



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0082464
(43) 공개일자 2018년07월18일

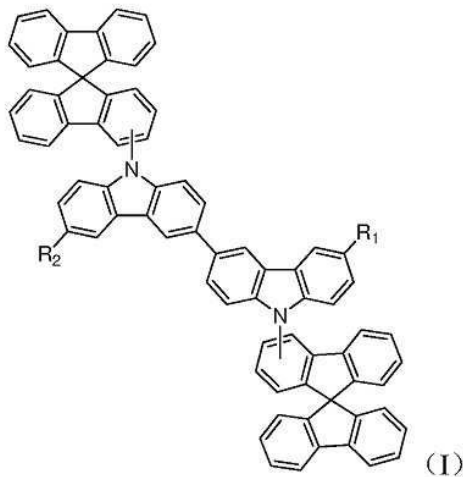
(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 51/00 (2006.01) C07D 209/86 (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01L 51/0072 (2013.01)
C07D 209/86 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-7014588
(22) 출원일자(국제) 2016년11월30일
심사청구일자 2018년05월23일
(85) 번역문제출일자 2018년05월23일
(86) 국제출원번호 PCT/CN2016/107852
(87) 국제공개번호 WO 2017/097152
국제공개일자 2017년06월15일
(30) 우선권주장
201510903881.2 2015년12월09일 중국(CN)

(71) 출원인
광동 어플레이어 압토일렉트라닉 머티어리얼즈 컴퍼니 리미티드
중국 528300 광둥, 포산 순더 디스트릭트, 다량, 우샤 신후이 로드 넘버 8
(72) 발명자
로우, 캄홍
중국 528300 광둥, 포산 순더 디스트릭트, 다량, 우샤 신후이 로드 넘버 8
천, 진-신
중국 528300 광둥, 포산 순더 디스트릭트, 다량, 우샤 신후이 로드 넘버 8
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이정현

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 유기 정공 수송 재료

(57) 요약



본 발명은 유기 정공 수송 재료에 관한 것으로, 식(I)의 상기 구조의 화합물을 가지고, 여기에서, R1-R2는 독립적으로 수소, C1-C8 치환 또는 미치환의 알킬(alkyl), C2-C8 치환 또는 미치환의 알케닐 알킬(alkenyl alkyl), C2-C8 치환 또는 미치환의 알키닐 알킬(alkynyl alkyl), 또는 치환 또는 미치환 C6-C10의 아릴(aryl)을 나타내고, 여기에서 치환기는 C1-C4의 알킬 또는 할로젠(halogen)이다. 소자 실험에 따르면, 본 발명의 유기 정공 수송 재료를 사용하면 유리 전이 온도가 높고 열안정성이 우수하며, 제조한 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자 및 유기 전계발광 소자의 정공 수송 성능이 탁월하며, 전류 효율이 높고 안정적이며 소자의 수명이 긴 것으로 나타났다.

(52) CPC특허분류

H01L 51/50 (2013.01)

(72) 발명자

리, 즈어

중국 528300 광둥, 포산 순더 디스트릭트, 다량,
우샤 신후이 로드 넘버 8

다이, 레이

중국, 100085 베이징 하이디엔 디스트릭트, 상디,
인포메이션 로드 넘버 26, 룸 820

차이, 리페이

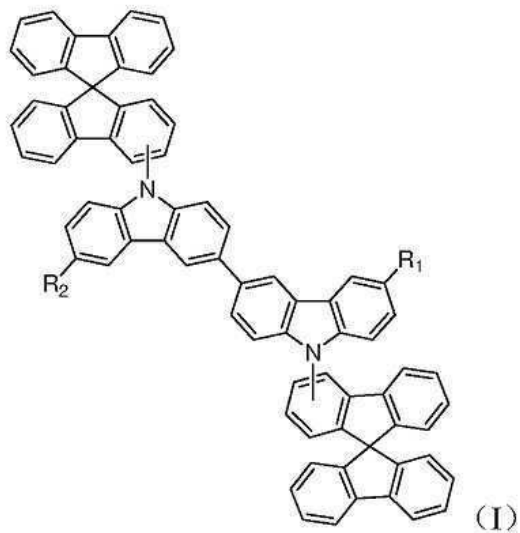
중국, 100085 베이징 하이디엔 디스트릭트, 상디,
인포메이션 로드 넘버 26, 룸 820

명세서

청구범위

청구항 1

식(I)의 구조의 화합물을 가지고,



여기에서, R₁-R₂는 독립적으로 수소, C₁-C₈ 치환 또는 미치환의 알킬(alkyl), C₂-C₈ 치환 또는 미치환의 알케닐 알킬(alkenyl alkyl), C₂-C₈ 치환 또는 미치환의 알키닐 알킬(alkynyl alkyl), 또는 치환 또는 미치환 C₆-C₁₀의 아릴(aryl)을 나타내고, 여기에서 치환기는 C₁-C₄의 알킬 또는 할로젠(halogen)인 것을 특징으로 하는 유기 정공 수송 재료.

청구항 2

제1항에 있어서,

R₁-R₂는 독립적으로 수소, C₁-C₄ 치환 또는 미치환의 알킬, C₂-C₄ 치환 또는 미치환의 알케닐 알킬, C₂-C₄ 치환 또는 미치환의 알키닐 알킬, 또는 치환 또는 미치환 아릴을 나타내는 것을 특징으로 하는 유기 정공 수송 재료.

청구항 3

제2항에 있어서,

R₁-R₂는 독립적으로 수소, C₁-C₄의 알킬, 페닐(phenyl), 나프틸(naphthyl), C₁-C₄의 알킬 치환의 페닐 또는 나프틸을 나타내는 것을 특징으로 하는 유기 정공 수송 재료.

청구항 4

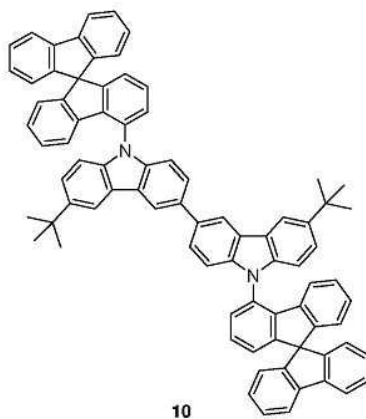
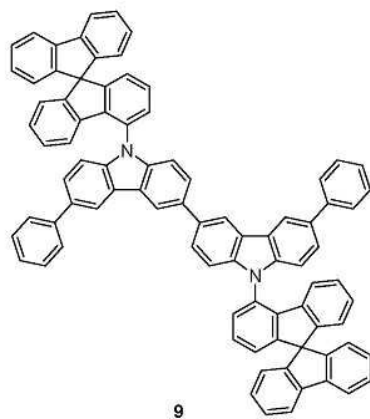
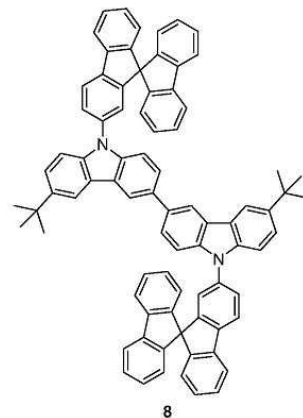
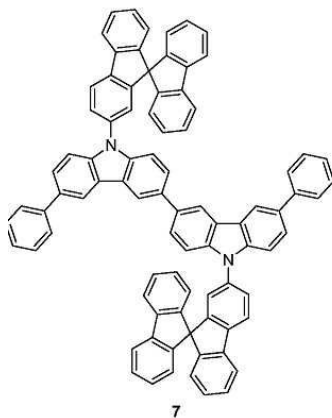
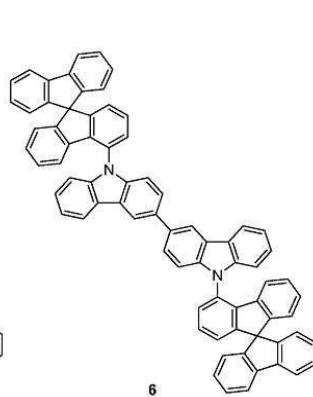
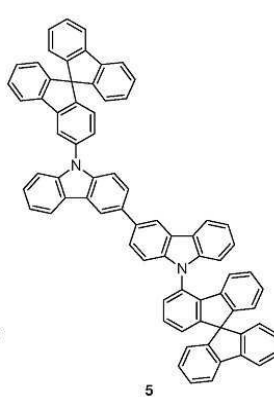
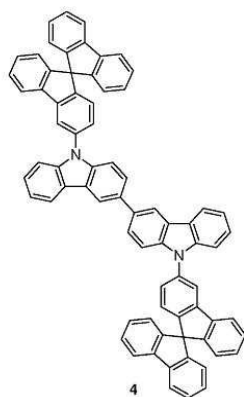
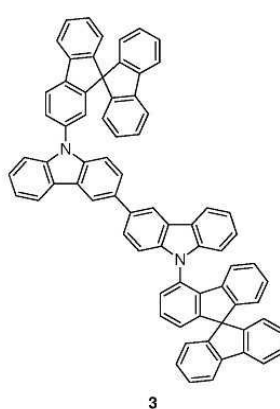
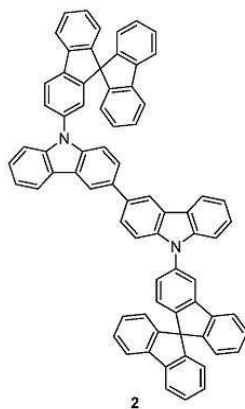
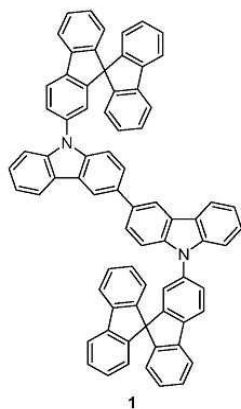
제3항에 있어서,

R₁과 R₂는 같은 것을 특징으로 하는 유기 정공 수송 재료.

청구항 5

제4항에 있어서,

아래의 구조 화합물



인 것을 특징으로 하는 유기 정공 수송 재료.

청구항 6

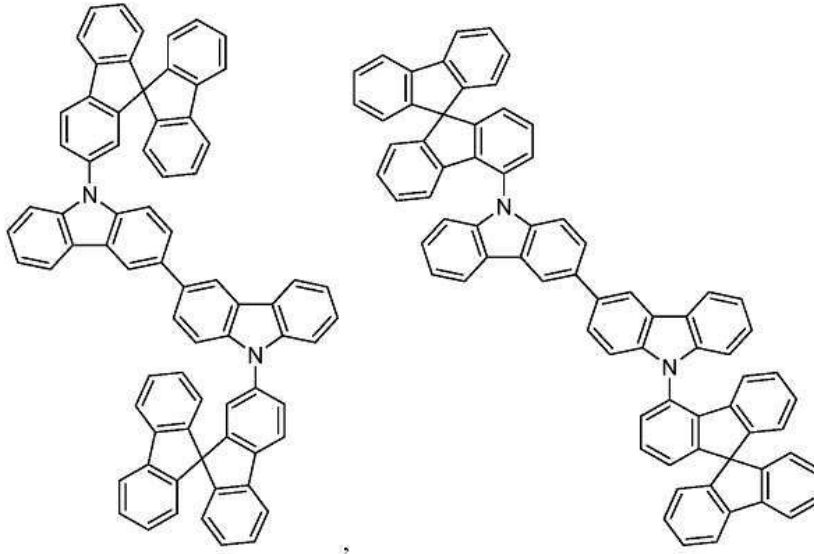
제4항에 있어서,

R1-R2는 수소인 것을 특징으로 하는 유기 정공 수송 재료.

청구항 7

제6항에 있어서,

아래 구조 화합물



것을 특징으로 하는 유기 정공 수송 재료.

청구항 8

제1항 내지 7항 중 어느 한 항의 유기 정공 수송 재료에 있어서 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자와 유기 전계발광 소자에의 응용.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 진공증착을 통하여 박막을 형성하고 전자 수송 재료로서 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자에 응용하는 신규한 유기 정공 수송 재료에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자는 단일 전하 운반체 소자의 일종이며, 전력 반도체 장치로서 스마트 디지털 전력 집적회로의 스위치나 정류기에 사용된다. 그 중 본 발명의 정공 수송 재료도 유기 전계발광 소자 및 전계효과 트랜지스터에 응용될 수 있다.

[0003] 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자는 2개의 금속, 무기물 또는 유기화합물의 전극 사이에 단일층 또는 다층의 유기 재료를 스핀 코팅 또는 침전시켜 제조하는 소자이다. 하나의 전형적인 한 층의 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자에는 양극, 정공 수송층 및 음극이 포함된다. 다층의 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자의 양극과 정공 수송층 사이에 정공 주입층을 추가할 수 있으며, 정공 수송층과 음극 사이에는 전자 차단층을 추가할 수 있다. 전자 차단층, 정공 수송층 및 정공 주입층은 각각 전자 차단 재료, 정공 수송 재료 및 정공 주입 재료로 구성된다. 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자에 연결되는 전압이 임계전압에 도달한 후, 양극에서 생성되는 정공이 정공 수송층을 거쳐 음극으로 수송되며, 반대로 전자는 음극에서 주입할 수 없다. 정공 유일 유기 반

도체 다이오드 소자 중의 정공 수송 재료는 유기 전계발광 소자와 같은 다른 반도체 소자에 응용할 수 있다. 유기 전계발광 소자는 시장이 방대하기 때문에, 안정적이며 효율성이 높은 유기 정공 수송 재료는 유기 전계발광 소자의 응용과 보급에 있어서 중요한 역할을 하며, 동시에 유기 전계발광 큰 화면 디스플레이의 응용과 보급을 위해 시급하기도 하다.

[0004] 시중에서 종래에 비교적 많이 사용되는 정공 수송 재료는 TCTA(Tris(4-carbazoyl-9-ylphenyl)amine)이며, 기본적으로 유기 전계발광 패널의 시장 수요에 부합하다. 그러나 유리 전이 온도(151℃)가 높지 않고 효율과 안정성도 개선될 필요가 있다. TCTA 재료는 결정이 생성되기 쉬운 단점이 있는데, 정공 수송 재료는 일단 결정이 생기면 분자 간의 전하 이동 전이 메커니즘과 정상 동작하는 비정형 박막 메커니즘이 달라 정공 수송 성능이 변하게 된다. 유기 전계발광 소자에 사용할 경우 시간이 지나면 전체 소자의 전도성이 변하면서 전자와 정공 전하 이동 전이율에 불균형이 초래되고 이로 인하여 소자 효율이 떨어지며 소자 내에서 단락이 발생해 소자의 안정성에 영향을 미칠 수도 있으며 심지어 소자가 실패될 수도 있다(참고문헌 Journal of Applied Physics 80, 2883 (1996); doi: 10.1063/1.363140). 따라서 신규한 유리 전이 온도가 높은 정공 수송 재료의 연구와 개발이 시급하다.

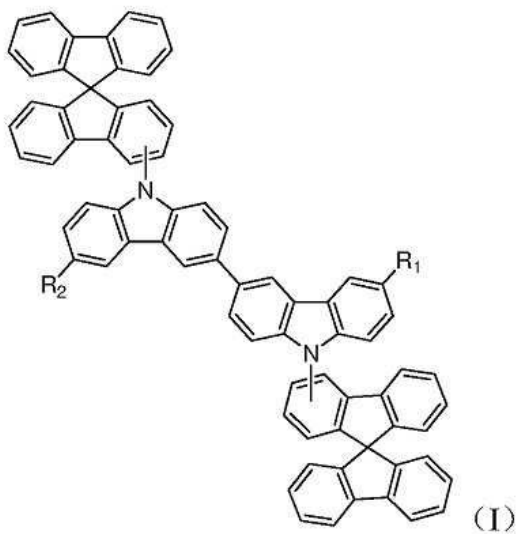
발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명의 목적은 정공 수송 성능이 우수하고 전류 효율이 높으며, 수명이 긴 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자와 유기 전계발광 소자 상에 응용할 수 있는 형태 안정성이 높은 유기 정공 수송 재료를 제공함으로써, 상기 재료에 존재하는 결함을 극복하는 데에 있다.

과제의 해결 수단

[0006] 본 발명에 있어서 유기 정공 수송 재료는 식(I)의 구조의 화합물을 가지고,



[0007]

[0008] 여기에서, R₁-R₂는 독립적으로 수소, C₁-C₈ 치환 또는 미치환의 알킬(alkyl), C₂-C₈ 치환 또는 미치환의 알케닐 알킬(alkenyl alkyl), C₂-C₈ 치환 또는 미치환의 알키닐 알킬(alkynyl alkyl), 또는 치환 또는 미치환 C₆-C₁₀의 아릴(aryl)을 나타내고, 여기에서 치환기는 C₁-C₄의 알킬 또는 할로젠(halogen)이다

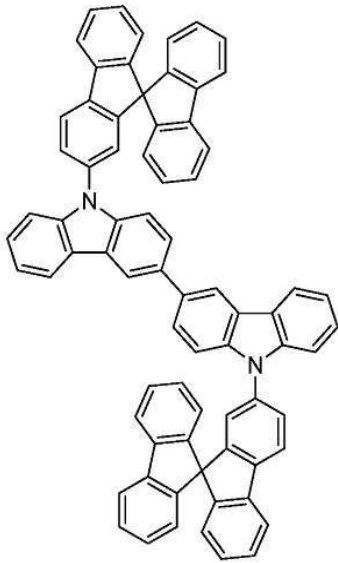
[0009] 바람직하게는, 여기에서 R₁-R₂는 독립적으로 수소, C₁-C₄ 치환 또는 미치환의 알킬, C₂-C₄ 치환 또는 미치환의 알케닐 알킬, C₂-C₄ 치환 또는 미치환의 알키닐 알킬, 또는 치환 또는 미치환 아릴을 나타낸다.

[0010] 바람직하게는, 여기에서 R₁-R₂는 독립적으로 수소, C₁-C₄의 알킬, 페닐(phenyl), 나프틸(naphthyl), C₁-C₄의 알킬 치환의 페닐 또는 나프틸을 나타낸다.

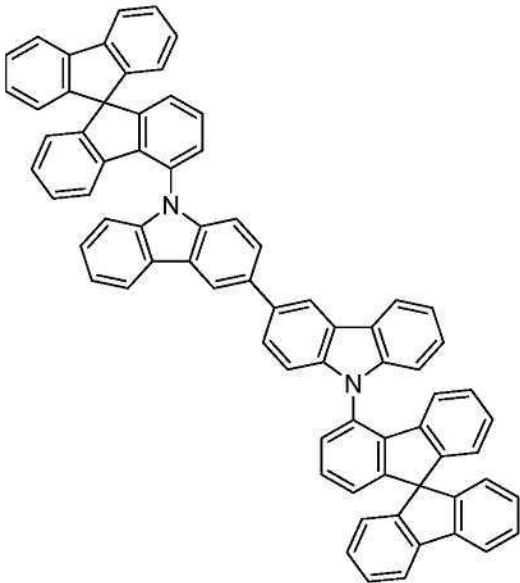
[0011] 바람직하게는, R₁과 R₂는 같다.

[0012] 바람직하게는, 여기에서 R₁-R₂는 바람직하게는 수소를 나타낸다.

[0013] 식 (I)의 화합물은 아래 구조의 화합물이다.



[0014]



[0015]

[0016] 상기 유기층은 전자 차단층, 정공 수송층, 정공 주입층 중의 한 층 또는 다수 층이다. 특별히 언급해야 할 부분은, 상기 유기층은 수요에 따라 상기 유기층이 반드시 모두 존재할 필요가 없다는 것이다.

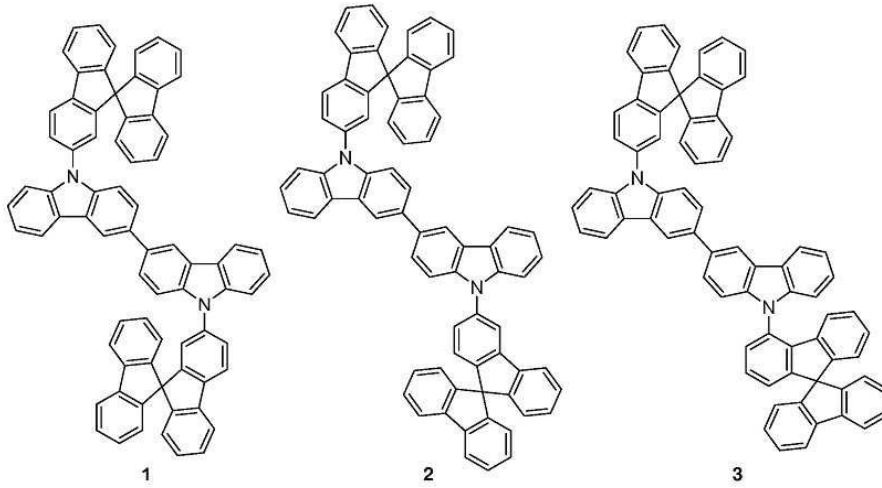
[0017] 상기 전자 차단층, 정공 수송층 및/또는 정공 주입층에는 식(I)의 화합물이 함유된다.

[0018] 상기 식(I)의 화합물은 정공 수송 재료이다.

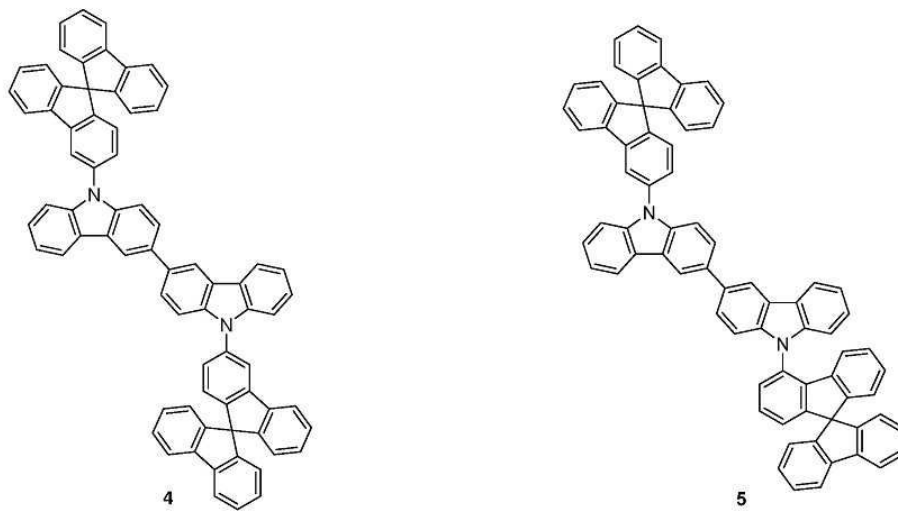
[0019] 본 발명의 전자 소자 유기층의 총 두께는 1 내지 1000nm이고, 바람직하게는 1 내지 500nm이고, 더욱 바람직하게는 5 내지 300nm이다.

[0020] 상기 유기층은 증착 또는 용액법을 통하여 박막을 형성할 수 있다.

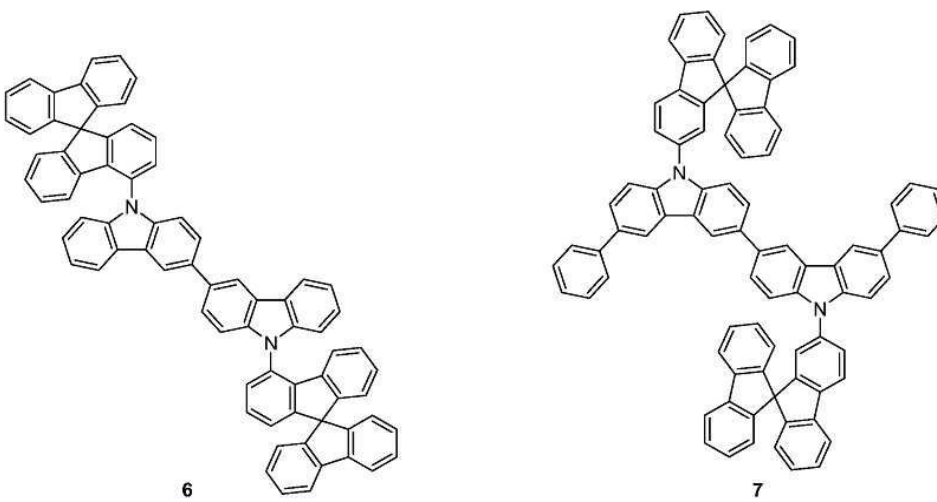
[0021] 상기에서 언급한 바와 같이, 본 발명의 식(I) 화합물은 이하와 같으나 이러한 구조에 국한되지 않는다.



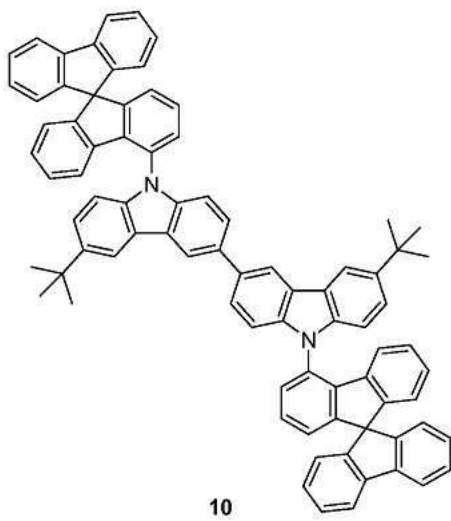
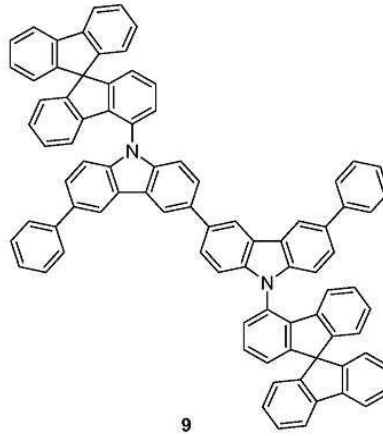
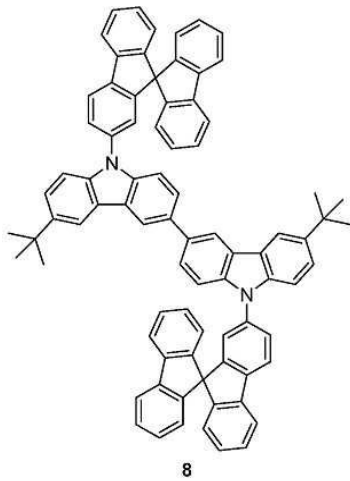
[0022]



[0023]



[0024]



발명의 효과

소자 실험에 따르면, 본 발명의 유기 정공 수송 재료를 사용하면 유리 전이 온도가 높고 열안정성이 우수하며, 제조한 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자 및 유기 전계발광 소자의 정공 수송 성능이 탁월하며, 전류 효율이 높고 안정적이며 소자의 수명이 긴 것으로 나타났다.

도면의 간단한 설명

도 1은 화합물 1의 HPLC도이고;

도 2는 화합물 1의 탄소 스펙트럼이고;

도 3은 화합물 1의 수소 스펙트럼이고;

도 4는 화합물 열분석-TGA도이고;

도 5는 본 발명에 있어서 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자의 구조도이고, 여기에서 10은 유리기판이고, 20은 양극이고, 30은 정공 차단층이고, 40은 전자 수송층이고, 50은 전자 주입층이고, 60은 음극이고;

도 6은 발명 소자 1의 전압-전류밀도도이고;

도 7은 발명 비교예 소자 2의 전압-전류밀도도이고;

도 8은 본 발명의 유기 전계발광 소자 구조도이고,

여기에서 10은 유리기판이고, 20은 양극이고, 30은 정공 주입층이고, 40은 정공 수송층이고, 50은 발광층이고, 60은 전자 수송층이고, 70은 전자 주입층이고, 80은 음극이고;

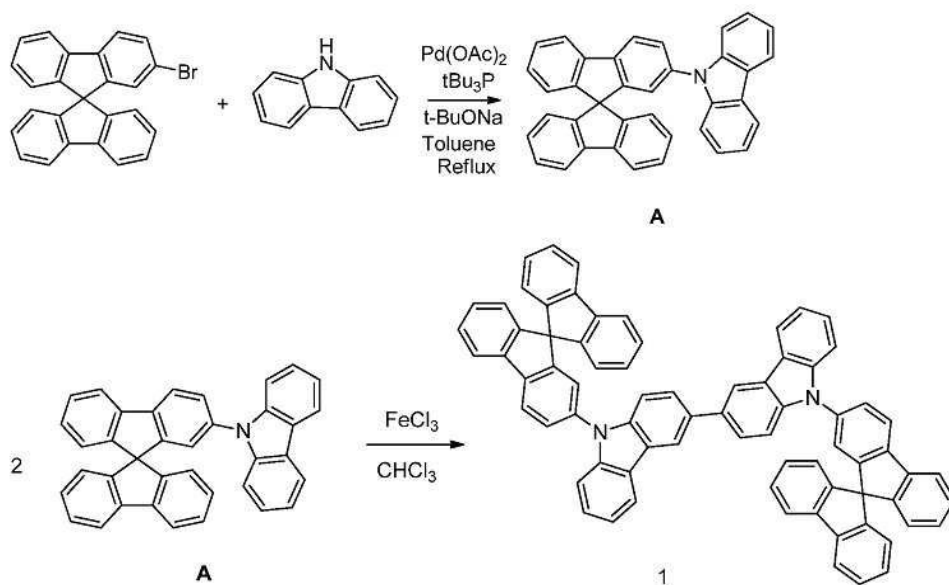
도 9는 발명 소자 3, 4, 5의 전압-전류밀도도이고;
 도 10은 발명 소자 3, 4, 5의 잔류밀도-전류효율도이고;
 도 11은 발명 소자 3, 4, 5의 밝기-색좌표도이고;
 도 12는 발명 소자 3, 4, 5의 발광 스펙트로그램이고; 및
 도 13은 본 발명 소자 3, 4의 시간-밝기도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

본 발명을 더욱 상세히 설명하기 위하여 이하의 예시를 특별히 사용하나 이에 국한되지 않는다.

실시예 1

화합물 1의 합성 노선



화합물 A의 합성

반응 투입: 2-브로모-9,9-스피로비플루오렌(2-bromo-9,9-spirobifluorene)(5.00g, 13mmol), 카르바졸(carbazole)(1.77g, 11mmol), 팔라듐 아세테이트(palladium acetate)(120mg), 소듐 tert-부톡시드(sodium tert-butoxide)(1.30g)를 순서대로 3구 플라스크에 첨가하고, 공기 흡수 질소 추출을 3회 진행한 후, 사전에 취해 놓은 무수 톨루엔(80mL)을 질소 보호 하에서 플라스크에 첨가하고, 마지막에 주사기를 거쳐 트리-tert-부틸 포스핀(tri-tert-butylphosphine)(8mL, 50% 톨루엔 용액)을 반응액에 주사하고, 반응 온도 110℃에서 15시간 반응시킨다.

후처리: 반응액을 회전 건조하여 CH_2Cl_2 용액을 첨가하고, 동일 부피 물을 첨가하여 3회 추출하고, 유기층을 취하여 회전 건조하고, 소량의 CH_2Cl_2 용액을 고체가 막 용해될 때까지 다시 첨가하고, 메탄올을 점적하여 재결정시키고, 용액 중에서 무색 투명 결정을 석출한다.

반응 후처리: 가열을 정지하고, 온도를 20℃까지 강하시키고, 메탄올(100mL)을 첨가하고, 2시간 동안 교반하여 고체를 석출하고, 여과 케이크는 메탄올로 세척하고, 진공 건조하여 조생성물을 수득한다. 조생성물은 에틸 아세테이트를 첨가하여 고해(beating)하여 황색의 화합물 A(4.10g, 수율 77.5%, HPLC 순도 99.0%)를 수득한다. ^1H NMR (300MHz, CDCl_3 , δ) 8.10 - 8.01 (m, 3H), 7.93 (d, J = 7.5 Hz, 1H), 7.81 (d, J = 7.5 Hz, 2H), 7.58 (dd, J = 8.0, 1.9 Hz, 1H), 7.48 - 7.26 (m, 5H), 7.25 - 7.12 (m, 7H), 6.96 - 6.78 (m, 4H). ^{13}C NMR (76 MHz, CDCl_3) δ 151.03, 149.25, 148.30, 141.93, 141.14, 141.03, 140.78, 137.16, 128.33, 128.13, 128.11,

126.59, 125.99, 124.44, 124.10, 123.44, 122.89, 121.26, 120.39, 120.37, 120.00, 109.88, 66.32.

[0037] 화합물 1의 합성

[0038] 반응 투입: 화합물 A(8.01g, 16.6mmol), 무수 염화철(7.98g, 49mmol), 클로로포름(160mL)을 순서대로 250-mL 둥근 바닥 플라스크에 첨가하고, 질소를 3회 추출한 후 질소 보호 하의 70℃에서 24시간 동안 환류 반응을 진행한다.

[0039] 후처리: 디클로로메탄(dichloromethane):석유에테르(petroleum ether)=1:4인 비율 스팟 플레이트(spot plate)를 이용하고, 산물 스팟은 365nm 파장의 자외선 램프 하에서 강렬한 청색광을 방출하고, Rf값은 0.3 가량에서 반응액을 곧바로 회전 건조하고, 디클로로메탄을 첨가하여 용해하고, 동일 부피 물로 3회 추출한다. 클로로포름, 메탄올을 채택하여 3회 재결정시켜 백색 고체(2.7g, 수율 68%)를 수득하고, 승화 후 순도는 99.9%이다(액상의 조건은 다음과 같음. 크로마토그래피 칼럼: Inertsil ODS-SP 4.6*250mm, 5μm, 칼럼 온도: 40℃, 용매: THF, 유동상: MeOH-THF(90:10)(v/v), 검출 파장: 254nm). 도 1에서 도시하는 바와 같다. 피크값 통계는 이하 표와 같다.

<피크표>

PDA Ch1 254nm

피크번호	체류시간	면적	고도	농도	면적%	고도%
1	3.211	647	114	0.000	0.005	0.015
2	4.398	6768	853	0.000	0.052	0.112
3	5.602	2944	302	0.000	0.022	0.040
4	10.316	13078449	759835	0.000	99.921	99.833
총계		13088808	761104		100.000	100.000

[0040]

[0041] ¹³C NMR (76 MHz, CDCl₃) δ : 151.04, 151.04, 149.22, 148.28, 141.91, 141.18, 141.13, 140.98, 139.84, 137.21, 134.33, 128.11, 124.42, 124.08, 124.00, 123.63, 122.75, 121.25, 120.35, 118.89, 109.95, 66.32. 도 2에서 도시하는 바와 같다.

[0042] ¹H NMR (300MHz, CDCl₃, δ) 8.27 (s, 2H), 8.12 - 8.03 (m, 4H), 7.91 (d, J = 7.5 Hz, 2H), 7.77 (d, J = 7.5 Hz, 4H), 7.61 - 7.56 (m, 4H), 7.45 - 7.26 (m, 10H), 7.24 - 7.11 (m, 10H), 6.94 - 6.77 (m, 8H). 도 3에서 도시하는 바와 같다.

[0043] TGA도는 도 4에서 도시하는 바와 같다.

[0044] 유리 전이 온도: 218℃

[0045] 실시예 2

[0046] 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자 1의 제조

[0047] 본 발명의 유기 정공 수송 재료를 사용하여 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자를 제조한다.

[0048] 먼저, 투명 전도 ITO 유리기판(10)(상면에 양극(20)이 있음)을 순서대로 세정제 용액과 탈이온수, 에탄올, 아세톤, 탈이온수를 이용하여 세정한 후 다시 산소 플라즈마를 이용하여 30초간 처리한다.

[0049] 그 후, ITO에서 5nm 두께의 HATCN을 정공 주입층(30)으로 증착한다.

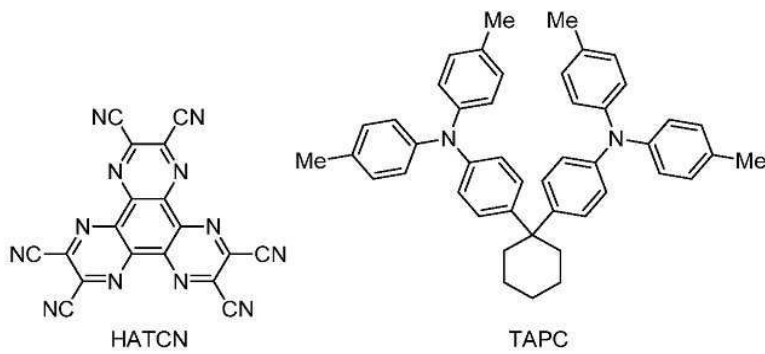
[0050] 그 후, 정공 주입층에서 100nm 두께의 화합물 1을 정공 수송층(40)으로 증착한다.

[0051] 그 후, 정공 수송층에 5nm 두께의 TAPC를 전자 차단층(50)으로 증착한다.

[0052] 마지막으로, 전자 차단층에 100nm 두께의 알루미늄을 소자 음극(60)으로 증착한다.

[0053] 구조는 도 5에서 도시하는 바와 같다.

[0054] 소자 중 상기 구조식



[0055]

[0056] 공간 전하 제한 전류(space charge limited current, SCLC) 전류밀도와 전기장 강도의 관계를 통한 식(1)은 이하와 같다.

[0057]

$$J = \frac{9}{8} \epsilon \epsilon_0 \frac{E^2}{L} \mu_0 \exp(\beta \sqrt{E}) \quad (1)$$

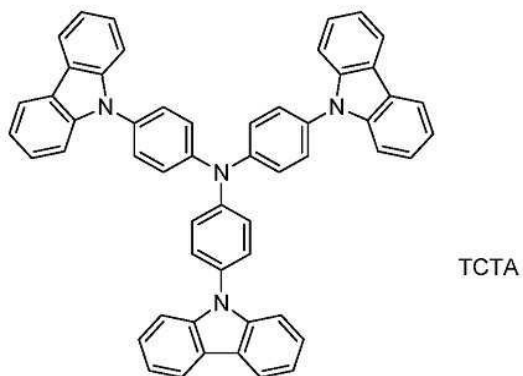
[0058] 여기에서, J는 전류밀도(mA cm^{-2})이고, ϵ 는 상대유전상수(유기 재료의 통상적인 값은 3)이고, ϵ_0 는 진공유전상수($8.85 \times 10^{-14} \text{ C V}^{-1} \text{ cm}^{-1}$)이고, E는 전기장 강도(V cm^{-1})이고, L은 소자 중 샘플의 두께(cm)이고, μ_0 는 영전기장 하의 전하 이동률($\text{cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$)이고, β 는 Poole-Frenkel 인자이고, 이동률이 전기장 강도 변화를 따라 빠르고 느린 정도를 나타낸다.

[0059] 비교예 1

[0060] 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자 2의 제조

[0061] 방법은 실시예 2와 동일하나, 자주 사용되는 시판되는 화합물 TCTA를 정공 수송층(40)으로 사용하여 비교용 정공 유일 유기 반도체 다이오드 소자를 제작한다.

[0062] 소자 중 상기 구조식



[0063]

[0064] 전압-전류밀도도는 도 6 및 7에서 도시하는 바와 같다.

[0065] 제조한 소자의 정공 이동률($\text{cm}^2 \text{V}^{-1} \text{s}^{-1}$)

소자 일련번호	μ_o	$1 \times 10^6 \text{ V/cm}$ 작업 전기장 하의 전하이동률
1	4.46×10^{-6}	3.94×10^{-4}
2	1.99×10^{-10}	4.93×10^{-5}

[0066]

[0067] 식 (1)과 도 6 및 7 데이터에 따라 소자 1과 소자 2의 $1 \times 10^6 \text{ V/cm}$ 작업 전기장 하에서 전자 이동률을 계산하였다. 결과에서 알 수 있듯이, 소자 1은 $1 \times 10^6 \text{ V/cm}$ 작업 전기장 하에서 전자 이동률이 3.94×10^{-4} 로 소자 2의 전자 이동률 4.93×10^{-5} 보다 높았다. 이는 본 발명의 유기 정공 수송 재료 화합물 1을 사용하여 제조한 유일 유기 반도체 다이오드 소자 1이 시판되는 화합물 TCTA보다 정공 수송 성능이 우수하다는 것을 설명해 준다.

[0068] 실시예 2

[0069] 유기 전계발광 소자 3의 제조

[0070] 본 발명의 유기 전자 재료를 사용하여 OLED를 제조한다.

[0071] 먼저, 투명 전도 ITO 유리기판(10)(상면에 양극(20)이 있음)을 순서대로 세정제 용액과 탈이온수, 에탄올, 아세톤, 탈이온수를 이용하여 세정한 후 다시 산소 플라즈마를 이용하여 30초간 처리한다.

[0072] 그 후, ITO에서 90nm 두께의 HATCN을 정공 주입층(30)으로 증착한다.

[0073] 그 후, 화합물 1을 증착하여 30nm 두께의 정공 수송층(40)을 형성한다.

[0074] 그 후, 정공 수송층에 40nm 두께의 화합물 B(2%)와 화합물 C(98%)를 발광층(50)으로 증착한다.

[0075] 그 후, 발광층에 40nm 두께의 BPhen을 전자 수송층(60)으로 증착한다.

[0076] 마지막으로, 15nm LiQ를 전자 주입층(70)으로, 150nm Al를 소자 음극(80)으로 증착한다.

[0077] 구조는 도 8에서 도시하는 바와 같다.

[0078] 실시예 3

[0079] 유기 전계발광 소자 4의 제조

[0080] 본 발명의 유기 전자 재료를 사용하여 OLED를 제조한다.

[0081] 먼저, 투명 전도 ITO 유리기판(10)(상면에 양극(20)이 있음)을 순서대로 세정제 용액과 탈이온수, 에탄올, 아세톤, 탈이온수를 이용하여 세정한 후 다시 산소 플라즈마를 이용하여 30초간 처리한다.

[0082] 그 후, ITO에서 90nm 두께의 화합물 1을 정공 주입층(30)으로 증착한다.

[0083] 그 후, 화합물 D를 증착하여 30nm 두께의 정공 수송층(40)을 형성한다.

[0084] 그 후, 정공 수송층에 40nm 두께의 화합물 B(2%)와 화합물 C(98%)를 발광층(50)으로 증착한다.

[0085] 그 후, 발광층에 40nm 두께의 BPhen을 전자 수송층(60)으로 증착한다.

[0086] 마지막으로, 15nm LiQ를 전자 주입층(70)으로, 150nm Al를 소자 음극(80)으로 증착한다.

[0087] 실시예 4

[0088] 유기 전계발광 다이오드 5의 제조

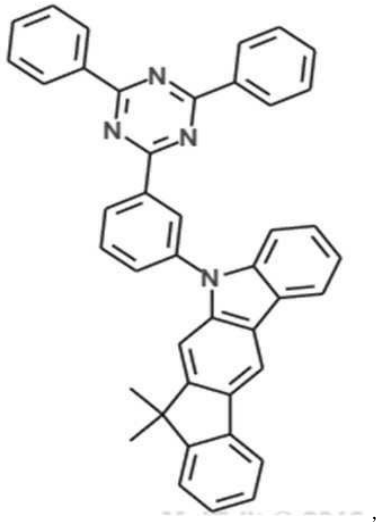
[0089] 시판되는 유기 전자 재료를 사용하여 OLED를 제조한다.

[0090] 먼저, 투명 전도 ITO 유리기판(10)(상면에 양극(20)이 있음)을 순서대로 세정제 용액과 탈이온수, 에탄올, 아세톤, 탈이온수를 이용하여 세정한 후 다시 산소 플라즈마를 이용하여 30초간 처리한다.

[0091] 그 후, ITO에서 90nm 두께의 HATCN을 정공 주입층(30)으로 증착한다.

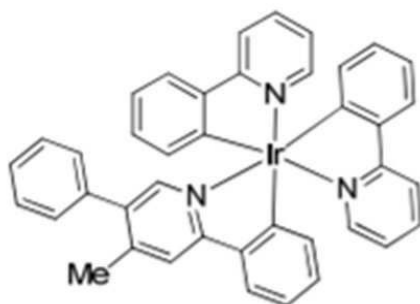
- [0092] 그 후, 화합물 D를 증착하여 30nm 두께의 정공 수송층(40)을 형성한다.
- [0093] 그 후, 정공 수송층에 40nm 두께의 화합물 B(2%)와 화합물 C(98%)를 발광층(50)으로 증착한다.
- [0094] 그 후, 발광층에 40nm 두께의 BPhen을 전자 수송층(60)으로 증착한다.
- [0095] 마지막으로, 15nm LiQ를 전자 주입층(70)으로, 150nm Al를 소자 음극(80)으로 증착한다.
- [0096] 소자 성능 데이터는 도 9 내지 13에서 도시하는 바와 같다.
- [0097] 도 9 및 10에서 도시하는 바와 같이, 소자 3과 소자 5의 비교에서 알 수 있듯이, 화합물 1의 정공 수송 성능은 비교 화합물 D보다 우수하고, 소자 4와 소자 5의 비교에서 알 수 있듯이, 화합물 1도 우수한 정공 주입 성능을 가지고 있어 정공 주입 재료로서 우수한 선택이 될 수 있다.
- [0098] 도 11 및 12에서 이하와 같은 계산을 도출할 수 있다.
- [0099] 제조한 소자 3은 $20\text{mA}/\text{cm}^2$ 의 작업 전류밀도 하에서, 밝기 $9966\text{cd}/\text{m}^2$, 전류효율 $49.8\text{cd}/\text{A}$, $18.8\text{ lm}/\text{W}$, EQE 14.67, 방출 녹색광 CIEx가 0.369, CIEy가 0.595이다.
- [0100] 제조한 소자 4는 $20\text{mA}/\text{cm}^2$ 의 작업 전류밀도 하에서, 밝기 $10961\text{cd}/\text{m}^2$, 전류효율 $54.7\text{cd}/\text{A}$, $21.3\text{ lm}/\text{W}$, EQE 15.80, 방출 녹색광 CIEx가 0.350, CIEy가 0.613이다.
- [0101] 제조한 소자 5는 $20\text{mA}/\text{cm}^2$ 의 작업 전류밀도 하에서, 밝기 $9750\text{cd}/\text{m}^2$, 전류효율 $48.7\text{cd}/\text{A}$, $18.2\text{ lm}/\text{W}$, EQE 14.3, 방출 녹색광 CIEx가 0.369, CIEy가 0.596이다.
- [0102] 도 13에서 알 수 있듯이, 측정 밝기 $7000\text{cd}/\text{m}^2$ 하에서 테스트한 소자 3 LT90=60h, 소자 4 LT90=51h이다.

[0103] 화합물 B



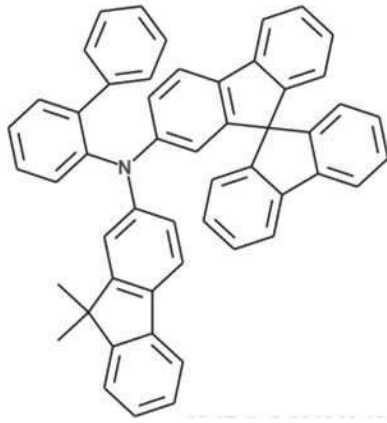
[0104]

[0105] 화합물 C



[0106]

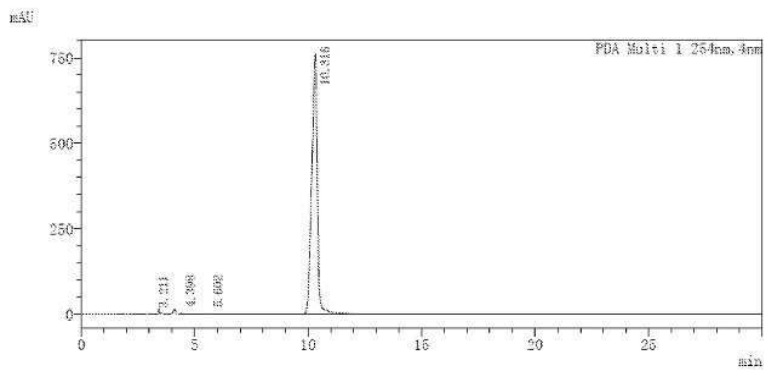
[0107] 화합물 D



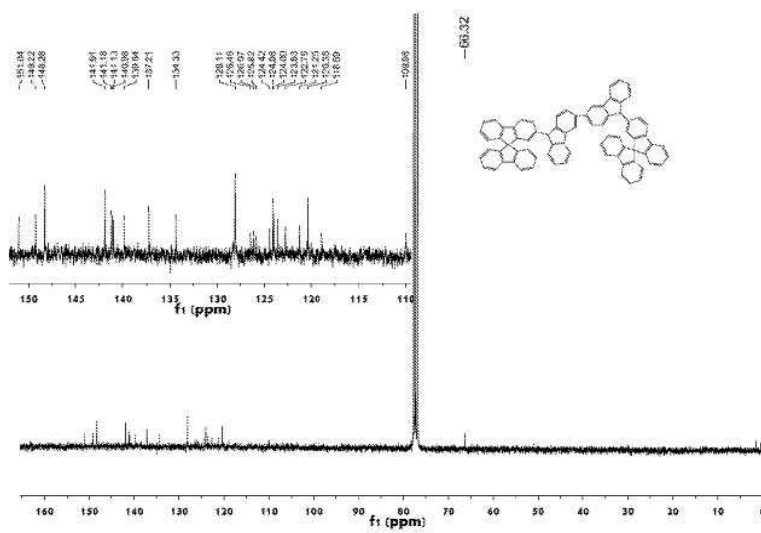
[0108]

도면

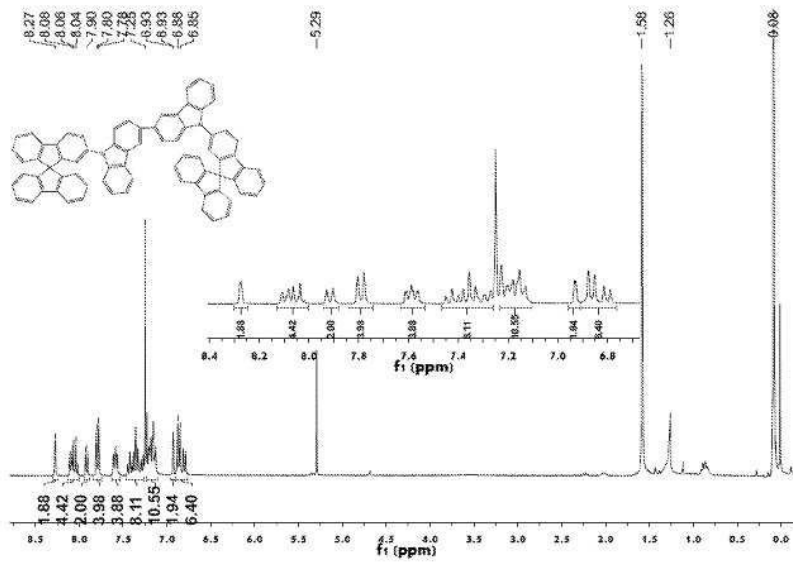
도면1



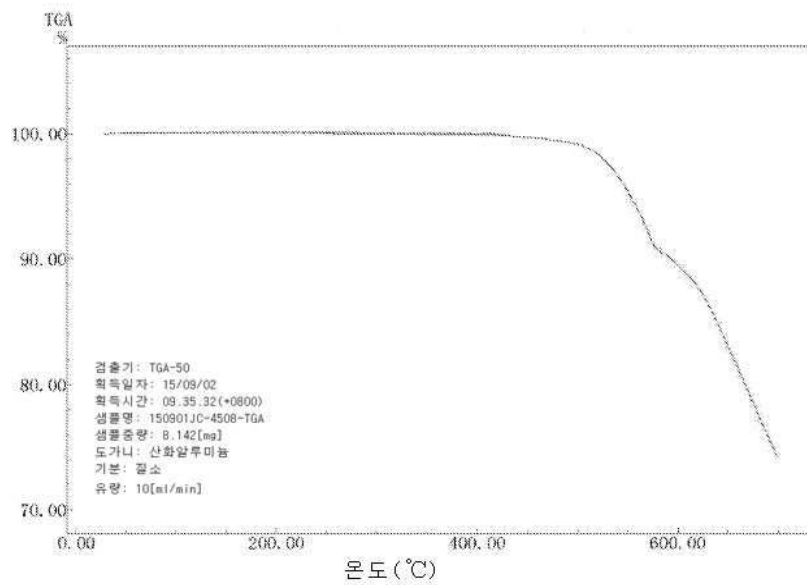
도면2



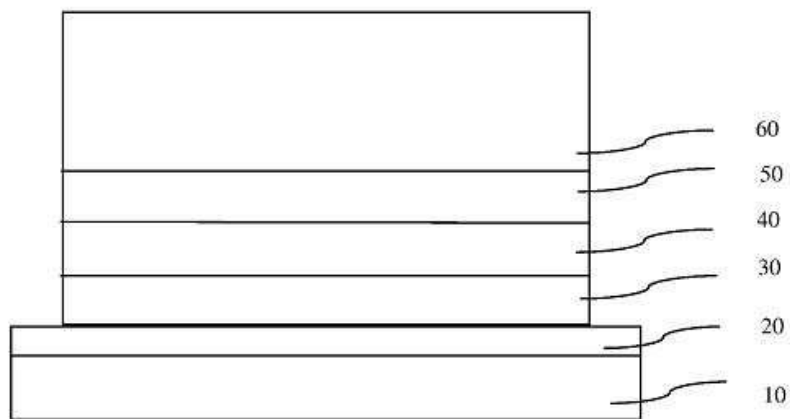
도면3



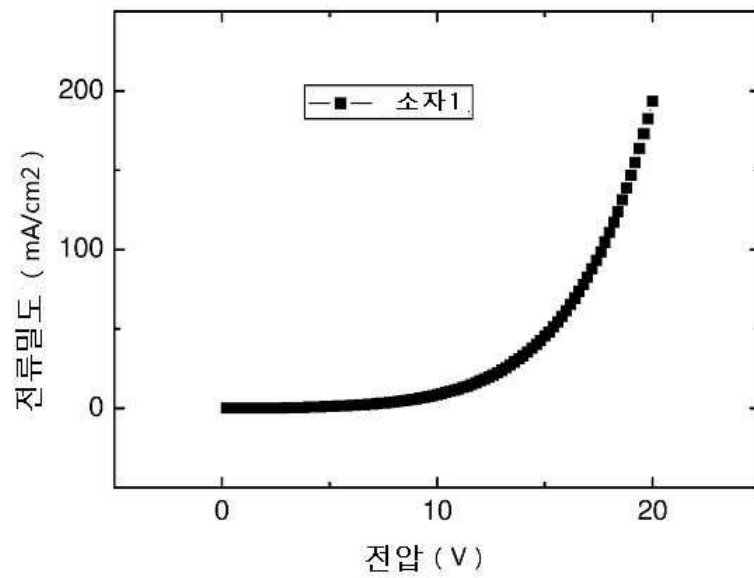
도면4



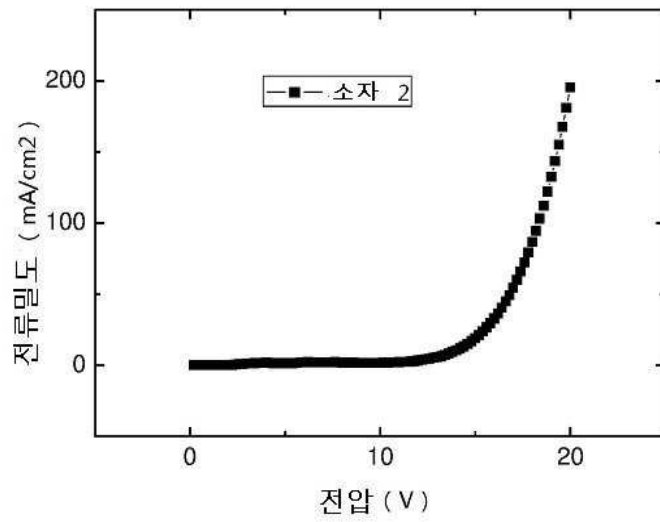
도면5



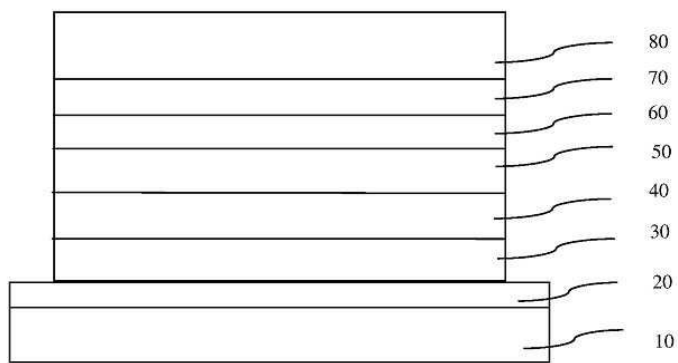
도면6



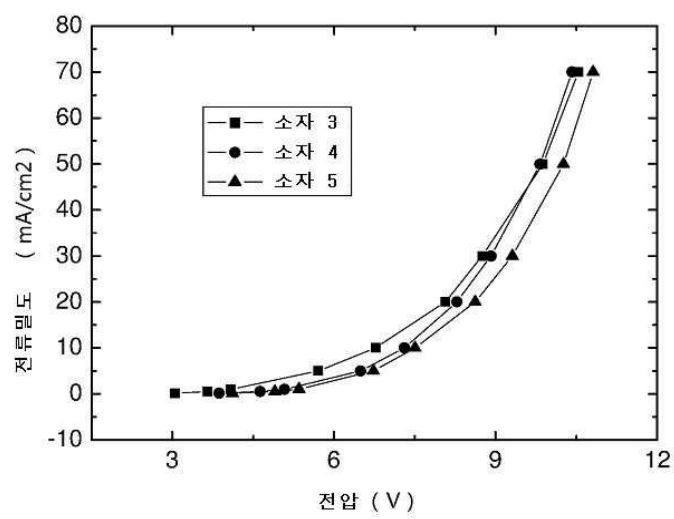
도면7



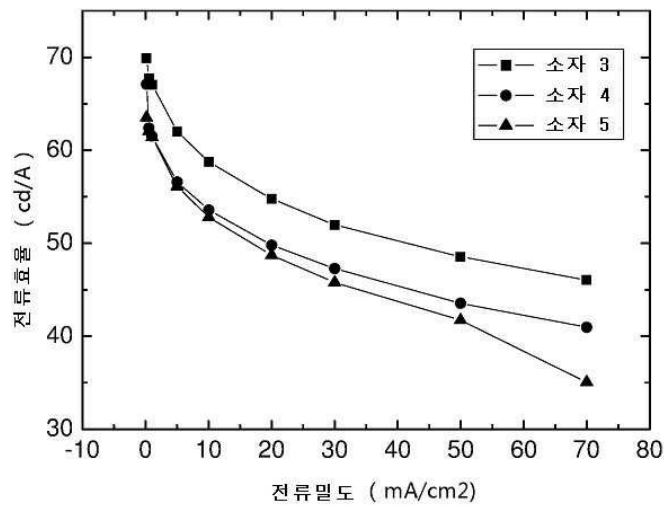
도면8



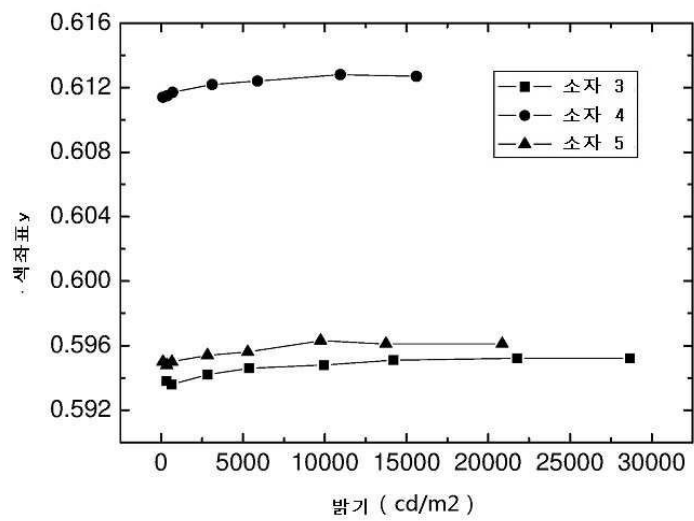
도면9



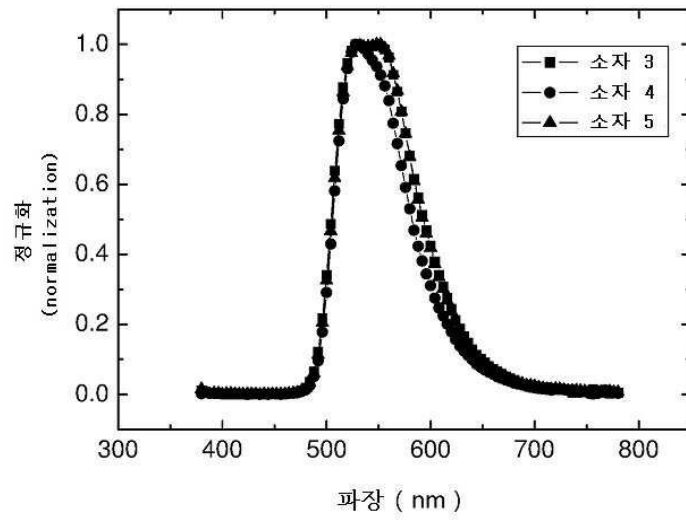
도면10



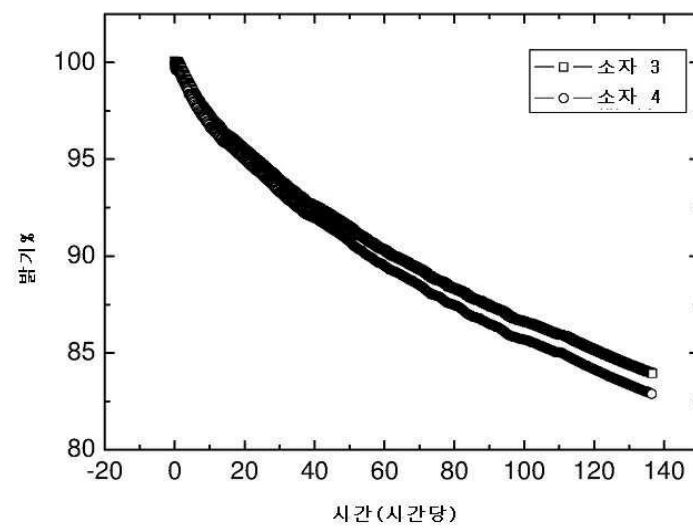
도면11



도면12



도면13



专利名称(译)	有机空穴传输材料		
公开(公告)号	KR1020180082464A	公开(公告)日	2018-07-18
申请号	KR1020187014588	申请日	2016-11-30
[标]申请(专利权)人(译)	广东阿格蕾雅光电材料有限公司		
申请(专利权)人(译)	广东eogeul层APTO伊莱克特拉，尼克穆雷层材料有限公司		
[标]发明人	LOW KAMHUNG 로우캄훙 CHEN CHIN HSIN 천친신 LI ZHE 리즈어 DAI LEI 다이레이 CAI LIFEI 차이리페이		
发明人	로우,캄훙 천,친 신 리,즈어 다이,레이 차이,리페이		
IPC分类号	H01L51/00 C07D209/86 H01L51/50		
CPC分类号	C07D209/86 H01L51/50 H01L51/0072 H01L51/0058 H01L51/5056 H01L51/5088 H01L51/0056		
代理人(译)	李贞贤		
优先权	201510903881.2 2015-12-09 CN		
其他公开文献	KR102033126B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

有机空穴传输材料技术领域本发明涉及具有上述式 (I) 的结构的化合物的有机空穴传输材料，其中R₁-R₂独立地为氢，C₁-C₈取代或未取代的烷基，C₂-C₈。取代或未取代的烯基烷基，C₂-C₈取代或未取代的炔基烷基，或取代或未取代的C₆-C₁₀芳基，其中取代基为C₁-C₄烷基或卤素。根据器件实验，本发明的有机空穴传输材料具有高的玻璃化转变温度，优异的热稳定性，仅制造的有机半导体二极管器件和有机电致发光器件的优异的空穴传输性能以及高电流效率。已经证明它高，稳定并且使用寿命长。 专利出版物10-2018-0082464

