



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년03월14일
(11) 등록번호 10-1243916
(24) 등록일자 2013년03월08일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2005-0124113

(22) 출원일자 2005년12월15일

심사청구일자 2010년12월14일

(65) 공개번호 10-2007-0063853

(43) 공개일자 2007년06월20일

(56) 선행기술조사문헌

W01991008190 A1*

W02001019834 A1*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

삼성디스플레이 주식회사

경기도 용인시 기흥구 삼성2로 95 (농서동)

(72) 발명자

김유진

경기도 수원시 영통구 동탄지성로488번길 22, 망포마을 벽산e빌리지 104동 1105호 (망포동)

박종진

경기도 구리시 건원대로 56, 309동 703호 (인창동, 삼보아파트)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

리앤목특허법인

전체 청구항 수 : 총 7 항

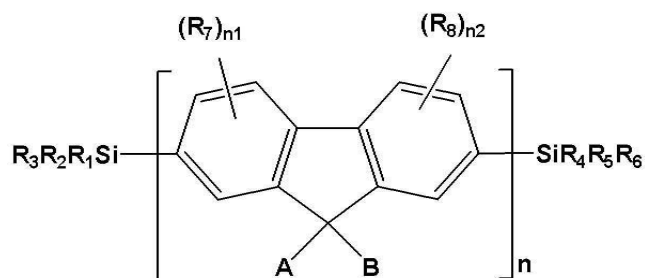
심사관 : 오세주

(54) 발명의 명칭 플루오렌계 화합물, 이를 포함한 유기막을 구비한 유기발광 소자 및 상기 유기 발광 소자의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물, 이를 포함한 유기막을 구비한 유기 발광 소자 및 상기 유기 발광 소자의 제조 방법에 관한 것이다:

<화학식 1>



상기 화학식 1 중, R₁ 내지 R₆, A, B, n₁, n₂ 및 n에 관한 상세한 설명은 발명의 상세한 설명을 참조한다. 본 발명을 따르는 플루오렌계 화합물을 포함한 유기막은 습식 공정 및 습식 공정을 포함하는 열 전사 방법을 이용하여 용이하게 형성될 수 있다.

대표도 - 도1a

제2전극
전자주입층
전자수송층
발광층
정공주입층
제1전극

(72) 발명자

부용순

경기 수원시 영통구 영통동 황골마을 벽산아파트
337동 1601호

노태용

경기도 군포시 광정로 119, 솔거아파트 723동 160
1호 (산본동)

손준모

경기도 용인시 기흥구 이현로29번길 72-12, 성호
샤인일즈 112동 802호 (보정동)

박상훈

경기도 성남시 분당구 탄천로 95, 422동 1502 호
(이매동, 아름마을)

이광섭

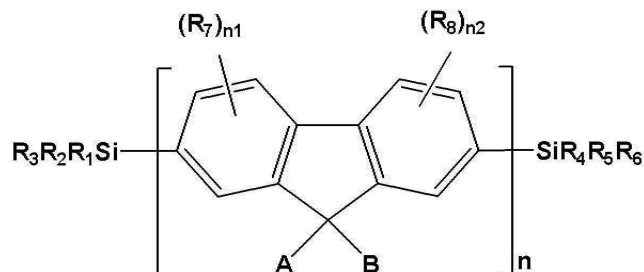
대전광역시 대덕구 한남로 70, 한남대학교 이과대
학 고분자공학과 (오정동)

특허청구의 범위

청구항 1

제1전극; 제2전극; 및 상기 제1전극과 상기 제2전극 사이에 적어도 한 층의 유기막을 포함하는 유기 발광 소자로서, 상기 유기막이 하기 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물을 포함한, 유기 발광 소자:

<화학식 1>



상기 화학식 1 중,

R_1 내지 R_6 는 서로 독립적으로, 수소; 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_1 - C_{20} 알킬기; 또는 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_6 - C_{30} 아릴기이고;

R_7 및 R_8 은 서로 독립적으로, 수소; 할로젠 원자; 시아노기; 히드록실기; 아미노기; 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C_6 - C_{30} 아릴기로 치환된 C_1 - C_{20} 알킬기; 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_1 - C_{20} 알콕시기; 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_6 - C_{30} 아릴기; 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_2 - C_{30} 헤테로아릴기; 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_5 - C_{20} 사이클로알킬기; 또는 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_5 - C_{30} 헤테로사이클로알킬기이고;

A 및 B는 서로 독립적으로, 수소; 또는 비치환된 또는 할로젠 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C_6 - C_{30} 아릴기로 치환된 선형, 분지형 또는 환형 C_1 - C_{20} 알킬기이고;

n_1 및 n_2 는 서로 독립적으로, 0 또는 1~3의 정수이고;

n 은 1 내지 5의 정수이며;

n 이 2 이상인 경우, 각각의 플루오렌에 치환된 R_7 및 R_8 들은 서로 동일하거나 상이할 수 있고, 각각의 플루오렌에 치환된 A 및 B들은 서로 동일하거나 상이할 수 있다.

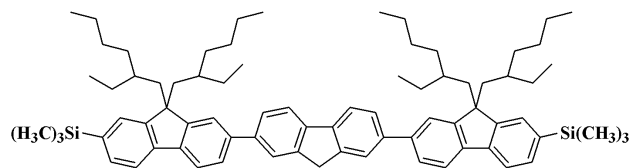
청구항 2

삭제

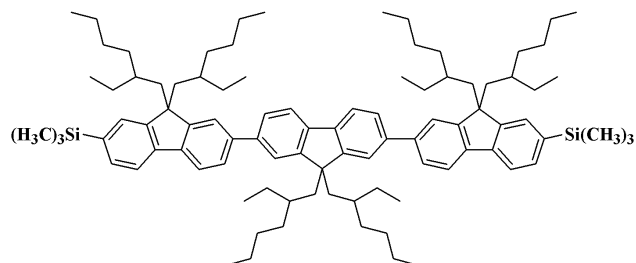
청구항 3

제1항에 있어서, 상기 플루오렌계 화합물이 하기 화학식 2, 3, 4 또는 5를 갖는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자:

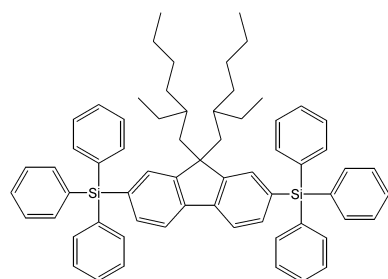
<화학식 2>



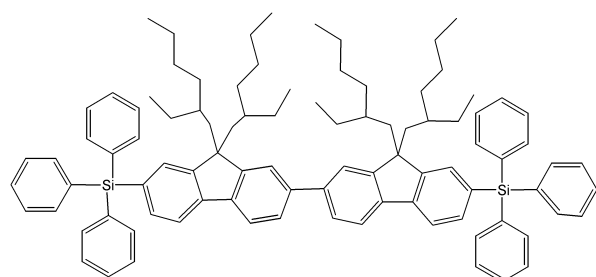
<화학식 3>



<화학식 4>



<화학식 5>



청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 유기막이 정공주입층, 정공수송층, 전자저지층, 발광층, 정공저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 층을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자.

청구항 6

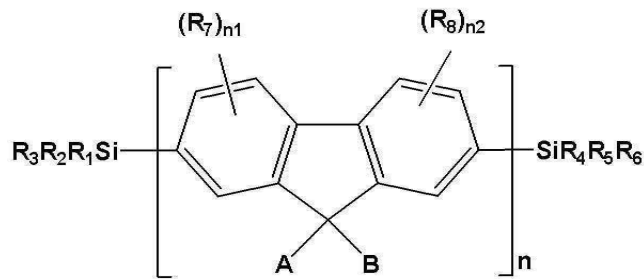
기관 상부에 제1전극을 형성하는 단계;

상기 제1전극 상부에 하기 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물을 포함하는 유기막을 형성하는 단계; 및

상기 유기막 상부에 제2전극을 형성하는 단계;

를 포함하는 유기 발광 소자의 제조 방법:

<화학식 1>



상기 화학식 1 중,

R_1 내지 R_6 는 서로 독립적으로, 수소; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_1 - C_{20} 알킬기; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_6 - C_{30} 아릴기이고;

R_7 및 R_8 은 서로 독립적으로, 수소; 할로겐 원자; 시아노기; 히드록실기; 아미노기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C_6 - C_{30} 아릴기로 치환된 C_1 - C_{20} 알킬기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_1 - C_{20} 알콕시기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_6 - C_{30} 아릴기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_2 - C_{30} 헤테로아릴기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_5 - C_{20} 사이클로알킬기; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_5 - C_{30} 헤테로사이클로알킬기이고;

A 및 B는 서로 독립적으로, 수소; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C_6 - C_{30} 아릴기로 치환된 선형, 분지형 또는 환형 C_1 - C_{20} 알킬기이고;

n_1 및 n_2 는 서로 독립적으로, 0 또는 1~3의 정수이고;

n 은 1 내지 5의 정수이며;

n 이 2 이상인 경우, 각각의 플루오렌에 치환된 R_7 및 R_8 들은 서로 동일하거나 상이할 수 있고, 각각의 플루오렌에 치환된 A 및 B들은 서로 동일하거나 상이할 수 있다.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 유기막 형성 단계를 습식 공정을 이용하여 수행하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자의 제조 방법.

청구항 8

제6항에 있어서, 상기 유기막 형성 단계를 습식 공정을 포함하는 열 전사 방법을 이용하여 수행하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자의 제조 방법.

청구항 9

제7항 또는 8항에 있어서, 상기 습식 공정은 스핀코팅법, 캐스트법, 잉크젯 프린팅법 및 컨택 프린팅법(contact printing)으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자의 제조 방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- [0004] 본 발명은 플루오렌계 화합물(fluorene-based compound), 상기 화합물을 포함한 유기막을 구비한 유기 발광 소자 및 상기 유기 발광 소자의 제조 방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 플루오렌 모이어티에 막 형성 능력을 향상시킬 수 있는 측쇄가지를 갖는 플루오렌계 화합물, 상기 플루오렌계 화합물을 포함한 유기막을 구비한 유기 발광 소자 및 상기 유기 발광 소자의 제조 방법에 관한 것이다. 본 발명을 따르는 플루오렌계 화합물을 이용하면, 습식 공정 또는 습식 공정을 포함하는 열 전사 방법을 이용하여, 균일한 막두께를 가지며 결정화가 일어나지 않는 유기막을 얻을 수 있다.
- [0005] 발광 소자(light emitting device)는 자발광형 소자로 시야각이 넓으며 콘트라스트가 우수할 뿐만 아니라 응답 시간이 빠르다는 장점을 가지고 있다. 상기 발광 소자에는 발광층(emitting layer)에 무기 화합물을 사용하는 무기 발광 소자와 유기 화합물을 사용하는 유기 발광 소자(Organic Light Emitting Device : OLED)가 있는데, 유기 발광 소자는 무기 발광 소자에 비하여 휘도, 구동전압 및 응답속도 특성이 우수하고 다색화가 가능하다는 점에서 많은 연구가 이루어지고 있다. 예를 들어, 미국 특허 제3,873,311호에는 유기 발광 소자에 이용될 수 있는 화합물로서, 톨루엔에 용해가능한 1,4-비스[2-[4-N,N-디(p-톨일)아미노]페닐 비닐]벤젠 (BTAPVB)이 개시되어 있다.
- [0006] 유기 발광 소자는 발광층을 이루는 물질의 분자량에 따라 저분자 OLED(Small Molecular OLED : SMOLED)와 고분자 OLED(Polymer LED : PLED)로 구분할 수 있다.
- [0007] 저분자 OLED의 적어도 발광층을 포함하는 유기막은 정공 및 전자가 효율적으로 이동할 수 있도록, 정공 주입층, 정공 수송층, 전자 수송층 및/또는 전자 주입층 등을 더 포함하는 다층 구조를 갖는 경우가 많다. 상기 층들은 진공 열증착법 또는 기상 증착법 등을 이용하여 형성되는 경우가 대부분인데, 이 때, 상기 층들을 이루는 물질들의 사용 효율이 비교적 낮아 제조 단가 상승의 원인이 되고 있다. 또한, 대화면 적용을 위한 증착 장비 개발이 아직 만족스러운 정도는 아닌 상태이다.
- [0008] 이에 반하여, 고분자 OLED는 저분자 OLED에 비하여 제1전극 및 제2전극 사이에 개재된 유기막의 기계적 강도 및 열적 안정성 등이 높으며, 구동 전압이 낮고, 발광 고분자의 다양한 분자 구조에 따른 다양한 발광 색상을 가질 수 있다는 장점을 갖는다. 이러한 고분자 OLED의 유기막은, 발광 고분자를 적절한 유기 용매에 용해시킨 용액을 스핀 캐스팅(spin casting), 잉크젯 프린팅(ink jet printing), 스프레이 프린팅(spray printing) 등과 같은 습식 공정을 이용하여 형성될 수 있다. 상기 습식 공정은 대화면 적용에 유리하며 제조 단가가 낮아, 습식 공정을 이용한 유기막 형성 방법에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.
- [0009] 그러나, 습식 공정을 이용하여 유기막을 형성할 경우, 유기막의 막두께가 균일하지 않거나, 유기막 중 일부 이상에 결정화가 일어날 수 있는 등 막 특성이 불량할 수 있다. 따라서, 습식 공정을 이용하여 막을 형성하기에 적합한 신규 물질의 개발이 요구된다.

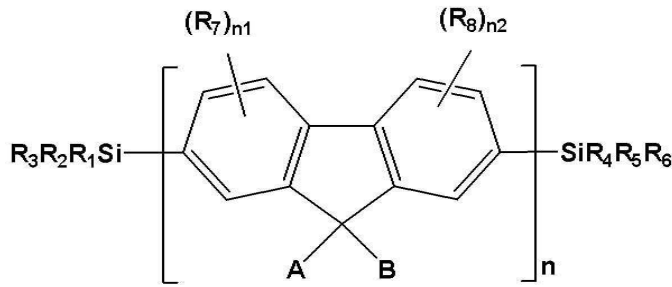
발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- [0010] 상기 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여, 본 발명은 습식 공정 및 습식 공정을 포함한 열 전사 방법에 적합하도록 막 형성 능력이 향상된 플루오렌계 화합물, 상기 플루오렌계 화합물을 포함한 유기막을 포함한 유기 발광 소자 및 상기 유기 발광 소자의 제조 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

발명의 구성 및 작용

- [0011] 상기 본 발명의 과제를 이루기 위하여, 본 발명의 제1태양은, 하기 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물을 제공한다

[0012] <화학식 1>



[0013]

[0014] 상기 화학식 1 중,

[0015] R₁ 내지 R₆는 서로 독립적으로, 수소; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C₁-C₂₀알킬기; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C₆-C₃₀아릴기이고;

[0016] R₇ 및 R₈은 서로 독립적으로, 수소; 할로겐 원자; 시아노기; 히드록실기; 아미노기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C₆-C₃₀아릴기로 치환된 C₁-C₂₀알킬기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C₁-C₂₀알콕시기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C₆-C₃₀아릴기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C₂-C₃₀헤테로아릴기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C₅-C₂₀ 사이클로알킬기; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C₅-C₃₀헤테로사이클로알킬기이고;

[0017] A 및 B는 서로 독립적으로, 수소; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C₆-C₃₀아릴기로 치환된 선형, 분지형 또는 환형 C₁-C₂₀ 알킬기; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C₆-C₃₀아릴기이고;

[0018] n₁ 및 n₂는 서로 독립적으로, 0 또는 1~3의 정수이고;

[0019] n은 1 내지 5의 정수이며;

[0020] n이 2 이상인 경우, 각각의 플루오렌에 치환된 R₇ 및 R₈들은 서로 동일하거나 상이할 수 있고, 각각의 플루오렌에 치환된 A 및 B들은 서로 동일하거나 상이할 수 있다.

[0021] 상기 본 발명의 다른 과제를 이루기 위하여, 본 발명의 제2태양은, 상기 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물을 포함하는 유기막을 포함하는 유기 발광 소자를 제공한다.

[0022] 상기 본 발명의 또 다른 과제를 이루기 위하여, 본 발명의 제3태양은, 기관 상부에 제1전극을 형성하는 단계와, 상기 제1전극 상부에 상기 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물을 포함하는 유기막을 형성하는 단계와 상기 유기막 상부에 제2전극을 형성하는 단계를 포함하는 유기 발광 소자의 제조 방법을 제공한다.

[0023] 상기 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물은, 습식 공정 및/또는 습식 공정을 포함한 열 전사 방법을 이용하여 막을 형성할 경우, 우수한 막 형성 능력을 가질 수 있다.

[0024] 이하, 본 발명을 보다 상세히 설명하기로 한다.

[0025] 본 발명을 따르는 플루오렌계 화합물은, 상기 화학식 1로 표시된다. 상기 화학식 1 중, 말단 플루오렌에 치환된 실릴기는 상기 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물의 막 형성 능력, 특히 습식 공정 및/또는 습식 공정을 포함한 열 전사 방법을 이용한 경우의 막 형성 능력을 향상시키는 역할을 한다. 상기 실릴기에 의하여 막 형성시 막 두께를 균일하게 유지할 수 있고, 결정화가 방지되기 때문이다. 또한, A나 B의 치환기 조절로 입체 효과(Steric hindrance)와 함께 분자의 패킹(Packing)을 조절하여 색순도를 조절할 수 있다.

[0026] 상기 R_1 내지 R_6 는 서로 독립적으로, 수소; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_1-C_{20} 알킬기; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_6-C_{30} 아릴기일 수 있다.

[0027] 상기 R_7 및 R_8 은 서로 독립적으로, 수소; 할로겐 원자; 시아노기; 히드록실기; 아미노기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C_6-C_{30} 아릴기로 치환된 C_1-C_{20} 알킬기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_1-C_{20} 알콕시기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_6-C_{30} 아릴기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_2-C_{30} 헤테로아릴기; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_5-C_{20} 사이클로알킬기; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_5-C_{30} 헤테로사이클로알킬기이고, 상기 C_2-C_{30} 헤테로아릴기에 포함된 헤테로 원자는 N, O, S 및 P 중 하나 이상일 수 있다.

[0028] 상기 A 또는 B는 서로 독립적으로, 수소; 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C_6-C_{30} 아릴기로 치환된 선형, 분지형 또는 환형 C_1-C_{20} 알킬기; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기 또는 아미노기로 치환된 C_6-C_{30} 아릴기일 수 있다. 보다 바람직하게는, 상기 A 및 B를 서로 독립적으로, 수소; 또는 비치환된 또는 할로겐 원자, 시아노기, 히드록실기, 아미노기 또는 C_6-C_{30} 아릴기로 치환된 선형, 분지형 또는 환형 C_1-C_{20} 알킬기일 수 있다.

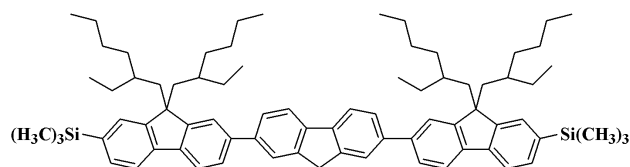
[0029] 화학식 1 중, n_1 및 n_2 는 치환기 R_7 및 R_8 의 개수를 나타낸 것으로서, 서로 독립적으로, 0 또는 1~3의 정수이다.

[0030] 상기 n_1 및 n_2 가 2 이상인 경우, 복수의 R_7 은 각각 서로 동일하거나 상이할 수 있으며, 이는 R_8 에 대해서도 동일하게 적용되는 물론이다.

[0031] 한편, n 은 플루오렌 반복 단위의 개수로서 1 내지 5의 정수이다. 이 때, n 이 2 이상인 경우 각각의 플루오렌 반복 단위에 치환된 R_7 및 R_8 들은 서로 동일하거나 상이할 수 있다. 또한, n 이 2 이상인 경우, 각각의 플루오렌 반복 단위에 치환된 A 및 B도 서로 동일하거나 상이할 수 있다.

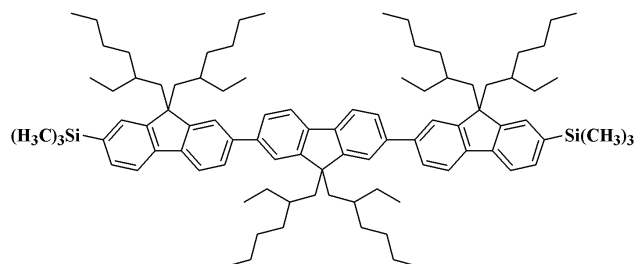
[0032] 본 발명을 따르는 일 구현예에서, 상기 플루오렌계 화합물은 하기 화학식 2, 3 또는 4를 가질 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0033] <화학식 2>



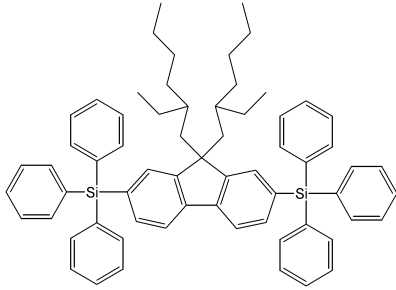
[0034]

[0035] <화학식 3>



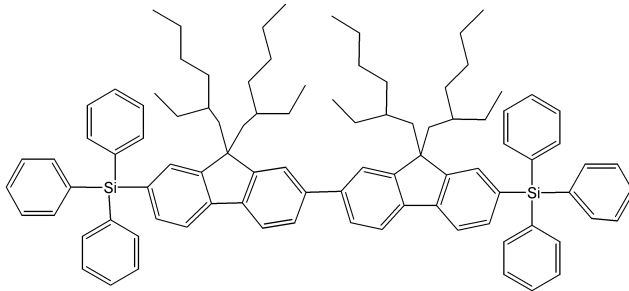
[0036]

[0037] <화학식 4>



[0038]

[0039] <화학식 5>



[0040]

[0041] 상기 플루오렌계 화합물은 통상의 유기 화합물 제조 방법을 이용하여 합성할 수 있다.

[0042] 전술한 바와 같은 본 발명을 따르는 플루오렌계 화합물은 유기 발광 소자에 적용될 수 있다. 본 발명을 따르는 유기 발광 소자는 제1전극; 제2전극; 및 상기 제1전극과 상기 제2전극 사이에 적어도 한 층의 유기막을 포함하되, 상기 유기막은 전술한 바와 같은 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물을 포함할 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 유기막은 발광층 또는 정공수송층일 수 있다.

[0043] 본 발명을 따르는 유기 발광 소자의 유기막은 정공주입층, 정공수송층, 전자저지층, 정공저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 층을 더 포함할 수 있다.

[0044] 보다 구체적으로, 본 발명을 따르는 유기 발광 소자의 구현예는 도 1a, 1b 및 1c를 참조한다. 도 1a의 유기 발광 소자는 제1전극/정공주입층/발광층/전자수송층/전자주입층/제2전극으로 이루어진 구조를 갖고, 도 1b의 유기 발광 소자는 제1전극/정공주입층/정공수송층/발광층/전자수송층/전자주입층/제2전극으로 이루어진 구조를 갖는다. 또한, 도 1c의 유기 발광 소자는 제1전극/정공주입층/정공수송층/발광층/정공저지층/전자수송층/전자주입층/제2전극의 구조를 갖는다. 이 때, 상기 발광층은 본 발명을 따르는 플루오렌계 화합물을 포함할 수 있다.

[0045] 이하, 본 발명을 따르는 유기 발광 소자의 제조 방법을 도 1c에 도시된 유기 발광 소자를 참조하여, 살펴보기로 한다.

[0046] 먼저 기판 상부에 높은 일함수를 갖는 제1전극용 물질을 증착법 또는 스퍼터링법 등에 의해 형성하여 제1전극을 형성한다. 상기 제1전극은 애노드 또는 캐소드일 수 있으며, 바람직하게는 애노드일 수 있다. 여기에서 기판으로는 통상적인 유기 발광 소자에서 사용되는 기판을 사용하는데 기계적 강도, 열적 안정성, 투명성, 표면 평활성, 취급용이성 및 방수성이 우수한 유리 기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 제1전극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화인듐아연(IZO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO) 등을 사용한다.

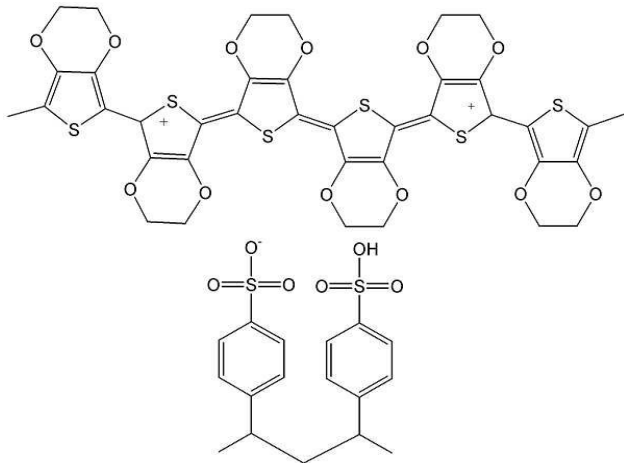
[0047] 다음으로, 상기 제1전극 상부에 진공증착법, 스핀코팅법, 캐스트법, LB법 등과 같은 공지된 다양한 방법을 이용하여 정공주입층(HIL)을 형성할 수 있다.

[0048] 진공증착법에 의하여 정공주입층을 형성하는 경우, 그 증착 조건은 정공주입층의 재료로서 사용하는 화합물, 목적으로 하는 정공주입층의 구조 및 열적 특성 등에 따라 다르지만, 일반적으로 증착온도 100 내지 500℃, 진공도 10⁻⁸ 내지 10⁻³ torr, 증착속도 0.01 내지 100Å/sec, 막 두께는 통상 10Å 내지 5μm 범위에서 적절히 선택하는 것이 바람직하다.

[0049] 스핀코팅법에 의하여 정공주입층을 형성하는 경우, 그 코팅 조건은 정공주입층의 재료로서 사용하는 화합물, 목

적하는 하는 정공주입층의 구조 및 열적 특성에 따라 상이하지만, 약 2000rpm 내지 5000rpm의 코팅 속도, 코팅 후 용매 제거를 위한 열처리 온도는 약 80℃ 내지 200℃의 온도 범위에서 적절히 선택하는 것이 바람직하다.

- [0050] 상기 정공주입층 물질로는 특별히 제한되지 않으며, 예를 들면, 미국특허 제4,356,429호에 개시된 구리프탈로시아닌 등의 프탈로시아닌 화합물 또는 Advanced Material, 6, p.677(1994)에 기재되어 있는 스타버스트형 아민 유도체류인 TCTA, m-MTDATA, m-MTDAPB, 용해성이 있는 전도성 고분자인 Pani/DBSA (Polyaniline/Dodecylbenzenesulfonic acid:폴리아닐린/도데실벤젠술포산) 또는 PEDOT/PSS (Poly(3,4-ethylenedioxythiophene)/Poly(4-styrenesulfonate):폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜)/폴리(4-스티렌술포네이트)), Pani/CSA (Polyaniline/Camphor sulfonic acid:폴리아닐린/캄퍼술포산) 또는 PANI/PSS (Polyaniline)/Poly(4-styrenesulfonate):폴리아닐린/폴리(4-스티렌술포네이트)) 등을 사용할 수 있다.



[0051]

[0052]

PEDOT/PSS

[0053]

상기 정공주입층의 두께는 약 100Å 내지 10000Å, 바람직하게는 100Å 내지 1000Å일 수 있다. 상기 정공주입층의 두께가 100Å 미만인 경우, 정공주입 특성이 저하될 수 있으며, 상기 정공주입층의 두께가 10000Å를 초과하는 경우, 구동전압이 상승할 수 있기 때문이다.

[0054]

다음으로 상기 정공주입층 상부에 진공증착법, 스핀코팅법, 캐스트법, LB법 등과 같은 다양한 방법을 이용하여 정공수송층(HTL)을 형성할 수 있다. 진공증착법 및 스핀코팅법에 의하여 정공수송층을 형성하는 경우, 그 증착조건 및 코팅조건은 사용하는 화합물에 따라 다르지만, 일반적으로 정공주입층의 형성과 거의 동일한 조건범위 중에서 선택된다.

[0055]

상기 정공수송층 물질은 특별히 제한되지는 않으며, 정공수송층에 사용되고 있는 공지의 것에서 임의의 것을 선택하여 사용할 수 있다. 예를 들면, N-페닐카르바졸, 폴리비닐카르바졸 등의 카르바졸 유도체, N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(TPD), N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐 벤지딘(α -NPD) 등의 방향족 축합환을 가지는 통상적인 아민 유도체 등이 사용된다.

[0056]

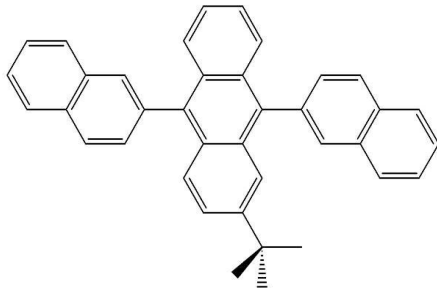
상기 정공수송층의 두께는 약 50Å 내지 1000Å, 바람직하게는 100Å 내지 600Å일 수 있다. 상기 정공수송층의 두께가 50Å 미만인 경우, 정공수송 특성이 저하될 수 있으며, 상기 정공수송층의 두께가 1000Å를 초과하는 경우, 구동전압이 상승할 수 있기 때문이다.

[0057]

다음으로 상기 정공수송층 상부에 다음으로, 상기 제1전극 상부에 진공증착법, 스핀코팅법, 캐스트법, LB법 등과 같은 공지의 다양한 방법을 이용하여 발광층(EML)을 형성할 수 있다. 진공증착법 및 스핀코팅법에 의해 발광층을 형성하는 경우, 그 증착조건은 사용하는 화합물에 따라 다르지만, 일반적으로 정공주입층의 형성과 거의 동일한 조건범위 중에서 선택된다.

[0058]

상기 발광층은 전술한 바와 같이 본 발명을 따르는 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물을 포함할 수 있다. 이 때, 상기 플루오렌계 화합물은 단독으로 사용되거나, 적합한 공지의 호스트 재료와 함께 사용될 수 있다. 호스트 재료의 경우, 예를 들면, Alq₃ 또는 CBP(4,4'-N,N'-디카바졸-비페닐), PVK(폴리(n-비닐카바졸)), TFB(2,5,2',5'-테트라(9,9'-디헥실플루오레닐)비페닐) : 2,5,2',5'-tetra(9,9'-dihexylfluorenyl)biphenyl, 3-tert-부틸-9,10-디(나프트-2-일)안트라센(3-tert-butyl-9,10-di(naphth-2-yl)anthracene) 등을 이용할 수 있다.



[0059]

[0060]

3-tert-부틸-9,10-디(나프트-2-일)안트라센

[0061]

상기 플루오렌계 화합물을 포함한 유기막 형성 단계는 특히, 습식 공정을 이용하여 수행될 수 있다.

[0062]

본 명세서에 있어서, "습식 공정"이란 소정의 화합물을 포함하는 막을 소정의 기판 상부에 형성함에 있어서, 상기 화합물이 포함된 용액을 각종 공지의 방법을 이용하여 상기 기판 상부에 코팅 또는 프린팅함으로써 유기막을 형성하는 공정을 가리킨다. 즉, "습식 공정"을 이용하여 상기 플루오렌계 화합물을 포함하는 유기막을 소정의 기판 상부에 형성할 경우, 상기 플루오렌계 화합물이 포함된 용액을 각종 공지의 방법을 이용하여 상기 기판 상부에 코팅 또는 프린팅함으로써 상기 플루오렌계 화합물을 포함하는 유기막을 형성할 수 있다. 이러한 습식 공정에는, 전술한 바와 같은 습식 공정의 개념을 만족시키는 공지된 모든 방법이 포함된다. 예를 들면, 스핀코팅법, 캐스트법, 잉크젯 프린팅법, 컨택 프린팅법(contact printing) 등이 포함되나 이에 한정되는 것은 아니다.

[0063]

한편, 발광층 형성 재료로서 본 발명을 따르는 플루오렌계 화합물 외에도 공지된 다양한 도펀트를 사용할 수 있다. 예를 들면, 형광 도펀트로서는 이데미츠(Idemitsu)사에서 구입 가능한 IDE102, IDE105 및 하야시바라사에서 구입 가능한 C545T 등을 사용할 수 있으며, 인광 도펀트로서는 적색 인광 도펀트 PtOEP, UDC사의 RD 61, 녹색 인광 도펀트 Ir(PPy)₃(PPy=2-phenylpyridine), 청색 인광 도펀트인 F2Irpic 등을 사용할 수 있다.

[0064]

도핑 농도는 특별히 제한 되지 않으나 통상적으로 호스트 100 중량부를 기준으로 하여 상기 도펀트의 함량은 0.01 ~ 15 중량부이다.

[0065]

상기 발광층의 두께는 약 10Å 내지 1000Å, 바람직하게는 10Å 내지 600Å일 수 있다. 상기 발광층의 두께가 10Å 미만인 경우, 발광 특성이 저하될 수 있으며, 상기 발광층의 두께가 1000Å를 초과하는 경우, 구동전압이 상승할 수 있기 때문이다.

[0066]

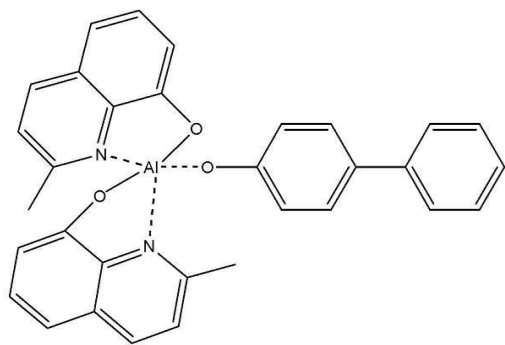
발광층에 인광 도펀트와 함께 사용할 경우에는 삼중항 여기자 또는 정공이 전자수송층으로 확산되는 현상을 방지하기 위하여, 상기 정공수송층 상부에 진공증착법, 스핀코팅법, 캐스트법, LB법 등과 같은 방법을 이용하여 정공저지층(HBL)을 형성할 수 있다. 진공증착법 및 스핀코팅법에 의해 정공저지층을 형성하는 경우, 그 조건은 사용하는 화합물에 따라 다르지만, 일반적으로 정공주입층의 형성과 거의 동일한 조건범위 중에서 선택된다. 사용가능한 공지의 정공저지재료, 예를 들면 옥사디아졸 유도체나 트리아졸 유도체, 페난트롤린 유도체, 또는 JP 11-329734(A1)에 기재되어 있는 정공저지재료, BCP 등을 들 수 있다.

[0067]

상기 정공저지층의 두께는 약 50Å 내지 1000Å, 바람직하게는 100Å 내지 300Å일 수 있다. 상기 정공저지층의 두께가 50Å 미만인 경우, 정공저지 특성이 저하될 수 있으며, 상기 정공저지층의 두께가 1000Å를 초과하는 경우, 구동전압이 상승할 수 있기 때문이다.

[0068]

다음으로 전자수송층(ETL)을 진공증착법, 또는 스핀코팅법, 캐스트법 등의 다양한 방법을 이용하여 형성한다. 진공증착법 및 스핀코팅법에 의해 전자수송층을 형성하는 경우, 그 조건은 사용하는 화합물에 따라 다르지만, 일반적으로 정공주입층의 형성과 거의 동일한 조건범위 중에서 선택된다. 상기 전자수송층 재료는 전자주입전극(Cathode)로부터 주입된 전자를 안정하게 수송하는 기능을 하는 것으로서 퀴놀린 유도체, 특히 트리스(8-퀴놀리노레이트)알루미늄(Alq₃), TAZ, BALq 등과 같은 공지의 재료를 사용할 수도 있다.



Balq

[0069]

[0070]

상기 전자수송층의 두께는 약 10Å 내지 1000Å, 바람직하게는 10Å 내지 500Å일 수 있다. 상기 전자수송층의 두께가 10Å 미만인 경우, 전자수송 특성이 저하될 수 있으며, 상기 전자수송층의 두께가 1000Å를 초과하는 경우, 구동전압이 상승할 수 있기 때문이다.

[0071]

또한 전자수송층 상부에 음극으로부터 전자의 주입을 용이하게 하는 기능을 가지는 물질인 전자주입층(EIL)이 적층될 수 있으며 이는 특별히 재료를 제한하지 않는다.

[0072]

전자 주입층으로서는 LiF, NaCl, CsF, Li₂O, BaO 등과 같은 전자주입층 형성 재료로서 공지된 임의의 물질을 이용할 수 있다. 상기 전자주입층의 증착조건은 사용하는 화합물에 따라 다르지만, 일반적으로 정공주입층의 형성과 거의 동일한 조건범위 중에서 선택된다.

[0073]

상기 전자주입층의 두께는 약 1Å 내지 100Å, 바람직하게는 1Å 내지 50Å일 수 있다. 상기 전자주입층의 두께가 1Å 미만인 경우, 전자주입 특성이 저하될 수 있으며, 상기 전자주입층의 두께가 100Å를 초과하는 경우, 구동전압이 상승할 수 있기 때문이다.

[0074]

마지막으로 전자주입층 상부에 진공증착법이나 스퍼터링법 등의 방법을 이용하여 제2전극을 형성할 수 있다. 상기 제2전극은 캐소드 또는 애노드일 수 있으며, 바람직하게는 캐소드일 수 있다. 상기 제2전극 형성에 사용되는 금속으로는 낮은 일함수를 가지는 금속, 합금, 전기전도성 화합물 및 이들의 혼합물을 사용할 수 있다. 구체적인 예로서는 리튬(Li), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘(Ca), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag)등을 들 수 있다. 또한 전면 발광소자를 얻기 위하여 ITO, IZO를 사용한 투과형 캐소드를 사용할 수도 있다.

[0075]

본 발명의 유기 발광 소자는 도 1c에 도시된 제1전극, 정공주입층(HIL), 정공수송층(HTL), 발광층(EML), 정공저지층(HBL), 전자수송층(ETL), 전자주입층(EIL), 제2전극 구조의 유기 발광 소자뿐만 아니라, 다양한 구조를 갖는 유기 발광 소자(예를 들면, 이하 실시예에서 보다 상세히 설명할 도 1a에 도시된 유기 발광 소자)를 포함하는 물론이다.

[0076]

이하에서, 합성에 및 실시예를 통하여 본 발명에 대하여 구체적으로 설명하지만, 본 발명이 하기의 합성에 및 실시예로 한정되는 것은 아니다.

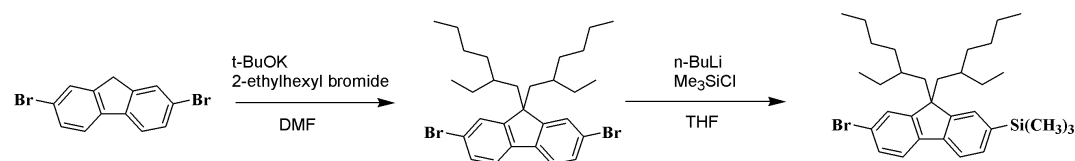
[0077]

합성예 1 : 화학식 2를 갖는 화합물(이하, "화합물 2"라 함)의 합성

[0078]

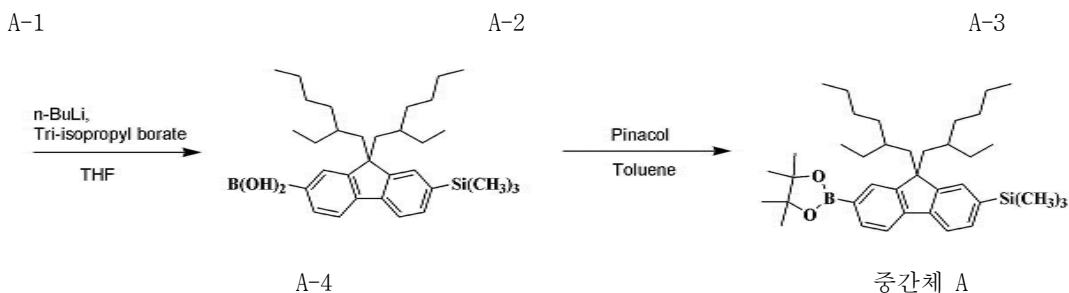
먼저, 하기 반응식 2a에 따라 중간체 A를 준비하였다:

반응식 2a



[0079]

[0080]



[0081]

[0082]

[0083] 중간체 A의 합성

[0084]

A-1 (2 g, 6.17 mmol), t-BuOK (1.7 g, 15.42 mmol)과 2-에틸헥실 브로마이드를 DMF 10 mL에 녹였다. 이 혼합물을 40°C에서 18시간 교반한 다음, 에테르로 추출하고 마그네슘 설페이트로 건조한 후, 2-에틸헥실 브로마이드를 진공 상태에서 증류하여 제거하였다. 이로부터 얻은 반응 혼합물을, n-헥산 : 메틸렌 클로라이드(9 : 1)를 전개용매로 사용하는 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 정제하였다. 그 결과, A-2 를 흰색의 고체로서 2.7 g(수율 80%) 수득하였다. 상기 A-2를 NMR을 이용하여 확인하였더니, 다음과 같았다:

[0085]

¹H NMR (δ in CDCl₃): 0.4-0.6 (m, 9H), 0.62-0.98 (m, 27H). 1.87-1.98 (d, 4H, *J*=9.5 Hz), 7.42-7.58 (m, 6H).

[0086]

A-2 (11.1 g, 23.9 mmol)을 무수 THF 3mL에 질소 분위기 하에서 용해시키고, -78℃로 냉각시켰다. 이 혼합물에 n-부틸리튬 9.8 mL (24.5 mmol)를 30분 동안 한방울씩 첨가하고, 1시간동안 교반하였다. 그 후, Me₃SiCl 3.4 mL (26.8 mmol)를 -78℃에서 첨가하고 밤새 교반하였다. 이로부터 얻은 반응 혼합물을 에테르로 추출하고, 마그네슘 설페이트로 건조한 후, 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 정제하였다. 그 결과, A-3를 흰색 고체로서 11.5 g (수율 95%) 수득하였다. 상기 A-3를 NMR을 이용하여 확인하였더니, 다음과 같았다:

[0087]

¹H NMR (δ in CDCl₃): 0.3–0.39 (m, 9H), 0.4–0.59 (m, 9H), 0.61–0.98 (m, 26H), 1.82–2.1 (m, 4H), 7.42–7.71 (m, 6H).

[0088]

A-3 (0.45 g, 8.3 mmol)을 무수 THF 3mL에 질소 분위기 하에서 용해시키고, -78 °C 로 냉각시켰다. 이 혼합물에 n-부틸리튬 3.6 mL (9.04 mmol) 를 30분 동안 한방울씩 첨가하고, 1시간동안 교반하였다. 그 후, 트리-이소프로필 보레이트 0.5 mL (8.9 mmol) 을 -78 °C 에서 첨가하고 밤새 교반하였다. 이로부터 얻은 반응 혼합물을 에테르로 추출하고, 마그네슘 설페이트로 건조한 후, 페트롤륨 에테르 /에틸 아세테이트(2 / 1) 를 전개용매로 사용하는 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 정제하였다. 그 결과, A-4를 흰색 고체로서 0.34 g (수율 75%) 수득하였다. 상기 A-4를 NMR을 이용하여 확인하였더니, 다음과 같았다:

[0089]

¹H NMR (δ in CDCl₃): 0.3-0.39 (m, 9H), 0.45-1.1 (m, 38H), 2.03-2.21 (m, 4H), 7.51-7.53 (d, 1H, *J*=1.9 Hz), 7.6(s, 1H), 7.77-7.79 (d, 1H, *J*=0.9 Hz), 7.89-7.86 (d, 1H, *J*=0.5 Hz), 8.25-8.26(d, 2H, *J*=5.7 Hz).

[0090]

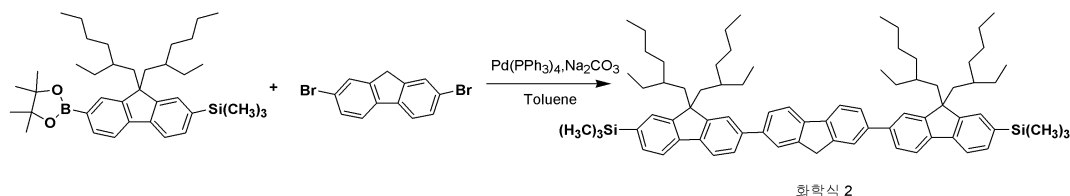
A-4 (0.73 g, 1.4 mmol)과 피나콜(pinacol) (0.24 g, 2.1 mmol)을 톨루엔 40mL에 용해시키고, 4시간동안 환류 교반시켰다. 이로부터 얻은 반응 혼합물을 냉각시키고, 반응 혼합물을 에테르로 추출한 다음, 마그네슘 설페이트로 건조 후, 페트롤륨 에테르 /메틸렌 클로라이드(1 / 3) 를 전개용매로 사용하여 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 정제하였다. 그 결과, 중간체 A를 흰색 고체로서 0.52 g (수율 71%) 수득하였다. 상기 중간체 A를 NMR을 이용하여 확인하였더니, 다음과 같았다:

[0091]

¹H NMR (CDCl₃): 0.34 (s, 9H), 0.50–0.58 (m, 8H), 0.78–0.98 (m, 27H), 1.42 (s, 13H), 2.03–2.15 (d, 4H, *J*=2.4 Hz), 7.48–7.52 (d, 1H, *J*= 1.2 Hz), 7.58–7.60 (s, 1H), 7.70–7.74 (d, 2H, *J*=0.8 Hz), 7.81–7.85 (d, 1H, *J*=2.4 Hz), 7.89–7.92 (d, 2H, *J*=0.2 Hz).

[0092] 이어서, 하기 반응식 2b에 따라 화합물 2를 합성하였다:

반응식 2b



[0093]

[0094]

중간체 A 중간체 B

[0095]

중간체 A (0.883 g, 1.5 mmol) 와 중간체 B (0.122 g, 0.375 mmol)를 30 ml의 톨루엔에 녹이고, Pd(PPh₃)₄ (10 mg)와 2.0M Na₂CO₃ 용액 (6.0 mL, 12.0 mmol)를 첨가한 후 90 °C에서 24시간동안 교반하였다. 이로부터 얻은 반응 혼합물을 냉각시키고, 페트롤늄 에테르로 추출한 다음, 마그네슘 설페이트로 건조시키고, 용매를 제거하고 남은 물질을 페트롤늄 에테르 /메틸렌 클로라이드 (9 / 1) 를 전개용매로 사용하는 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 정제하였다. 그 결과, 화합물 2를 흰색 고체로서 0.285 g (수율 70%) 수득하였다. 상기 화합물 2를 NMR을 이용하여 확인하였더니, 다음과 같았다:

[0096]

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 0.28-0.33 (s, 18H), 0.45-0.57 (m, 28H), 0.64-0.90 (m, 32H), 2.06-2.08 (m, 8H), 4.04 (s, 2H), 7.47-7.50 (d, 2H, J=1.38Hz), 7.54 (s, 2H), 7.61-7.71(m, 10H), 7.76-7.78 (d, 2H, J=2.1Hz), 7.78 (s, 2H), 7.88-7.90 (d, 2H, J=0.9Hz).

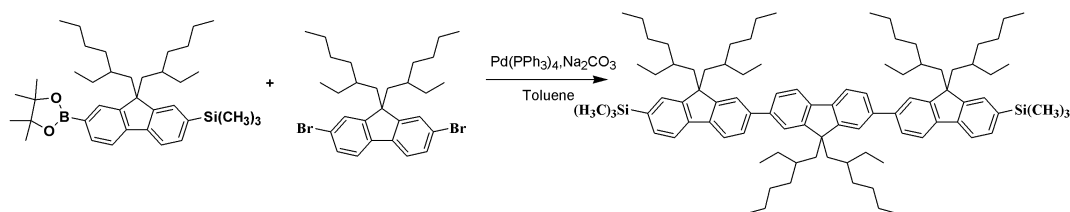
[0097]

합성예 2: 화학식 3을 갖는 화합물(이하, "화합물 3"이라 함)의 합성

[0098]

하기 반응식 3b에 따라, 화합물 3을 합성하였다:

반응식 3b



[0099]

[0100]

중간체 A 중간체 A-2 화학식 3

[0101]

합성예 1에서 제조한 중간체 A (0.883 g, 1.5 mmol) 와 중간체 A-2(0.206 g, 0.375 mmol)를 30 ml의 톨루엔에 녹이고, Pd(PPh₃)₄ (10 mg)와 2.0M Na₂CO₃ 용액 (6.0 mL, 12.0 mmol)를 첨가한 후 90 °C에서 24시간동안 교반하였다. 이로부터 얻은 반응 혼합물을 냉각시켜 페트롤늄 에테르로 추출한 다음, 마그네슘 설페이트로 건조시키고, 용매를 제거하고 남은 물질을 페트롤늄 에테르 /메틸렌 클로라이드 (9 / 1) 를 전개용매로 사용하는 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 정제하였다. 그 결과, 화합물 3을 흰색의 고체로서 0.246 g (수율 50%) 수득하였다. 상기 화합물 3를 NMR을 이용하여 확인하였더니, 다음과 같았다:

[0102]

¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 0.25-0.39 (s, 18H), 0.45-0.91 (m, 90H), 2.00-2.08(m, 12H), 7.4-7.52 (d, 2H, J=2.46Hz), 7.52-7.65(m, 10H), 7.69-7.71 (d, 2H, J=0.61Hz), 7.74-7.8 (m, 4H).

[0103]

평가예 1 - 화합물 2 및 3의 열 안정성 평가

[0104]

상기 화합물 2와 3의 열 안정성을 각 화합물의 Tg(유리 전이 온도) 및 Tm(융점)을 측정함으로써 평가하였다.

Tg 및 Tm는 TGA(Thermo Gravimetric Analysis) 및 DSC(Differential Scanning Calorimetry)를 이용한 열분석 (N₂ 분위기, 온도구간 : 상온~ 600℃(10℃/min)-TGA , 상온에서 400℃까지-DSC, Pan Type : Pt Pan in 일회용 Al Pan(TGA) , 일회용 Al pan(DSC))을 수행하였다.

[0105] 상기 화합물 2와 3은 400℃까지 열분해되지 않으므로 유기 발광 소자의 유기막으로서 사용되기 적합한 열 안정성을 가짐을 확인할 수 있다. 특히, 화합물 2의 TGA 데이터는 도 2를 참조한다.

[0106] **평가예 2 : 화합물 2 및 3의 발광 특성 평가**

[0107] 화합물 2와 3의 흡수 스펙트럼 및 PL(photoluminescence) 스펙트럼을 평가함으로써, 발광 특성을 평가하였다. 먼저, 화합물 2를 톨루엔에 0.2mM의 농도로 희석시켜, 시마즈 유브이-350 스펙트로메터(Shimadzu UV-350 Spectrometer)를 이용하여, 흡수 스펙트럼을 측정하였다. 한편, 화합물 2를 톨루엔에 10mM 농도로 희석시켜, 제논(Xenon) 램프가 장착되어 있는 ISC PC1 스펙트로플로로메터 (Spectrofluorometer)를 이용하여, PL(Photoluminescence)스펙트럼을 측정하였다. 그 결과를 도 3에 나타내었으며, 최대 흡수 파장, 최대 발광 파장을 각각 정리하여 표 1에 나타내었다. 화합물 3도 동일한 방법으로 평가하여, 흡수 스펙트럼 및 PL 스펙트럼을 도 3에 나타내고, 최대 흡수 파장, 최대 발광 파장을 각각 정리하여 표 1에 나타내었다:

표 1

	ϵ (M ⁻¹ cm ⁻¹)	λ abs/max (nm)	λ flu/max (nm)	Δv (cm ⁻¹)
화합물 2	102637	353	394	2947.88
화합물 3	143197	353	397	3139.68

[0109] * 1-cm path, 1 x 10⁻⁵M

[0110] 도 3 및 표 1로부터, 화합물 2와 3은 유기 발광 소자에 적합한 발광 특성을 가짐을 알 수 있다.

[0111] **실시예 1**

[0112] 화합물 2를 발광층 형성 재료로 사용하여, 다음과 같은 구조를 갖는 유기 발광 소자를 제작하였다: ITO/PEDOT(500Å)/화합물 2(500Å)/Alq(200Å)/LiF(10Å)/Al(2000Å).

[0113] 애노드는 코닝사(corning) 제품인 15Ω/cm² (1200Å) ITO 유리 기판을 50mm x 50mm x 0.7mm크기로 잘라서 이소프로필 알콜과 순수물 속에서 각 5분 동안 초음파 세정한 후, 30분 동안 UV 오존 세정하여 사용하였다. 상기 기판 상부에 Bayer사의 PEDOT-PSS (AI4083)을 코팅하여 120℃에서 5시간동안 열처리하여 500Å의 정공주입층을 형성하였다. 상기 정공주입층 상부에, 톨루엔 중 1중량%의 화합물 2를 포함하는 혼합물을 스핀 코팅한 다음 110℃로 30분 동안 열처리하여, 500Å두께의 발광층을 형성하였다. 이 후, 상기 발광층 상부에 Alq 화합물을 진공 증착하여, 200Å두께의 전자수송층을 형성하였다. 상기 전자수송층 상부에 LiF 10Å(전자주입층)과 Al 2000Å(캐소드)을 순차적으로 진공증착하여, 도 1a에 도시된 바와 같은 유기 발광 소자를 제조하였다. 이를 샘플 1이라고 한다.

[0114] **실시예 2**

[0115] 화합물 2를 발광층 형성 재료로 사용하여, 다음과 같은 구조를 갖는 유기 발광 소자를 제작하였다: ITO/PEDOT(500Å)/5wt% 화합물 2 : 3-tert-부틸-9,10-디(나프트-2-일)안트라센(500Å)/Alq(200Å)/LiF(10Å)/Al(2000Å).

[0116] 발광층 형성을 위하여, 톨루엔 중 1중량%의 화합물 2를 포함하는 혼합물을 스핀 코팅 및 열처리하는 사용하는 대신, 톨루엔 중 1중량%의 화합물 2와 화합물 2의 5wt% 해당하는 도판트(3-tert-부틸-9,10-디(나프트-2-일)안트라센)를 포함하는 혼합물을 스핀 코팅 및 열처리하였다는 점을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 유기 발광 소자를 제조하였다. 이를 샘플 2라고 한다.

[0117] **실시예 3**

[0118] 화합물 2를 발광층 형성 재료로 사용하여, 다음과 같은 구조를 갖는 유기 발광 소자를 제작하였다: ITO/PEDOT(500Å)/10 wt% 화합물 2 : 3-tert-부틸-9,10-디(나프트-2-일)안트라센(500Å)/Alq(200Å)/LiF(10Å)/Al(2000Å).

[0119] 발광층 형성을 위하여, 톨루엔 중 1중량%의 화합물 2를 포함하는 혼합물을 스핀 코팅 및 열처리하는 사용하는 대신, 톨루엔 중 1중량%의 화합물 2와 화합물 2의 10wt% 해당하는 도펀트(3-tert-부틸-9,10-디(나프트-2-일)안트라센)를 포함하는 혼합물을 스핀 코팅 및 열처리하였다는 점을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 유기 발광 소자를 제조하였다. 이를 샘플 3이라고 한다.

[0120] **평가예 3 : 샘플 1 내지 3의 특성 평가**

[0121] 샘플 1 내지 3에 대하여, PR650 (Spectroscan) Source Measurement Unit.를 이용하여 구동전압, 색순도 및 효율을 각각 평가하였다.

표 2

샘플 No.	구동전압/최대전압(100cd/m ²)	색좌표	효율(cd/A)
1	3.8/5.6	(0.15, 0.16)	9V에서 0.31
2	2.8/3.8	(0.15, 0.23)	3.6V에서 1.07
3	2.8/4.0	(0.15, 0.21)	3.6V에서 0.96

[0123] 상기 표 2에서 기재된 바와 같이 본 발명을 따르는 샘플 1 내지 3의 소자 특성이 우수함을 알 수 있다.

발명의 효과

[0124] 본 발명에 따라 화학식 1로 표시되는 플루오렌계 화합물은 습식 공정 및/또는 습식 공정을 포함한 열 전사 방법을 이용하여 막으로 형성되기에 적합하다. 또한, 상기 플루오렌계 화합물을 포함하는 유기막을 구비한 유기 발광 소자는 낮은 구동전압, 우수한 색순도, 고효율, 및 고휘도를 갖는다.

도면의 간단한 설명

[0001] 도 1a 내지 1c는 본 발명을 따르는 유기 발광 소자의 구조를 간략하게 나타낸 단면도이고,

[0002] 도 2는 본 발명을 따르는 플루오렌계 화합물의 구현예의 TGA 그래프이고,

[0003] 도 3은 본 발명을 따르는 플루오렌계 화합물의 구현예의 UV 흡수 스펙트럼 및 PL 스펙트럼을 나타낸 그래프이다.

도면

도면1a

제2전극
전자주입층
전자수송층
발광층
정공주입층
제1전극

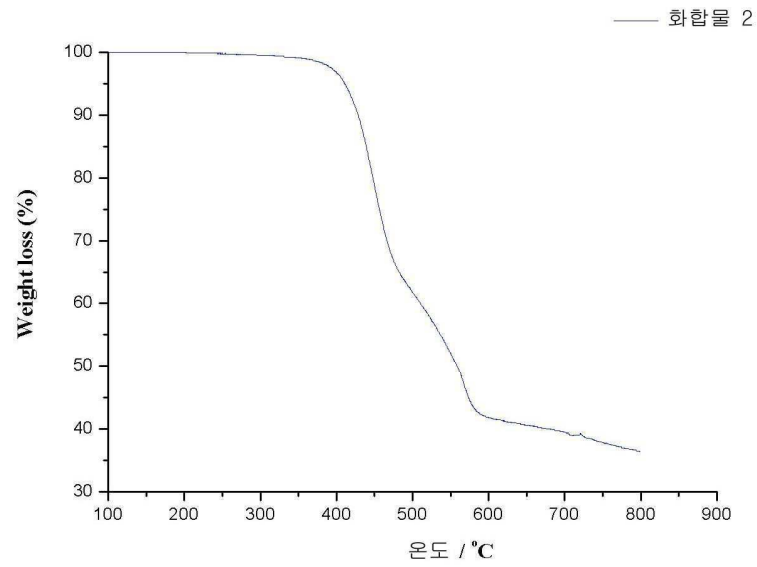
도면1b

제2전극
전자주입층
전자수송층
발광층
정공수송층
정공주입층
제1전극

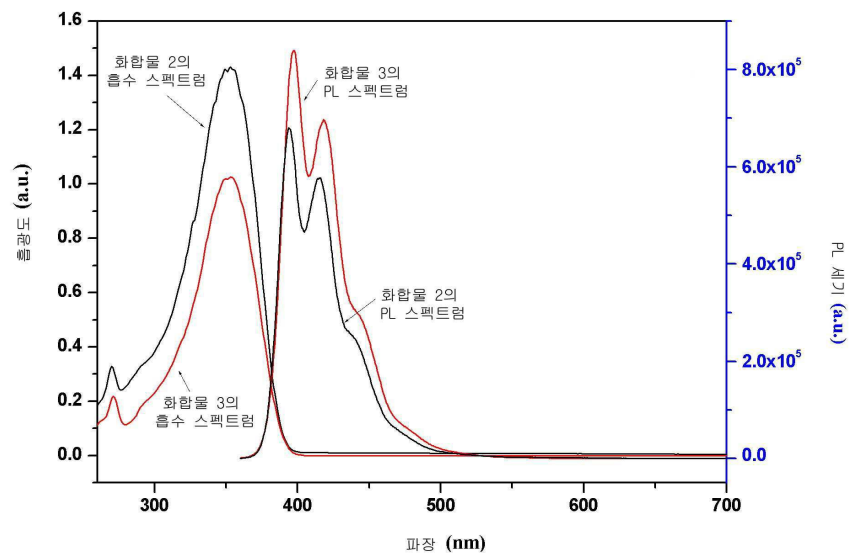
도면1c

제2전극
전자주입층
전자수송층
정공저지층
발광층
정공수송층
정공주입층
제1전극

도면2



도면3



专利名称(译)	标题：芴化合物，具有含有其的有机膜的有机发光器件，以及有机发光器件		
公开(公告)号	KR101243916B1	公开(公告)日	2013-03-14
申请号	KR1020050124113	申请日	2005-12-15
[标]申请(专利权)人(译)	三星显示有限公司		
申请(专利权)人(译)	三星显示器有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	三星显示器有限公司		
[标]发明人	KIM YU JIN 김유진 PARK JONG JIN 박종진 PU LYONG SUN 부용순 NOH TAE YONG 노태용 SON JHUN MO 손준모 PARK SANG HOON 박상훈 LEE KWANG SUP 이광섭		
发明人	김유진 박종진 부용순 노태용 손준모 박상훈 이광섭		
IPC分类号	C09K11/06		
其他公开文献	KR1020070063853A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供一种芴系化合物，其具有改善的成膜性，因此可以形成可用于有机发光器件的有机层，其具有均匀的厚度并且不会通过传热过程引起结晶。基于芴的化合物由下列化学式1表示。在化学式1中，R¹-R⁶各自独立地表示H，取代或未取代的C₁-C₂₀烷基，取代或未取代的C₆-C₃₀芳基；R⁷和R⁸各自独立地表示H，卤原子，CN，OH，NH₂，取代或未取代的C₁-C₂₀烷基，取代或未取代的C₁-C₂₀烷氧基，取代或未取代的C₆-C₃₀芳基，取代或未取代的C₂-C₃₀杂芳基，取代或未取代的C₅-C₂₀环烷基，或取代或未取代的C₅-C₃₀杂环烷基；A和B各自独立地表示H，取代或未取代的直链，支链或环状C₁-C₂₀烷基，或取代或未取代的C₆-C₃₀芳基；n₁和n₂各自独立地表示0或1-3的整数；n为1~5的整数，n为2时，各芴基中的R⁷s和R⁸彼此相同或不同，各芴基中的As和Bs相同或不同。

제2전극
전자주입층
전자수송층
발광층
정공주입층
제1전극