



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년10월08일  
(11) 등록번호 10-1188461  
(24) 등록일자 2012년09월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C09K 11/06 (2006.01) H05B 33/14 (2006.01)  
H01L 51/50 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2009-7016506  
(22) 출원일자(국제) 2008년03월03일  
심사청구일자 2009년08월07일  
(85) 번역문제출일자 2009년08월07일  
(65) 공개번호 10-2009-0122918  
(43) 공개일자 2009년12월01일  
(86) 국제출원번호 PCT/JP2008/054222  
(87) 국제공개번호 WO 2008/111540  
국제공개일자 2008년09월18일

(73) 특허권자  
캐논 가부시끼가이샤  
일본 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2고  
(72) 발명자  
이가와 사토시  
일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방  
2고 캐논 가부시끼가이샤나이  
하시모토 마사시  
일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방  
2고 캐논 가부시끼가이샤나이  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
장수길, 박충범

(30) 우선권주장  
JP-P-2007-060609 2007년03월09일 일본(JP)  
JP-P-2008-023231 2008년02월01일 일본(JP)

(56) 선행기술조사문헌  
JP2002008867 A

전체 청구항 수 : 총 2 항

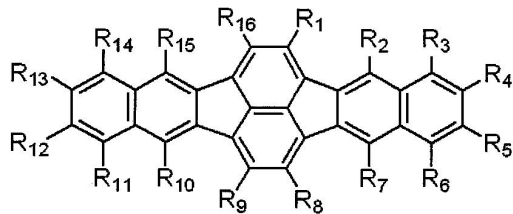
심사관 : 오세주

(54) 발명의 명칭 **축합환 방향족 화합물 및 이것을 이용한 유기 발광소자**

(57) 요약

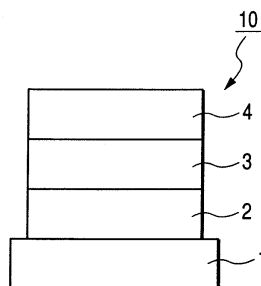
신규한 축합환 방향족 화합물 및 효율 및 휘도가 극히 높은 광출력을 가지는 한편 극히 높은 내구성을 지니는 유기 발광소자가 제공된다. 상기 유기 발광소자는 양극, 음극, 및 상기 양극과 음극 사이에 삽입된 유기 화합물을 함유하는 층을 포함하되, 상기 층은 이하의 일반식 I로 표시되는 축합환 방향족 화합물을 포함한다:

[일반식 I]



식 중, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub>, R<sub>10</sub>, R<sub>11</sub>, R<sub>12</sub>, R<sub>13</sub>, R<sub>14</sub>, R<sub>15</sub> 및 R<sub>16</sub>은 각각 서로 독립적으로 수소 원자, 알킬기, 치환 혹은 무치환의 아르알킬기, 치환 혹은 무치환의 아릴기, 치환 혹은 무치환의 복소환기, 치환 아미노기 또는 할로겐 원자를 나타낸다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

**오카다 신지로**

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

**타키구치 타카오**

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

**오키나카 케이지**

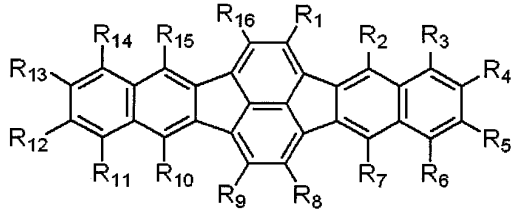
일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2  
고 캐논 가부시끼가이샤나이

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

이하의 일반식 I로 표시되는 축합환 방향족 화합물.

[일반식 I]



(식 중, R<sub>2</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>10</sub>, R<sub>15</sub>는 각각 독립적으로 메틸기, 에틸기, 프로필기, 아이소부틸기, tert-부틸기, 사이클로헥실기 중 어느 하나로 치환되거나 비치환된 아릴기이며,

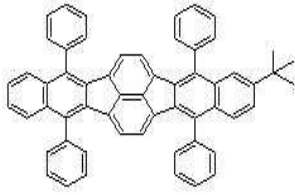
R<sub>1</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub>, R<sub>16</sub>은 수소 원자이고,

R<sub>3</sub> 내지 R<sub>6</sub>, R<sub>11</sub> 내지 R<sub>14</sub>는 각각 독립적으로 수소 원자, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 아이소프로필기, n-부틸기, tert-부틸기, 옥틸기, 사이클로헥실기, 페닐기, 바이페닐기, 터페닐기, 플루오레닐기, 나프틸기, 플루오란테닐기, 안트릴기, 페난트릴기, 피레닐기, 테트라세닐기, 펜타세닐기, 트라이페닐레닐기, 페릴레닐기로 이루어지는 군으로부터 선택되며,

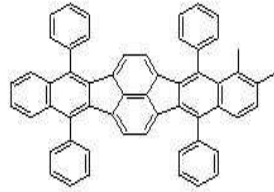
단, R<sub>1</sub>과 R<sub>9</sub>, R<sub>2</sub>와 R<sub>10</sub>, R<sub>3</sub>과 R<sub>11</sub>, R<sub>4</sub>와 R<sub>12</sub>, R<sub>5</sub>와 R<sub>13</sub>, R<sub>6</sub>과 R<sub>14</sub>, R<sub>7</sub>과 R<sub>15</sub> 및 R<sub>8</sub>과 R<sub>16</sub>의 조합 중 적어도 하나의 조합은 상이한 치환기의 조합임)

청구항 2

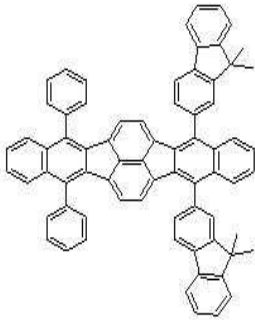
제1항에 있어서, 이하의 각 구조식 중 어느 하나로 표시되는 축합환 방향족 화합물.



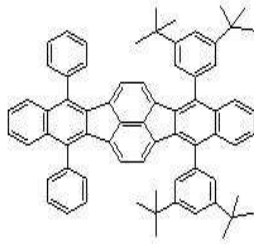
A-2



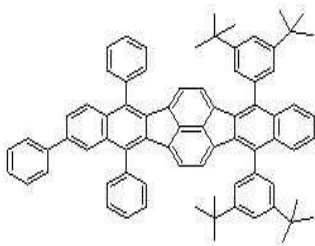
A-11



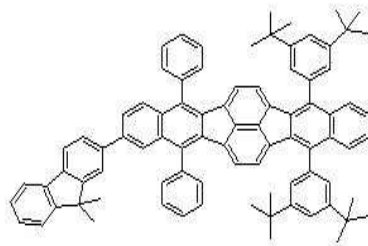
B-1



B-20



C-11



C-12

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 축합환 방향족 화합물 및 이 화합물을 이용한 유기 발광소자에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 유기 발광소자는, 양극과 음극 사이에 형광성 또는 인광성 유기 화합물을 포함하는 박막을 삽입한 소자이다. 각각의 전극으로부터 전자 및 홀(정공)을 주입함으로써, 형광성 또는 인광성 화합물의 여기자를 생성시킨다. 이 여기자가 기저 상태로 돌아올 때에 광을 방사한다. 유기 발광소자의 최근의 진보는 현저하고, 해당 소자의 특징은, 저인가 전압으로 고휘도를 보이며 또한 발광 파장의 다양성 및 고속 응답성을 지닌 박형?경량의 발광 디바이스화를 가능하게 한다. 이 사실로부터, 해당 소자는 광범위한 적용에의 용도를 찾는 데 가능성을 가진 것을 시사하고 있다.

[0003] 그러나, 현 상황에서는 더욱 고휘도의 광출력 혹은 더욱 고변환 효율이 필요하다. 또한, 유기 발광 소자는 장시간의 사용에 의한 경시 변화나 산소를 포함한 분위기 기체나 습기 등에 의한 열화 등의 내구성의 점에서 여전히 많은 문제를 지니고 있다. 또, 해당 소자가 풀 컬러 디스플레이 등에 응용되는 것을 고려했을 경우, 색 순도가 양호한 청색 광, 녹색 광 또는 적색 광이 필요하다. 하지만, 이들 문제는 아직 충분히 해소된 것은 아니었다.

[0004] 이러한 문제를 해결하기 위해서, 유기 발광소자용 재료로서 5원환 구조를 포함하는 비교적 큰 축합환 방향족 화합물을 도입하는 것이 제안되고 있다. 5원환 구조를 포함하는 비교적 큰 축합환 방향족 화합물 및 이 화합물을 이용한 유기 발광소자의 구체적인 예는 일본국 공개 특허 평10-330295호 공보, 일본국 공개 특허 제2002-170681호 공보, 일본국 공개 특허 제2002-110356호 공보, 일본국 공개 특허 평11-176573호 공보 및 일본국 공개 특허 제2002-8867호 공보에 개시되어 있다.

**발명의 상세한 설명**

[0005] 본 발명의 목적은 신규한 축합환 방향족 화합물을 제공하는 데 있다.

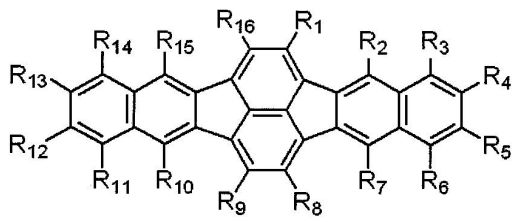
[0006] 본 발명의 다른 목적은 효율 및 휘도가 극히 높은 광출력을 가지는 한편 극히 높은 내구성을 지니는 유기 발광 소자를 제공하는 데 있다.

[0007] 또, 본 발명의 또 다른 목적은 비교적 저렴한 비용으로 용이하게 제조될 수 있는 유기 발광소자를 제공하는 데 있다.

[0008] 상기 목적은 이하에 설명된 본 발명에 의해 달성된다.

[0009] 즉, 본 발명의 일 측면에 의하면, 이하의 일반식 I로 표시되는 축합환 방향족 화합물이 제공된다:

[0010] [일반식 I]



[0011] 식 중, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub>, R<sub>10</sub>, R<sub>11</sub>, R<sub>12</sub>, R<sub>13</sub>, R<sub>14</sub>, R<sub>15</sub> 및 R<sub>16</sub>은 각각 서로 독립적으로 수소 원자, 알킬기, 치환 혹은 무치환의 아르알킬기, 치환 혹은 무치환의 아릴기, 치환 혹은 무치환의 복소환기, 치환 아미노기 또는 할로젠 원자를 나타내며, 단, R<sub>1</sub>과 R<sub>9</sub>, R<sub>2</sub>와 R<sub>10</sub>, R<sub>3</sub>와 R<sub>11</sub>, R<sub>4</sub>와 R<sub>12</sub>, R<sub>5</sub>와 R<sub>13</sub>, R<sub>6</sub>와 R<sub>14</sub>, R<sub>7</sub>과 R<sub>15</sub> 및 R<sub>8</sub>과 R<sub>16</sub>의 조합 중 적어도 하나의 조합은 상이한 치환기의 조합이다.

[0013] 본 발명에 있어서, R<sub>2</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>10</sub> 및 R<sub>15</sub>은 각각 치환 혹은 무치환의 아릴기인 것이 바람직하다.

[0014] 본 발명의 다른 측면에 의하면, 양극; 음극; 및 상기 양극과 음극 사이에 삽입된 유기 화합물을 함유하는 층을 포함하되, 상기 층이 상기 축합환 방향족 화합물을 포함하는 유기 발광소자가 제공된다.

[0015] 본 발명에 있어서, 상기 층은 발광층인 것이 바람직하다.

[0016] 또, 상기 발광층은 호스트와 게스트를 포함하되, 상기 게스트는 상기 축합환 방향족 화합물을 포함하는 것이 바람직하다.

[0017] 또한, 상기 유기 발광소자는 상기 양극과 음극 사이에 전압을 인가함으로써 발광하는 전계 발광소자인 것이 바

람직하다.

[0018] 본 발명에 의하면, 신규한 축합환 방향족 화합물을 제공할 수 있다.

[0019] 또, 본 발명에 의하면, 효율 및 휘도가 극히 높은 광출력을 가지는 한편 극히 높은 내구성을 지니는 유기 발광 소자를 제공할 수 있다.

[0020] 또한, 본 발명의 유기 발광소자는, 진공 증착, 캐스팅법 등을 이용해서 제작이 가능하고, 비교적 저렴한 비용으로 대면적을 지니도록 용이하게 제작할 수 있다.

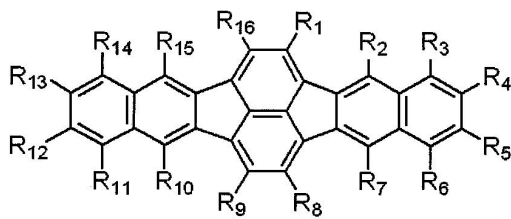
**실시예**

**[0027] 발명을 실시하기 위한 최량의 형태**

[0028] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다. 우선, 본 발명의 축합환 방향족 화합물에 대해 설명한다.

[0029] 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 이하의 일반식 I로 표시된다:

[0030] [일반식 I]



[0031] 식 중, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub>, R<sub>6</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>8</sub>, R<sub>9</sub>, R<sub>10</sub>, R<sub>11</sub>, R<sub>12</sub>, R<sub>13</sub>, R<sub>14</sub>, R<sub>15</sub> 및 R<sub>16</sub>은 각각 서로 독립적으로 수소 원자, 알킬기, 치환 혹은 무치환의 아르알킬기, 치환 혹은 무치환의 아릴기, 치환 혹은 무치환의 복소환기, 치환 아미노기 또는 할로젠 원자를 나타내며, 단, R<sub>1</sub>과 R<sub>9</sub>, R<sub>2</sub>와 R<sub>10</sub>, R<sub>3</sub>와 R<sub>11</sub>, R<sub>4</sub>와 R<sub>12</sub>, R<sub>5</sub>와 R<sub>13</sub>, R<sub>6</sub>와 R<sub>14</sub>, R<sub>7</sub>과 R<sub>15</sub> 및 R<sub>8</sub>과 R<sub>16</sub>의 조합 중 적어도 하나의 조합은 상이한 치환기의 조합이다.

[0033] R<sub>1</sub> 내지 R<sub>16</sub>을 나타내는 알킬기의 예로는 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 아이소프로필기, n-부틸기, tert-부틸기, 옥틸기, 사이클로헥실기, 트라이플루오로메틸기 등을 들 수 있다.

[0034] R<sub>1</sub> 내지 R<sub>16</sub>을 나타내는 아르알킬기의 예로는 벤질기, 페네틸기 등을 들 수 있다.

[0035] R<sub>1</sub> 내지 R<sub>16</sub>을 나타내는 아릴기의 예로는 페닐기, 바이페닐기, 터페닐기, 플루오레닐기, 나프틸기, 플루오란테닐기, 안트릴기, 페난트릴기, 피레닐기, 테트라세닐기, 펜타세닐기, 트라이페닐레닐기, 페릴레닐기 등을 들 수 있다.

[0036] R<sub>1</sub> 내지 R<sub>16</sub>을 나타내는 복소환기의 예로는 티에닐기, 피롤릴기, 피리딜기, 옥사졸릴기, 옥사디아아졸릴기, 티아졸릴기, 티아디아아졸릴기, 터티에닐기, 퀴놀릴기, 아이소퀴놀릴기, 카바졸릴기 등을 들 수 있다.

[0037] R<sub>1</sub> 내지 R<sub>16</sub>을 나타내는 치환 아미노기의 예로는 다이메틸아미노기, 다이에틸아미노기, 다이벤질아미노기, 다이페닐아미노기, 다이톨릴아미노기, 다이아니솔릴아미노기 등을 들 수 있다.

[0038] R<sub>1</sub> 내지 R<sub>16</sub>을 나타내는 할로젠 원자의 예로는 불소, 염소, 브롬, 요오드 등을 들 수 있다.

[0039] 상기 아르알킬기, 아릴기 및 복소환기가 지닐 수 있는 치환기의 예로는 메틸기, 에틸기, 프로필기, 아이소프로필기, tert-부틸기, 사이클로헥실기 등의 알킬기; 벤질기, 페네틸기 등의 아르알킬기; 페닐기, 바이페닐기 등의 아릴기; 티에닐기, 피롤릴기, 피리딜기 등의 복소환기; 다이메틸아미노기, 다이에틸아미노기, 다이벤질아미노기, 다이페닐아미노기, 다이톨릴아미노기, 다이아니솔릴아미노기 등의 치환 아미노기; 메톡실기, 에톡실기, 프로폭실기 등의 알콕실기; 페녹실기 등의 아릴옥실기; 불소, 염소, 브롬, 요오드 등의 할로젠 원자; 사이아노기 등을 들 수 있다.

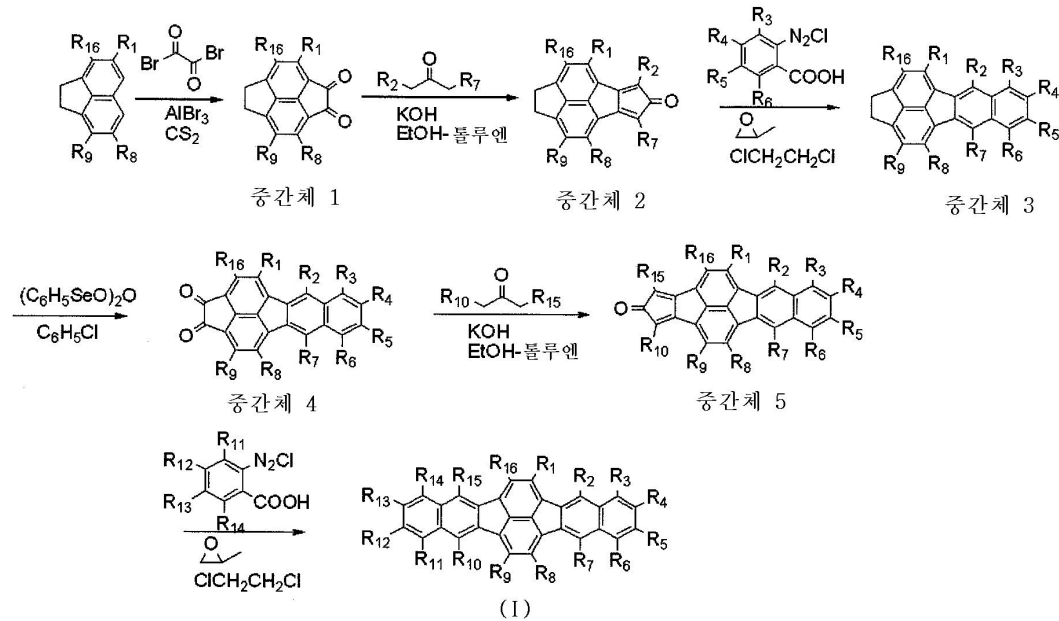
[0040] 또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 축합환 자체가 비교적 크기 때문에, 유기 발광소자의 발광재료로서 이용할 경우에는, 축합환끼리의 상호작용에 의한 발광재료의 농도 소광을 고려할 필요가 있다. 따라서, 분자의 대

칭성을 저하시켜, 분자끼리의 회합성을 저하시키는 것이 유기 발광소자 중에 있어서의 농도 소광 억제에 효과적이다. 그러므로, 분자의 대칭성을 저하시키기 위해서, 분자 골격의 중심의 위치에 대해서 점대칭 위치에 위치하는 치환기의 조합 중 적어도 1개의 조합이 다른 치환기의 조합인 것이 중요하다. 여기서, "분자 골격의 중심의 위치에 대해서 점대칭 위치에 위치하는 치환기의 조합"이란, 일반식 I의 화합물에 있어서의 R<sub>1</sub>과 R<sub>9</sub>, R<sub>2</sub>와 R<sub>10</sub>, R<sub>3</sub>와 R<sub>11</sub>, R<sub>4</sub>와 R<sub>12</sub>, R<sub>5</sub>와 R<sub>13</sub>, R<sub>6</sub>와 R<sub>14</sub>, R<sub>7</sub>와 R<sub>15</sub> 및 R<sub>8</sub>과 R<sub>16</sub>의 조합을 의미한다.

[0041] 또, 발광재료의 농도 소광을 억제하기 위해서는, 바람직하게는, 입체 장애가 큰 치환기를 도입한다. 예를 들어, tert-부틸기 등을 내포시키는 것이 효과적이다.

[0042] 또한, 분자의 대칭성을 떨어뜨려, 결정성을 저하시킴으로써, 승화 온도 및 증착 온도를 저하시켜, 승화 및 증착 속도를 향상시키므로, 화합물 및 유기 발광소자의 생산성의 향상도 기대할 수 있다.

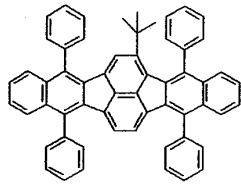
[0043] 또, 일반식 I로 표시되는 축합환 방향족 화합물의 제조방법은 특별히 제한되지 않지만, 축합환 방향족 화합물은, 예를 들어, 이하에 나타낸 제조방법에 따라 제조될 수 있다.



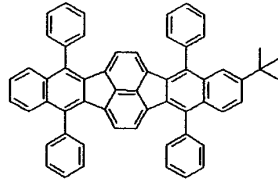
[0044]

[0045] 상기 제조방법에 의해 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 제조할 경우에는, 중간체 2 및 중간체 5의 안정성의 관점으로부터 바람직하게는 일반식 I 중의 R<sub>2</sub>, R<sub>7</sub>, R<sub>10</sub> 및 R<sub>15</sub>은 각각 치환 혹은 무치환의 아틸기이다.

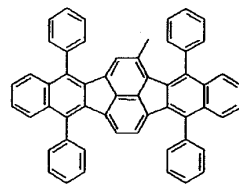
[0046] 이하, 본 발명의 축합환 방향족 화합물의 구체적인 구조식을 이하에 나타낸다. 그러나, 이들 구조식은 단지 대표예를 예시한 것일 뿐, 본 발명은 이것으로 한정되는 것은 아니다.



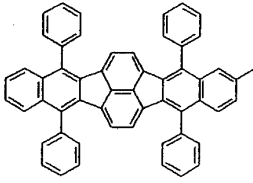
A-1



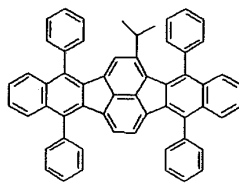
A-2



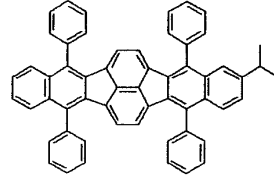
A-3



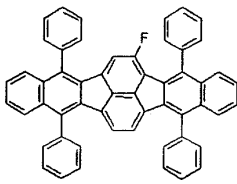
A-4



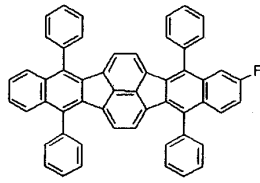
A-5



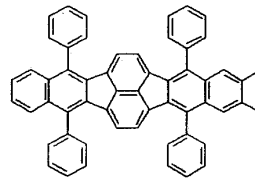
A-6



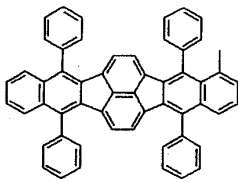
A-7



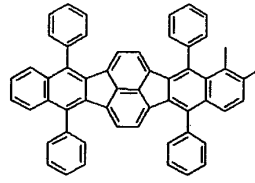
A-8



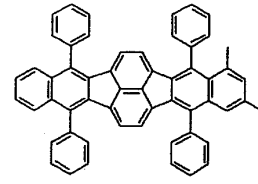
A-9



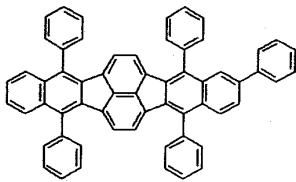
A-10



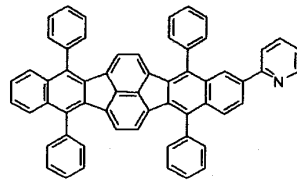
A-11



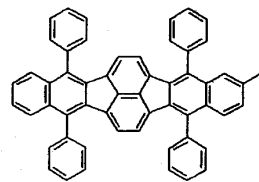
A-12



A-13

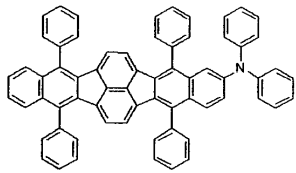


A-14

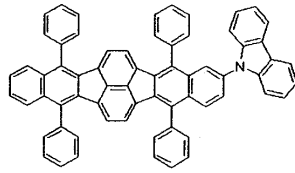


A-15

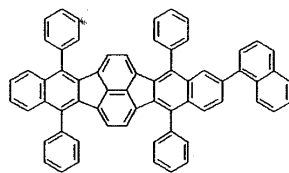
[0047]



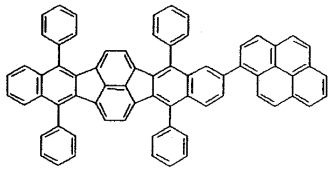
A-16



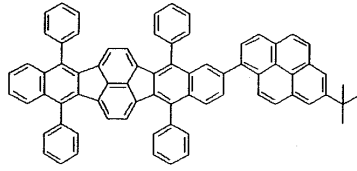
A-17



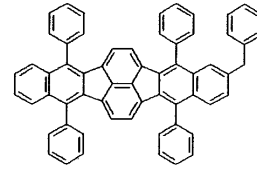
A-18



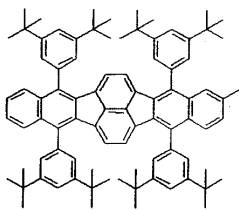
A-19



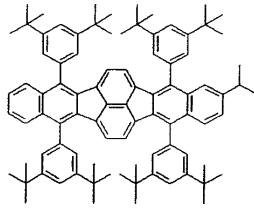
A-20



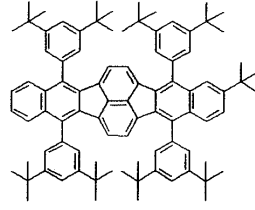
A-21



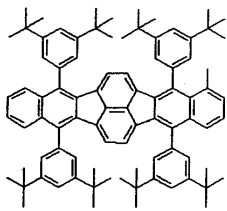
A-22



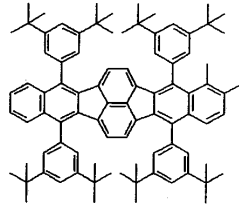
A-23



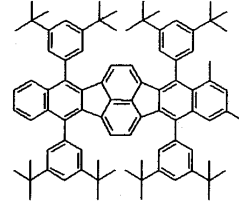
A-24



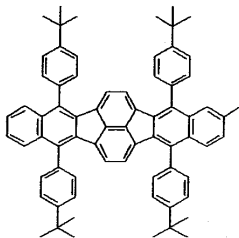
A-25



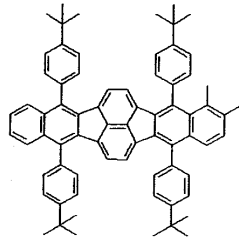
A-26



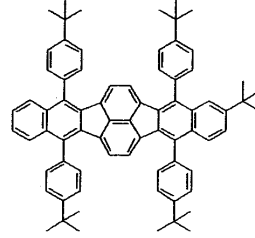
A-27



A-28

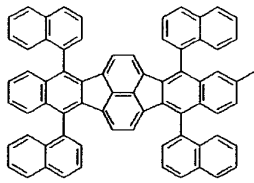


A-29

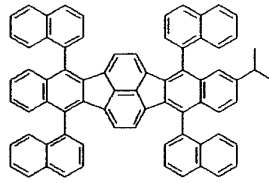


A-30

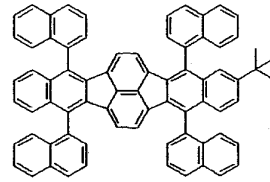
[0048]



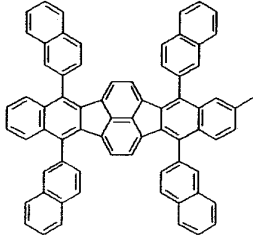
A-31



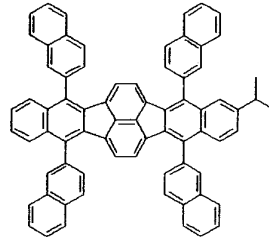
A-32



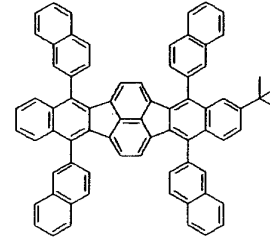
A-33



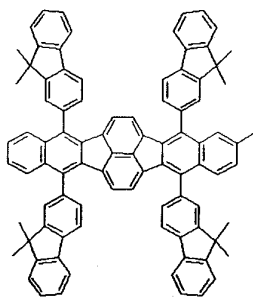
A-34



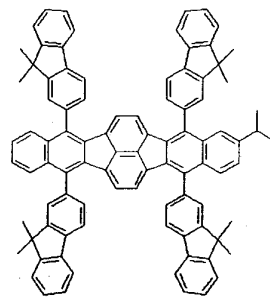
A-35



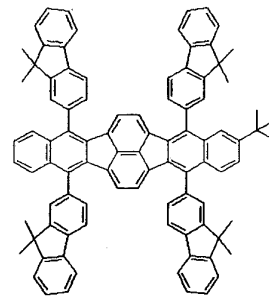
A-36



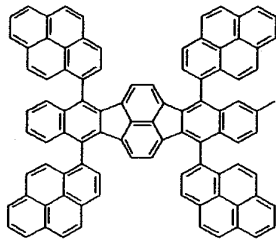
A-37



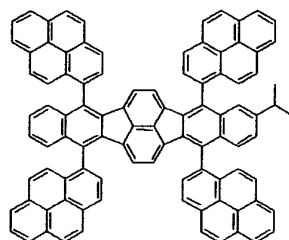
A-38



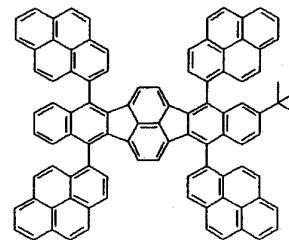
A-39



A-40

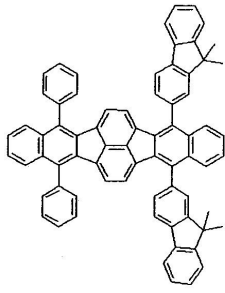


A-41

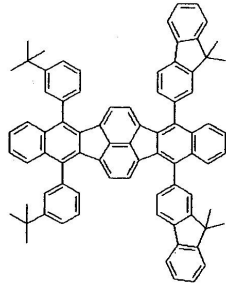


A-42

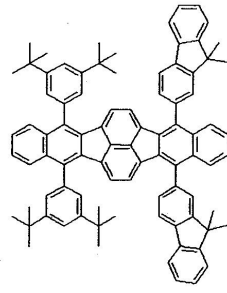
[0049]



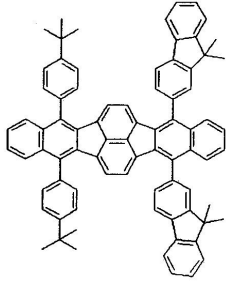
B-1



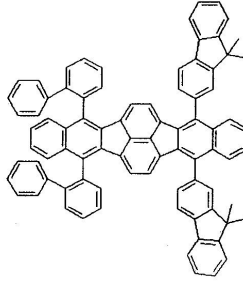
B-2



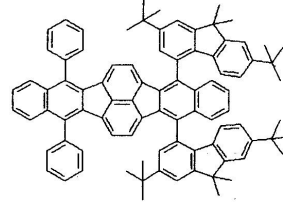
B-3



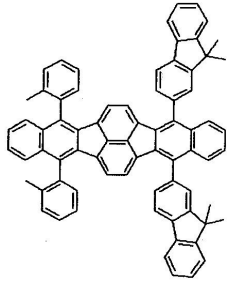
B-4



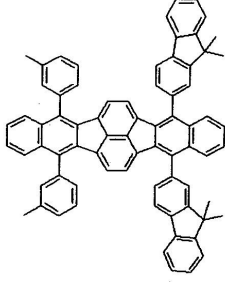
B-5



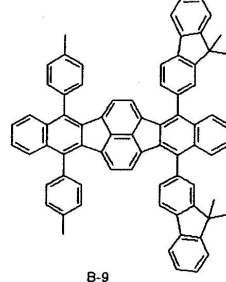
B-6



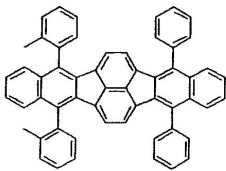
B-7



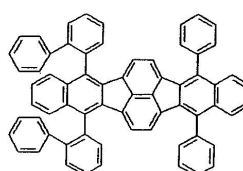
B-8



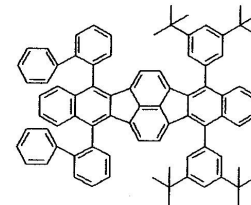
B-9



B-10

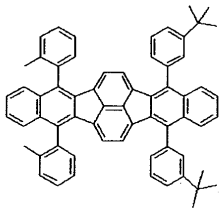


B-11

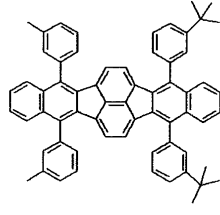


B-12

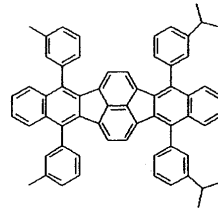
[0050]



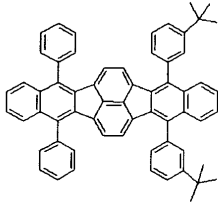
B-13



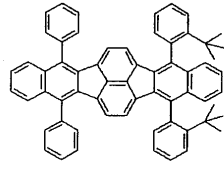
B-14



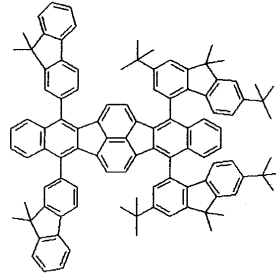
B-15



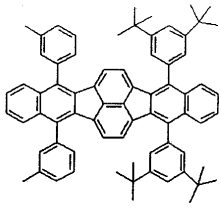
B-16



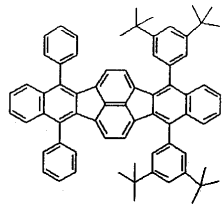
B-17



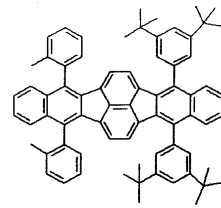
B-18



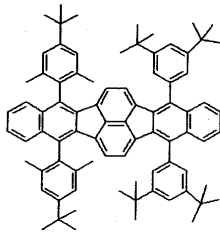
B-19



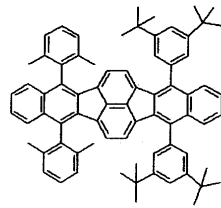
B-20



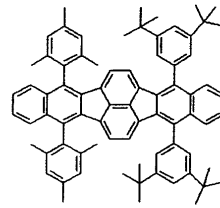
B-21



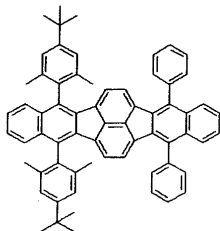
B-22



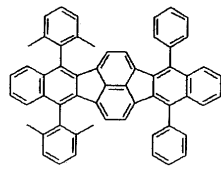
B-23



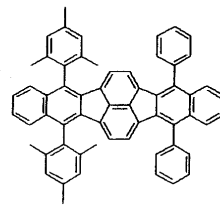
B-24



B-25

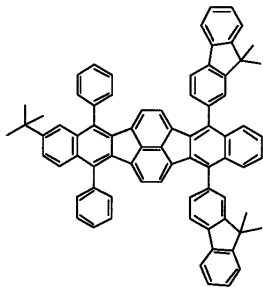


B-26

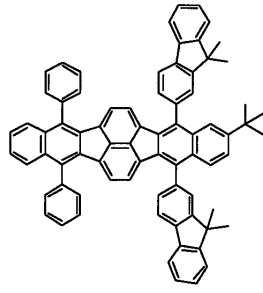


B-27

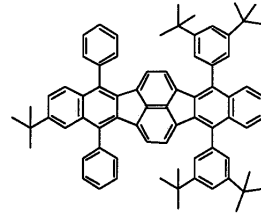
[0051]



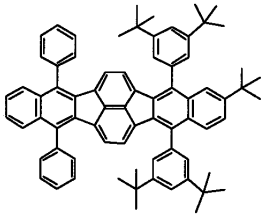
C-1



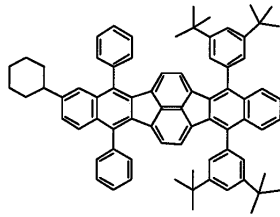
C-2



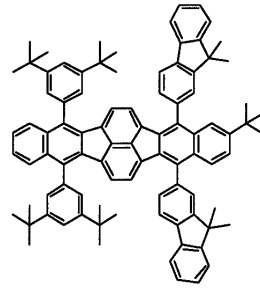
C-3



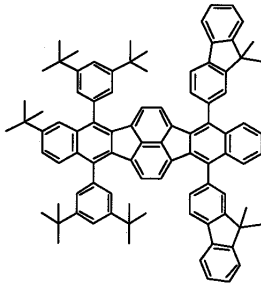
C-4



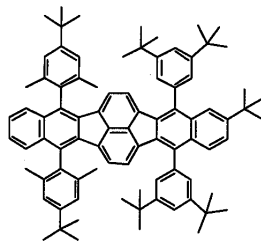
C-5



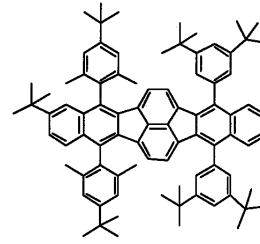
C-6



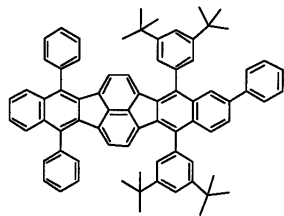
C-7



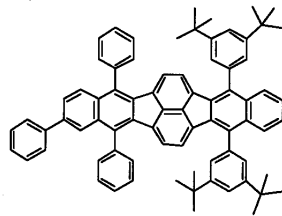
C-8



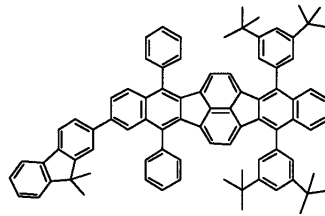
C-9



C-10

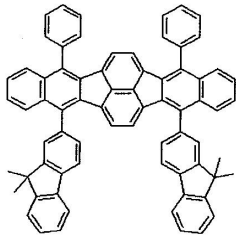


C-11

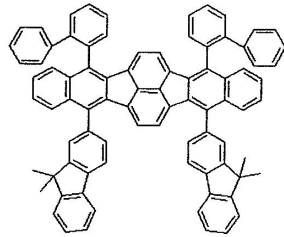


C-12

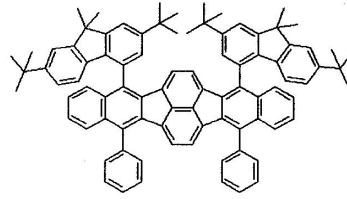
[0052]



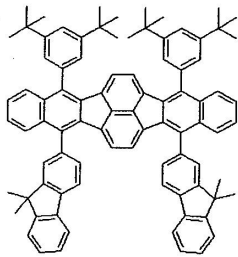
D-1



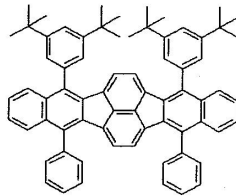
D-2



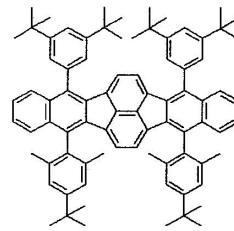
D-3



D-4



D-5



D-6

[0053]

[0054]

다음에, 본 발명의 유기 발광소자에 대해 상세히 설명한다.

[0055]

본 발명의 유기 발광소자는, 양극, 음극, 및 양극과 음극 사이에 삽입되는 유기 화합물로 이루어진 층으로 구성된다. 이 유기 화합물로 이루어진 층은 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 함유한다. 본 발명의 유기 발광소자는, 바람직하게는, 양극과 음극 사이에 전압을 인가함으로써 발광하는 전계 발광소자이다.

[0056]

이하, 도면을 참조하면서, 본 발명의 유기 발광소자를 상세하게 설명한다.

[0057]

우선, 도면에 이용된 참조 부호를 설명한다. 참조 부호 (1)은 기관, (2)는 양극, (3)은 발광층, (4)는 음극, (5)는 정공 수송층, (6)은 전자 수송층, (7)은 정공 주입층, (8)은 정공/여기자 블로킹층, (10), (20), (30), (40), (50), (60)은 각각 유기 발광소자이다.

[0058]

도 1은 본 발명의 유기 발광소자의 제1실시형태를 나타낸 단면도이다. 도 1에 도시된 유기 발광소자(10)에서는, 기관(1) 상에, 양극(2), 발광층(3) 및 음극(4)이 순차 설치되어 있다. 이 유기 발광소자(10)의 구성은, 발광층(3)이 정공 수송능, 전자 수송능 및 발광능을 모두 가지는 화합물로 구성되어 있는 경우에 유용하다. 또, 상기 구성은, 발광층(3)이 정공 수송능, 전자 수송능 및 발광능 중의 어느 하나의 특성을 가지는 화합물의 혼합물로 구성되는 경우에도 유용하다.

[0059]

도 2는 본 발명의 유기 발광소자의 제2실시형태를 나타낸 단면도이다. 도 2에 도시된 유기 발광소자(20)에서는, 기관(1) 상에, 양극(2), 정공 수송층(5), 전자 수송층(6) 및 음극(4)이 순차 설치되어 있다. 이 유기 발광소자(20)의 구성은, 정공 수송능 또는 전자 수송능의 어느 하나를 지닌 유기 화합물과 전자 수송능만 또는 정공 수송능만을 지닌 유기 화합물을 조합해서 이용하는 경우에 유용하다. 또, 도 2에 도시된 유기 발광소자(20)에서는, 정공 수송층(5) 및 전자 수송층(6)이 각각 발광층으로서도 역할하고 있다.

[0060]

도 3은 본 발명의 유기 발광소자의 제3실시형태를 나타낸 단면도이다. 도 3에 도시된 유기 발광소자(30)는, 도 2에 도시된 유기 발광소자(20)와는, 정공 수송층(5)과 전자 수송층(6) 사이에 발광층(3)이 추가로 형성된 점에서 상이하다. 이 유기 발광소자(30)는, 캐리어 수송 기능과 발광 기능을 서로 분리한 것이므로, 정공 수송성, 전자 수송성 및 발광성의 각 특성을 가진 유기 화합물을 적절하게 조합해서 이용할 수 있다. 따라서, 재료 선택의 자유도가 상당히 증가하고 또한 발광 파장을 달리하는 각종 유기 화합물을 사용할 수 있으므로, 광범위한 발광 색상이 제공될 수 있다. 또한, 중앙 부분의 발광층(3)에 캐리어 혹은 여기자를 효과적으로 감금해서 발광 효율을 향상시키는 것도 가능해진다.

[0061]

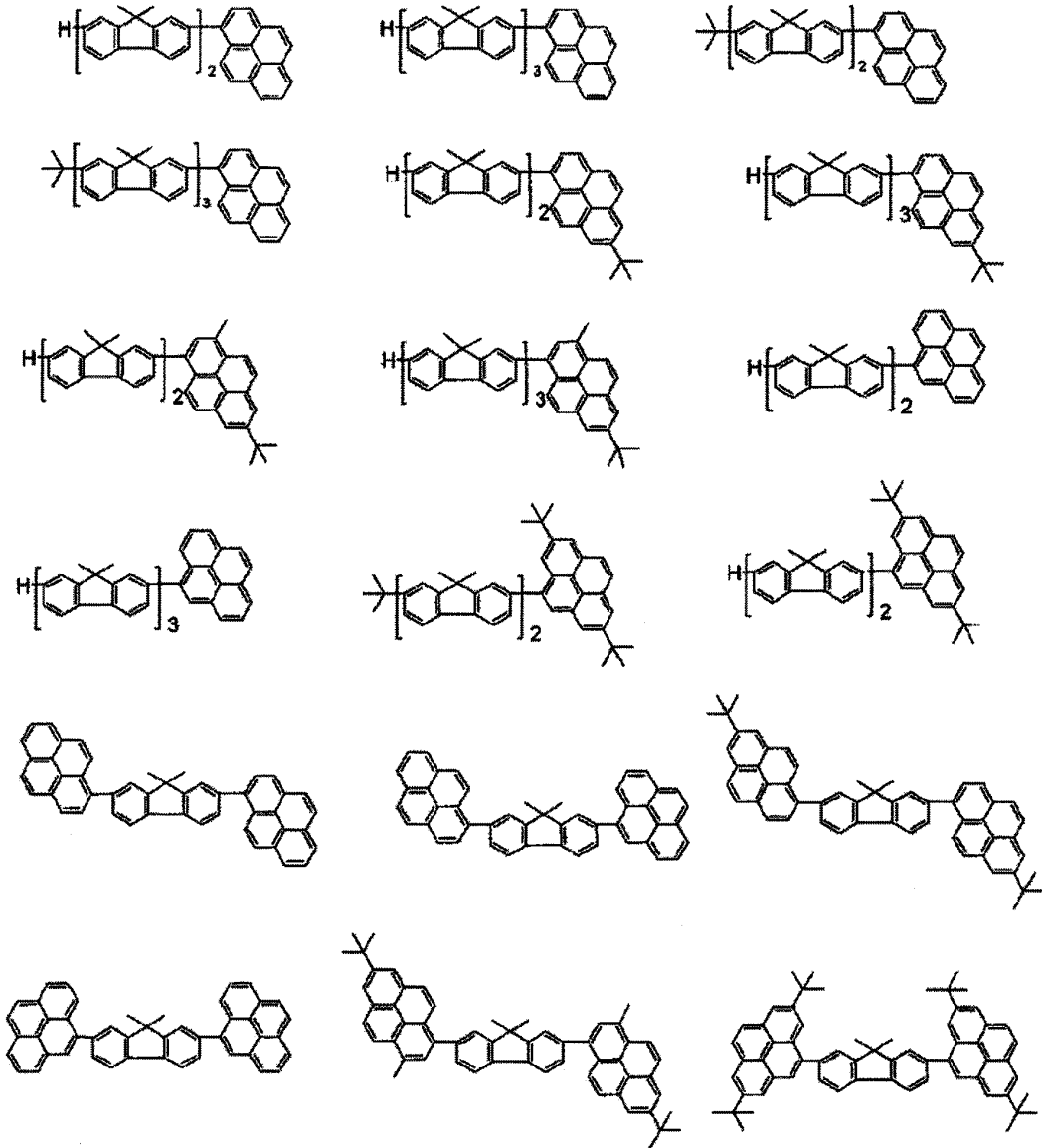
도 4는 본 발명의 유기 발광소자의 제4실시형태를 나타낸 단면도이다. 도 4에 도시된 유기 발광소자(40)는, 도 3에 도시된 유기 발광소자(30)와는, 양극(2)과 정공 수송층(5) 사이에 정공 주입층(7)을 형성한 점에서 상이하다. 이 유기 발광소자(40)에서는, 정공 주입층(7)을 추가로 설치함으로써, 양극(2)과 정공 수송층(5) 간의 밀착성 또는 정공의 주입성이 개선되므로, 구동 전압을 효과적으로 저감시킬 수 있다.

- [0062] 도 5는 본 발명의 유기 발광소자의 제5실시형태를 나타낸 단면도이다. 도 5에 도시된 유기 발광소자(50)는, 도 3에 도시된 유기 발광소자(30)와는, 정공 또는 여기자(엑시톤)가 음극(4) 쪽으로 통과하는 것을 차단하는 층(정공/여기자 블로킹층(8))을 발광층(3)과 전자 수송층(6) 사이에 추가로 형성한 점에서 상이하다. 이 구성은 이온화 포텐셜이 상당히 높은 유기 화합물을 정공/여기자 블로킹층(8)으로서 이용함으로써, 유기 발광소자(50)의 발광 효율을 향상시킨다.
- [0063] 도 6은 본 발명의 유기 발광소자의 제6실시형태를 나타낸 단면도이다. 도 6에 도시된 유기 발광소자(60)는, 도 4에 도시된 유기 발광소자(40)와는, 정공/여기자 블로킹층(8)을 발광층(3)과 전자 수송층(6) 사이에 추가로 형성한 점에서 상이하다. 이온화 포텐셜이 매우 높은 유기 화합물을 정공/여기자 블로킹층(8)으로서 이용함으로써, 유기 발광소자(60)의 발광 효율을 향상시킬 수 있다.
- [0064] 도 1 내지 도 6은 단지 매우 기본적인 소자 구성을 도시한 것으로, 본 발명에 의한 축합환 방향족 화합물을 함유하는 유기 발광소자의 구성은 이들로 한정되는 것은 아니다. 예를 들어, 전극과 유기층 사이의 계면에 절연층, 접착층 또는 간접층을 형성한 것 등과 같이 각종 층 구성을 채용할 수 있다. 또, 정공 수송층(5)은 이온화 포텐셜이 다른 2층으로 구성된다.
- [0065] 본 발명의 축합환 방향족 화합물은, 종래의 화합물에 비해서, 발광성 및 내구성이 우수하며, 도 1 내지 도 6에 도시된 실시형태들 중 어느 하나에 사용될 수 있다. 이때, 본 발명의 축합환 방향족 화합물은, 단독으로 사용해도 되고, 복수의 화합물을 조합해서 사용해도 된다.
- [0066] 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 상기 유기 화합물로 이루어진 층들, 예를 들어, 도 1 내지 도 6에 나타낸 발광층(3), 정공 수송층(5), 전자 수송층(6), 정공 주입층(7) 및 정공/여기자 블로킹층(8) 중의 어느 하나에 포함되고, 바람직하게는, 발광층(3) 및 전자 수송층(6) 중 어느 하나에 포함되며, 보다 바람직하게는, 발광층(3)에 포함된다. 이때, 이러한 층에 포함되는 본 발명의 축합환 방향족 화합물은, 1종류여도 되고, 2종류 이상이어도 무방하다.
- [0067] 또, 발광층(3)은, 바람직하게는, 호스트와 게스트로 구성되고, 게스트는 본 발명의 축합환 방향족 화합물이다. 또한, 여기서 말하는 "게스트"란 용어는, 유기 발광소자의 발광 영역에서, 정공과 전자 간의 재결합에 의하여 발광하는 화합물을 의미하며, 게스트는 발광 영역을 형성하는 물질(호스트)과 함께 발광층(3)에 함유되는 것이다.
- [0068] 발광층이 캐리어 수송성의 호스트와 게스트로 형성되는 경우, 발광에 이르는 과정은 이하의 몇개의 단계로 구성된다.
- [0069] 1. 발광층 내에서의 전자/정공의 수송.
- [0070] 2. 호스트 내에 여기자의 발생.
- [0071] 3. 호스트 분자 간의 여기 에너지 전달.
- [0072] 4. 호스트로부터 게스트로의 여기 에너지 이동.
- [0073] 각각의 단계에 있어서의 원하는 에너지 이동이나 발광은 다양한 실활(deactivation) 단계와 경쟁적으로 일어난다.
- [0074] 유기 발광소자의 발광 효율을 증가시키기 위해서는, 발광 중심 재료 그 자체의 발광 양자 수율을 증가시킬 필요가 있는 것은 말할 필요도 없다. 그러나, 호스트와 호스트 사이 혹은 호스트와 게스트 사이의 에너지 이동이 어떻게 높은 효율로 얻어지는가도 큰 문제가 된다. 또, 통전에 의한 발광 열화의 원인은 아직 분명하지 않지만, 그 열화는 적어도 발광 중심 재료 그 자체 또는 그 주변 분자에 의한 발광재료의 환경 변화와 관련된 것으로 상정된다.
- [0075] 본 발명의 축합환 방향족 화합물을, 특히, 발광층의 게스트로서 이용하면, 발광 효율이 양호한 소자를 제공할 수 있고, 장기간 고휘도를 유지하여, 통전 열화를 덜 받게 된다.
- [0076] 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 발광층의 게스트로서 이용하는 경우, 그 화합물의 함유량은, 바람직하게는, 발광층을 구성하는 재료 전체의 중량에 의거해서 50 중량%이하, 보다 바람직하게는, 0.1 중량% 이상 30 중량% 이하이며, 특히 바람직하게는, 0.1 중량% 이상 15 중량% 이하이다.
- [0077] 또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 발광층의 게스트로서 이용할 경우, 호스트는 특별히 제한은 없지만, 호

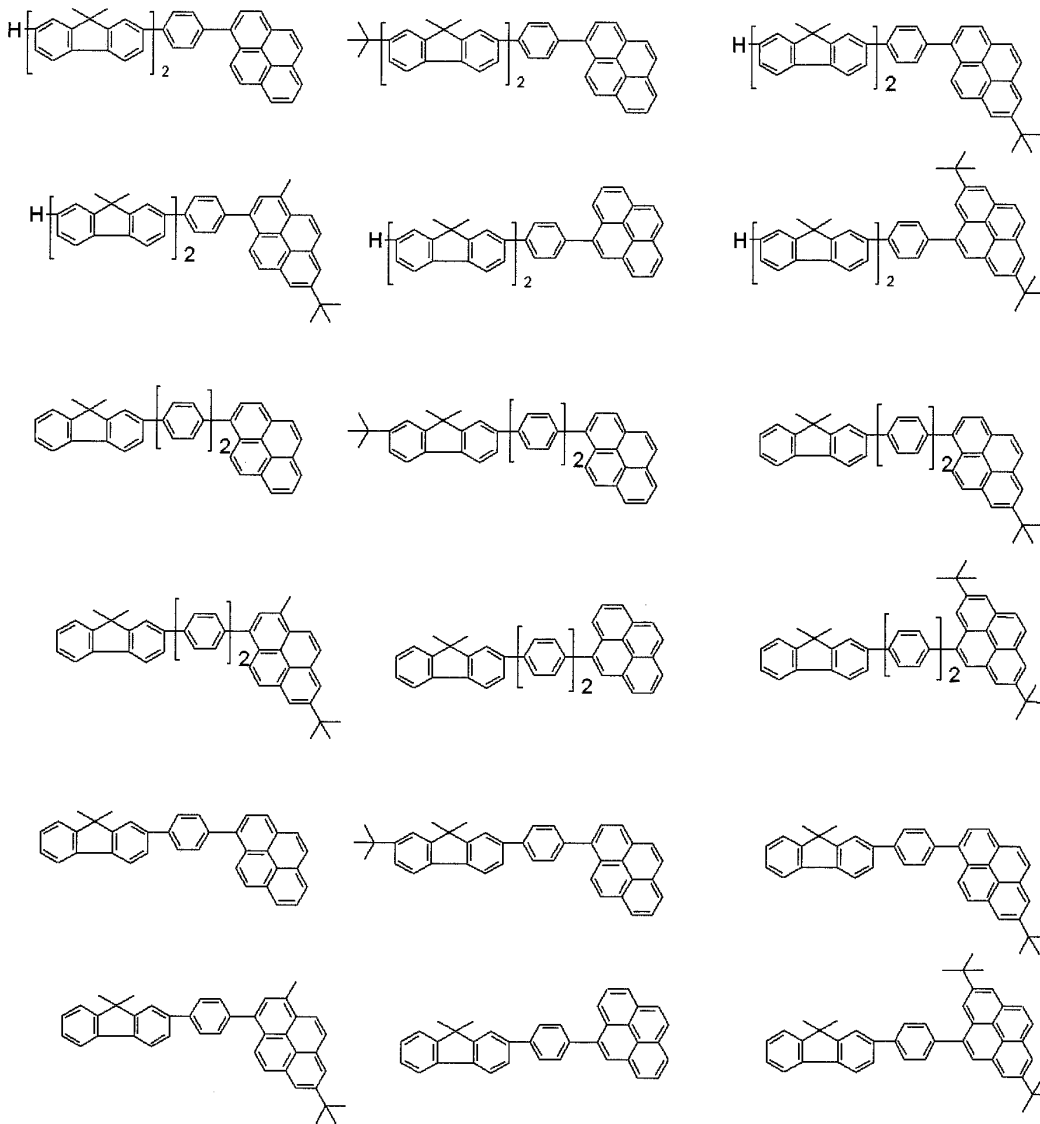




[0083] 플루오렌환과 피렌환을 지닌 화합물



[0084]



[0085]

[0086]

한편, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 발광층의 호스트로서 이용해도 무방하다. 이 경우, 게스트는 특별히 제한은 없고, 원하는 발광색 등에 따라서 후술하는 화합물을 적절하게 게스트로서 이용할 수 있다. 또, 필요에 따라서, 게스트 이외에, 정공 수송성 화합물, 전자 수송성 화합물 등을 함께 도펀트로서 포함시켜 사용할 수도 있다. 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 발광층의 호스트로서 이용할 경우, 그 함유량은, 바람직하게는, 발광층을 구성하는 재료 전체의 중량에 의거해서 50 중량% 이상 99.9 중량% 이하이다.

[0087]

본 발명의 축합환 방향족 화합물은 유기 화합물로 이루어진 층으로서 발광층에만 포함되어 있어도 되지만, 필요에 따라, 발광층 이외에, 예를 들어, 정공 주입층, 정공 수송층, 전자 주입층, 전자 수송층, 전자 장벽층 등에도 포함되어 있어도 무방하다.

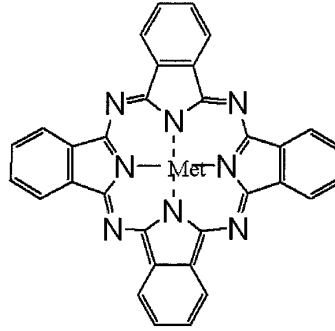
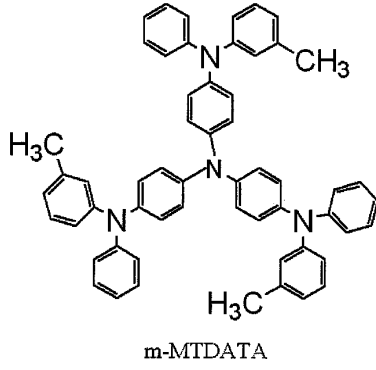
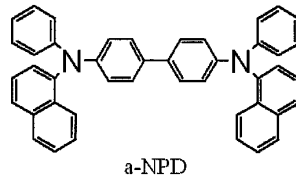
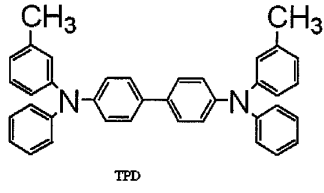
[0088]

본 발명의 유기 발광소자에서는, 바람직하게는, 전자 수송층 및 발광층의 어느 한쪽을 구성하는 성분으로서 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 이용하지만, 공지의 정공 수송성 화합물, 발광성 화합물 혹은 전자 수송성 화합물 등을 필요에 따라서 함께 사용할 수도 있다.

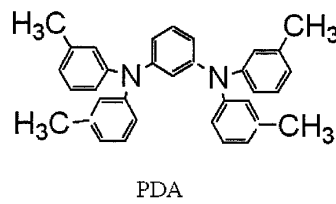
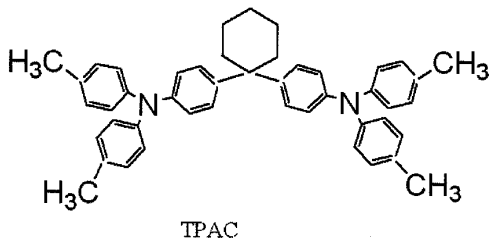
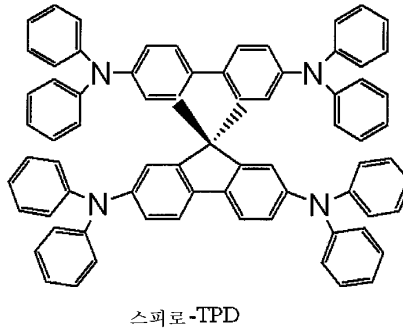
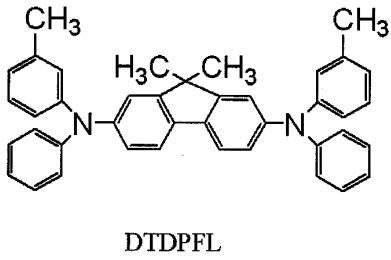
[0089]

이들 화합물의 예는 이하에 표시되어 있다.

[0090] 정공 수송성 화합물

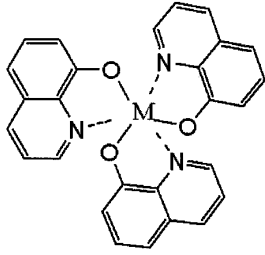


Met-Pc

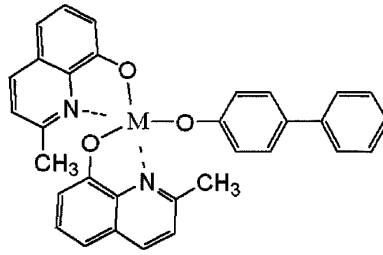


[0091]

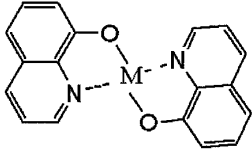
[0092] 전자 수송성/발광 재료



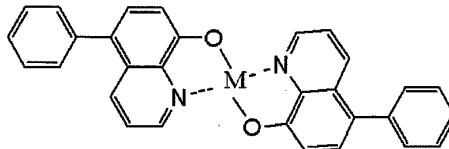
M: Al, Ga



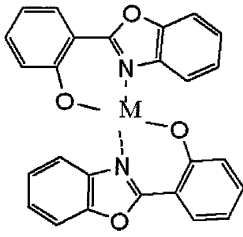
M: Al, Ga



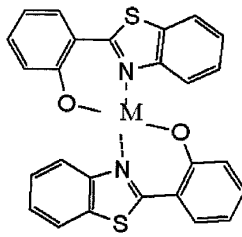
M: Zn, Mg, Be



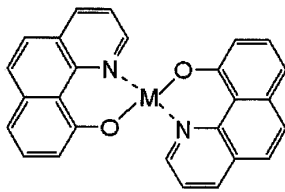
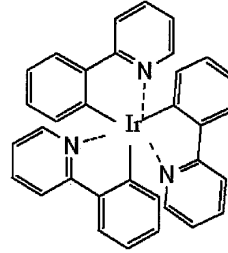
M: Zn, Mg, Be



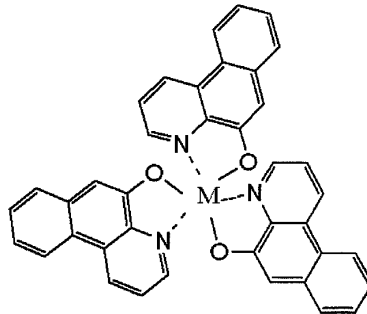
M: Zn, Mg, Be



M: Zn, Mg, Be



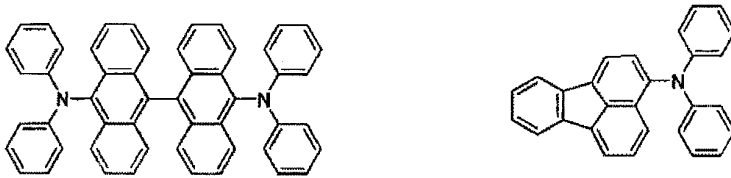
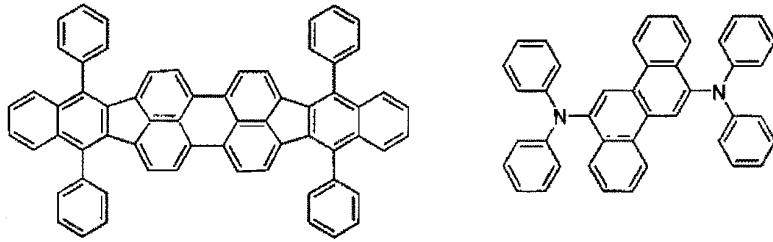
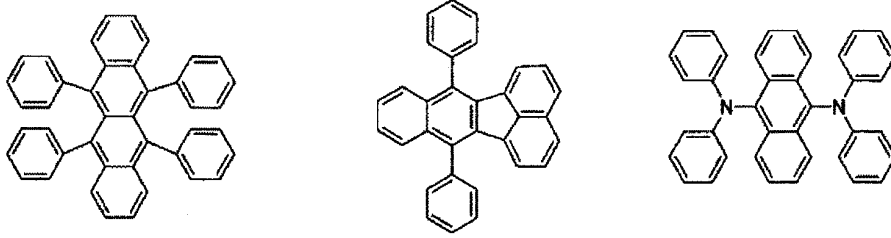
M: Zn, Mg, Be



M: Al, Ga

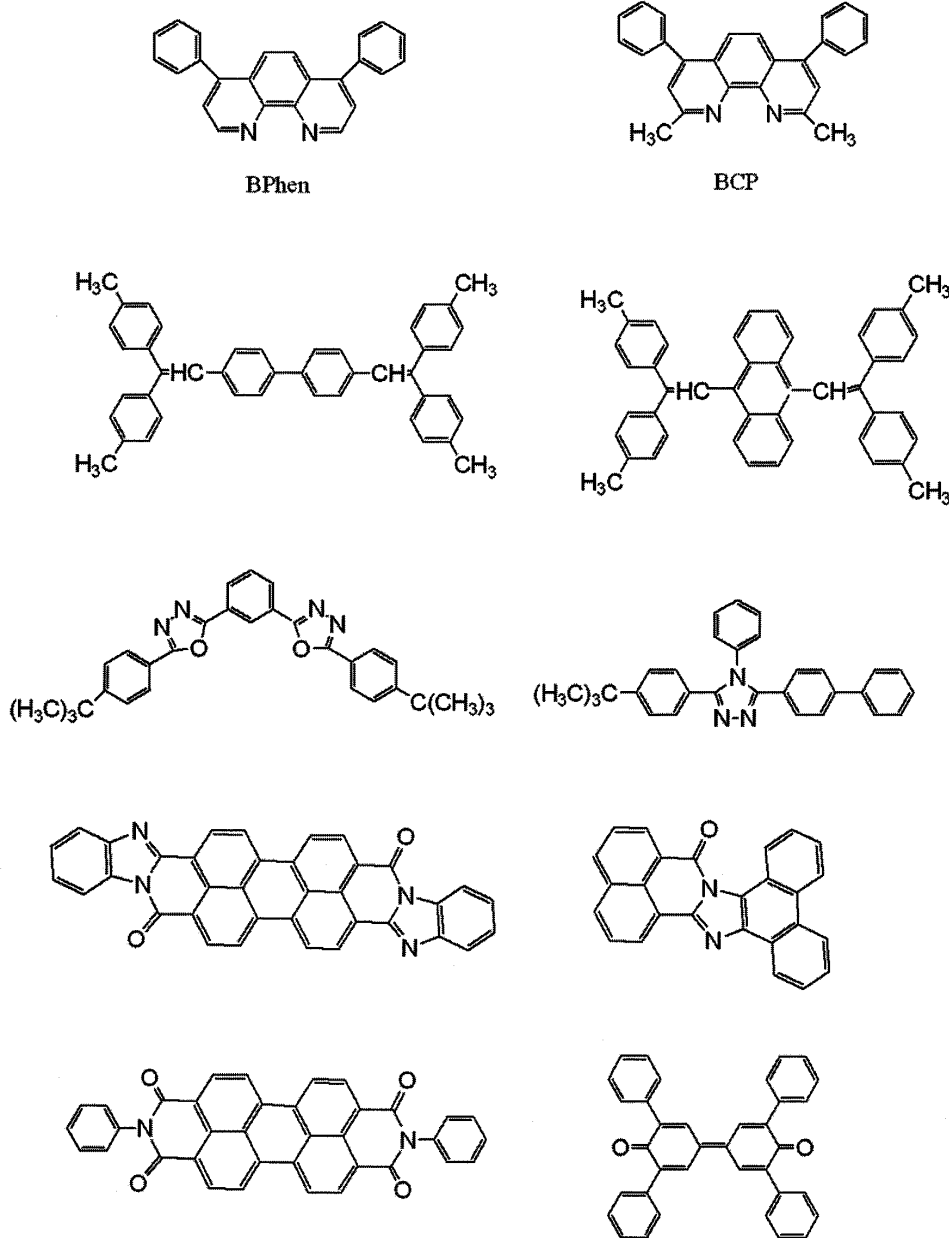
[0093]

[0094] 발광 재료



[0095]

[0096] 발광층 매트릭스 재료 및 전자 수송성 재료



[0097]

[0098] 양극 재료는 가능한 한 일 함수가 큰 것이 이용되며, 그 예로는, 금, 백금, 니켈, 팔라듐, 코발트, 셀렌, 바나듐 등의 금속 단체 혹은 이들의 합금, 산화주석, 산화아연, 산화인듐, 산화주석인듐(ITO), 산화아연인듐 등의 금속 산화물을 들 수 있다. 또, 폴리아닐린, 폴리피롤, 폴리티오펜, 폴리페닐렌설파이드 등의 도전성 폴리머도 사용할 수 있다. 이들 전극 물질은 단독으로 혹은 복수종 병용해서 이용해도 된다.

[0099] 한편, 음극 재료는, 일 함수가 작은 것을 이용하는 것이 바람직하며, 그 예로는, 리튬, 나트륨, 칼륨, 세슘, 칼슘, 마그네슘, 알루미늄, 인듐, 은, 납, 주석, 크롬 등의 금속 단체를 들 수 있다. 대안적으로는, 상기 금속의 복수종으로 이루어진 합금을 이용하는 것도 가능하다. 또, 산화주석인듐(ITO) 등의 금속 산화물도 이용할 수 있다. 또한, 음극은 단층 구성이거나 혹은 다층 구성이어도 무방하다.

[0100] 본 발명에 이용하는 기관으로서, 특히 한정되는 것은 아니지만, 금속제 기관, 세라믹스제 기관 등의 불투명성 기관, 유리, 석영, 플라스틱 시트 등의 투명성 기관이 이용된다. 또, 기관에 컬러 필터막, 형광색 변환 필터막, 유전체 반사막 등을 이용해서 발색광을 제어하는 것도 가능하다.

[0101] 또, 유기 발광소자를 작성한 후에, 산소나 수분 등과의 접촉을 방지할 목적으로 보호층 혹은 밀봉층을 더욱 형성할 수도 있다. 이러한 보호층의 예로는, 다이아몬드 박막; 금속 산화물, 금속 질화물 등의 무기 재료막; 불소 수지, 폴리-p-자일렌, 폴리에틸렌, 실리콘 수지, 폴리스타이렌 수지 등의 고분자막; 또, 광경화성 수지 등을

들 수 있다. 또, 작성된 소자는 유리, 기체불투과성 필름, 금속 등으로 커버하거나, 또는 적절한 밀봉 수지로 패키징할 수도 있다.

[0102] 본 발명의 유기 발광소자에 있어서, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 함유하는 층 및 다른 유기 화합물을 함유하는 층은 다음과 같은 방법에 의해 형성된다. 일반적으로는 진공 증착법 또는 유기 화합물을 적당한 용매에 용해시켜 도포하는 도포법에 의해 박막을 형성한다. 특히 도포법으로 막을 형성할 경우에는, 적당한 결착수지를 추가로 이용함으로써 막을 형성할 수도 있다.

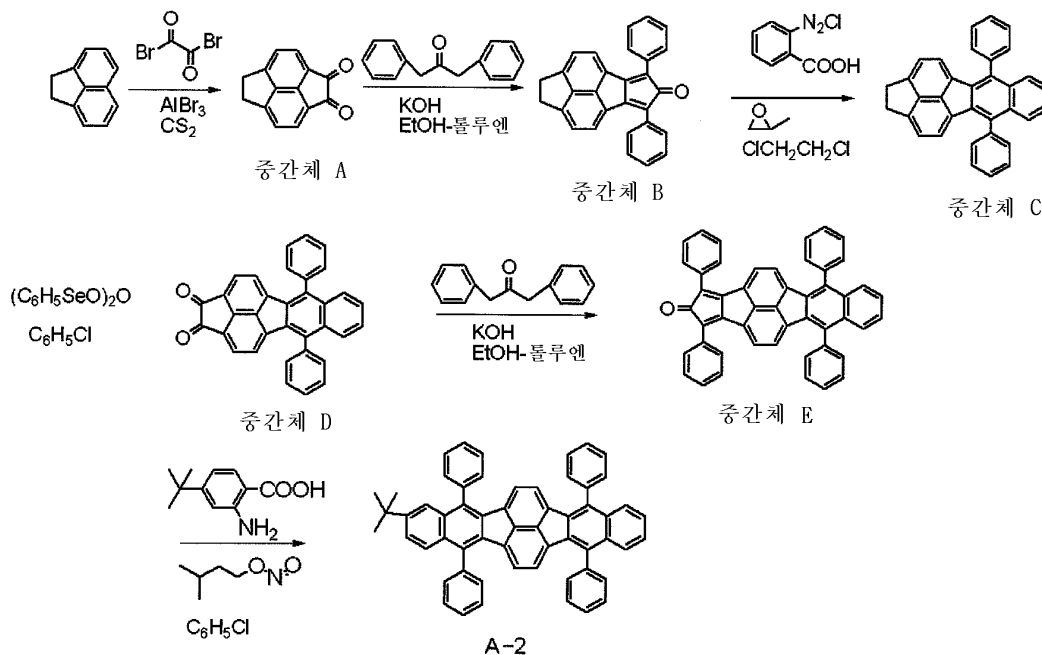
[0103] 상기 결착수지로서는, 광범위한 결착성 수지로부터 선택할 수 있으며, 예를 들어, 폴리비닐카바졸 수지, 폴리카보네이트 수지, 폴리에스터 수지, 폴리아릴레이트 수지, 폴리스타이렌 수지, 아크릴 수지, 메타크릴 수지, 뷰티랄수지, 폴리비닐아세탈 수지, 다이알릴프탈레이트 수지, 페놀 수지, 에폭시 수지, 실리콘 수지, 폴리설폰 수지, 요소 수지 등을 들 수 있지만, 이들로 한정되는 것은 아니다.

[0104] 본 발명의 유기 발광소자에 있어서, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 포함하는 층의 막 두께는 10 $\mu$ m 이하이고, 바람직하게는 0.5 $\mu$ m 이하, 보다 바람직하게는 0.01 $\mu$ m 이상 0.5 $\mu$ m 이하로 한다.

[0105] **(실시예)**

[0106] 이하, 실시예에 의해 본 발명을 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예로 한정되는 것은 아니다.

[0107] **(실시예 1)**(예시화합물 번호 A-2의 합성)



[0108]

[0109] (중간체 A의 합성)

[0110] 아르곤 치환한 반응 용기에 아세나프텐(52.8g, 0.34mol) 및 이황화탄소 4.5 l 를 가하고, 이 반응 용액을 이어서 빙욕에서 0 $^{\circ}$ C로 냉각시켰다. 이 반응 용액에 옥살릴브로마이드(75.0g, 0.35mol)를 가한 후, 알루미늄 브로마이드(무수)(187.5g, 0.70mol)를 서서히 가하고, 이 반응 용액을 1시간 교반하였다. 상기 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시킨 후, 따라내기법(decantation)으로 이황화 탄소를 제거하였다. 빙욕하, 이 반응 용액에 10% HCl 용액을 3 l 가하고, 2시간 교반한 후, 용액을 여과시켰다. 얻어진 결정을 메탄올 및 아이소프로필 에터로 순차 세정하고, 갈색 고체를 얻었다. 이 갈색 고체를 클로로포름에 용해시키고, 실리카겔 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름)에 의해 정제시킨 후, 클로로포름으로 재결정을 실시함으로써, 중간체 A를 16.4g(78.8mmol, 수율 23%) 얻었다.

[0111] (중간체 B의 합성)

[0112] 반응 용기에 중간체 A(10.0g, 48mmol), 에탄올 150ml 및 톨루엔 15ml를 주입하고, 1,3-다이페닐-2-프로판논(10.0g, 48mmol)을 가한 후, 6N KOH 수용액 20ml를 천천히 적하하였다. 다음에, 이 반응 용액을 80 $^{\circ}$ C의 오일욕

에서 15분간 가열 교반하였다. 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시키고, 여기에 소량의 물을 가하고, 얻어진 용액을 여과시켰다. 이어서, 얻어진 결정을 물, 메탄올 및 아이소프로필 에터로 순차 세정을 실시한 후, 감압 하 건조시킴으로써, 중간체 B를 15.8g (41.4mmol, 수율 86%) 얻었다.

[0113] (중간체 C의 합성)

[0114] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0115] 중간체 B: 8.0g(21mmol)

[0116] 1,2-다이클로로에탄: 160ml

[0117] 벤젠다이아조늄-2-카복실레이트 하이드라이드: 4.0g(23mmol)

[0118] 프로필렌 옥사이드: 5.0g(83mmol)

[0119] 다음에, 이 반응 용액을 80℃의 오일욕에서 1시간 가열 교반하였다. 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시킨 후, 용매를 감압 하 증발시켜, 갈색 고체를 얻었다. 이 갈색 고체를 실리카겔 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름/헥산=1/2)로 정제시킨 후, 클로로포름/에탄올로 재결정을 실시함으로써, 중간체 C를 7.0g (16.3mmol, 수율 77%) 얻었다.

[0120] (중간체 D의 합성)

[0121] 반응 용기에 중간체 C(5.0g, 12mmol), 클로로벤젠 260ml 및 벤젠셀렌산 무수물(benzeneseleninic anhydride) (순도 70%)(알드리치사 제품)(8.5g, 23mmol)을 주입하고, 이 반응 용액을 135℃의 오일욕에서 12시간 가열 교반하였다. 상기 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시킨 후, 용매를 감압 하 증발시켜, 적갈색 고체를 얻었다. 이 적갈색 고체를 실리카겔 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름/헥산 = 1/5)로 정제함으로써, 중간체 D를 4.9g(10.7mmol, 수율 92%) 얻었다.

[0122] (중간체 E의 합성)

[0123] 반응 용기에 중간체 D(4.0g, 8.7mmol), 에탄올 50ml 및 톨루엔 5ml를 주입하고, 이 용액에 1,3-다이페닐-2-프로판논(1.8g, 8.7mmol)을 가한 후, 6N KOH 수용액 4 ml를 천천히 적하하였다. 다음에, 이 반응 용액을 80℃의 오일욕에서 30분간 가열 교반하였다. 다음에, 상기 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시키고, 소량의 물을 가하고, 얻어진 용액을 여과시켰다. 이어서, 얻어진 결정을 물, 메탄올 및 아이소프로필 에터로 순차 세정을 실시한 후, 감압 하에 건조시킴으로써, 중간체 E를 4.0g(6.3mmol, 수율 73%) 얻었다.

[0124] (예시화합물 A-2의 합성)

[0125] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0126] 중간체 E: 630mg(1.0mmol)

[0127] 클로로벤젠: 20ml

[0128] 2-아미노-4-tert-부틸벤조산: 290mg(1.5mmol)

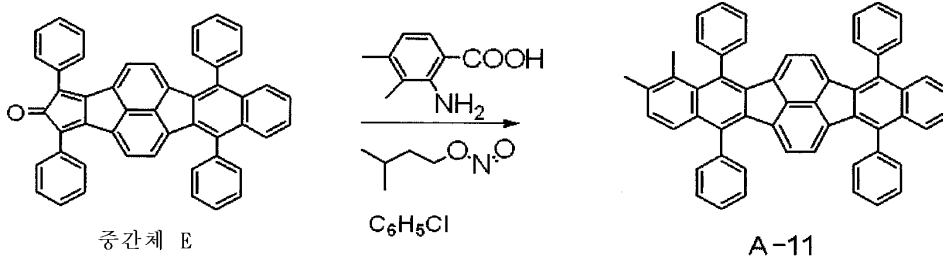
[0129] 다음에, 이 용액에 아질산 아이소아밀 0.2ml를 서서히 적하한 후, 해당 반응 용액을 150℃의 오일욕에서 1시간 가열 교반하였다. 다음에, 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시킨 후, 용매를 감압 하 증발시키고, 잔사를 실리카겔 컬럼 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름)로 정제함으로써, 황색 결정을 얻었다. 얻어진 결정을 진공 건조 후, 승화 정제를 실시함으로써, 예시화합물 번호 A-2를 516mg(0.7mmol, 수율 70%) 얻었다.

[0130] 다음에, MALDI-TOF MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/이온화 비행시간형 질량 분광분석)에 의해 이 화합물의 M<sup>+</sup>로서 736.3을 확인했다.

[0131] 또, NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인했다.

[0132] <sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>, 500MHz) σ(ppm): 7.62-7.52(m, 12H), 7.51-7.44(m, 12H), 7.31(m, 1H), 7.28(m, 2H), 6.24(d, 4H), 1.23(s, 9H)

[0133] (실시예 2)(예시화합물 번호 A-11의 합성)



[0134]

[0135] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0136] 중간체 E: 630mg(1.0mmol)

[0137] 클로로벤젠: 20ml

[0138] 2-아미노-3,4-다이메틸벤조산: 248mg(1.5mmol)

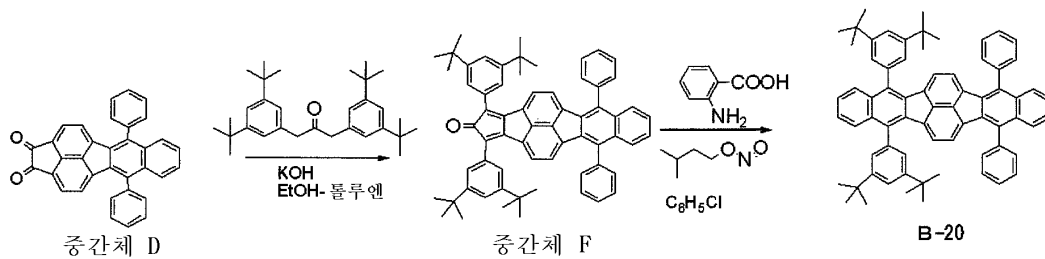
[0139] 다음에, 이 용액에 아질산 아이소아밀 0.2ml를 서서히 적하한 후, 반응 용액을 150℃의 오일욕에서 1시간 가열 교반하였다. 이 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시킨 후, 용매를 감압 하 증발시키고, 잔사를 실리카겔 컬럼 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름)로 정제함으로써, 황등색 결정을 얻었다. 얻어진 결정을 진공 건조 후, 승화 정제를 실시함으로써, 예시화합물 번호 A-11을 480mg(0.7mmol, 수율 68%) 얻었다.

[0140] 다음에, MALDI-TOF MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/이온화 비행시간형 질량 분광분석)에 의해 이 화합물의 M<sup>+</sup>로서 708.3을 확인했다.

[0141] 또, NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인했다.

[0142] <sup>1</sup>H-NMR(CDCl<sub>3</sub>, 500 MHz) σ(ppm): 7.62-7.42(m, 22H), 7.29(m, 3H), 6.20(d, 1H), 6.18(d, 1H), 6.09(d, 1H), 5.78(d, 1H), 2.32(s, 3H), 1.94(s, 3H)

[0143] (실시예 3)(예시화합물 번호 B-20의 합성)



[0144]

[0145] (중간체 F의 합성)

[0146] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0147] 중간체 D: 4.0g(8.7mmol)

[0148] 에탄올: 50ml

[0149] 톨루엔: 5ml

[0150] 다음에, 이 용액에 1,3-비스(3,5-다이-tert-부틸페닐)-2-프로판논(3.8g, 8.7mmol)을 가한 후, 6N KOH 수용액 4 ml를 천천히 적하하였다. 다음에, 이 반응 용액을 80℃의 오일욕에서 30분간 가열 교반하였다. 다음에, 상기 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시키고, 소량의 물을 가하고, 이 반응 용액을 여과시켰다. 이어서, 얻어진 결정을 물, 메탄올, 아이소프로필 에터의 차례로 세정을 실시한 후, 감압 건조함으로써, 중간체 F를 5.2g(6.1mmol, 수율 70%) 얻었다.

[0151] (예시화합물 B-20의 합성)

[0152] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0153] 중간체 F: 857mg(1.0mmol)

[0154] 클로로벤젠: 20ml

[0155] 2-아미노벤조산: 205mg(1.5mmol)

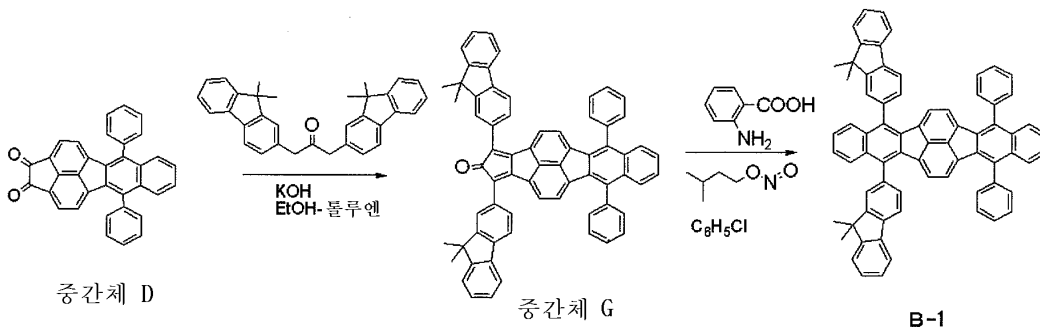
[0156] 다음에, 이 용액에 아질산 아이소아밀 0.2ml를 서서히 적하한 후, 반응 용액을 150℃의 오일욕에서 1시간 가열 교반하였다. 이 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시킨 후, 용매를 감압 하 증발시키고, 잔사를 실리카겔 컬럼 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름)로 정제함으로써, 황색 결정을 얻었다. 얻어진 결정을 진공 건조 후, 승화 정제를 실시함으로써, 예시화합물 번호 B-20을 680mg(0.75mmol, 수율 75%) 얻었다.

[0157] 다음에, MALDI-TOF MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/이온화 비행시간형 질량 분광분석)에 의해 이 화합물의 M<sup>+</sup>로서 904.5를 확인했다.

[0158] 또, NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인했다.

[0159] <sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>, 500 MHz) σ(ppm): 7.62-7.57(m, 10H), 7.51(m, 6H), 7.35(d, 4H), 7.34-7.27(m, 4H), 6.27(d, 4H), 6.20(d, 4H), 1.53(s, 36H)

[0160] (실시예 4)(예시화합물 번호 B-1의 합성)



[0161]

[0162] (중간체 G의 합성)

[0163] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0164] 중간체 D: 4.0g(8.7mmol)

[0165] 에탄올: 50ml

[0166] 톨루엔: 5ml

[0167] 다음에, 1,3-비스[2(-9,9-다이메틸플루오레닐)]-2-프로판(3.9g, 8.7mmol)을 가한 후, 6N KOH 수용액 4ml를 천천히 적하하였다. 다음에, 이 반응 용액을 80℃의 오일욕에서 30분간 가열 교반하였다. 다음에, 상기 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시키고, 소량의 물을 가하고, 이 반응 용액을 여과시켰다. 이어서, 얻어진 결정물을 물, 메탄올, 아이소프로필 에터의 차례로 세정을 실시한 후, 감압 건조함으로써, 중간체 F를 5.3g(6.1mmol, 수율 70%) 얻었다.

[0168] (예시화합물 B-1의 합성)

[0169] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0170] 중간체 G: 865mg(1.0mmol)

[0171] 클로로벤젠: 20ml

[0172] 2-아미노벤조산: 205mg(1.5mmol)

[0173] 다음에, 이 용액에 아질산 아이소아밀 0.2ml를 서서히 적하한 후, 반응 용액을 150℃의 오일욕에서 1시간 가열

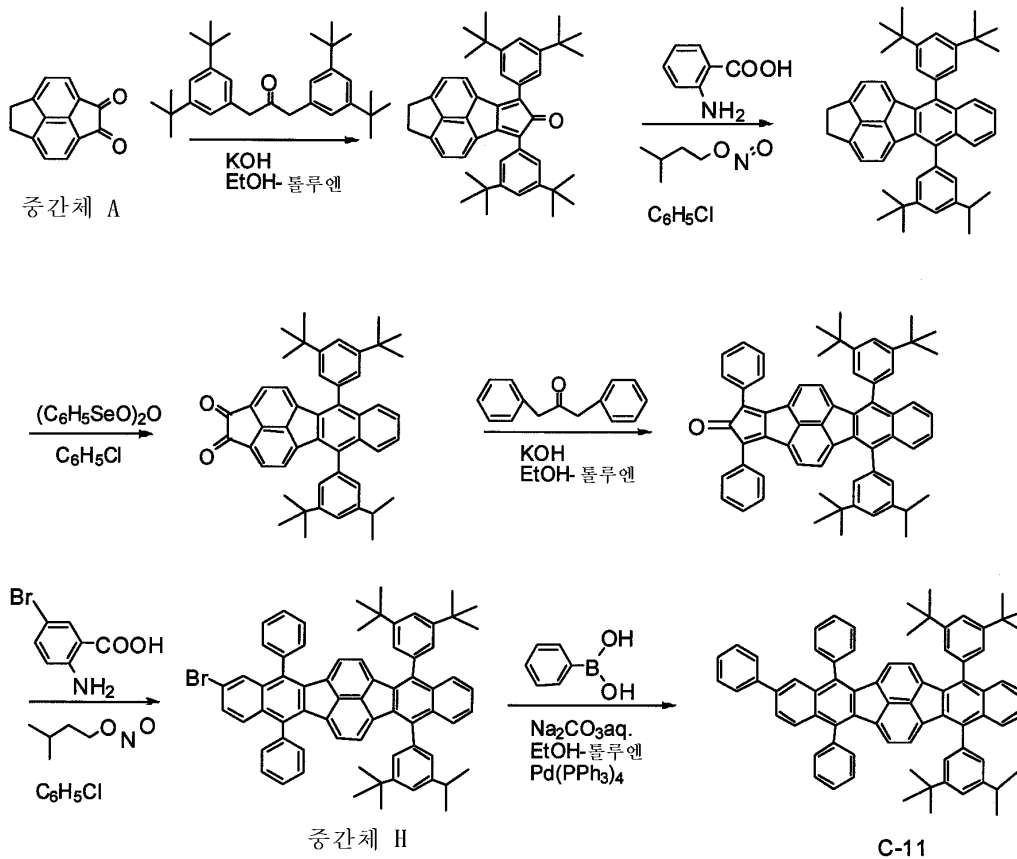
교반하였다. 이 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시킨 후, 용매를 감압 하 증발시키고, 잔사를 실리카겔 컬럼 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름)로 정제함으로써, 황색 결정을 얻었다. 얻어진 결정을 진공 건조 후, 승화 정제를 실시함으로써, 예시화합물 번호 B-1을 600mg(0.66mmol, 수율 66%) 얻었다.

[0174] 다음에, MALDI-TOF MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/이온화 비행시간형 질량 분광분석)에 의해 이 화합물의 M<sup>+</sup>로서 912.4를 확인했다.

[0175] 또, NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인했다.

[0176] <sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>, 500 MHz) σ(ppm): 7.96(d, 2H), 7.88(d, 2H), 7.65(m, 2H), 7.60-7.40(m, 22H), 7.34(m, 2H), 7.29(m, 2H), 6.32(d, 2H), 6.16(d, 2H), 1.56(s, 6H), 1.52(s, 6H)

[0177] **(실시예 5)**(예시화합물 번호 C-11의 합성)



[0178]

[0179] (중간체 H의 합성)

[0180] 실시예 1의 중간체 B의 합성에 있어서, 1,3-다이페닐-2-프로판논 대신에 1,3-비스(3,5-다이-tert-부틸페닐)-2-프로판논을 이용하고, 예시화합물 A-2의 합성에 있어서, 2-아미노-4-tert-부틸벤조산 대신에 2-아미노-5-브로모벤조산을 이용한 이외에는, 실시예 1과 마찬가지로 수법으로 중간체 H를 합성했다.

[0181] (예시화합물 번호 C-11의 합성)

[0182] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0183] 중간체 H: 2.5g(2.54mmol)

[0184] 페닐 붕소산: 465mg(3.81mmol)

[0185] 테트라키스(트라이페닐포스핀)팔라듐(0): 5.7mg(0.05mmol)

[0186] 톨루엔: 20ml

[0187] 에탄올: 10ml

[0188] 2M-탄산나트륨 수용액: 20ml

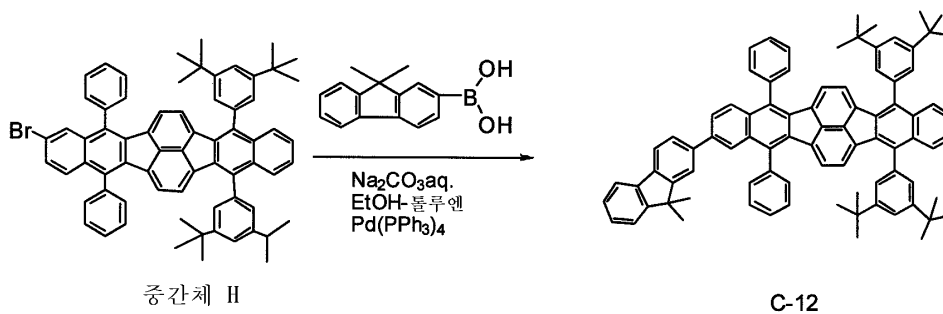
[0189] 이 반응 용액을 80°C의 오일욕에서 8시간 가열 교반하였다. 다음에, 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시키고, 반응액을 톨루엔으로 추출한 후, 유기층을 수세하고, 황산마그네슘으로 건조 후에 감압 하 증발시켜 건조시켰다. 유기층을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피(용리액: 헥산/톨루엔 = 20:1)로 정제시켰다. 얻어진 황등색 결정을 진공 건조 후, 승화 정제를 실시함으로써, 예시화합물 번호 C-11을 1.7g(수율: 68.2%) 얻었다.

[0190] 다음에, MALDI-TOF MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/이온화 비행시간형 질량 분광분석)에 의해 이 화합물의 M<sup>+</sup>로서 980.5를 확인했다.

[0191] 또, NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인했다.

[0192] <sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>, 500 MHz) σ(ppm): 7.72(d, 1H), 7.66-7.48 (m, 18H), 7.43-7.26(m, 9H), 6.30-6.18(m, 4H), 1.37(s, 36H)

[0193] **(실시예 6)**(예시화합물 번호 C-12의 합성)



[0194]

[0195] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0196] 중간체 H: 2.5g(2.54mmol)

[0197] 9,9-다이메틸플루오렌-2-일 붕소산: 907mg(3.81mmol)

[0198] 테트라키스(트라이페닐포스핀)팔라듐(0): 5.7mg(0.05mmol)

[0199] 톨루엔: 20ml

[0200] 에탄올: 10ml

[0201] 2M-탄산나트륨 수용액: 20ml

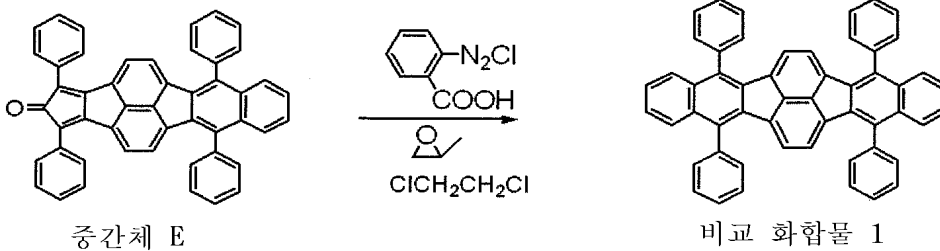
[0202] 이 반응 용액을 80°C의 오일욕에서 8시간 가열 교반하였다. 다음에, 상기 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시키고, 반응액을 톨루엔으로 추출한 후, 유기층을 수세하고, 황산마그네슘으로 건조 후에 감압 하 증발시켜 건조시켰다. 유기층을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피(용리액: 헥산/톨루엔 = 15:1)로 정제시켰다. 얻어진 황등색 결정을 진공 건조 후, 승화 정제를 실시함으로써, 예시화합물 번호 C-12를 1.8g(수율: 64.5%) 얻었다.

[0203] 다음에, MALDI-TOF MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/이온화 비행시간형 질량 분광분석)에 의해 이 화합물의 M<sup>+</sup>로서 1096.6을 확인했다.

[0204] 또, NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인했다.

[0205] <sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>, 500 MHz) σ(ppm): 7.72(d,1H), 7.75-7.67(m, 2H), 7.66-7.10(m, 27H), 6.30-6.18(m, 4H), 1.47(s, 6H), 1.38(s, 36H)

[0206] (비교예)



[0207]

[0208] 반응 용기에 이하의 시약 및 용매들을 주입하였다.

[0209] 중간체 E: 2.0g(3.2mmol)

[0210] 1,2-다이클로로에탄: 30ml

[0211] 벤젠다이아조늄-2-카복실레이트 하이드라이드: 0.8g(4.2mmol)

[0212] 프로필렌 옥사이드: 0.75g(13mmol)

[0213] 다음에, 이 반응 용액을 80°C의 오일욕에서 1시간 가열 교반하였다. 이 반응 용액의 온도를 실온까지 복귀시킨 후, 용매를 감압 하 증발시키고, 잔사를 실리카겔 컬럼 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름)로 정제함으로써, 등색 결정을 얻었다. 얻어진 결정을 진공 건조 후, 승화 정제를 실시함으로써, 비교 화합물 1을 231mg(0.34mmol, 수율 11%) 얻었다.

[0214] 다음에, MALDI-TOF MS(매트릭스 지원 레이저 탈착/이온화 비행시간형 질량 분광분석)에 의해 이 화합물의 M<sup>+</sup>로서 680.3을 확인했다.

[0215] 또, NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인했다.

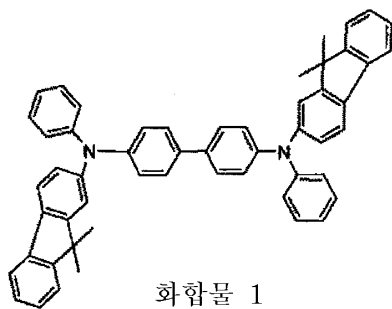
[0216] <sup>1</sup>H-NMR(CDC1<sub>3</sub>, 600 Mhz) σ(ppm): 7.62-7.57(m, 12 H), 7.51(m, 12 H), 7.31(m, 4 H), 6.30(s, 4 H)

[0217] 이상 설명한 바와 같이, 비교예에서 얻어진 결정은 등색인 반면, 실시예 1 내지 4에서 얻어진 결정은 황색 혹은 황등색이다. 따라서, 실시예 1 내지 4에서 얻어진 화합물은 결정성이 억제되어 있어 보다 농도 소광하기 어려운 재료인 것으로 여겨진다.

[0218] (실시예 7)(유기 발광소자의 제작)

[0219] 유리 기판상에, 양극으로서 산화 주석 인듐(ITO)을 스퍼터링법에 의해 두께 120nm로 막을 형성하였다. 이것을 아세톤 및 아이소프로필 알코올(IPA)로 순차 초음파 세정하고, 이어서, IPA로 자비 세정 후, 건조시키고, 또, UV/오존 세정하였다. 이와 같이 해서 처리된 유리 기판을 투명 도전성 지지 기판으로서 사용했다.

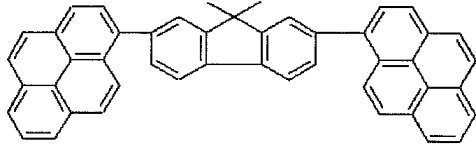
[0220] 다음에, 정공 수송층으로서, 상기 투명 도전성 지지 기판 상에 이하의 화학식으로 표시되는 화합물 1의 클로로포름 용액을 스핀 코팅법에 의해 두께 20nm로 막을 형성하였다.



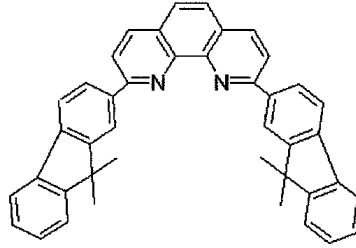
[0221]

[0222] 또, 다른 유기층 및 음극으로 기능하는 전극층을, 내압 10<sup>-5</sup> Pa의 진공실 내에서 저항 가열에 의한 진공 증착에 의해 연속적으로 형성함으로써, 유기 발광소자를 제작하였다. 구체적으로는, 우선, 발광층으로서, 게스트인 예시화합물 번호 A-2로 호스트인 이하의 구조식으로 표시되는 화합물 2를, 예시화합물 번호 A-2와 발광층 전체의

5 중량%로 되도록 두께 30 nm로 막을 형성하였다. 다음에, 전자 수송층으로서, 이하의 구조식으로 표시되는 화합물 3의 막을 두께 40nm로 형성하였다. 다음에, 제1금속 전극층으로서 LiF 막을 두께 0.5nm로 형성하였다. 마지막으로, 제2금속 전극층으로서 Al 막을 두께 150nm로 형성하였다.



화합물 2



화합물 3

[0223]

[0224]

이와 같이 해서 제작한 유기 발광소자의 특성을 조사하였다. 구체적으로는, 소자의 전류-전압 특성을 미소 전류계(휴렛 팩커드사 제품, 4140B)로 측정하고, 소자의 발광 휘도를 탑콘사(TOPCON CORPORATION) 제품인 BM7로 측정하였다. 그 결과, 본 실시예의 소자는 6.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 2000cd/m<sup>2</sup>의 녹색의 발광이 관측되었다. 또, 이 소자에 질소 분위기 하에서 전류 밀도를 30mA/cm<sup>2</sup>로 해서 100시간 전압을 인가한 바, 휘도는 초기 약 3100cd/m<sup>2</sup>로부터 100시간 경과 후 약 3000cd/m<sup>2</sup>로 감소되었고, 이것은 휘도 열화가 적은 것을 의미하였다. 또, 이 소자는, CIE 색도가 x=0.34, y=0.60으로 색순도가 양호한 녹색의 발광이 관측되었다.

[0225]

**(실시예 8)**

[0226]

예시화합물 번호 A-2 대신에 예시화합물 번호 A-11을 발광층의 게스트로서 이용한 이외에는, 실시예 7과 마찬가지로 방법에 의해 소자를 제작하였다. 본 실시예의 소자는 6.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 1900cd/m<sup>2</sup>의 녹색의 발광이 관측되었다. 또, 이 소자에 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30mA/cm<sup>2</sup>로 해서 100시간 전압을 인가한 바, 휘도는 초기 약 3000cd/m<sup>2</sup>로부터 100시간 경과 후 약 2900cd/m<sup>2</sup>로 감소되었고, 이것은 휘도 열화가 적은 것을 의미하였다. 또, 상기 소자는, CIE 색도가 x=0.35, y=0.60으로 색순도가 양호한 녹색의 발광이 관측되었다.

[0227]

**(실시예 9)**

[0228]

예시화합물 번호 A-2 대신에 예시화합물 번호 B-20을, 발광층의 게스트로서 이용한 이외에는, 실시예 7과 마찬가지로 방법에 의해 소자를 제작하였다. 본 실시예의 소자는 6.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 2400cd/m<sup>2</sup>의 녹색의 발광이 관측되었다. 또, 이 소자에 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30mA/cm<sup>2</sup>로 해서 100시간 전압을 인가한 바, 휘도는 초기 약 3700cd/m<sup>2</sup>로부터 100시간 경과 후 약 3550cd/m<sup>2</sup>로 감소되었고, 이것은 휘도 열화가 적은 것을 의미하였다. 또, 상기 소자는, CIE 색도가 x=0.30, y=0.65로 색순도가 양호한 녹색의 발광이 관측되었다.

[0229]

**(실시예 10)**

[0230]

예시화합물 번호 A-2 대신에 예시화합물 번호 B-1을, 발광층의 게스트로서 이용한 이외에는, 실시예 7과 마찬가지로 방법에 의해 소자를 제작하였다. 본 실시예의 소자는 6.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 2200cd/m<sup>2</sup>의 녹색의 발광이 관측되었다. 또, 이 소자에 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30mA/cm<sup>2</sup>로 해서 100시간 전압을 인가한 바, 휘도는 초기 약 3500cd/m<sup>2</sup>로부터 100시간 경과 후 약 3400cd/m<sup>2</sup>로 감소되었고, 이것은 휘도 열화가 적은 것을 의미하였다. 또, 상기 소자는, CIE 색도가 x=0.30, y=0.65로 색순도가 양호한 녹색의 발광이 관측되었다.

[0231]

**(실시예 11)**

[0232]

실시예 7과 마찬가지로 수법으로 기판 상에 전극 및 정공 수송층을 형성하였다.

[0233]

또, 이하의 유기층 및 음극으로 기능하는 전극층을, 내압 10<sup>-5</sup> Pa의 진공실 내에서 저항 가열에 의한 진공 증착에 의해 연속적으로 형성하여, 유기 발광소자를 제작하였다.

[0234]

?예시화합물 번호 A-2(2 중량%) 및 화합물 2를 이용하는 발광층(두께: 30nm)

[0235]

?화합물 3을 이용하는 전자 수송층(두께: 40nm)

[0236]

?LiF를 이용하는 금속 전극층 1(두께: 0.5nm)

[0237]

?Al을 이용하는 금속 전극층 2(두께: 150nm):

[0238] 본 실시예의 소자는 6.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 4300cd/m<sup>2</sup>의 녹색의 발광이 관측되었다. 또, 이 소자에 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30mA/cm<sup>2</sup>로 해서 100시간 전압을 인가한 바, 휘도는 초기 약 17000cd/m<sup>2</sup>로부터 100시간 경과 후 약 16700cd/m<sup>2</sup>로 저감되었고, 이것은 휘도 열화가 적은 것을 의미하였다. 또, 상기 소자는, CIE 색도가 x=0.30, y=0.64로 색순도가 양호한 녹색의 발광이 관측되었다.

[0239] **(실시예 12)**

[0240] 예시화합물 번호 A-2 대신에 예시화합물 번호 C-11을, 발광층의 게스트로서 이용한 이외에는, 실시예 11과 마찬가지로 방법에 의해 소자를 제작하였다. 본 실시예의 소자는 6.0V의 인가 전압으로, 발광 휘도 4500cd/m<sup>2</sup>의 녹색의 발광이 관측되었다. 또, 이 소자에 질소 분위기하에서 전류 밀도를 30mA/cm<sup>2</sup>로 해서 100시간 전압을 인가한 바, 초기 약 185000cd/m<sup>2</sup>로부터 100시간 경과 후 약 18200cd/m<sup>2</sup>로, 이것은 휘도 열화가 적은 것을 의미하였다. 또, 상기 소자는, CIE 색도가 x=0.32, y=0.64로 색순도가 양호한 녹색의 발광이 관측되었다.

[0241] 본 발명은 상기 실시형태로 한정되지 않고, 본 발명의 정신과 범위 내에서 각종 변형 및 변경이 행해질 수 있다. 따라서, 본 발명의 범위를 일반에 알리기 위하여, 이하의 청구의 범위를 작성하였다.

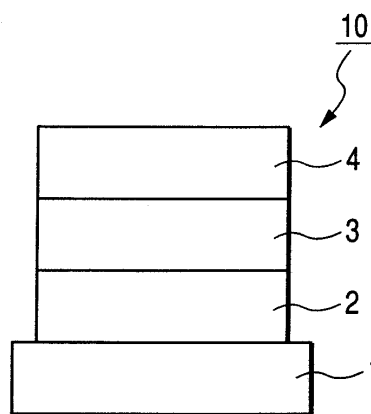
[0242] 본 출원은 일본국 특허 출원 제2007-060609호(출원일: 2007년 3월 9일) 및 제2008-023231호(출원일: 2008년 2월 1일)의 우선권을 주장하며, 이 기초 출원은 참조로 그의 전문이 여기에 인용되어 있다.

**도면의 간단한 설명**

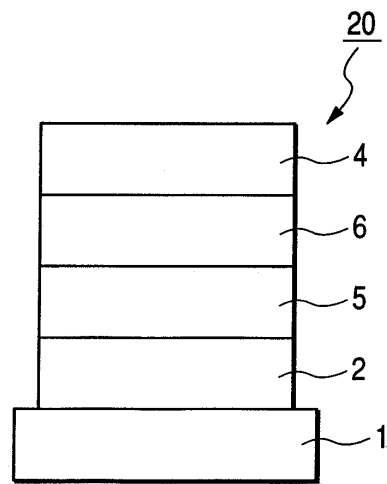
- [0021] 도 1은 본 발명의 유기 발광소자의 제1실시형태를 나타낸 단면도;
- [0022] 도 2는 본 발명의 유기 발광소자의 제2실시형태를 나타낸 단면도;
- [0023] 도 3는 본 발명의 유기 발광소자의 제3실시형태를 나타낸 단면도;
- [0024] 도 4는 본 발명의 유기 발광소자의 제4실시형태를 나타낸 단면도;
- [0025] 도 5는 본 발명의 유기 발광소자의 제5실시형태를 나타낸 단면도;
- [0026] 도 6는 본 발명의 유기 발광소자의 제6실시형태를 나타낸 단면도.

**도면**

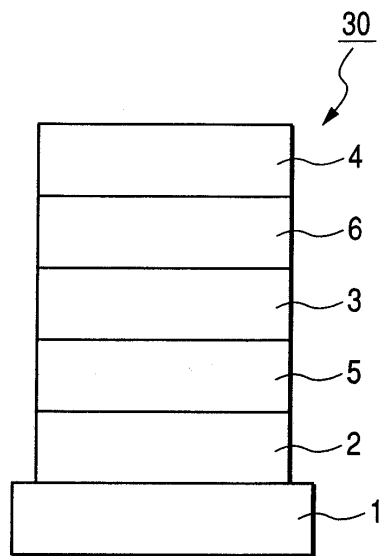
**도면1**



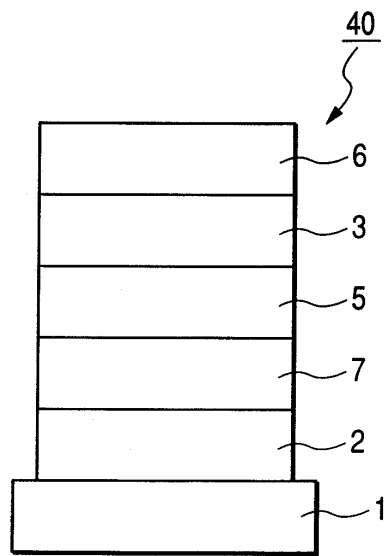
도면2



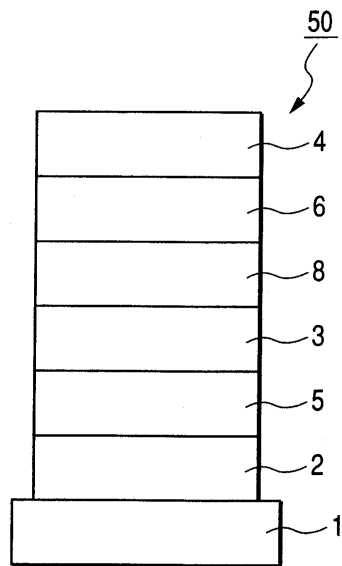
도면3



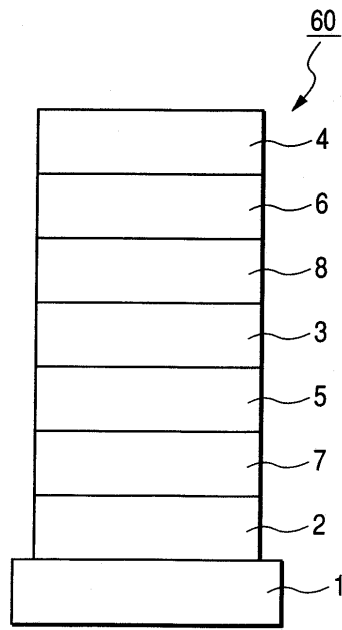
도면4



도면5



도면6



专利名称(译)	标题：稠环芳族化合物和使用其的有机发光器件		
公开(公告)号	<a href="#">KR101188461B1</a>	公开(公告)日	2012-10-08
申请号	KR1020097016506	申请日	2008-03-03
[标]申请(专利权)人(译)	佳能株式会社		
申请(专利权)人(译)	佳能sikki有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	佳能sikki有限公司		
[标]发明人	IGAWA SATOSHI 이가와사토시 HASHIMOTO MASASHI 하시모토마사시 OKADA SHINJIRO 오카다신지로 TAKIGUCHI TAKAO 타키구치타카오 OKINAKA KEIJI 오키나카케이지		
发明人	이가와사토시 하시모토마사시 오카다신지로 타키구치타카오 오키나카케이지		
IPC分类号	C09K11/06 H05B33/14 H01L51/50		
CPC分类号	C07C13/567 C07C13/62 C09K11/06 H01L51/0052 H01L51/0054 H01L51/0058 H01L51/006 H01L51/0081 H01L51/5012 C07D211/52 C09K2211/1011 C07C25/22 C07C211/61 C07C2603/18 C07C2603/50 C07C2603/54 C07D209/82 C07D213/16 C09K2211/1014 H01L51/0056 H01L51/0072 Y10S428/917		
代理人(译)	Jangsugil Bakchungbeom		
优先权	2007060609 2007-03-09 JP 2008023231 2008-02-01 JP		
其他公开文献	KR1020090122918A		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		

#### 摘要(译)

本发明提供一种新型稠环芳香族化合物和有机发光器件，其具有极高效率和高亮度的光输出，并且还具有极高的耐久性。有机发光装置包括阳极，阴极和包含介于阳极和阴极之间的有机化合物的层，其中该层包含由通式 (I) 表示的稠环芳族化合物：(I) 其中 R1, R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8, R9, R10, R11, R12, R13, R14, R15和R16各自独立地表示氢原子，烷基，取代的或未取代的芳烷基，取代或未取代的芳基，取代或未取代的杂环基，取代的氨基或卤素原子。COPYRIGHT KIPO 0026 # WIPO 2010

