



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년08월04일
(11) 등록번호 10-0910677
(24) 등록일자 2009년07월28일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0080370

(22) 출원일자 2007년08월10일

심사청구일자 2007년08월10일

(65) 공개번호 10-2009-0016035

(43) 공개일자 2009년02월13일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020070006617 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

네오뷰코오롱 주식회사

충남 홍성군 은하면 장척리 1123

(72) 발명자

신현서

충북 청주시 상당구 울랑동 현대아파트 16-806

최성근

충남 홍성군 홍성읍 옥암리 1105 홍성 옥암 하늘
채 APT 104-1204

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인이상

전체 청구항 수 : 총 11 항

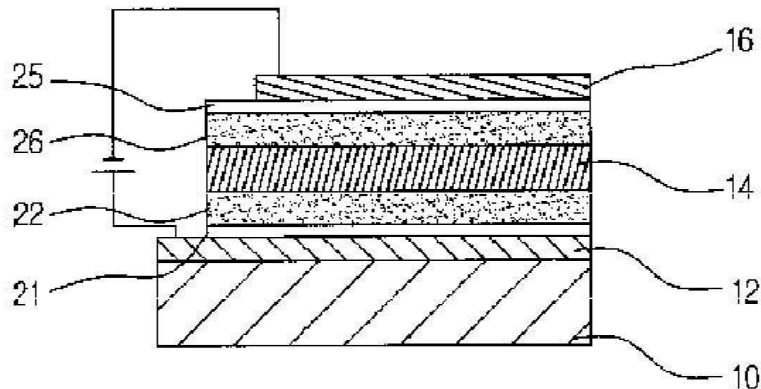
심사관 : 정명주

(54) 발광물질의 합성 방법 및 발광물질을 이용한 유기발광 소자

(57) 요약

고효율의 청색 발광물질을 합성하는 방법 및 발광물질을 이용한 유기발광소자가 개시된다. 유기발광소자는 전기적으로 절연성을 나타내는 기판, 정공이 주입되는 전극인 양극, 전자가 주입되는 전극인 음극 및 정공 및 전자가 결합되어 빛이 발산되는 발광층 및 유기발광물질로 형성된 유기층을 포함하되, 기판, 양극, 음극 및 발광층은 적층형의 구조로 구성된다. 플루오렌에 트리-페닐실릴을 도입하여 합성한 새로운 화합물을 유기층에 형성하면 청색 발광을 하며, 발광효율 및 내열성이 높은 유기발광소자를 제작할 수 있다. 따라서, 이와 같은 방법을 이용하여 유기발광 소자에 적용하면, 발광 파장영역이 좁아 높은 발광 효율을 낼 수 있으며, 소자의 안정성이 증가하여 유기발광소자가 이용되는 각종 반도체 소자에 광범위하게 적용될 수 있다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

임우빈

충남 홍성군 홍성읍 월산리 851 부영아파트 208동
1404호

김정수

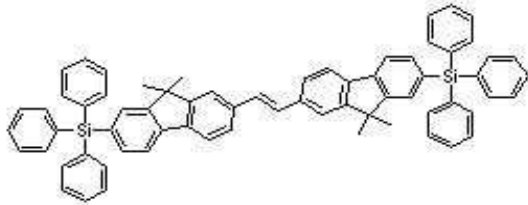
충남 홍성군 홍성읍 월산리 부영아파트 202동 401
호

특허청구의 범위

청구항 1

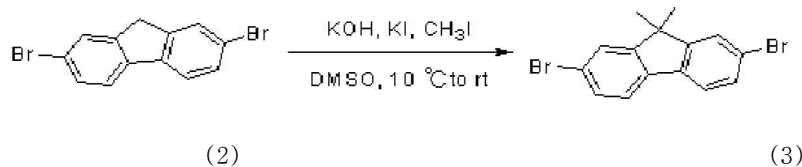
하기 화학식 1로 표시되는 유기발광물질.

[화학식 1]

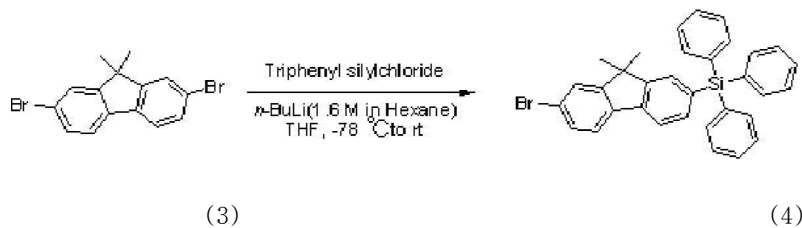


청구항 2

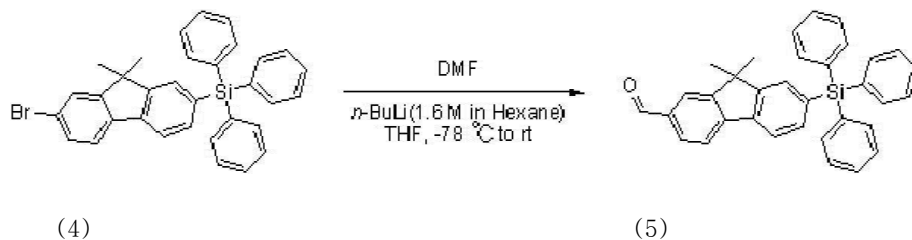
i) 다음 화학식(2)의 2,7-디브로모플루오렌에 수산화칼륨수용액, 요오드화칼륨, 요오드화메틸 및 디메틸술폭시드를 가하여 다음 화학식(3)의 2,7-디브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌을 제조하는 단계



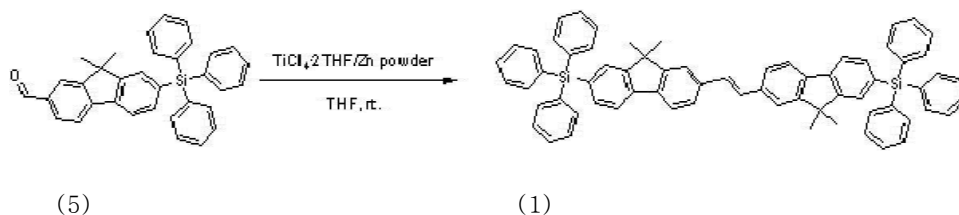
ii) 상기 화학식(3)의 2,7-디브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌에 트리페닐실리코라이드, n-BuLi 및 테트라하이드로퓨란을 가하여 다음 화학식(4)의 (7-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌-2-일)-트리페닐-실란을 제조하는 단계;



iii) 상기 화학식(4)에 디메틸포르마미드, n-BuLi 및 테트라하이드로퓨란을 가하여 다음의 화학식(5)의 9,9-디메틸-7-트리페닐실라닐-9H-플루오렌-2-카르보알데히드를 제조하는 단계; 및



iv) 상기 화학식(5)에 $\text{TiCl}_4 \cdot 2\text{THF}$, Zn분말 및 테트라하이드로퓨란을 가하여 화학식(1)을 갖는 화합물 1을 제조하는 단계를 포함하는 발광물질 합성 방법.



청구항 3

제 2 항에 있어서, 상기 발광물질 합성 방법은,
상기 화학식 (3), (4) 및 (5)의 유기층을 추출하는 단계;
추출된 상기 유기층의 용매를 제거하는 단계; 및
용매가 제거된 상기 유기층의 증류를 분리하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 발광물질 합성 방법.

청구항 4

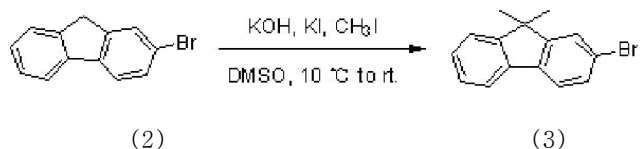
제 3 항에 있어서, 상기 화학식 (3)의 상기 유기층 추출은,
염화메틸렌을 이용하여 추출하는 것을 특징으로 하는 발광물질 합성 방법.

청구항 5

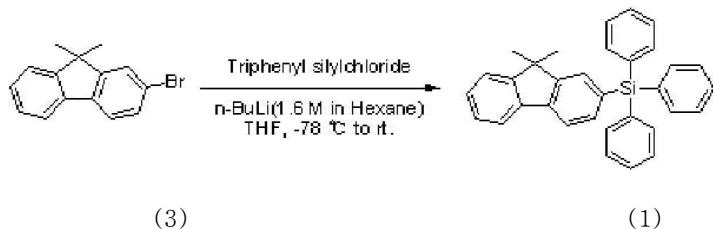
제 3 항에 있어서, 상기 화학식 (4) 및 (5)의 상기 유기층 추출은,
에틸아세테이트를 이용하여 추출하는 것을 특징으로 하는 발광물질 합성 방법.

청구항 6

i) 다음의 화학식 (2)의 2-브로모플루오렌, 수산화칼륨수용액 및 요오드화칼륨에 디메틸설폭사이드(DMSO)를 가하여 다음 화학식 (3)의 2-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌을 제조하는 단계;



ii) 상기 화학식 (3)의 2-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌, 테트라하이드로퓨란(THF) 및 n-BuLi에 트리페닐실릴 클로라이드를 가하여, 화학식 (1)을 갖는 화합물 2를 제조하는 단계를 포함하는 발광물질 합성 방법.



청구항 7

제 6 항에 있어서, 상기 발광물질 합성 방법은,
상기 화학식 (2) 및 (1)의 유기층을 추출하는 단계;
추출된 상기 유기층의 용매를 제거하는 단계; 및
용매가 제거된 상기 유기층의 증류를 분리하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 발광물질 합성 방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서, 상기 화학식 (2)의 상기 유기층 추출은,
메틸렌클로라이드를 이용하여 추출하는 것을 특징으로 하는 발광물질 합성 방법.

청구항 9

제 7 항에 있어서, 상기 화학식 (1)의 상기 유기층 추출은,
에틸아세테이트를 이용하여 추출하는 것을 특징으로 하는 발광물질 합성 방법.

청구항 10

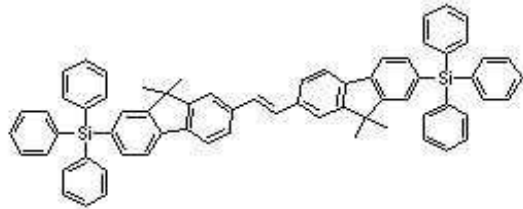
기관;

상기 기관 상에 배치된 양극;

상기 양극 상에 형성되며, 하기 화학식 1로 표시되는 물질을 함유하는 발광층; 및

상기 발광층 상에 배치된 음극을 포함하는 유기발광소자.

[화학식 1]



청구항 11

제 10 항에 있어서, 상기 유기발광소자는,

상기 양극으로부터 상기 발광층으로의 상기 정공의 유입을 용이하게 하는 정공주입층;

상기 양극으로부터 상기 발광층으로의 상기 정공의 수송을 용이하게 하는 정공수송층;

상기 음극으로부터 상기 발광층으로의 상기 전자의 유입을 용이하게 하는 전자주입층; 및

상기 음극으로부터 상기 발광층으로의 상기 전자의 수송을 용이하게 하는 전자수송층을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기발광소자.

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

명세서

발명의 상세한 설명

기술분야

<1> 본 발명은 유기발광 소자에 관한 것으로 더욱 상세하게는 진공증착을 이용하여 제조한 발광물질의 합성 방법 및 발광물질을 이용한 유기발광 소자에 관한 것이다.

배경기술

<2> EL(Electroluminescence device)이라고 불리는 유기발광소자는 액정표시장치(Liquid Crystal Display; LCD), 플라즈마 디스플레이 패널(Plasma Display Panel; PDP) 및 전계 방출 디스플레이(Field Emission Display; FED) 등과 함께 대표적인 평판 표시장치 중의 하나이다. 평판 표시장치는 이동통신 단말기, PDA, 캠코더(camcoder)등 전자응용제품의 디스플레이 장치로 쓰일 수 있다.

<3> 유기발광소자는 단분자 소재 또는 고분자 소재로 제작될 수 있으며, 단분자 소재는 진공열증착 또는 기상증착등 진공장비를 이용한 건식공정을 통하여 제작되고, 고분자 소재는 적절한 용매에 녹인 후 회전도포, 프린팅 등의 방법으로 박막을 형성하는 습식 공정을 통하여 제작된다.

<4> 고분자 소재는 단분자 소재에 비해 순도를 높이기 어렵으며, 고분자를 합성하는 중합과정에서 첨가되는 촉매가 완전히 제거되지 않거나, 화학적으로 구조가 약간 변형된 유도체의 형성 등에 의한 불순물이 잔존할 수 있다.

- <5> 유기발광소자는 일함수가 큰 투명전극 및 일함수가 작은 금속전극 사이에 강한 발광을 나타내는 유기 발광층을 형성하고, 상기 전극에 전압을 인가하여 각 전극에서 생성된 정공 및 전자가 유기 발광층에서 결합할 때, 유기 발광층이 빛을 발생시키는 성질을 이용한 것이다.
- <6> 유기발광소자는 발광을 위한 백라이트가 필요 없고, 박막으로 제작을 하거나 구부릴 수 있는 형태로 소자 제작을 할 수 있다. 또한, 막 제작 기술에 의한 패턴 형성과 대량 생산이 용이한 장점이 있다. 유기발광소자는 자발광 소자이므로 휘도 및 시야각 특성이 우수하고, 응답 속도가 빠를 뿐만 아니라, 구동 전압이 낮고, 이론적으로 가시 영역에서의 모든 색상의 발광이 가능한 장점이 있다.
- <7> 종래의 유기발광소자로는 유기 발광층을 형성하기 위한 물질로 플루오렌(fluorene) 화합물이 잘 알려져 있다. 이와 같은 종래의 플루오렌 화합물은 내열성이 우수하지 못하고, 고효율의 청색 발광을 발휘하지 못할 뿐만 아니라, 일반적으로 진공 증착에 의한 막형성이 어려워 치환제를 도입해야 하는 단점이 있다.
- <8> 또한, 국내 공개특허 제79343호(“플루오렌 중합체 및 이를 포함하는 유기전기발광소자”)에서는 플루오렌 중합체를 형성하여 유기전기발광소자의 유기층에 플루오렌 중합체를 형성한 방법으로 발광 파장영역이 넓어 발광효율이 낮은 단점이 있다.

발명의 내용

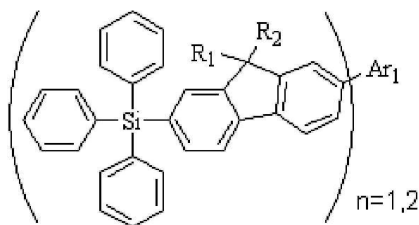
해결 하고자하는 과제

- <9> 상기와 같은 문제점을 해결하기 위한 본 발명의 목적은, 고효율의 청색의 발광물질을 합성하는 방법을 제공하는 데 있다.
- <10> 또한, 본 발명의 다른 목적은, 이와 같은 발광물질을 이용한 유기발광 소자를 제공하는데 있다.

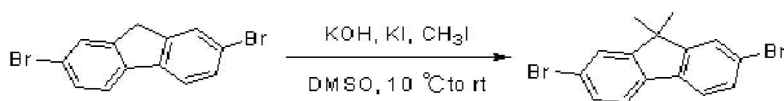
과제 해결수단

- <11> 상술한 목적을 달성하기 위해서, 본 발명의 일 실시형태는 플루오렌에 트리-페닐실릴을 도입하여 합성된 하기의 화학식 1로 표시되는 것을 특징으로 하는 유기 발광 물질을 제공한다.

- <12> <화학식 1>



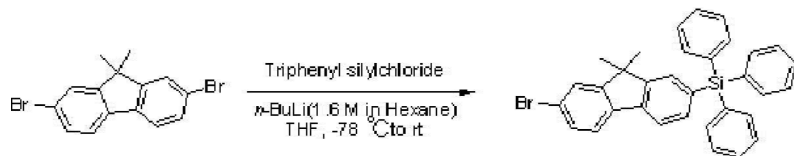
- <13>
- <14> 상기 화학식 1에서 R_1, R_2 는 서로 같거나 다르며, R_1, R_2 는 수소 치환 또는 비치환된 탄소수 중 적어도 하나를 포함한다. R_1, R_2 는 C_1-C_{20} 의 알킬, 아릴, 알콕시 혹은 할로젠이다.
- <15> Ar_1 은 수소 치환 또는 비치환된 탄소수 중 적어도 하나를 포함한다. Ar_1 은 C_1-C_{60} 의 알킬, 스티릴, 알케닐, 아릴, 아미노 아릴, 헤테로아릴, 아민, 알콜, 알콕시, 피라졸린 혹은 시아노기이다.
- <16> 상술한 목적을 달성하기 위해서, 본 발명의 다른 실시형태는 다음 화학식 (2)의 2,7-디브로모플루오렌에 수산화칼륨수용액, 요오드화칼륨, 요오드화메틸 및 디메틸술폰시드를 가하여 다음 화학식(3)의 2,7-디브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌을 제조하는 단계,



- <17>
- <18> (2) (3)

- <19> 상기 화학식(3)의 2,7-디브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌에 트리페닐실리크로라이드, $n-BuLi$ 및 테트라하이드로

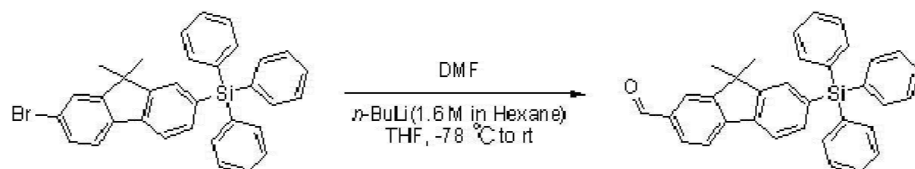
퓨란을 가하여 다음 화학식(4)의 (7-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌-2-일)-트리페닐-실란을 제조하는 단계,



(3)

(4)

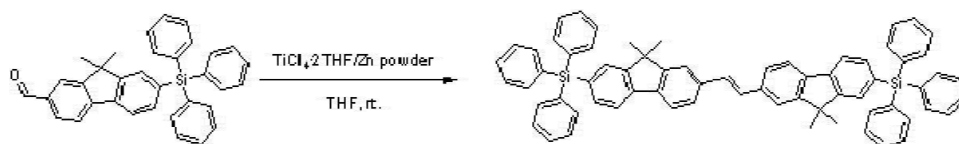
상기 화학식(4)에 디메틸포르마미드, n-BuLi 및 테트라하이드로퓨란을 가하여 다음의 화학식 (5)의 9,9-디메틸-7-트리페닐실라닐-9H-플루오렌-2-카르보알데히드를 제조하는 단계 및



(4)

(5)

상기 화학식(5)에 $\text{TiCl}_4 \cdot 2\text{THF}$, Zn 분말 및 테트라하이드로퓨란을 가하여 최종 산물인 화학식 (1)을 갖는 화합물 1을 제조하는 방법을 제공한다.



(5)

(1)

또한, 상술한 다른 목적을 달성하기 위한 본 발명의 또 다른 실시 형태는 전기적으로 절연성을 나타내는 기판, 정공이 주입되는 전극인 양극, 전자가 주입되는 전극인 음극, 상기 정공 및 상기 전자가 결합되어 빛이 발산되는 발광층 및 유기발광물질로 형성된 유기층을 포함하되, 상기 기판, 상기 양극, 상기 음극 및 상기 발광층은 적층형의 구조로 구성되며, 상기 발광층에 상기 유기층이 포함되어 상기 발광층에서 청색 발광하는 것을 특징으로 하는 유기발광소자를 제공한다.

효 과

본 발명은 유기발광 소자에 쓰이는 발광물질을 합성하는 방법으로, 이와 같은 발광물질로 유기발광소자의 유기층을 형성하면, 청색의 발광물질을 얻을 수 있으며, 발광 효율 및 소자의 안정성이 증가하여 유기발광소자가 이용되는 각종 반도체 소자에 광범위하게 적용될 수 있다.

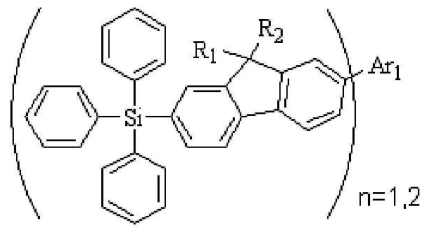
발명의 실시를 위한 구체적인 내용

이하의 실시예에는 단지 예시를 위한 목적을 갖는 것으로서, 본 발명의 권리범위를 한정하는 것이 아님을 유의하여야 한다.

실시예1

본 발명에 따른 플루오렌 유도체는 다음 화학식 1로 표시되는 특징이 있다.

<화학식 1>



<35>

<36>

상기 화학식 1은 플루오렌에 트리-페닐실릴(tri-phenyl silyl)을 도입하여 합성한 새로운 화합물로서 전자-정공의 재결합에 의하여 발생하는 에너지를 받아 발광되는 물질이다.

<37>

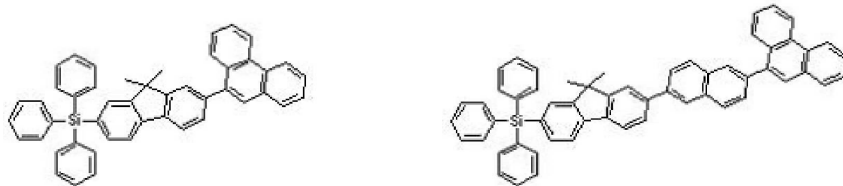
R_1, R_2 는 서로 같거나 다를 수 있으며, R_1, R_2 는 수소 치환 또는 비치환된 탄소수 중 적어도 하나를 포함 할 수 있다. R_1, R_2 는 C_1-C_{20} 의 알킬, 아릴, 알콕시 또는 할로젠을 나타낼 수 있다.

<38>

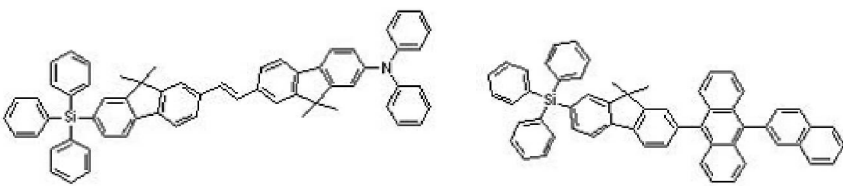
Ar_1 은 수소 치환 또는 비치환된 탄소수 중 적어도 하나를 포함 할 수 있다. Ar_1 은 C_1-C_{60} 의 알킬, 스티릴, 알케닐, 아릴, 아미노 아릴, 헤테로아릴, 아민, 알콜, 알콕시, 피라졸린 또는 시아노기로 나타낼 수 있다.

<39>

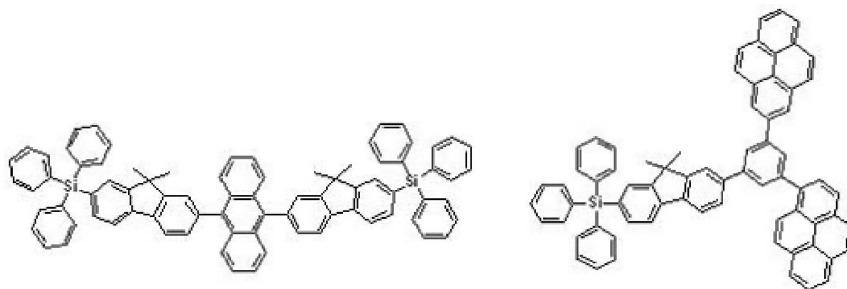
상기 일반식의 화합물은 다양한 방법을 통해 합성될 수 있으며, 일반식으로 나타내면 구체적으로,



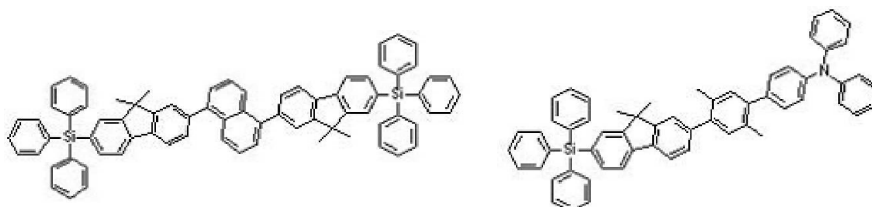
<40>



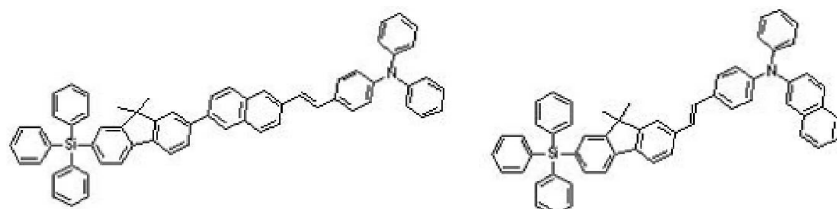
<41>



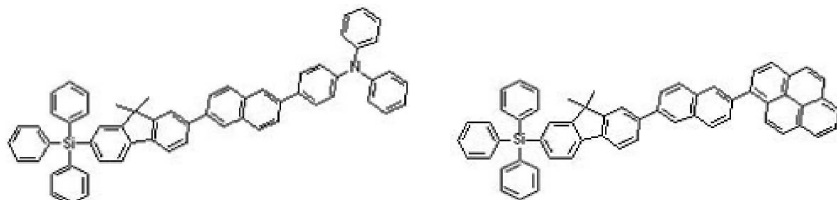
<42>



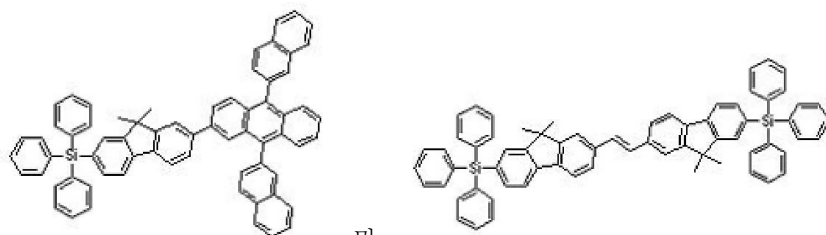
<43>



<44>



<45>



<46>

및

로 표시

<47>

될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

<48>

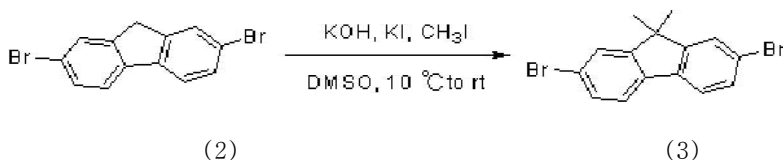
이하, 본 발명에 따른 상기 일반식을 갖는 화합물의 합성방법을 실험예를 통하여 살펴보고자 한다.

<49>

실험예 1: 플루오렌유도체의 합성-1

<50>

i) 2,7-디브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌의 합성



<51>

<52>

<53>

질소기류하에서 2구 둥근플라스크에 화학식 (2)의 2,7-디브로모플루오렌 50 g(144.2 mmol), 수산화칼륨수용액 (KOH) 43.3 g(772.6 mmol) 및 요오드화칼륨(KI) 2.6 g, (14.4 mmol)을 넣은 후, 디메틸설폭시드(DMSO) 400 ml를 첨가하여 녹인다. 이어서, 10 °C의 온도에서 요오드화메틸 21.3 ml(339.4 mmol)을 가하여 30 분간 교반 시킨다. 여기서, 10 °C의 온도에서 교반시키는 이유는 디메틸설폭시드는 발열반응을 하며, 상기의 디메틸설폭시드는 어는점이 영상 4 °C에서 5 °C 정도로 높아서 온도가 떨어지면 금방 얼어버리기 때문에 10 °C 정도의 온도에서 교반이 이루어질 수 있다.

<54>

이어서, 상온으로 온도를 올린 후, 24 시간 교반하고, 물을 첨가하여 반응을 종료한다.

<55>

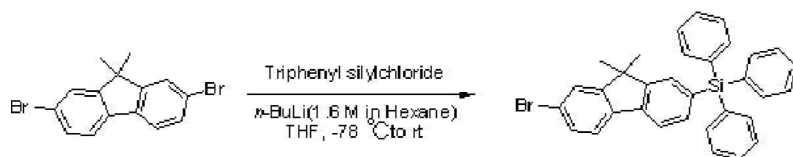
이어서, 염화메틸렌(Methylene chloride)을 첨가하여 유기층을 3 회 추출한다. 물이 첨가된 혼합물을 분액 깔대기에 넣고, 염화메틸렌을 가하면 화합물은 유기층에 녹게 된다. 혼합물이 녹아있는 유기층을 회전증발관에 넣어 용매를 제거하면, 고상의 생성물을 얻을 수 있다.

<56>

이어서, 메탄올(methanol)을 이용하여 고상의 생성물을 걸러낸다. 상기의 용매가 제거된 고상의 생성물을 플라스크에 넣은 후 메탄올을 첨가하면, 상기 고상의 생성물은 녹지 않고 추출 시 제거 되지 않은 불순물 및 디메틸설폭시드만 녹게 된다. 이러한 물질을 거름종이 걸러 상기의 화학식 (3)의 2,7-디브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌 47 g(87 %)을 수득하였다.

<57>

ii) (7-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌-2-yl)-트리페닐-실란의 합성



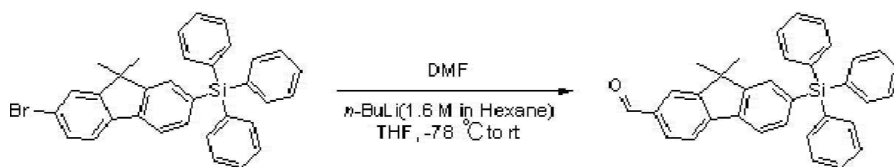
(3)

(4)

상기 실시예 1의 i 와 동일하게 실시하되, 상기 화학식 3의 2,7-디브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌 25 g(71 mmol)에 테트라하이드로퓨란(THF) 200 mL를 첨가하여 녹인 후, 상기의 물질을 -78 °C의 온도로 하강시켜 n-BuLi 47.0 mL(75.0 mmol)을 가하고, 한 시간 동안 교반 시킨다.

이어서, 0 °C의 온도까지 올려 테트라하이드로퓨란(THF)에 녹인 트리페닐실리클로라이드(triphenylsilylchloride) 26.2 g(88.8 mmol)을 가하고, 상온에서 48 시간 동안 교반 시킨다. 물로 반응을 종료하고, 에틸아세테이트(ethyl acetate)로 유기층을 추출한다. 회전증발기를 이용하여 용매를 제거한 다음, 칼럼크로마토그래피(column chromatography)로 증류를 분리하여 상기 화학식 (4)의 (7-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌-2-yl)-트리페닐-실란 17 g(45 %)을 수득하였다.

iii) 9,9-디메틸-7-트리페닐실라닐-9H-플루오렌-2-카르보알데히드의 합성



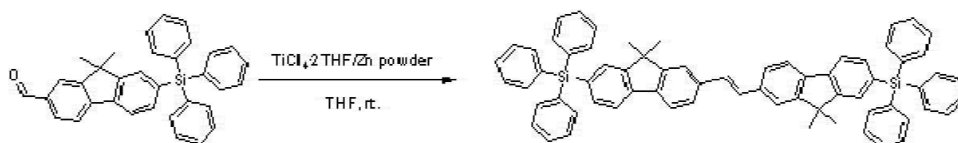
(4)

(5)

상기 실시예 1의 i 와 동일하게 실시하되, 화학식 (4)의 (7-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌-2-yl)-트리페닐-실란 12 g(22.6 mmol)에 테트라하이드로퓨란(THF) 200 mL를 넣어 녹인다. 상기의 물질을 -78 °C의 온도로 하강시켜 n-BuLi 16.0 mL(24.8 mmol)를 가한 후, 1 시간 동안 교반 시킨다.

이어서, 0 °C의 온도까지 천천히 올리고, 디메틸포르마미드(DMF) 3.5 mL(45.2 mmol)를 천천히 가하여, 상온에서 18 시간 동안 교반 시킨다. 물로 반응을 종료하고, 에틸아세테이트로 유기층을 추출한다. 회전증발기를 이용하여 용매를 제거하고, 칼럼크로마토그래피를 이용하여 증류를 분리하여 화학식 (5)의 9,9-디메틸-7-트리페닐실라닐-9H-플루오렌-2-카르보알데히드 4.0 g(36 %)을 수득하였다.

iv) 화합물 1의 합성



(5)

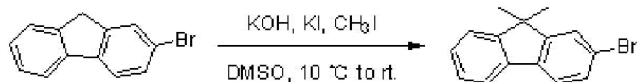
(1)

상기 실시예 1의 i 와 동일하게 실시하되, $\text{TiCl}_4 \cdot 2\text{THF}$ 1.4 g(4.2 mmol)에 테트라하이드로퓨란(THF)을 넣어 녹인 후, 0 °C의 온도에서 Zn 분말 0.5 g(7.9 mmol)을 첨가하여 30분 동안 교반시키고, 30분 동안 환류 시킨다.

이어서, 화학식 5의 9,9-디메틸-7-트리페닐실라닐-9H-플루오렌-2-카르보알데히드 1.7 g(3.5 mmol)을 천천히 가하여, 90 °C에서 10시간 동안 교반 시킨다. 10 %의 염화수소(HCl)로 반응을 종료시킨 후 생성된 침전물을 걸러내어 화학식 (1)을 갖는 화합물 1을 1.2 g(75 %) 수득하였다.

실험예 2: 플루오렌 유도체의 합성-2

i) 2-브로모-9,9-디메틸-9플루오렌의 합성



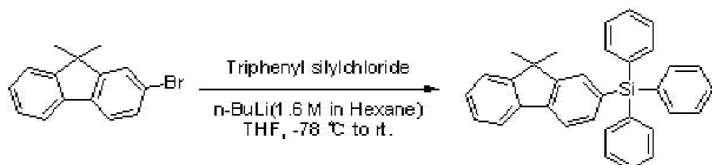
(2)

(3)

상기 실시예 1의 i와 동일하게 실시하되, 2-브로모플루오렌 50 g(200 mmol), 수산화칼륨수용액 43.3 g(772.6 mmol) 및 요오드화칼륨 2.6 g(14.4 mmol)에 디메틸설폭시드(DMSO) 400 ml를 첨가하여 녹인다.

이어서, 10 °C의 온도에서 요오드화메틸 31 ml(500 mmol)을 넣어 30 분간 교반 시킨다. 상온으로 온도를 올려서 24 시간 교반 한 후, 물로 반응을 종료한다. 메틸렌클로라이드로 유기층을 추출하고, 회전증발기를 이용하여 용매를 제거한 후, 칼럼크로마토그래피를 이용하여 증류를 분리하여 화학식 (2)의 2-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌 45 g(83 %)을 수득하였다.

ii) 화합물 2의 합성



(3)

(1)

상기 실시예 1의 i와 동일하게 실시하되, 화학식 (3)의 2-브로모-9,9-디메틸-9H-플루오렌 25 g(90 mmol), 테트라하이드로퓨란(THF) 200 ml를 넣어 녹인 후, -78 °C의 온도까지 하강하여, n-BuLi 62.5 ml(100 mmol)을 첨가하고, 1 시간동안 교반시킨다. 천천히 0 °C로 온도를 올린 후 테트라하이드로퓨란(THF)에 녹인 트리페닐실릴클로라이드 33 g(105 mmol)을 천천히 가하고, 상온에서 48 시간 동안 교반시킨다. 물로 반응을 종료한 후 에틸아세테이트로 유기층을 추출한다. 회전증발기를 이용하여 용매를 제거하고, 칼럼크로마토그래피를 이용하여 증류를 분리함으로써 화학식 (1)을 갖는 화합물 2를 28 g(79 %) 수득하였다.

실시예 2: 유기발광소자의 구성

도 1은 일 실시예에 따른 본 발명의 발광물질을 이용한 유기발광소자의 구성을 나타낸 단면도이다.

도 1을 참조하면, 유기발광소자는 기판(10), 양극(12), 발광층(14) 및 음극(16)으로 구성된다. 기판(10)의 상부에는 양극(12)이 형성되며, 양극(12) 위에는 발광층(14)이 형성된다. 발광층(14)에는 본 발명의 화합물로 구성될 수 있다. 또한, 발광층 위에는 음극(16)이 양극(12)에 대향되도록 형성된다.

상기 유기발광소자를 이루는 층들은 단일층 또는 이중층의 구조만으로도 빛을 생성할 수 있으며, 유기발광소자를 이루는 구성요소 또는 위치는 변경될 수 있다. 그러나, 유기발광소자를 단일층 또는 이중층의 구조로 구성하면, 발광효율이 낮고 밝기가 떨어지며, 안정성이 낮기 때문에 다층의 구조가 바람직하다.

기판(10)은 전기적으로 절연성을 나타내며, 투명한 물질로 구성될 수 있다. 바람직하게는 유리, 인듐틴옥사이드(ITO) 또는 투명 플라스틱 필름이 될 수 있다. 양극(12)은 정공이 주입되는 전극으로서, 높은 일함수를 갖는다. 바람직하게는 양극(12)은 인듐틴옥사이드, 폴리아닐린(polyaniline) 또는 은(Ag)으로 구성될 수 있다. 음극(16)은 전자가 주입되는 전극으로서, 낮은 일함수를 갖는다. 바람직하게는 음극(16)은 알루미늄(Al), 마그네슘(Mg), 칼슘(Ca), 리튬-알루미늄 합금(Li-Al) 또는 마그네슘-은 합금(Mg-Ag)으로 구성될 수 있다. 또한, 발광층(14)은 본 발명에 따른 화학식 1 또는 화학식 2를 갖는 화합물을 포함할 수 있으며, 본 발명의 화합물과 함께 유기 발광화합물, 형광염료 또는 도판트를 더 포함 할 수 있다.

상기와 같이 구성된 유기발광소자는 양극(12) 및 음극(16)에 전압을 인가하면, 양극(12) 및 음극(16)에서 생성된 정공 및 전자가 발광층(14)으로 주입된다. 발광층(14)의 분자 구조 내에서 전자와 정공이 결합되면서 빛을 발산하게 된다. 상기에서 발산된 빛은 투명한 재질의 양극(12) 및 기판(10)을 통과하여 화상으로 표시된다.

실시예 3: 다른 형태의 유기발광소자의 구성

도 2는 다른 실시예에 따른 본 발명의 발광물질을 이용한 다른 형태의 유기발광소자의 구성을 나타내는 단면도이다.

- <90> 도 2에 도시된 유기발광소자는 도 1에 도시된 유기발광소자의 구성에 양극(12) 및 음극(16)에서 각각 생성된 정공과 전자가 발광층(14)으로 용이하게 주입되도록, 정공주입층(21), 정공수송층(22), 전자주입층(25) 및 전자수송층(26)을 더 포함하여 구성할 수 있다.
- <91> 상기 정공주입층(21)은 양극(12)으로부터 발광층(14)으로의 정공 주입을 용이 하게 할 수 있다. 상기 정공주입층(21)은 프탈로시아닌 구리(phthalocynine Cu)와 같은 포피리닉(porphyrinic)화합물로 구성될 수 있다. 예를 들면, 포피리닉 화합물은 4,4',4''-트리스(3-메틸페닐페닐아미노)트리페닐아민(m-MTDATA)으로 형성 될 수 있다.
- <92> 정공수송층(22)에서는 정공이 양극(12)으로부터 발광층(14)으로 수송될 때, 안전하게 수송될 수 있도록 한다. 또한, 상기 정공수송층(22)은 (N,N'-디페닐-N,N'-비스(1-나프틸)-1,1'-비페닐)-4,4'-디아민(NPB), 트리페닐디아민 유도체, 스티릴아민 유도체 및 N,N'-디페닐-N,N'-비스(α-나프틸)-[1,1'-바이페닐]4,4'-디아민(α-NPD)등의 방향족 축합환을 가지는 아민 유도체를 사용하여 형성될 수 있다.
- <93> 또한, 상기 전자주입층(25)은 음극(16)으로부터 발광층(14)으로의 전자의 주입을 용이 하게 할 수 있고, 전자수송층(26)에서는 전자가 음극(16)으로부터 발광층(14)으로 수송될 때, 안전하게 수송될 수 있도록 한다. 전자수송층(26)에서 본 발명에 따른 화합물이 단독으로 사용되어 형성될 수 있으며, 킨올린 유도체 또는 트리스(8-키놀리노레이트)알루미늄(알루미나퀴논, Alq3)등의 화합물과 함께 형성될 수도 있다.
- <94> 즉, 상기의 정공주입층(21), 정공수송층(22), 전자주입층(25) 및 전자수송층(26)은 발광층(14)에 주입되는 정공과 전자를 증대시키고, 감금/결합시키는 기능을 하며, 발광효율을 개선시킬 수 있다.
- <95> 상기 발광층(14), 정공주입층(21), 정공수송층(22), 전자주입층(25) 및 전자수송층(26)의 두께는 한정되어 있지 않으며, 형성 방법에 따라 변형 될 수 있다. 상기의 발광층(14), 정공주입층(21), 정공수송층(22), 전자주입층(25) 및 전자수송층(26)의 두께는 5 내지 500 nm정도의 두께가 바람직하다.
- <96> 본 발명에 따른 유기발광화합물이 삽입되는 유기층은 발광층(14)에서의 사용으로 한정된 것이 아니며, 정공주입층(21), 정공수송층(22), 전자주입층(25) 및 전자수송층(26)에서도 형성 될 수 있다. 본 발명에 따른 유기 발광 화합물은 진공 증착법 또는 스핀 코팅법 같은 진공 증착법에 의해 형성 될 수 있다.
- <97> 또한, 본 발명의 유기발광물질인 화합물 1은 도 1 또는 도 2에 도시된 구조의 유기발광소자 뿐만 아니라, 정공-전자 결합에 의한 발광 현상을 나타내는 다양한 구조의 유기 전계발광 소자에 적용될 수 있다.
- <98> **실험예 3: 유기발광소자의 제작**
- <99> 도 3은 유기발광소자의 제작공정을 설명하는 흐름도이다.
- <100> 도 3을 참조하면, 기판을 세척한다(S100). 인듐틴옥사이드(ITO)가 코팅된 유리기판을 초음파 세척한 후, 탈이온수로 한번 더 세척한다. 세척을 하는 이유는 기판에 묻어있는 이물질을 제거하기 위함이며, 증착 시 이물질이 있으면 균질한 증착이 어렵기 때문에 이 과정이 수행된다.
- <101> 이어서, 기판을 건조한다(S110). 건조 단계는 기체를 이용하여 수행된다. 건조단계는 상기의 세척으로 인한 세척제를 제거하기 위함이며, 진공 증착시 기판과 증착되는 화합물의 분리를 방지하기 위해 건조 단계가 수행된다.
- <102> 이어서, 진공 증착을 한다(S120). 진공 증착은 정공수송층(22), 발광층(14), 전자수송층(26) 및 음극(16)을 형성하기 위해 수행된다. 기판의 인듐틴옥사이드(ITO)는 양극(12)의 역할을 한다. 양극(12)의 인듐틴옥사이드(ITO)기판의 상부에 (N,N'-디페닐-N,N'-비스(1-나프틸)-1,1'-비페닐)-4,4'-디아민(NPB)을 증착하여, 정공수송층(22)을 형성한다(S122). 여기서, 정공수송층(22)은 150Å의 두께로 형성됨이 바람직하다. 또한, 정공수송층(22) 상부에 본 발명의 플루오렌 유도체에 트리-페닐실릴을 도입한 발광화합물인 화합물 1을 증착하여 발광층(14)을 형성한다(S124). 여기서, 발광층은 600Å 두께로 진공 증착함이 바람직하다. 이어서, 발광층(14)의 상부에 알루미늄(Alq)을 증착하여 전자수송층(26)을 형성하였다(S126). 여기서, 전자수송층(26)은 300Å의 두께로 증착함이 바람직하다. 끝으로, 상기 전자수송층(26)의 상부에 Al을 증착하여 음극(16)을 형성한다(S128). 음극(16)의 두께는 2000Å로 형성됨이 바람직하다. 이렇게 적층형으로 증착하여, 유기발광소자를 제조하였다(S130).
- <103> **평가예 : 화합물 1 및 ADN의 특성평가**
- <104> 상기의 방법으로 제작된 화합물 1 및 종래의 청색 발광물질로 쓰이는 안드레센 디나프탈렌(ADN)을 비교하였다.

- <105> 다음 표 1에 나타난 바와 같이, 본 발명의 유기화합물을 이용한 유기발광소자의 발광 파장(EL)은 445nm가 측정되었으며, 톨루엔용액 중의 발광 화합물의 발광 파장(PL)은 434nm로 EL의 스펙트럼이 PL의 스펙트럼보다 장파장 쪽으로 10nm정도 이동되었다. 또한, 발광효율은 0.67lm/W로 측정되었으며, EL 스펙트럼의 최대 발광 휘도는 7507cd/m²이었다. 색좌표(CIE)는 10000cd/m²에서 (0.158,0.107)으로 나타났다.
- <106> 종래의 청색발광소자로 사용되는 안드레센디나프탈렌(ADN)의 발광 파장(EL)은 430nm가 측정되었으며, 톨루엔용액 중의 발광 화합물의 발광 파장(PL)은 448nm가 측정되었다. 또한, 발광효율은 0.31lm/W로 측정되었으며, EL 스펙트럼의 최대 발광 휘도는 7456cd/m²이었다. 색좌표(CIE)는 10000cd/m²에서 (0.169,0.136)으로 나타났다.
- <107> 상기 화합물 1로 유기층이 형성된 유기발광소자가 안드레센디나프탈렌(ADN)으로 유기층이 형성된 유기발광소자에 비해 발광효율이 높으며, 최대휘도가 좋다. 또한, 본 발명에 따른 화합물 1로 유기층이 형성된 유기발광소자는 청색의 발광색을 구현할 수 있다.

표 1

<108>

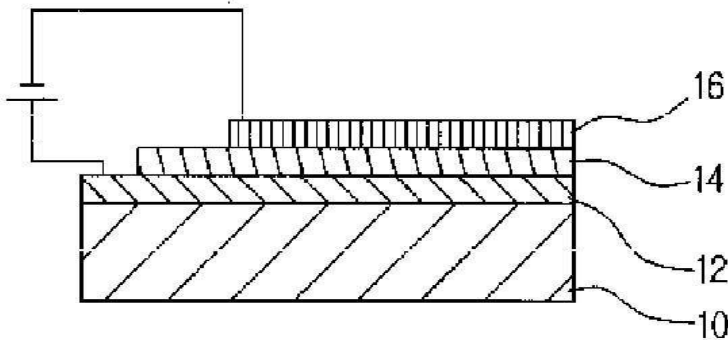
특성 분류	PL	EL	녹는점	발광효율	최대휘도	색좌표(CIE)
화합물 1	434nm	445nm	340℃	0.67m/W	7507cd/m ²	(0.158,0.107)
ADN	430nm	448nm	387℃	0.31m/W	7456cd/m ²	(0.169,0.136)

도면의 간단한 설명

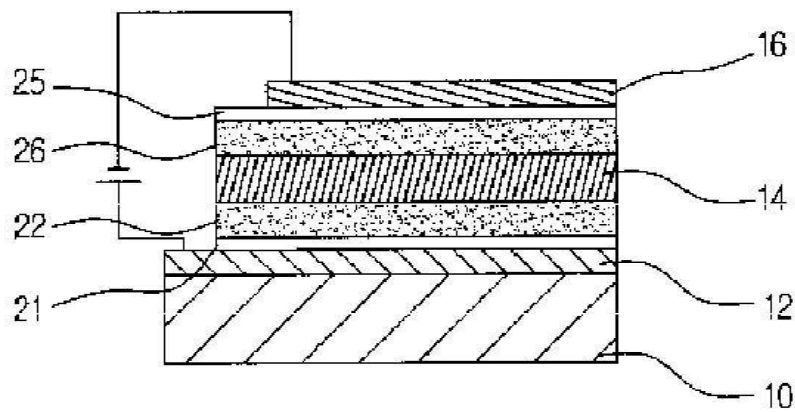
- <109> 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 발광물질을 이용한 유기발광소자의 구성을 나타낸 단면도이다.
- <110> 도 2는 본 발명의 다른 실시예에 따른 발광물질을 이용한 다른 형태의 유기발광소자의 구성을 나타내는 단면도이다.
- <111> 도 3은 본 발명의 유기발광소자의 제작공정을 나타내는 흐름도이다.
- <112> <도면의 주요부분에 대한 부호의 설명 >
- <113> 10: 기판
- <114> 14: 발광층
- <115> 21: 정공주입층
- <116> 25: 전자주입층
- 12: 양극
- 16: 음극
- 22: 정공수송층
- 26: 전자수송층

도면

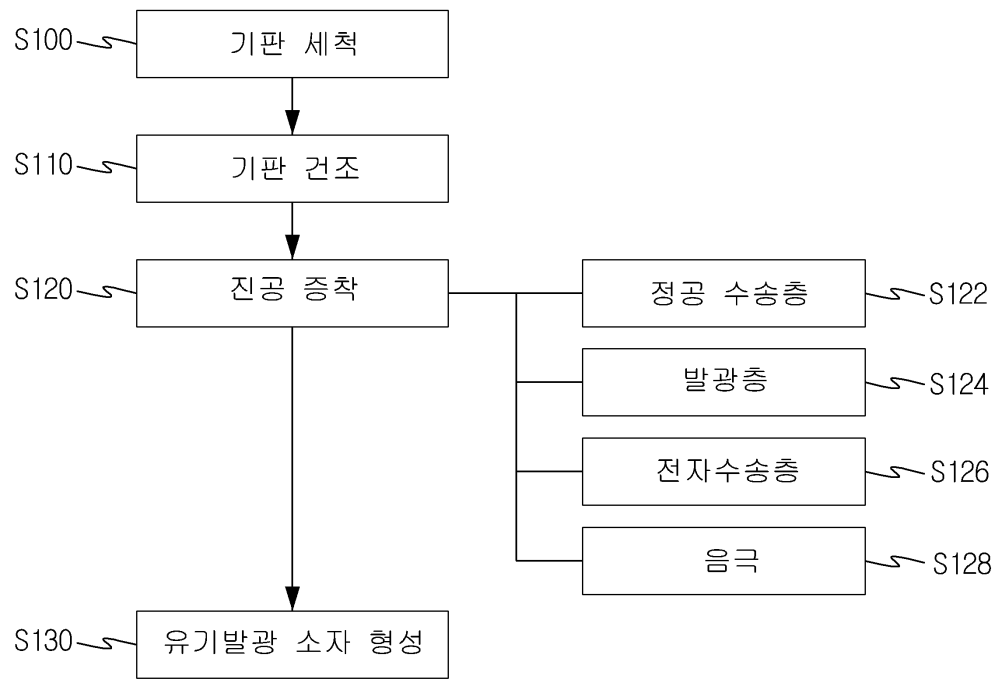
도면1



도면2



도면3



专利名称(译)	合成发光材料的方法		
公开(公告)号	KR100910677B1	公开(公告)日	2009-08-04
申请号	KR1020070080370	申请日	2007-08-10
[标]申请(专利权)人(译)	娜我比可隆株式会社		
申请(专利权)人(译)	Neoview的隆有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	Neoview的隆有限公司		
[标]发明人	SHIN HYUN SEO CHOI SUNG KEUN 최성근 IM WOO BIN 임우빈 KIM JEONG SOO 김정수		
发明人	신현서 최성근 임우빈 김정수		
IPC分类号	C09K11/06		
其他公开文献	KR1020090016035A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

公开了一种合成高效蓝色发光材料的方法和使用该发光材料的有机发光装置。有机发光装置包括具有电绝缘特性的基板，作为注入空穴的电极的阴极，作为注入电子的电极的阳极，以及由空穴和电子耦合以发光的发光层形成的有机层和有机发光材料，，阳极，阴极和发光层具有堆叠结构。当在有机层上形成通过将三烯-苯基甲硅烷基引入笏而合成的新型化合物时，该有机发光器件发射蓝光并具有高发光效率和高耐热性。因此，当该方法应用于有机发光器件时，发光波长范围窄并且可以获得高发光效率，并且器件的稳定性增加，使得有机发光器件可以广泛应用于各种半导体器件。

