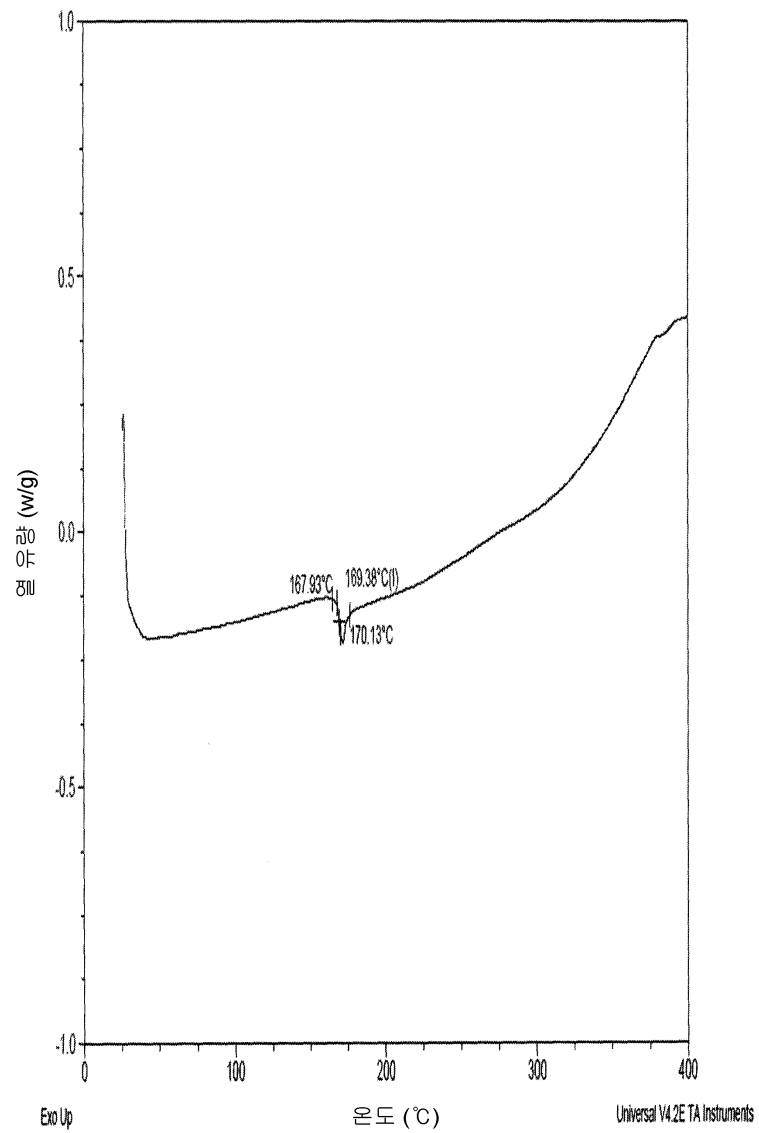
도면4



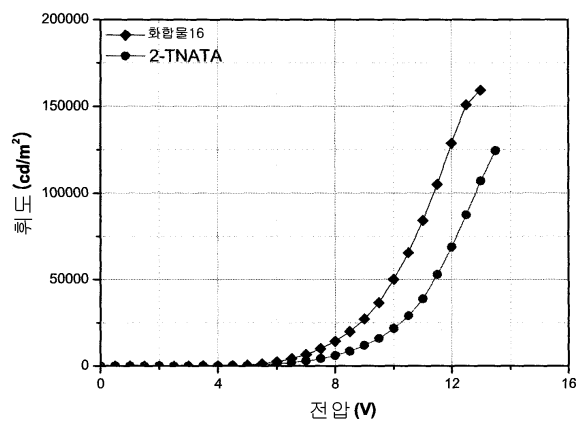
도면5



도면6

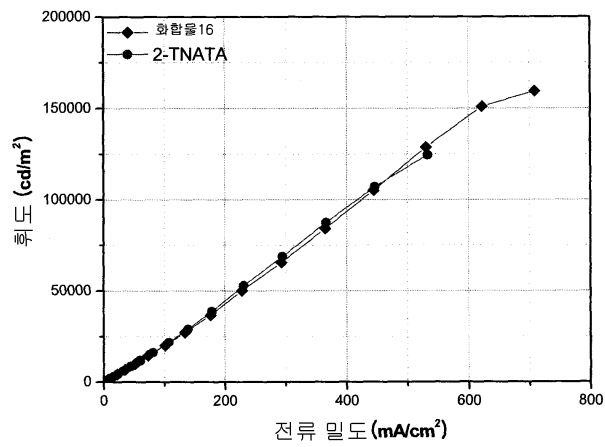


도면7



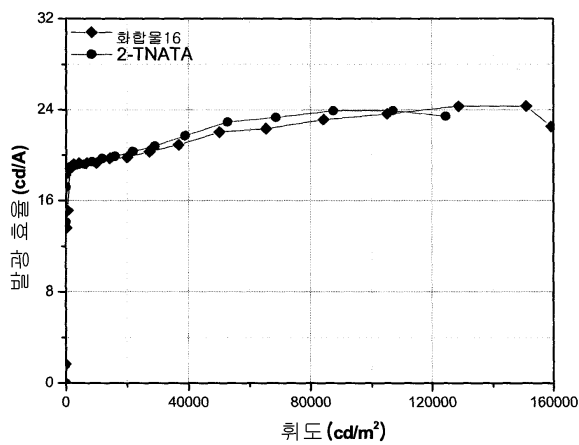
※ 소자의 구조 : ITO/HIL(600 Å)/NPB(300 Å)/Alq3 : C545T(450 Å : 1%)/LG201(250 Å)/LiF/Al

도면8



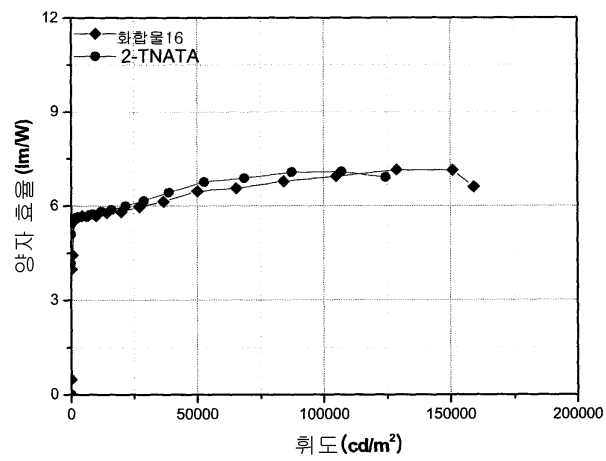
※ 소자의 구조 : ITO/HIL(600 Å)/NPB(300 Å)/Alq3 : C545T(450 Å : 1%)/LG201(250 Å)/LiF/AI

도면9



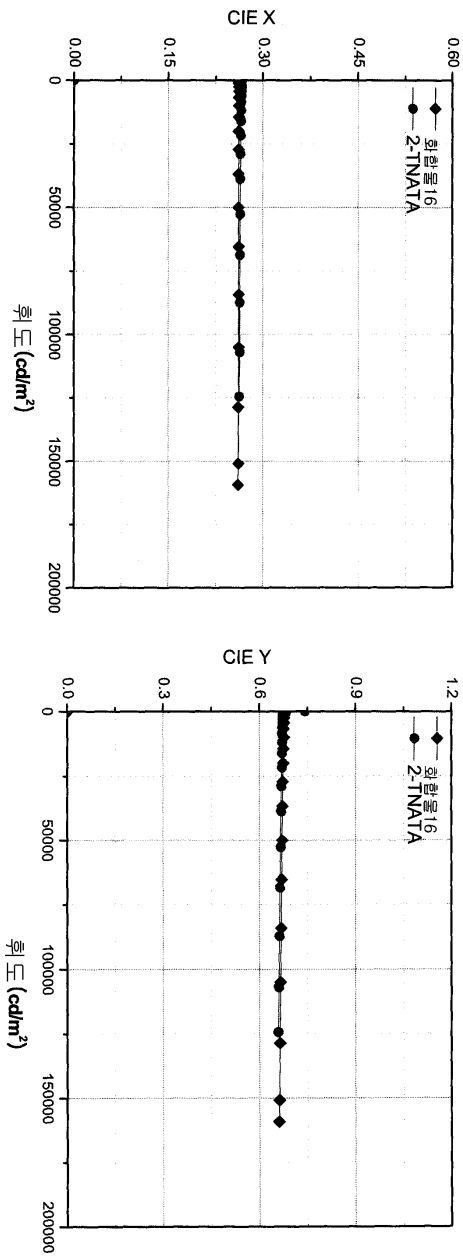
※ 소자의 구조 : ITO/HIL(600 Å)/NPB(300 Å)/Alq3 : C545T(450 Å : 1%)/LG201(250 Å)/LiF/AI

도면10



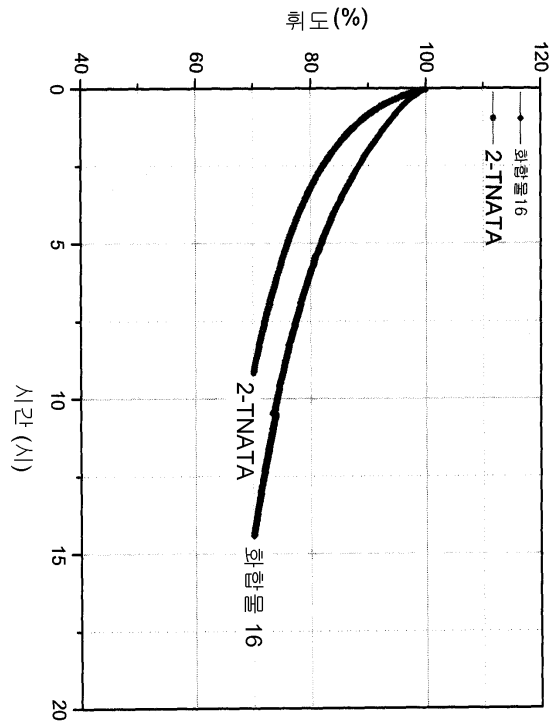
※ 소자의 구조 : ITO/HIL(600 Å)/NPB(300 Å)/Alq3 : C545T(450 Å : 1%)/LG201(250 Å)/LiF/Al

도면11



※ 소자의 구조 : ITO/HIL(600 Å)/NPB(300 Å)/Alq3 : C545T(450 Å : 1%)/LG201(250 Å)/LiF/Al

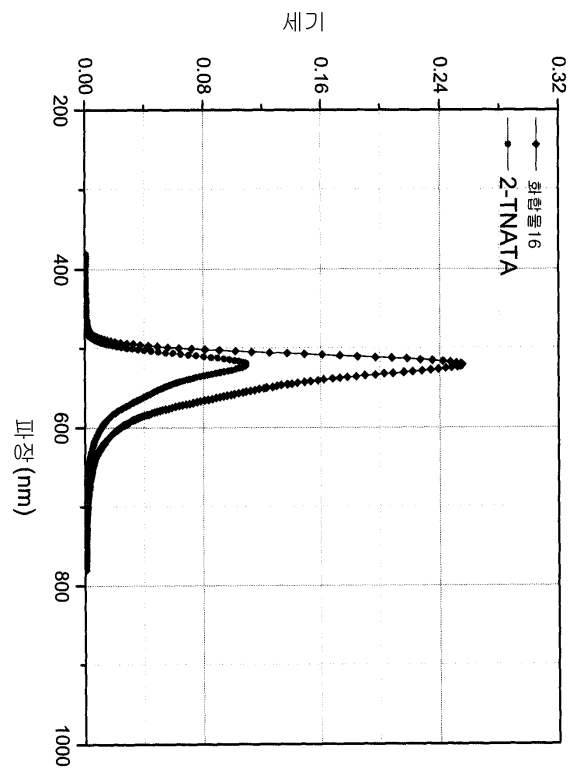
도면12



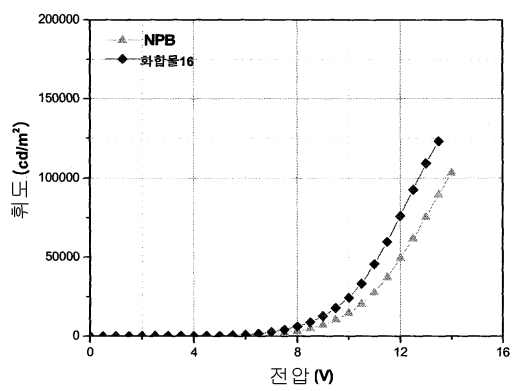
※ 소자의 구조 : ITO/HIL(600 Å)/NPB(300 Å)/Alq3 : C545T(450 Å : 1%)/LG201(250 Å)/LiF/Al

도면13

※ 소자의 구조 : ITO/HIL(600 Å)/NPB(300 Å)/Alq3 : C545T(450 Å : 1%)/LG201(250 Å)/LiF/Al

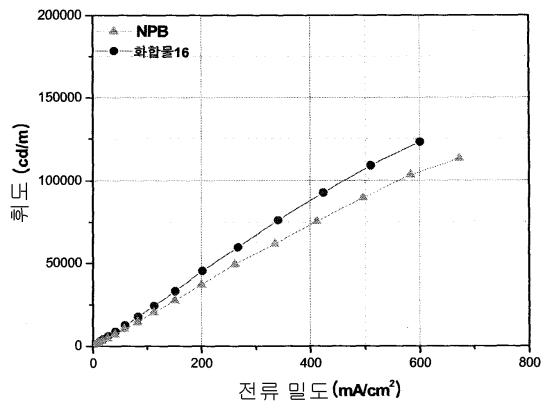


도면14



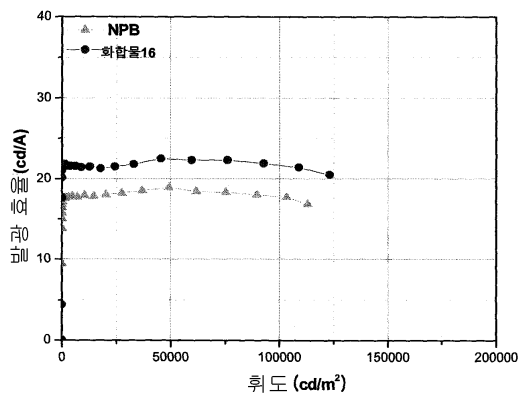
※ 소자의 구조 : ITO/LHT001(600 Å)/HTL(300 Å)/LGH015 : GD206(450 Å : 3%)/Alq3(250 Å)/LiF/Al

도면15



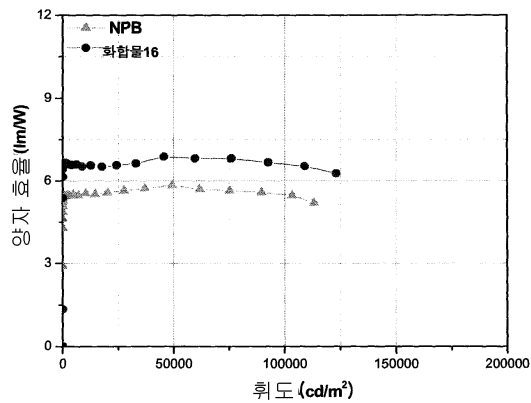
※ 소자의 구조 : ITO/LHT001(600 Å)/HTL(300 Å)/LGH015 : GD206(450 Å : 3%)/Alq3(250 Å)/LiF/Al

도면16



※ 소자의 구조 : ITO/LHT001(600 Å)/HTL(300 Å)/LGH015 : GD206(450 Å : 3%)/Alq3(250 Å)/LiF/Al

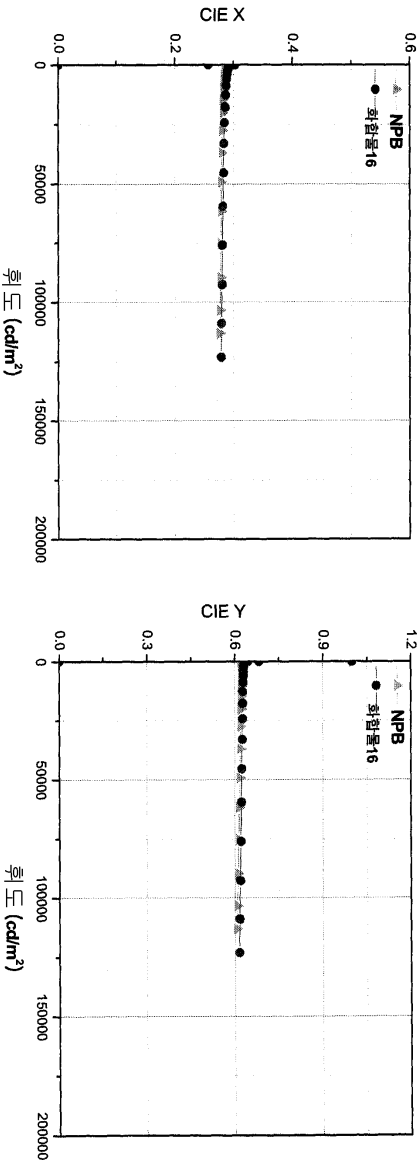
도면17



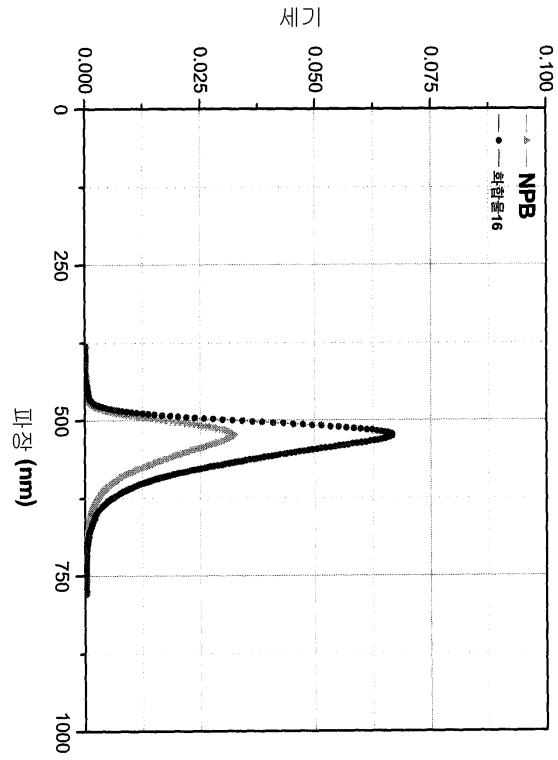
※ 소자의 구조 : ITO/LHT001(600 Å)/HTL(300 Å)/LGH015 : GD206(450 Å : 3%)/Alq3(250 Å)/LiF/Al

도면18

※ 소자의 구조 : ITO/LHT001(600 Å)/HTL(300 Å)/LGH015 : GD206(450 Å : 3%)/Alq3(250 Å)/LiF/Al

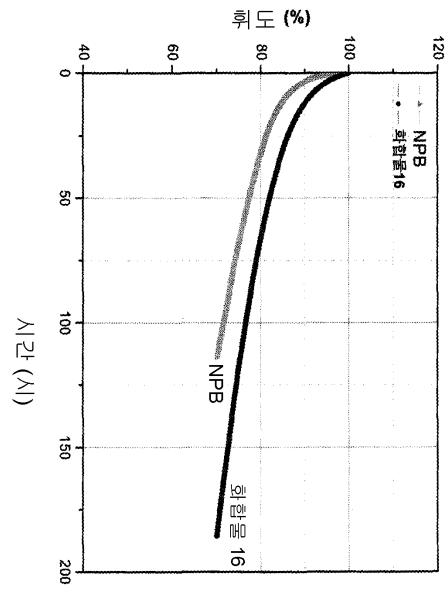


도면19



※ 소자의 구조 : ITO/LHT001(600 Å)/HTL(300 Å)/LGH015 : GD206(450 Å : 3%)/Alq3(250 Å)/LiF/Al

도면20



※ 소자의 구조 : ITO/LHT001(600 Å)/HTL(300 Å)/LGHO15 : GD206(450 Å : 3%)/Alq3(250 Å)/LiF/Al

专利名称(译)	空穴注入层/空穴传输层材料和包括其的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR1020090036392A	公开(公告)日	2009-04-14
申请号	KR1020070101558	申请日	2007-10-09
[标]申请(专利权)人(译)	发挥		
申请(专利权)人(译)	(服务) .		
当前申请(专利权)人(译)	(服务) .		
[标]发明人	CHOI DAE HYUK 최대혁 KIM DONG HA 김동하 KIM DAE SUNG 김대성 PARK JUNG CHEOL 박정철 NAM HYUN GOOG 남현국 HONG CHEOL KWANG 홍철광 PARK YONG WOOK 박용욱 YU HAN SUNG 유한성		
发明人	최대혁 김동하 김대성 박정철 남현국 홍철광 박용욱 유한성		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	张居正 , KU SEONG		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及由以下化学式1表示的空穴注入层 (HIL) 材料或空穴传输层材料和包含该空穴注入层的有机电致发光器件。并且化学式1表示的化合物与原始材料相比显示出优异的空穴注入能力和可携带空穴。因此，它被用作有机电致发光器件和/或空穴传输层材料的空穴注入层 (HIL) 和有机电致发光器件的驱动电压，并且可以显著提高发光效率和寿命特性：在化学式中1.在C 5-30芳基中含有至少一个杂原子：S，N，O，P，包括C 5-30的芳基，C 5-30的芳基，氢在多环多环芳烃之间选择C 5-30的化合物，C 1-30的烷基和C 1-30的烷基，其中R 1在S，N，O，P和Si中含有至少一个杂原子或包括C 1-30的烷基，和C 1-10和Si的烷基或者，它选自不含有的C 5-30的芳基和C 5-30的多环多环芳香族化合物。C 1-30的烷基不含。C 1-10的烷基在S，N，O，P和Si中含有至少一个杂原子或不含有。C 5-30的芳基在S，N，O，P和Si中含有至少一个杂原子或者它不含有。C 1-30的烷基在S，N，O，P和Si中含有至少一个杂原子，或者它不含有。C 1-30的烷基在S，N，O，P和Si中含有至少一个杂原子，或者它不含有。在R 4至R 23中相邻的2个基团结合并且可以提高稠合芳环。

