



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년08월16일
(11) 등록번호 10-1648621
(24) 등록일자 2016년08월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) C07F 15/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0057647
(22) 출원일자 2014년05월14일
심사청구일자 2014년05월14일
(65) 공개번호 10-2015-0130714
(43) 공개일자 2015년11월24일
(56) 선행기술조사문헌
US20120062109 A1
KR1020090059849 A
KR1020100027950 A
US7833632 B2

(73) 특허권자
이-레이 옵토일렉트로닉스 테크놀로지 컴퍼니 리미티드
대만, 타이페이, 충-샤 이. 로드., 섹션 3, 249-1, 9층
(72) 발명자
바라가네산, 바누매티
대만, 정-리 320, 밍-치유양 로드, 섹션 3, 라인 334, 56-1
황, 헤-룽
대만, 정-리 320, 밍-치유양 로드, 섹션 3, 라인 334, 56-1
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
손민

전체 청구항 수 : 총 7 항

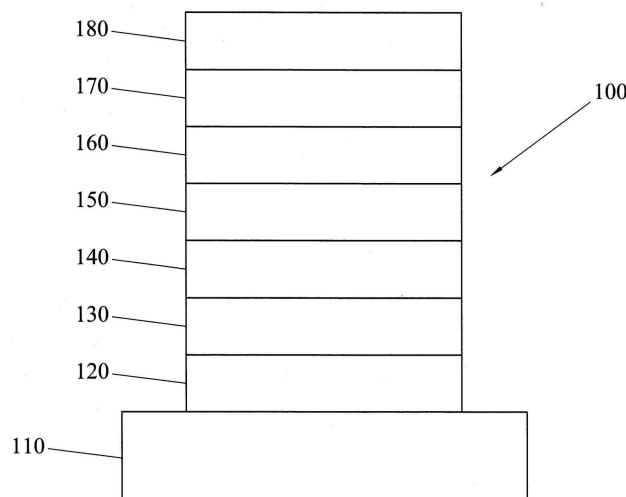
심사관 : 지무근

(54) 발명의 명칭 전자전달 화합물 및 이를 이용한 유기 전자 발광식 장치

(57) 요약

화학식 1의 신규 화합물 및 이를 사용하는 유기 전자 발광식 장치가 기술된다. 화학식 1에서, X 및 Y는 독립적으로 수소, C5 내지 C10 탄소 원자를 갖는 방향족 또는 헤테로 방향족 탄화수소를 나타내고, X 및 Y는 동일하거나 상이할 수 있으며, Ar₁ 내지 Ar₂는 각각 수소, C4 내지 C12 탄소를 갖는 비치환 또는 치환된 방향족 탄화수소, 또는 C4 내지 C12 탄소 원자를 갖는 비치환 또는 치환된 축합 폴리사이클릭 방향족 탄화수소를 나타내고, Ar₁ 내지 Ar₂는 인접한 방향족 탄화수소를 갖는 융합된 방향족 고리 시스템을 형성할 수 있다. 화학식(1)의 화합물은 전자 주입에서 존재하며 또는 유기 발광 장치에서 수송 재료 또는 엑시톤 차단층에 존재하며, 따라서 장치 안정성을 증가시키고 조작 전압을 저하시킨다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

휴, 포-웨이

대만, 정-리 320, 밍-치유양 로드, 섹션 3, 라인
334, 56-1

린, 팡-시

대만, 정-리 320, 밍-치유양 로드, 섹션 3, 라인
334, 56-1

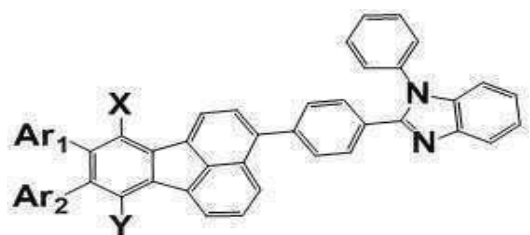
명세서

청구범위

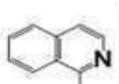
청구항 1

캐소드, 애노드, 발광층, 및 상기 캐소드와 발광층 사이에 삽입된 비방출성 전자 수송층을 포함하는 OLED 장치에 있어서,

상기 비방출성 전자 수송층이 25 중량% 내지 90 중량% 범위의 농도로 하기 화학식 1의 화합물을 함유하는 OLED 장치:



화학식 1

X 및 Y는 독립적으로 페닐기, 나프틸기, 피리딜기 또는  기를 나타내고,

X 및 Y는 동일하거나 상이할 수 있으며,

Ar₁ 내지 Ar₂는 각각 수소, C4 내지 C12 탄소 원자를 갖는 비치환 또는 치환된 방향족 탄화수소, 또는 C4 내지 C12 탄소 원자를 갖는 비치환 또는 치환된 축합 폴리사이클릭 방향족 탄화수소를 나타내고,

Ar₁ 내지 Ar₂는 인접한 방향족 탄화수소와 함께 융합된 방향족 고리 시스템을 형성하지 않는다.

청구항 2

삭제

청구항 3

제 1항에 있어서, 1 nm 내지 500 nm의 두께로 유기 층을 추가로 포함하는 OLED 장치.

청구항 4

제 1항에 있어서, 전자 수송층, 전자 주입 층, 발광 층, 정공 차단 층 또는 전자 차단 층을 추가로 포함하며, 여기서 화학식 1로 표시되는 화합물이 포함되는 OLED 장치.

청구항 5

제 4항에 있어서, 전자 수송층에서 또는 전자 주입층에서 화학식 1로 표시되는 화합물과 결합되게 n-도판트 재료를 추가로 포함하는 OLED 장치.

청구항 6

제 4항에 있어서, 발광층은 화학식 1로 표시되는 화합물과 조합되게 형광 또는 인광 에미터를 추가로 포함하는 OLED 장치.

청구항 7

제 1항에 따른 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 무정형 박막의 제조방법.

청구항 8

제 7항에 있어서, 진공 증착법 또는 스핀 코팅법인 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 비발광 재료에 의한 유기 전자 발광식 장치, 및 더욱 구체적으로 백색 광을 방출하기 위한 융합 고리구조를 갖는 비발광 재료에 의한 유기 전자 발광식 장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기 발광 장치(OLED)는 높은 밝기, 빠른 재생률(refresh rate) 및 넓은 색 영역과 같은 그의 특성 때문에 액티브 디스플레이(active display)로서 최근에 매력을 끌고 있으며 또한 휴대용 전자 적용용도에 더욱 적합하다.

[0003] 일반적으로, OLED는 애노드(anode), 정공 수송층(hole transport layer), 방출층(emitting layer), 전자 수송층 및 캐소드(cathode)를 포함하며, 이들은 진공 증착 또는 코팅 기술을 사용하여 다른 것 위에 하나를 연속적으로 증착한다. 전압을 인가할 때, 애노드는 정공(hole)을 주입하며 또한 캐소드는 전자를 유기층(들) 내에 주입한다. 주입된 정공은 정공 수송층을 통하여 방출 층으로 이동하며 또한 전자는 전자 수송층을 통하여 방출 층으로 이동한다. 방출 층에서, 정공 및 전자는 재결합하여 엑시톤(exciton)을 생성한다. 광은 엑시톤이 광전자 방출 메커니즘을 통해 이완할 때 방출한다.

[0004] 다층 박막구조를 갖는 유기 전자 발광식(EL) 디스플레이를 제조하는 이유는 전극과 유기층 사이의 인터페이스의 안정화를 포함한다. 그 외에, 유기 재료에서, 전자 및 정공의 이동성은 현저하게 다르며, 따라서 적절한 정공 수송 및 전자 수송층들이 사용되는 경우, 정공 및 전자는 방출 층으로 효율적으로 수송할 수 있다. 또한 정공 및 전자의 밀도가 방출 층에서 균형화되는 경우, 발광효율이 증가할 수 있다. 상술한 유기층들의 적절한 조합은 장치 효율 및 수명을 증가시킬 수 있다. 그러나 실제 디스플레이 적용에 사용하기 위한 모든 조건들을 만족시키는 유기재료를 발견하는 것은 매우 힘들었다.

[0005] 트리스(8-하이드록시퀴놀린)알루미늄(Alq_3)은 널리 사용되는 전자 수송재료의 하나이지만, 강한 녹색 발광을 가지며, 또한 이를 사용하는 장치는 더 높은 구동전압을 나타낸다. 따라서 높은 효율, 감소된 구동 전압 및 조작 안정성 등의 모든 실제적 측면에서 통상적인 재료에 비하여 우수한 특성들을 갖는 전자 수송 분자를 발견하는 것이 중요하다.

[0006] 이미다졸기, 옥사졸기 및 티아졸기를 갖는 유기 소분자는 문헌 Chem. Mater. 2004, No.16, p. 4556에 기술된 바와 같이 전자 주입 및 수송층을 위한 재료로서 빈번히 보고되었다.

[0007] 특허공보 US 5645948 및 US 5766779는 녹색 발광을 갖는 전자 수송을 위한 대표적인 물질로서 1,3,5-트리스(1-페닐-1H-벤즈이미다졸-2-일)벤젠(TPBI)을 기술하고 있다. TPBI는 벤젠의 1,3,5-치환부위에서 3개의 N-페닐 벤즈 이미다졸기를 가지며, 전자 수송 및 방출 재료로서 둘 다 작용한다. 그러나 TPBI는 조작 안정성을 갖는다.

[0008] 특허공보 US 6878469는 2-페닐 벤즈이미다졸일 기가 안트라센 골격의 C-2, C-6 위치에 연결된 화합물을 기술하고 있다. 특허공보 US 20080125593 및 KR 20100007143는 낮은 구동 전압 및 높은 효율을 나타내는 그의 골격 내에 이미다조피리딘 또는 벤즈이미다졸일기를 포함하는 전자 수송 재료를 기술하고 있다. 그러나 이들 재료는 또한 조작 안정성이 부족하다.

[0009] 플루오란텐 유도체(fluoranthene derivative)는 발광 화합물로서 유용한 것으로 잘 알려져 있으며, 특허공보 JP 2002069044, JP 2005320286, US 20070243411, WO 2008059713, WO 2011052186, US 7879465 및 US 8076009는 전자 주입 및 전자 수송층에서 고리모양의 플루오란텐의 용도를 기술하고 있다. 그러나 이들 장치는 높은 발광, 조작 안정성 및 감소된 구동 전압에 관하여 모든 원하는 EL특성들을 갖지 않고 있다.

[0010] 따라서 연장된 수명 안정성 및 감소된 조작 전압을 갖는 OLED가 당연히 요구되고 있다.

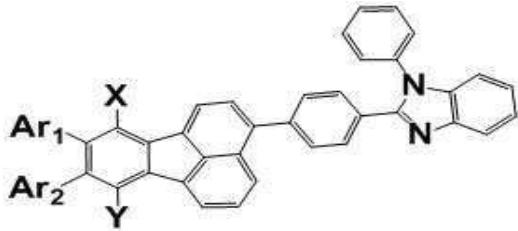
발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명의 목적은 연장된 수명 안정성과 감소된 조작 전압의 원하는 특성을 갖고 백색광을 방출할 수 있는 OLED 장치를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 전술한 및 다른 목적들을 달성하기 위하여, 본 발명은 캐소드, 애노드, 및 상기 캐소드와 애노드 사이에 삽입된 비방출 전자 수송층을 포함하는 OLED 장치를 제공한다. 하나의 실시형태에서, 비방출 전자 수송층은 25% 내지 90% 범위의 농도로 하기 화학식(I)의 화합물을 함유한다.



(I)

[0014] 상기 식에서,

[0015] X 및 Y는 독립적으로 수소, C5 내지 C10 탄소 원자를 갖는 방향족 또는 헤테로 방향족 탄화수소를 나타내고;

[0016] X 및 Y는 동일하거나 상이할 수 있으며;

[0017] Ar₁ 내지 Ar₂는 각각 수소, C4 내지 C12 탄소 원자를 갖는 비치환 또는 치환된 방향족 탄화수소, 또는 C4 내지 C12 탄소 원자를 갖는 비치환 또는 치환된 축합 폴리아사이클릭 방향족 탄화수소를 나타내고;

[0018] Ar₁ 내지 Ar₂는 인접한 방향족 탄화수소를 갖는 융합된 방향족 고리 시스템을 형성할 수 있다.

[0019] 또 하나의 실시형태에서, OLED는 1 nm 내지 500 nm의 두께로 유기층을 추가로 포함한다.

[0020] 추가의 실시형태에서, OLED는 전자 수송층, 전자 주입 층, 발광 층, 정공 차단 층 또는 전자 차단 층을 추가로 포함하며, 여기서 화학식 1로 표시되는 화합물이 포함된다.

[0021] 추가의 다른 실시형태에서, OLED는 화학식 1로 표시되는 화합물과 결합되게 사용할 n-도판트 재료 또는 형광 또는 인광 에미터를 추가로 포함한다.

도면의 간단한 설명

[0022] 도 1은 본 발명의 일 실시형태에 따른 유기 발광장치의 일 실시예를 예시하는 단면도이다.

도 2는 본 발명의 다른 실시형태에 따른 유기 발광장치의 일 실시예를 예시하는 단면도이다.

도 3은 본 발명의 추가의 다른 실시형태에 따른 유기 발광장치의 일 실시예를 예시하는 단면도이다.

도 4는 본 발명에 따른 청색 형광 유기 전자 발광식 장치의 전자 발광식 스펙트럼을 도시한다.

도 5는 본 발명에 따른 녹색 인광 유기 전자 발광식 장치의 전자 발광식 스펙트럼을 도시한다.

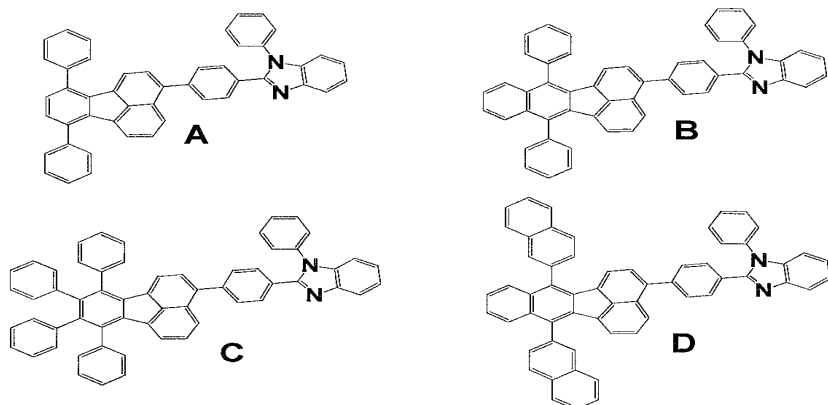
발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0023] 다음의 구체적인 실시양태들은 본 발명의 기술내용을 예시하기 위하여 제공된다. 이들 및 다른 이점들 및 효과들은 본 명세서의 기술내용을 읽은 후에 당업자에 의해 용이하게 이해할 수 있다.

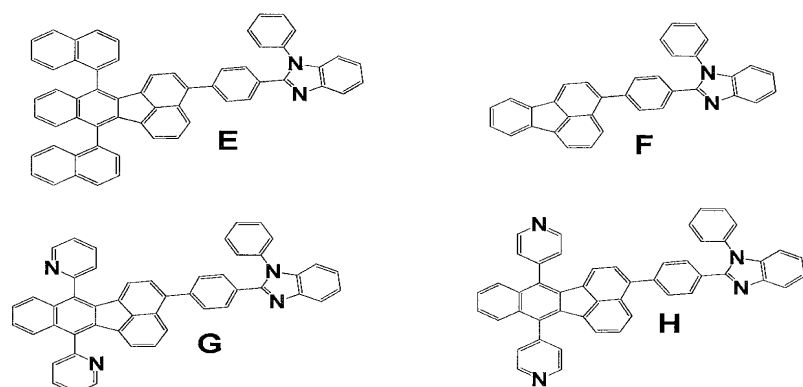
[0024] 본 발명에 따른 유기 전자 발광식 장치를 위한 화합물은 화학식(I)로 표시된다. 화학식(I)에서, X 및 Y는 독립적으로 수소, C5 내지 C10 탄소 원자를 갖는 방향족 또는 헤테로 방향족 탄화수소를 나타내고; X 및 Y는 동일하거나 상이할 수 있으며; Ar₁ 내지 Ar₂는 각각 수소, C4 내지 C12 탄소 원자를 갖는 비치환 또는 치환된 방향족

탄화수소, C4 내지 C12 탄소 원자를 갖는 비치환 또는 치환된 축합 폴리사이클릭 방향족 탄화수소를 나타내며; Ar₁ 내지 Ar₂는 인접한 방향족 탄화수소를 갖는 융합된 방향족 고리 시스템을 형성할 수 있다.

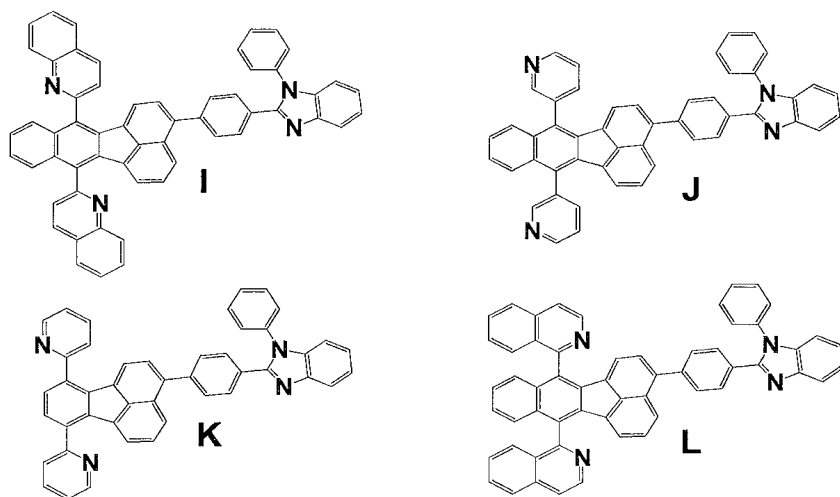
[0025] 전술한 화학식(I)로 표시되는 화합물의 바람직한 예는, 제한되는 것은 아니지만, 하기 (A 내지 L)에 나타낸다.



[0026]



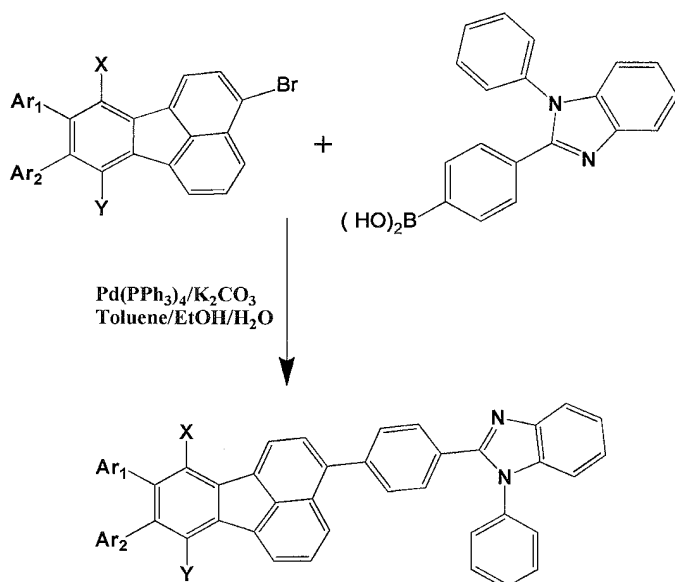
[0027]



[0028]

[0029] 다양한 아릴 치환된 벤조플루오란텐은 *Journal of the American Chemical Society* 1949, vol. 71 (6), p. 1917; *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 2008, 8(9), p.4787에 기술된 유사한 절차에 따라 제조할 수 있다. 벤조플루오란텐의 제조를 위한 출발물질로서 사용되는 대칭형 1,3-디아릴이소벤조푸란은 Synlett, 2006, 13, p. 2035에 기술된 절차에 따라 합성하였다. 다음에 이들은 다양한 문헌들에 기술된 유사한 절차에 부합하는 아릴 치환된 플루오란텐의 상응하는 브로모 유사물로 전환하였다.

[0030] (4-(1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸-2-일)페닐)브론산과 브롬화된 플루오란텐의 Suzuki 커플링을 사용하여 하기 도시된 바와 같이 화학식 1로 표시되는 화합물을 합성하였다.



[0031]

[0032]

화학식 1로 표시되는 화합물은 유기 전자 발광식 장치(EL)의 유기층에 포함될 수 있다. 따라서 본 발명의 유기 전자 발광식 장치는 기판상에 겹겹이 쌓아 올린 애노드와 캐소드 사이에 삽입된 적어도 하나의 유기층을 가지며, 또한 상기 유기층은 앞서 기술된 바와 같은 화학식 1로 표시되는 전술한 화합물을 포함한다. 여기서 유기층은 방출층, 정공 차단층, 전자 수송층, 전자 주입층 또는 정공 수송층일 수 있다. 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 유기층은 바람직하게는 전자 수송/주입층에서 및 전자 주입 도판트 (n/p 타입)와 조합되게 포함될 수 있다.

[0033]

전자 수송층에 사용될 전기 전도성 (n/p 타입) 도판트는 유기 알칼리/알칼리성 금속 복합물, 산화물, 할라이드, 카르보네이트, 리튬 및 세슘으로부터 선택된 적어도 하나의 금속을 함유하는 알칼리/알칼리성 기 금속의 포스페이트가 바람직하다. 이러한 유기 금속 복합물은 전술한 특허 문헌들 및 다른 곳에 공지되어 있으며 또한 적절한 복합물은 이들로부터 선택하여 본 발명에서 사용할 수 있다.

[0034]

전자 수송/전자 주입층에서 전술한 전기 주입성 도판트의 함량은 바람직하게는 25 중량% 내지 75 중량% 범위이다.

[0035]

추가로, 화학식 1의 임의의 것으로 표시되는 화합물은 방출층과 전자 수송층 사이의 층에 포함할 수 있다. 방출층은 형광 및 인광 도판트 및 상응하는 형광 및 인광 호스트 에미터를 각각 포함할 수 있다.

[0036]

더욱이, 화학식 1로 표시되는 화합물은 전자 주입/수송층 또는 정공 차단층 및/또는 전자 차단층에서 사용될 수 있다.

[0037]

본 발명의 유기 전자 발광식 장치의 구조는 도면을 참고하여 설명될 것이지만, 이들로 제한되는 것은 아니다.

[0038]

도 1은 본 발명의 일 실시형태에 따른 유기 발광장치를 도시하는 개략도이다. 유기 발광 장치 100은 기판 110, 애노드 120, 정공 주입층 130, 정공 수송층 140, 방출층 150, 전자 수송층 160, 전자 주입층 170, 및 캐소드 180를 포함한다. 유기 발광 장치 100은 순서에 따라 기술된 층들을 증착함으로써 제작할 수 있다. 도 2는 본 발명의 다른 실시형태에 따른 유기 발광 장치를 도시하는 개략도이며, 이것은 엑시톤 차단층 245가 정공 수송층 240 위에 및 방광층 250 아래에 증착되는 것을 제외하고는 도 1과 유사하다. 도 3은 본 발명의 다른 실시형태에 따른 유기 발광 장치를 도시하는 개략도이며, 이것은 엑시톤 차단층 355가 방광층 350 위에 및 전자 수송층 360 아래에 배치되는 것을 제외하고는 도 2와 유사하다.

[0039]

도 1-3에 도시된 장치의 반대인 구조를 갖는 유기 발광 장치를 제작할 수 있다. 반대 구조의 경우에 층 또는 층들은 필요에 따라 첨가되거나 또는 생략할 수 있다.

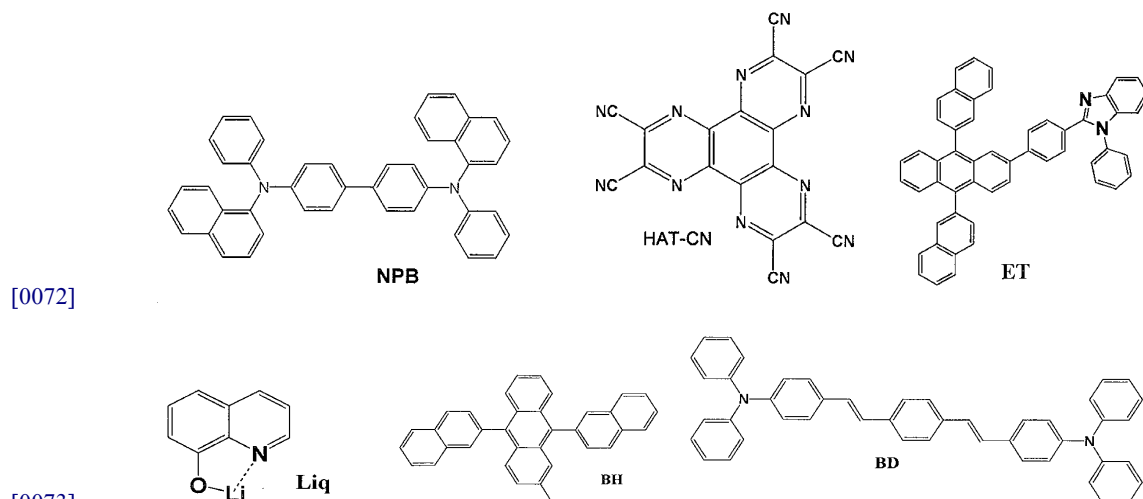
[0040]

정공 주입층, 정공 수송층, 전자 차단층, 정공 차단층, 방광층, 전자 주입층에 사용되는 재료들은 다른 곳에서 인용된 문헌에 보고된 재료들로부터 선택될 수 있다. 예를 들면, 전자 수송층을 형성하는 전자 수송재료는 방광층을 형성하는 재료와 다르며 또한 전자 수송층에서 정공 이동성을 촉진하기 위해 정공 수송 특성을 가지며, 또한 방광층과 전자 수송층 사이의 이온화 전위의 차이로 인한 축적을 방지할 수 있다.

- [0041] 그 외에, 미국특허 제5844363호는 그의 전체가 본 명세서에서 참고로 인용되는데, 유연성 및 투명성 기관-애노드 조합을 기술하고 있다. p-도핑된 정공 수송층의 일례는 그의 전체가 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허 공개 제 20030230980호에 기술된 바와 같이 50:1의 몰비로 F₄-TCNQ로 도핑된 m-MTDATA이다. n-도핑된 전자 수송층의 일례는 그의 전체가 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허공개 제20030230980호에 기술된 바와 같이 1:1의 몰비로 Li로 도핑된 BPhen이다. 그의 전체가 본 명세서에 인용된 미국특허 제5703436호 및 제5707745호는 오버라잉(overlying) 투명성, 전기 전도성, 스퍼터 증착 ITO층을 갖는 화합물 캐소드를 포함하는 캐소드의 예들을 기술하고 있다. 차단층의 이론 및 사용은 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허 제6097147호 및 미국특허출원 공개 제20030230980호에 기술되어 있다. 주입층의 예들은 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허출원 공개 제 20040174116호에 기술되어 있다. 보호층의 기술은 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허출원공개 제 20040174116호에서 발견할 수 있다.
- [0042] 구체적으로 기술되지 않은 구조 및 재료들이 또한 사용될 수 있다. 예를 들면 OLED는 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허 제5247190호에 기술된 바와 같은고분자 재료(PLED)를 포함한다. 추가로, 단일 유기층을 갖는 OLED가 사용될 수 있다. OLED는 본 명세서에 참고로 인용된 미국특허 제5707745호에 기술된 바와 같이 스택(stack)할 수 있다.
- [0043] 달리 명시되지 않는 한, 다양한 실시형태의 층들의 임의의 것은 임의의 적절한 방법에 의해 증착할 수 있다. 유기층의 경우, 바람직한 방법은 예를 들어 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허 제6013982호 및 제6087196호에 기술된 바와 같은 열증발, 잉크젯, 예를 들어 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허 제 6337102호에 기술된 유기 증기상 증착(OVPD), 예를 들어 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허출원 제10/233,470호에 기술된 바와 같은 유기 증기 젯 프린팅(OVJP)을 포함한다. 다른 적합한 증착법은 스핀 코팅 및 다른 용액 기본 공정을 포함한다. 용액 기본 공정은 질소 또는 불활성 대기에서 수행하는 것이 바람직하다. 다른 층의 경우, 바람직한 방법은 열증발을 포함한다. 바람직한 패터닝 방법은 예를 들어 본 명세서에 참고로 인용되는 미국특허 제6294398호 및 제6468819호에 기술된 바와 같은 마스크 냉간용접을 통한 증착, 및 잉크-젯 및 OVJD와 같은 증착 방법과 관련된 패터닝을 포함한다. 분명히, 다른 방법이 사용될 수 있다. 증착할 재료를 변형시켜 이들을 특수한 증착방법에 적합하게 할 수 있다.
- [0044] 화학식 1로 표시되는 화합물은 유기 전자 발광식 장치를 위해, 진공증착법 또는 스핀 코팅법을 사용하여 무정형 박막으로 만들 수 있다. 상기 화합물은 상술한 유기층의 어느 것에 사용되는 경우에 높은 효율 및 낮은 구동 전압과 양호한 열 안정성 및 긴 수명을 나타낸다.
- [0045] 본 발명의 유기 전자 발광식 장치는 단일 장치, 배열로 정돈된 그의 구조를 갖는 장치, 또는 X-Y 매트릭스로 배열된 캐소드 및 애노드를 갖는 장치에 적용할 수 있다. 본 발명은 발광층에서 인광 도판트와 병용하였을 때 통상적인 장치보다 유기 전자 발광식 장치의 발광효율 및 구동 안정성을 현저하게 개선한다. 추가로, 본 발명의 유기 전자 발광식 장치는 풀-칼러 또는 멀티 칼러 패널에 적용하였을 때 양호하게 수행하며 또한 백색광을 방출할 수 있다.
- [0046] **실시예**
- [0047] 본 발명은 본 발명의 특성 및 효과를 명확하게 하기 위하여 다음의 실시예들에 의거하여 더욱 상세하게 설명한다. 상세한 실시형태는 본 발명의 특성을 명확하기 위하여 단순히 사용된다. 본 발명은 예시된 특징의 실시형태로 제한되지 않는다.
- [0048] **합성 실시예 1 (화학식 B의 합성)**
- [0049] 1L 플라스크 속에, 3-브로모-7,12-디페닐벤조[k]플루오란텐 (20 g), (4-(1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸-2-일)페닐)보론산 (15.6 g), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (2.40 g), 톨루엔 (300 ml), 에탄올 (150 ml) 및 탄산칼륨의 2M 수용액(72.4 ml)의 혼합물을 함께 첨가하고 16 시간 동안 환류시켰다. 반응물을 물로 쿨칭하고 톨루엔층을 제거하고 염수로 세척하고 무수 황산 나트륨으로 건조시키고, 용매를 감압하에 제거하여 얻은 황색 고체로서 2-(4-(7,12-디페닐벤조[k]플루오란텐-3-일)페닐)-1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸(화학식 B, 5.3 g)를 수득하였다.

- [0050] ^1H NMR (CDCl_3 , δ): 7.92 (d, 1 H), 7.77(d, 1 H), 7.71-7.62 (m, 10 H), 7.60-7.55 (m, 4 H), 7.55-7.52 (m, 1H), 7.52-7.49 (m, 1 H), 7.48-7.44 (m, 2H), 7.43-7.39 (m, 4H), 7.38-7.34 (m, 1 H), 7.32-7.25 (m, 5 H), 6.64 (d, 2 H).
- [0051] **합성 실시예 2** (화합물 C의 합성)
- [0052] 3-브로모-7,8,9,10-테트라페닐플루오란텐은 New Journal of Chemistry, 2010, 34, p. 2739에 인용된 절차에 따라 합성하였다.
- [0053] 3-브로모-7,8,9,10-테트라페닐플루오란텐(20g), (4-(1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸-2-일)페닐)보론산 (12.88 g), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (1.97 g), 톨루엔 (300 ml), 에탄올 (150ml) 및 탄산칼륨 2M 수용액 (59.8 ml)을 함께 첨가하고 16 시간 동안 환류시켰다. 반응물을 물로 퀀칭하고 톨루엔을 제거하고 염수로 세척하고 무수 황산나트륨으로 건조시키고, 용매를 감압하에 제거하여 얻은 황색 고체로서 1-페닐-2-(4-(7,8,9,10-테트라페닐플루오란텐-3-일)페닐)-1H-벤조[d]이미다졸(화합물 C, 14.6 g)을 수득하였다.
- [0054] ^1H NMR (CDCl_3 , δ): 7.90-7.96 (m, 2 H), 7.80 (m, 2 H), 7.70 (m, 2 H), 7.58 (s, 1 H), 7.46-7.55 (m, 12 H), 7.30-7.32 (m, 13 H), 7.22-7.26 (m, 6 H).
- [0055] **합성 실시예 3** (화합물 A의 합성)
- [0056] 3-브로모-7,10-디페닐플루오란텐은 Journal of the American Chemical Society, 1993, 11, p. 11542에 기술된 절차에 따라 합성하였다.
- [0057] 3-브로모-7,10-디페닐플루오란텐 (20 g), (4-(1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸-2-일)페닐)보론산 (17.40 g), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (2.67 g), 톨루엔 (300 ml), 에탄올(150ml) 및 2M 탄산칼륨 (80.8 ml)을 함께 첨가하고, 16 시간 동안 환류시켰다. 반응물을 물로 퀀칭하고 톨루엔층을 제거하고 염수로 세척하고 무수 황산나트륨으로 건조시키고 용매를 감압하에 제거하여 황색 분말로서 2-(4-(7,10-디페닐플루오란텐-3-일)페닐)-1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸 (화합물 A, 17.8 g)를 수득하였다.
- [0058] ^1H NMR (CDCl_3 , δ): 7.92-7.96 (m, 2 H), 7.70-7.80 (m, 4H), 7.58 (s, 1 H), 7.53-7.55 (m, 6 H), 7.47-7.49 (m, 4 H), 7.28-7.32 (m, 9 H), 7.22-7.26 (m, 4 H).
- [0059] **합성 실시예 4** (화합물 F의 합성)
- [0060] 3-브로모플루오란텐 (20 g), (4-(1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸-2-일)페닐)보론산 (26.82 g), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(4.11 g), 톨루엔 (300 ml), 에탄올 (150ml) 및 2M 탄산칼륨 (124.5 ml)을 함께 첨가하고, 80 $^{\circ}\text{C}$ 에서 16 시간 동안 교반하였다. 반응물을 물로 퀀칭하고 톨루엔을 제거하고 염수로 세척하고 무수 황산 나트륨으로 건조시키고, 용매를 감압하에 제거하여 얻은 황색 무정형 고체로서 2-(4-(플루오란텐-3-일)페닐)-1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸 (화합물 F, 17.8 g)을 수득하였다.
- [0061] ^1H NMR (CDCl_3 , δ): 7.90 (m, 2 H), 7.79-7.80 (m, 2 H), 7.70 (m, 2 H), 7.58 (s, 1 H), 7.53-7.55 (m, 6 H), 7.54 (m, 4 H), 7.30 (m, 5 H), 7.23-7.28 (m, 11 H).
- [0062] **실시예 1-4** (유기 EL 장치의 제작)
- [0063] 사용 전에, 기판을 용매로 탈지하고 증착 시스템에 로딩(load)하기 전에 UV 오존으로 세정하였다. 기판을 기판의 상부에 모든 다른 층의 증착을 위해 진공 증착 챔버에 옮겼다. 다음의 층들을 약 10^{-6} Torr의 진공하에 가열 보트로부터 증착에 의해 도 2에 도시된 바와 같이 다음의 순서로 증착하였다.
- [0064] a) 정공 주입층, 20 nm 두께, HAT-CN,

- [0065] b) 정공 수송층, 60 nm 두께, N,N'-디-1-나프틸-N,N'-디페닐-4,4'-디아미노비페닐 (NPB);
- [0066] c) 발광층, 30 nm 두께, 3 용적% BD로 도핑된 BH를 포함함;
- [0067] (대만, eRay optoelectronics Tech Co. Ltd로부터 BH 및 BD)
- [0068] e) 전자 수송층, 20 nm 두께, Liq로 도핑된 화합물 B를 포함함;
- [0069] f) 전자 주입층, 1 nm 두께, LiF; 및
- [0070] g) 캐소드: 대략 150 nm 두께, Al를 포함함.
- [0071] 장치 구조는 ITO/HAT-CN (20 nm)/NPB (60 nm)/ BH-3% BD (30 nm)/화합물 B : Liq (20 nm)/LiF (1 nm)/ Al (150 nm)로서 나타낼 수 있다.



- [0074] 이들 층의 증착 후에, 장치는 증착 챔버로부터 캡슐화용 건조 박스내로 옮긴 다음 UV-경화성 에폭시, 및 습기 게터(moisture getter)를 포함하는 글래스 리드를 사용하여 캡슐화하였다. 유기 EL은 3 mm²의 방출 영역을 갖는다. 따라서 얻어진 유기 EL 장치는 외부 전원에 접속하고, 직류 전압의 인가시, 표 2에 나타난 특성들을 갖는 광의 방출이 확인되었다.
- [0075] 모든 제작된 장치의 EL 특성들은 실온에서 정전류원 (KEITHLEY 2400 Source Meter, Keithley Instruments 제조, Inc., Cleveland, Ohio) 및 광도계 (PHOTO RESEARCH SpectraScan PR 650, Photo Research, Inc. 제조, Chatsworth, Calif.)를 사용하여 평가하였다.
- [0076] 본 장치의 조작 수명 (또는 안정성)은 장치를 통해 정전류를 구동시켜 방출층의 색상에 따라 다양한 초기 휘도에서 및 실온에서 시험하였다. 색상은 국제조명위원회(Commission Internationale de l'Eclairage; CIE) 좌표를 사용하여 보고하였다.
- [0077] 실시예 4는 화합물 F가 전자 수송층에서 화합물 B 대신에 사용되는 것을 제외하고는 실시예 1과 유사한 층 구조로 제작하였다.

[0078] **비교 실시예 1** (유기 EL 장치의 제작)

- [0079] 유기 인광성 EL 장치는 전자 수송층에서 화합물 B 대신에 ET를 사용하는 것을 제외하고는 실시예 1과 유사한 층 구조로 제작하였다. 장치 구조는 ITO/ HAT-CN (20 nm)/NPB (60 nm)/ BH-3% BD (30 nm)/ET : Liq(20 nm)/LiF (1 nm)/ Al (150 nm)로 나타낼 수 있다.

[0080] **실시예 5-7** (녹색 인광성 OLED 장치의 제작)

- [0081] 녹색 인광 OLED 장치는 대략 10⁻⁶ Torr의 진공하에 가열 보트로부터 증발시켜 도 2에 도시된 바와 같이 다음의 순서로 제작하였다.

- [0082] a) 정공 주입층, 20 nm 두께, HAT-CN;
- [0083] b) 정공 수송층, 100 nm 두께, N,N'-디-1-나프틸-N,N'-디페닐-4,4'-디아미노비페닐 (NPB);
- [0084] c) 발광층, 30 nm 두께, 14 용적% GD로 도핑된 GH를 포함함;
- [0085] (GD-Ir(ppy)₃; 다만, eRay optoelectronics Tech Co. Ltd로부터 GH)
- [0086] e) 전자 수송층, 30 nm 두께, Liq로 도핑된 화합물 B를 포함함;
- [0087] f) 전자 주입층, 1 nm 두께, LiF; 및
- [0088] g) 캐소드: 대략 150 nm 두께, Al를 포함함.
- [0089] 장치 구조는 ITO/HAT-CN (20 nm)/NPB (100 nm)/ GH-14% GD (30 nm)/화합물 B : Liq (30 nm)/LiF (1 nm)/ Al (150 nm)로서 나타낼 수 있다.
- [0090] 실시예 6 및 7은 전자 수송층에서 화합물 B 대신에 화합물 A 및 화합물 C를 사용하는 것을 제외하고는 실시예 5와 유사한 층 구조로 제작하였다.

[0091] **비교 실시예 2** (유기 EL 장치의 제작)

[0092] 유기 인광 EL 장치는 전자 수송층에서 화합물 B 대신에 ET를 사용하는 것을 제외하고는 실시예 5와 유사한 층 구조로 제작하였다. 장치 구조는 ITO/HAT-CN (20 nm)/NPB (100 nm)/ GH-14% GD (30 nm)/화합물 B : Liq (30 nm)/LiF (1 nm)/ Al (150 nm)로서 나타낼 수 있다.

[0093] 본 실시예에서 제작된 유기 EL 장치의 방출된 광의 피크 파장, 최대 발광 효율, 구동 전압 및 수명 안정성은 표 1에 나타낸다. 본 명세서에서 제작된 청색 형광 및 녹색 인광 장치의 EL 스펙트럼은 도 4 및 도 5에 나타낸다.

[표 1]

	발광층의 화합물, (농도, %)	방출피크 (nm)	구동전압 (V)	최대 발광 효율 (cd/A) @ 10mA/cm ²	T ₉₀ (h)
실시예 1	화합물 B (75)	468	4.72	11.06	62 ^a
실시예2	화합물 B (50)	468	4.54	11.96	47 ^a
실시예 3	화합물 B (25)	468	4.42	12.71	40 ^a
실시예 4	화합물 F (25)	468	4.46	11.81	38 ^a
비교 실시예 1	ET (50)	468	4.33	12.16	34 ^a
실시예 5	화합물 B (50)	524	3.90	59.59	90 ^b
실시예6	화합물 A (50)	524	3.83	57.11	N/A
실시예 7	화합물 C (50)	524	3.96	58.67	N/A
비교 실시예 2	ET (50)	524	3.70	58.29	60 ^b

[0094] a Lo = 2000 nits; b Lo = 10000 nits

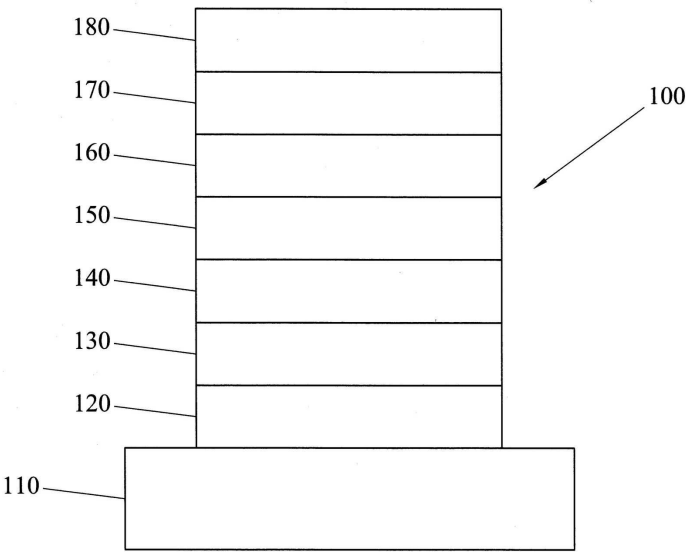
[0095] 본 발명은 상술한 실시형태, 방법 및 실시예에 의해 제한되지 않고, 특허청구된 본 발명의 정신 및 범위 내에서 모든 실시형태 및 방법에 의해 제한된다.

[0096] [산업상 이용 가능성]

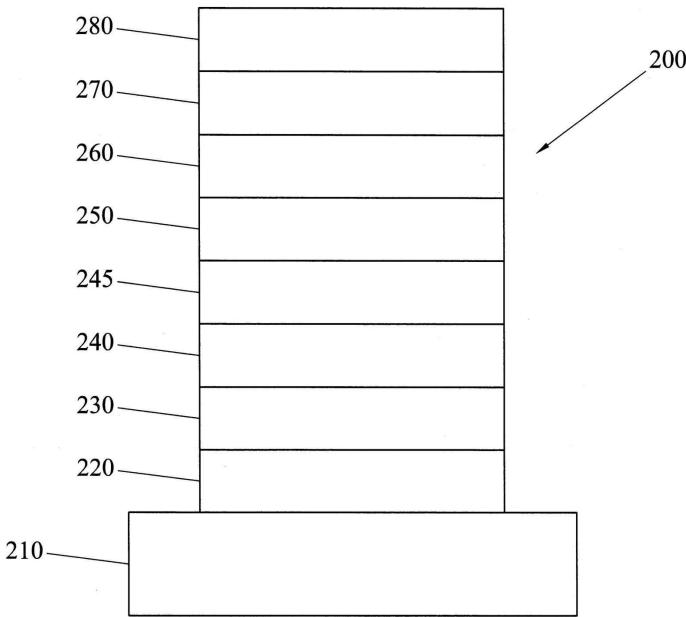
[0097] 상기에서 상세하게 기술된 바와 같이, 본 발명의 EL 장치용 재료가 사용되는 유기 EL 장치는 높은 발광효율, 높은 열 안정성, 충분히 낮은 구동 전압 및 긴 수명을 갖기 때문에 매우 실체적이다. 따라서 본 발명의 유기 EL 장치는 평면 패널형 디스플레이, 휴대 전화 디스플레이, 평면 발광기, 신호 보드의 특성을 이용하는 광원에 적용할 수 있으며 또한 높은 기술적 가치를 갖는다.

도면

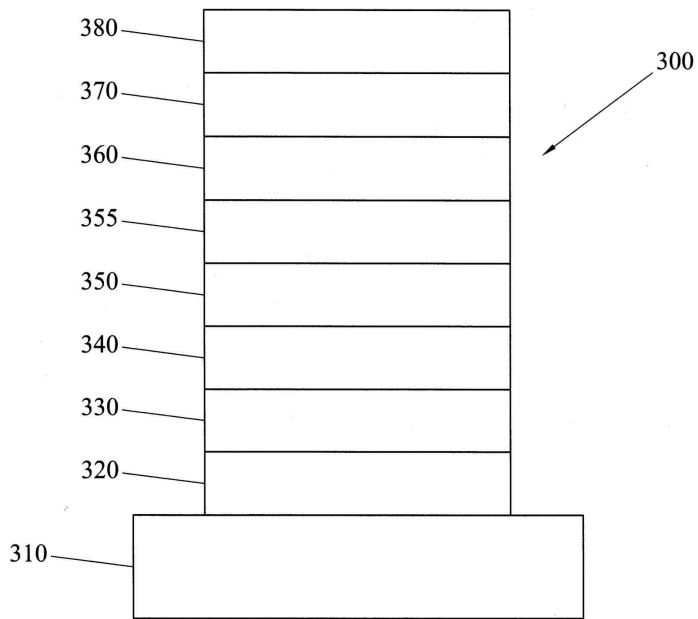
도면1



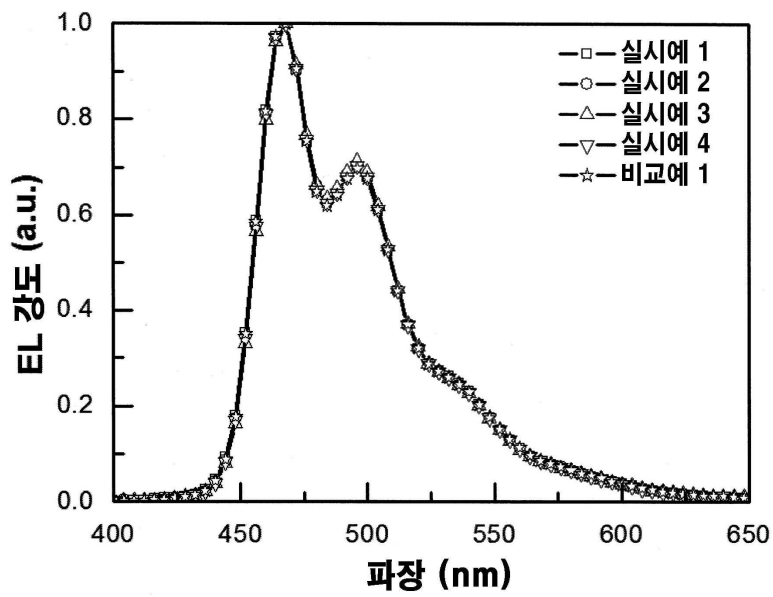
도면2



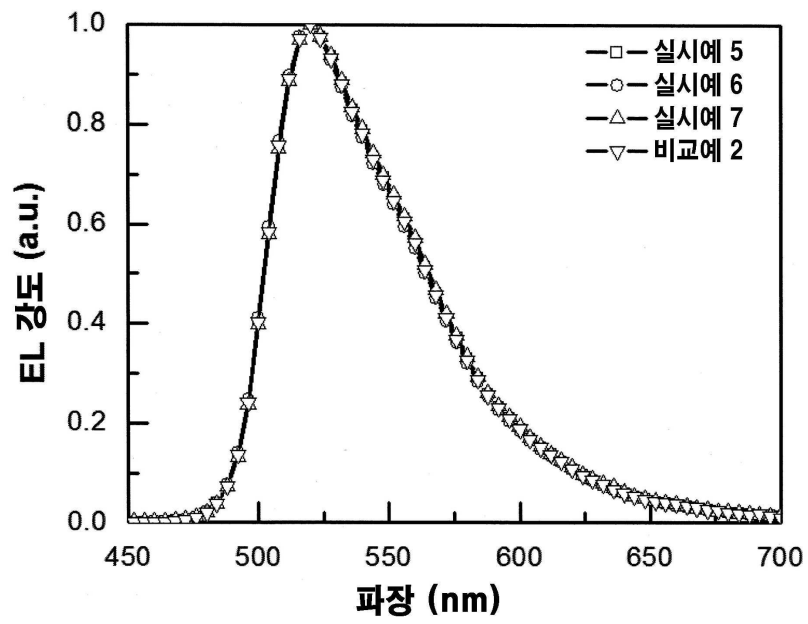
도면3



도면4



도면5



专利名称(译)	标题：电子转移化合物和使用其的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR101648621B1	公开(公告)日	2016-08-16
申请号	KR1020140057647	申请日	2014-05-14
申请(专利权)人(译)	雷光电科技有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	雷光电科技有限公司		
[标]发明人	BALAGANESAN BANUMATHY 바라가네산바누매티 HUANG HEH LUNG 황혜룡 HSU PO WEI 휴포웨이 LIN FANG SHIH 린팡시		
发明人	바라가네산,바누매티 황,혜 룡 휴,포 웨이 린,팡 시		
IPC分类号	C09K11/06 C07F15/00		
CPC分类号	C09K11/06 C07F15/0033		
代理人(译)	Sonmin		
其他公开文献	KR1020150130714A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

公开了由化学式1表示的新型化合物，以及使用其的有机电致发光器件。在化学式1中，X和Y独立地表示氢，具有5至10个碳原子的芳族或杂芳族烃，并且可以彼此相同或不同；Ar 1和Ar 2分别表示氢，具有4-12个碳原子的未取代或取代的芳烃，或具有4-12个碳原子的未取代或取代的稠合多环芳烃，并且可以形成具有相邻芳族碳通道的稠合芳环系统。化学式1中的化合物存在于电子注入过程中，或存在于有机电致发光器件的传输材料或激子阻挡层中，从而增加器件的稳定性并降低工作电压。

