



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년04월08일
(11) 등록번호 10-1026713
(24) 등록일자 2011년03월28일

(51) Int. Cl.
C09K 11/06 (2006.01) C07F 1/12 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2005-7007718
(22) 출원일자(국제출원일자) 2003년11월14일
심사청구일자 2008년10월20일
(85) 번역문제출일자 2005년04월30일
(65) 공개번호 10-2005-0084624
(43) 공개일자 2005년08월26일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2003/014514
(87) 국제공개번호 WO 2004/046274
국제공개일자 2004년06월03일
(30) 우선권주장
JP-P-2002-00331555 2002년11월15일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
Journal of Organometallic Chemistry, 1994,
484(1-2), pp.209-224.
Organometallics, 1997, 16(15), pp.3541-3547.
Inorganic Chemistry, 1995, 34(8),
pp.1996-2001.
Inorganic Chemistry, 2000, (20),
pp.3585-3590.

(73) 특허권자
쇼와 덴코 가부시키키가이샤
일본국 도쿄도 미나토구 시바다이몬 1초메 13번
9고
(72) 발명자
타카하시 요시아키
일본국 치바켄 치바시 미도리쿠 오노다이 1초메
1-1 쇼와 덴코가부시키키가이샤 켄큐카이하즈 센타
나이
시라네 코로
일본국 치바켄 치바시 미도리쿠 오노다이 1초메
1-1 쇼와 덴코가부시키키가이샤 켄큐카이하즈 센타
나이
콘도 쿠니오
일본국 치바켄 치바시 미도리쿠 오노다이 1초메
1-1 쇼와 덴코가부시키키가이샤 켄큐카이하즈 센타
나이
(74) 대리인
하영욱, 하상구

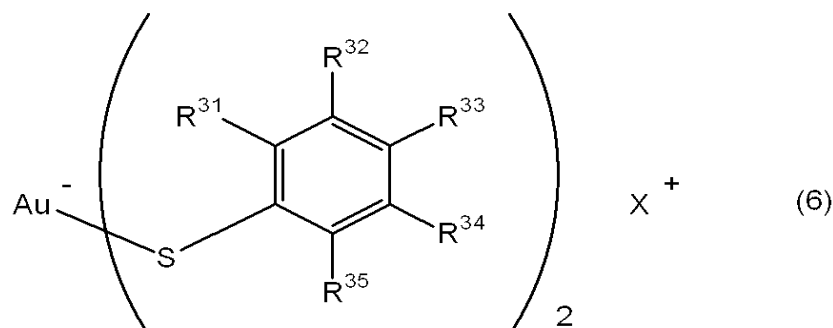
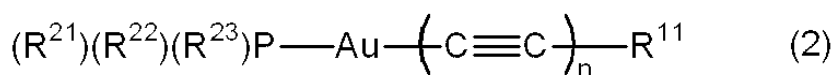
전체 청구항 수 : 총 2 항

심사관 : 오현식

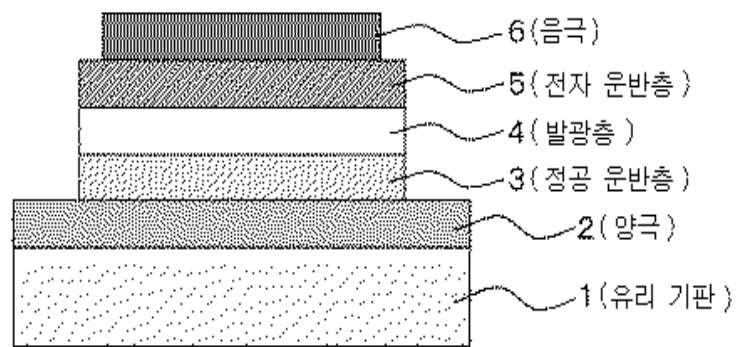
(54) 유기 발광 소자 재료 및 유기 발광 소자

(57) 요약

본 발명은, 고성능 다색 유기 발광 EL 소자에 유용한 블루, 그린, 옐로우, 오렌지 및 레드를 포함하는 각종 컬러의 광을 발생하는 인광성 재료 및 폴리머 인광성 재료를 제공하는 것이고, 또한, 금이 탄소, 산소 및 황으로부터 선택된 하나 이상의 원자와 결합된 하기 일반식(2) 및 (6)(일반식 중의 기호는 명세서 중에 기재되어 있는 바와 같다.) 등으로 나타내어지는 금 착체를 함유하는 유기 발광 소자 재료 및 발광층에 상기 재료가 포함된 유기 발광 EL 소자를 제공하는 것이다.



대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

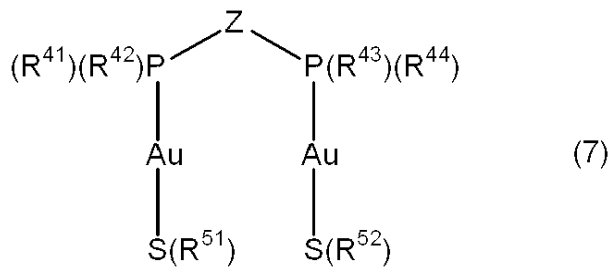
삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

하기 일반식(7)으로 나타내어지는 화합물인 금착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.



(여기서, $\text{R}^{41} \sim \text{R}^{44}$, R^{51} 및 R^{52} 는 각각 독립적으로 수소 원자, 시아노기, 실릴기, 또는 헤테로 원자를 갖거나 갖지 않는 알킬기, 아릴기 또는 아실기를 나타내고, Z는 아릴렌기를 나타낸다.)

청구항 16

한쌍의 전극 사이에 끼워진 발광층을 포함한 유기 화합물로 이루어지는 1층 이상을 포함하는 유기 발광 소자에 있어서, 상기 한쌍의 전극 사이의 1층 이상은, 제 15항에 기재된 유기 발광 소자용 발광 재료를 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자.

청구항 17

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 전기 에너지로 발광하고, 평판 디스플레이 패널 및 여기에 사용되는 블랙라이트, 조명 광원, 전자사인, 광학 소자 광원, 표시판 등에 유용한 유기 발광 소자(이하, "OLED"라 함)에 관한 것이고, 또한, 여기에 사용되는 발광 재료에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 유기 발광 소자에 있어서, 고휘도 발광이 1987년에 Kodak Company의 C.W. Tang(Appl. Phys. Lett., vol. 51, p.913, 1987참조)에 의해 증명된 이래, 소자 재료의 개발 및 구조의 개선이 빠르게 진행되어 왔다. 최근, 유기 발광 소자는, 우선적으로, 카오디오 셋트, 핸드폰의 디스플레이에 실질적으로 사용되고 있다. 현재, 상기 유기 전기 발광(EL) 소자를 널리 사용하기 위해, 상기 발광 효율 및 내구성을 개선시키기 위한 재료의 개발, 또는 이들을 풀컬러 디스플레이에 적용시키기 위한 개발이 활발하게 행해지고 있다.

[0003] 발광 효율에 관해서, 기존의 발광 재료의 발광은, 단일항 여기 상태(single excited state)로부터의 발광으로서 정의되는 형광이다. "월간 디스플레이", 1998년, 10월 단행본 "유기 EL 디스플레이"의 58페이지의 설명에 따라서, 전기적 여기에 의해 발생된 3중항 여기 상태(triplet excited state)에 대한 단일항 여기 상태의 비율이 1:3인 상황에서 유기 EL에서의 발광의 내부 양자 효율의 상한이 25%라 생각된다.

[0004] 이것에 반해, M.A. Baldo et al.의 3중항 여기 상태에서부터 인광을 발하는 이리듐 착체를 사용함으로써, 7.5%의 외부 양자 효율을 얻고, 이것은 광추출 결합 효율(light out-coupling efficiency)이 20%라 가정하면, 37.5%의 내부 양자 효율에 상응하고, 형광 염료를 사용한 경우의 양자 효율의 상한값 25% 보다 높게 하는 것이 가능하다는 것을 나타내었다(Appl. Phys. Lett., Vol. 75, 4페이지(1999), WO 00/70655).

[0005] 한편, 발광색에 관해서, Baldo et al.에 보고된 이리듐 착체의 발광색은 녹색이었다. 최근, 유기 EL 소자 및 백색 광원을 사용한 풀컬러 디스플레이에 관한 개발 및 연구가 활발히 진행되고 있지만, 고효율로 다른 색을 발생하는 발광 재료의 개발이 요구되고 있다.

[0006] 유기 EL 소자의 제조 방법에 관해서, 통상의 진공 증착법이 사용되고 있다. 그러나, 상기 진공 증착법은 진공 기구가 요구되는 방법이고, EL 소자를 사용한 패널이 클수록 균일한 두께의 유기 박막을 형성하는 것이 더욱 곤란해지는 문제를 포함하고 있다.

[0007] 여기에 반해, 코팅에 의한 막형성 기술로서 개발된 잉크젯법 및 인쇄법은, 대기압 하에서 막을 형성할 수 있고, 대면적 소자의 제작 및 소자의 대량 생산에 대한 적응성이 우수하다. 이들 방법에 의한 필름 형성에 있어서, 상

분리 또는 격리를 야기하는 잠재력을 갖는 저분자 화합물이 사용되지 않으므로, 결정화되지 않는 고분자량 발광 재료의 개발이 필요로 된다.

[0008] 상술한 바와 같이, 지금까지 고성능 다색 유기 EL 소자에 요구되는, 각종 발광색으로 광이 발생하는 인광 재료 및 고분자량 인광 재료가 개발되는 것이 요구되고 있다.

발명의 상세한 설명

[0009] 본 발명의 목적은, 고성능 다색 유기 EL 소자에 유용한 인광 재료를 제공하는 것에 있다.

[0010] 본 발명의 발명자들이 예의 검토한 결과, 하기 방법으로 상기 목적이 달성되었다. 즉, 본 발명은 유기 EL 소자용 발광 재료로서 유용한 인광성을 갖는 금 착체를 사용한 발광 재료에 관한 것이고, 상기 발광 재료를 사용한 발광 소자에 관한 것이다.

[0011] 1. 금이 탄소, 산소 및 황으로 이루어지는 군으로부터 선택된 하나 이상의 원자에 결합된 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.

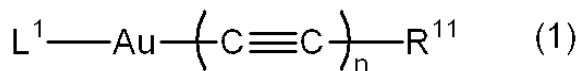
[0012] 2. 상기 1에 있어서, 금과 결합된 탄소, 산소 및 황으로 이루어지는 군으로부터 선택된 하나 이상의 원자는, 금 이외에 하나의 다른 원자만과 결합된 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.

[0013] 3. 상기 1에 있어서, 탄소, 산소 및 황으로 이루어지는 군으로부터 선택된 하나 이상의 원자는 탄소인 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.

[0014] 4. 상기 3에 있어서, 상기 금과 결합된 탄소 원자는 3중 결합에 의해 비금속 원소와 결합되고, 단일 결합에 의해 금과 결합된 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.

[0015] 5. 상기 4에 있어서, 상기 비금속 원소는 탄소인 금속 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.

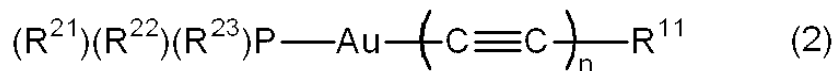
[0016] 6. 상기 5에 있어서, 상기 금 착체는 일반식(1)으로 나타내어지는 화합물인 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.



[0017]

[0018] (여기서, L^1 은 한자리 리간드 또는 두자리 리간드를 나타내고, n 은 1~5의 정수이고, R^{11} 은 수소 원자, 할로젠 원자, 시아노기, 실릴기 또는 선택적으로 헤테로 원자를 갖는 알킬기, 아릴기, 알콕시기, 아실기, 카르복실기 또는 알콕시카르보닐기를 나타낸다.)

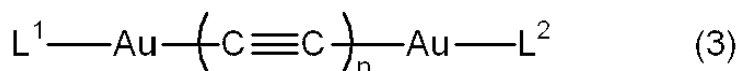
[0019] 7. 상기 6에 있어서, 상기 금 착체는 일반식(2)으로 나타내어지는 화합물인 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.



[0020]

[0021] (여기서, n 및 R^{11} 은 상기 6에 기재된 것과 동일한 의미를 갖고, $R^{21} \sim R^{23}$ 은 각각 독립적으로 수소 원자, 아미노기, 시아노기, 실릴기, 또는 임의로 헤테로 원자를 갖는 알킬기, 아릴기, 알콕시기, 아릴옥시기 또는 알킬아미노기를 나타낸다.)

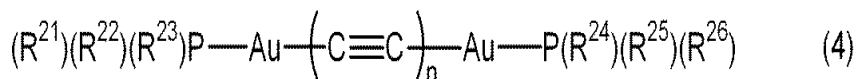
[0022] 8. 상기 5에 있어서, 상기 금 착체는 일반식(3)으로 나타내어지는 화합물인 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.



[0023]

[0024] (여기서, L^1 및 L^2 는 각각 독립적으로 한자리 리간드 또는 두자리 리간드를 나타내고, n 은 1~5의 정수를 나타낸다.)

[0025] 9. 상기 5에 있어서, 상기 금 착체는 일반식(4)으로 나타내어지는 화합물인 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.



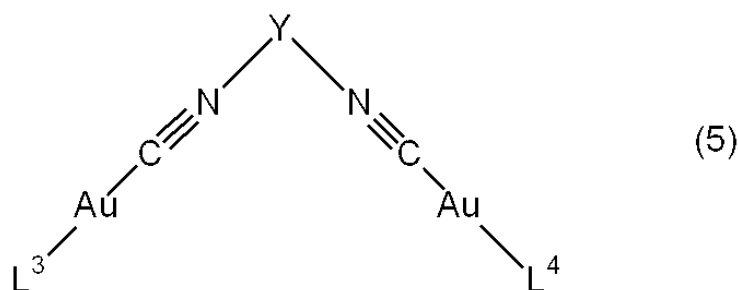
[0026]

[0027] (여기서, n은 1~5의 정수를 나타내고, $R^{21} \sim R^{26}$ 은 각각 독립적으로 수소 원자, 아미노기, 시아노기, 실릴기 또는 임의로 헤테로 원자를 갖는 알킬기, 아릴기, 알콕시기, 아릴옥시기 또는 알킬아미노기를 나타낸다.)

[0028] 10. 상기 4에 있어서, 상기 비금속 원소는 질소인 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.

[0029] 11. 상기 10에 있어서, 상기 금과 결합된 탄소 원자와 3중 결합을 형성하는 질소 원자가 다른 탄소 원자와 더 결합된 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.

[0030] 12. 상기 11에 있어서, 상기 금 착체는 일반식(5)으로 나타내어지는 화합물인 것을 특징으로 유기 발광 소자용 발광 재료.

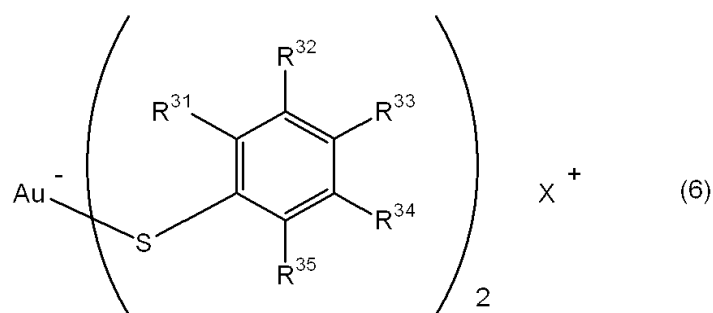


[0031]

[0032] (여기서, Y는 알킬렌, 시클로알킬렌, 아릴렌 또는 같거나 다르고, 서로 교대로 결합된 이들 3개의 기 중 2개 이상으로 이루어지는 유기기이고, L^3 및 L^4 는 각각 독립적으로 한자리 또는 두자리 리간드를 나타낸다.)

[0033] 13. 상기 1에 있어서, 탄소, 산소 및 황으로 이루어지는 군으로부터 선택된 하나 이상의 원자는 황인 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.

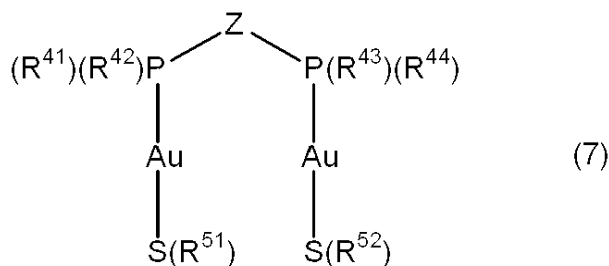
[0034] 14. 상기 13에 있어서, 상기 금 착체는 일반식(6)으로 나타내어지는 화합물인 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.



[0035]

[0036] (여기서, $R^{31} \sim R^{35}$ 는 각각 독립적으로 수소 원자, 할로젠 원자, 히드록실기, 니트로기, 아미노기, 시아노기, 머캡토기, 실릴기, 설펜산기, 설펜산 에스테르기, 인산기, 포스폰산기, 또는 임의로 헤테로 원자를 갖는 알킬기, 아릴기, 알콕시기, 아실기, 카르복실기, 알콕시카르보닐기 또는 아실옥시기를 나타내고, X^+ 는 1가 양이온을 나타낸다.)

[0037] 15. 상기 13에 있어서, 상기 금 착체는 일반식(7)으로 나타내어지는 화합물인 금 착체를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자용 발광 재료.



[0038]

[0039]

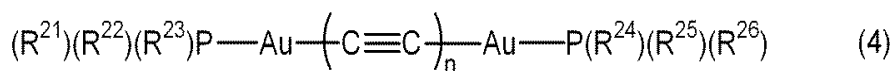
(여기서, $\text{R}^{41} \sim \text{R}^{44}$, R^{51} 및 R^{52} 는 각각 독립적으로 수소 원자, 시아노기, 실릴기, 또는 임의로 헤테로 원자를 갖는 알킬기, 아릴기 또는 아실기를 나타내고, Z는 알킬렌기, 시클로알킬렌기, 아릴렌기 또는 같거나 다르고, 서로 교대로 결합된 상기 3개의 기 중 2개 이상으로 이루어지는 유기기를 나타낸다.)

[0040]

16. 한쌍의 전극 사이에 끼워진 발광층을 포함한 유기 화합물로 이루어지는 1층 이상을 포함하는 유기 발광 소자에 있어서, 상기 한쌍의 전극 사이의 1층 이상은, 상기 1~15 중 어느 하나에 기재된 유기 발광 소자용 발광 재료를 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자.

[0041]

17. 일반식(4)으로 나타내어지는 것을 특징으로 하는 화합물.



[0042]

[0043]

(여기서, n은 1~5의 정수를 나타내고, $\text{R}^{21} \sim \text{R}^{26}$ 은 각각 독립적으로 수소 원자, 아미노기, 시아노기, 실릴기 또는 임의로 헤테로 원자를 갖는 알킬기, 아릴기, 알콕시기, 아릴옥시기 또는 알킬아미노기를 나타낸다(단, $\text{R}^{21} \sim \text{R}^{26}$ 이 모두 시클로hexan 고리를 나타내는 경우, n은 1도 2도 아니다.))

[0044]

이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0045]

본 발명은 유기 EL 소자용 발광 재료로서 유용한 인발성을 갖는 금 착체, 상기 착체를 사용한 발광 재료 및 상기 재료를 사용한 발광 소자를 제공한다. 상기 발광 재료는 저분자량 금 착체 단독이어도, 또는 상기 금 착체를 함유하는 성분을 중합시켜 얻어진 폴리머 재료이어도 좋고, 또는 상기 금 착체를 함유하는 발광 재료 및 금 착체를 함유하지 않는 발광 재료로 이루어지는 복합 재료이어도 좋다.

[0046]

상기 금 착체에 있어서의 금의 원자가는 특별히 제한되지 않지만, 1가 내지 3가가 바람직하고, 1가가 더욱 바람직하다. 또한, 상기 금 착체는 중심 금속 상에 전하를 갖는 이온성 착체이어도 좋다. 이 경우에 있어서, 상기 전하를 중화시키는 반대 이온이 존재한다.

[0047]

여기서, 사용되는 "결합"이란, 공유 결합, 배위 결합(coordinate-bond) 및 공여 결합(dative-bond) 등의 화학 결합을 말한다. 또한, "3중 결합", "단일 결합" 등은 형식적인 결합 차수를 나타낸다.

[0048]

본 발명에 따른 유기 발광 소자용 발광 재료는, 금이 탄소, 산소 및 황으로부터 선택된 적어도 하나의 원자와 결합된 금 착체를 함유한다. 금-탄소 결합을 갖는 금 착체의 예로는, 알킬 착체, 알킬닐 착체, 알킬리덴 착체, 아릴 착체, 알켄 착체, 알킨 착체, 카르보닐 착체, 아실 착체, 시아닐 착체, 이소시아닐 착체, 카르바이드 착체 등이 포함된다. 또한, 금이 산소 및 황 중 어느 하나의 원자와 결합한 금 착체의 예로는, 알콕시 착체, 아릴옥시 착체, 실릴옥시 착체, 카르복시레이트 착체, 이소시아네이트 착체, 및 산화물 착체가 열거되고, 또한, 상기 산소 원자가 황 원자 등으로 치환된 상기 열거된 착체의 동족체도 포함된다. 일반식(1), (2), (4), (6) 및 (7)에서의 기호의 정의에 기재되어 있는 알킬기에 임의로 함유된 헤테로 원자는, 상기 원자가 알킬기로 치환되거나, 또는 상기 알킬기에 삽입되는 한, 제한되지 않지만, 산소, 황, 질소 및 할로젠이 바람직하다.

[0049]

금이 결합된 탄소 원자와 3중 결합을 형성할 수 있는 비금속 원소는, 붕소, 탄소, 규소, 질소, 인, 비소, 산소, 황, 셀레늄 등이 포함된다.

[0050]

일반식(1), (3) 및 (5)에서의 $\text{L}^1 \sim \text{L}^4$ 는 각각 한자리 또는 두자리 리간드를 나타내고, 금과 착체를 형성할 수 있는 한, 특별히 제한되지는 않는다. 그것의 예로는, 인 리간드(포스핀 리간드, 포스파이트 리간드, 포스파이드 리간드 등), 질소 리간드(아민 리간드, 피리딘 리간드, 니트릴 리간드, 페닐피리딘 리간드, 슈프 염기(Schiff base)리간드 등), 알킬 리간드, 알킬닐 리간드, 카르보닐 리간드, 시아니드 리간드, 이소시아니드 리간드, 디케

토나토 리간드, 카르복실라토 리간드, 디티오카르바메이트 리간드 등이 포함된다. 이들 중, 포스핀 리간드, 피리딘 리간드 및 시아니드 리간드가 바람직하다. 또한, L^1 과 L^2 , 또는 L^3 와 L^4 는 동일한 리간드의 조합 또는 다른 리간드의 조합 중 어느 하나이어도 좋다.

[0051] 각각의 일반식에 있어서, 치환체 $R^{11} \sim R^{52}$ 는, 예컨대, 수소 원자, 할로젠 원자, 히드록실기, 니트로기, 아미노기, 시아노기, 머캡토기, 실릴기, 설폰산기, 설폰산 에스테르기, 포스포린산기, 포스폰산기, 알킬기(메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기, 이소부틸기, 3차 부틸기, 아밀기, 헥실기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기 등), 알릴기, 알킬닐기(에틸닐기, 프로필닐기, 페닐에틸닐기, 실릴에틸닐기 등), 아릴기(페닐기, 나프틸기, 비페닐기, 비닐페닐기, 톨릴기 등), 아랄킬기(벤질기, 페닐에틸기, 쿠밀기 등), 헤테로아릴기(피리딜기, 피롤릴기, 이미다졸릴기, 퀴놀릴기, 이소퀴놀릴기, 티에틸기, 벤조티에닐기, 푸릴기 등), 알콕시기(메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기, 이소프로폭시기, 부톡시기, 이소부톡시기, 3차 부톡시기 등), 아릴옥시기(페녹시기, 크레졸릴기 등), 아세톡시기, 카르복실기, 에톡시카르보닐기 등의 에스테르기, 아실기(포르밀기, 아세틸기 등), 알킬아미노기, 알킬티올기 및 기타 유기기가 포함된다. 이들 유기기는 할로젠 원자, 히드록실기, 니트로기 및 아미노기 등의 하나 이상의 치환체를 더 가져도 좋다. 이들 유기기는 하나 이상의 부위(site)에 결합되어 있어도 좋다. 이들 중 바람직한 기는, 치환체 R이 결합된 원자 또는 원자단의 성능에 따라서 달라지지만, 화학 안정성이 열화되지 않는 한, 특별히 한정되지 않는다.

[0052] 각각의 일반식에 있어서, n은 인광의 색에 크게 기여하는 변수이고, 1~5의 정수, 바람직하게는 1~4의 정수를 나타낸다.

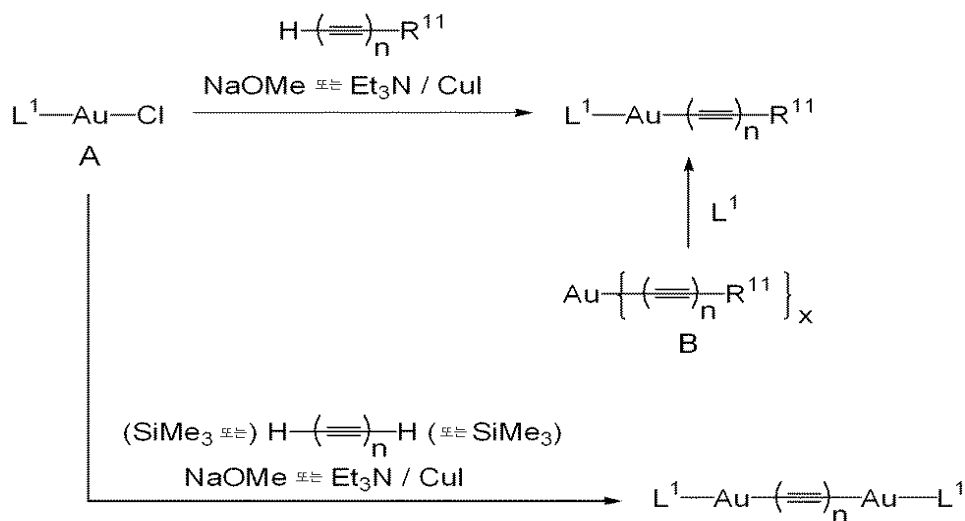
[0053] 일반식(5) 및 (7)에 있어서, Y 및 Z는 2개의 이소시아니드기 또는 인원자가 가교된 유기기를 나타내고, 그것의 예로는, 메틸렌기, 에틸렌기, 프로필렌기, 부틸렌기 및 헥실렌기 등의 알킬렌기, 시클로헥실렌기 등의 시클로알킬렌기, o-페닐렌기, 나프틸렌기 및 페로세닐렌기 등의 아릴렌기, p-멘틸렌기, 크실릴렌기, 비나프틸렌기 등이 포함된다.

[0054] 일반식(6)에 있어서, X^+ 는 1가의 양이온을 나타내고, 그것의 예로는, 알칼리 금속 이온, 암모늄 이온, 알킬암모늄 이온, 포스포늄 이온, 이미다졸륨 이온 및 피리디늄 이온 등이 포함된다. 또한, 2개의 금 착체 이온에 대해 알칼리 토류 금속 이온 등의 단일 2가 양이온이 존재하고 있어도 좋다.

[0055] 본 발명의 발광 소자에 사용되는 금 착체는, 시작 재료로서 할로겐화 금 화합물을 사용하여 제작할 수 있다. 예컨대, 스킴(Scheme)-1에 나타난 바와 같이, 일반식(1)으로 나타내어지는 화합물이, 화학량론 양의 강염기(예컨대, 메톡시드 나트륨)의 존재 하에서, 리간드 L^1 을 갖는 염소-금 착체 A와 1-알킨 또는 트리메틸실릴아세틸렌 유도체를 반응시켜 얻어질 수 있다. 상기 강염기 대신에 화학량론 양의 알킬아민(예컨대, 트리에틸아민, 이소프로필아민, 부틸아민, 피롤리딘 등) 및 촉매량(바람직하게는 0.01~0.1당량)의 할로겐화 동(I)(예컨대, 요오드화 동, 브롬화 동, 염화 동)이 사용되어도 좋다. 상기 금 착체 A는 리간드 L^1 이 염화 금(I)에 작용하여 합성될 수 있다. 스킴-1에 나타난 바와 같이, 일반식(I)으로 나타내어지는 화합물은, 리간드 L^1 이 금 및 탄소가 서로 결합된 화합물 B에 작용하여 합성될 수 있다. 상기 화합물 B는 공지된 방법(예컨대, J. Chem. Soc., p. 3220, 1962 참조)에 의해 염화 금(III)으로부터 합성될 수 있다.

[0056]

스킴-1



[0057]

[0058]

일반식(2)으로 나타내어지는 금 착체는, 일반식(1)으로 나타내어지는 금 착체에 있어서의 리간드 L^1 으로서, 인 화합물을 사용함으로써 제작할 수 있다.

[0059]

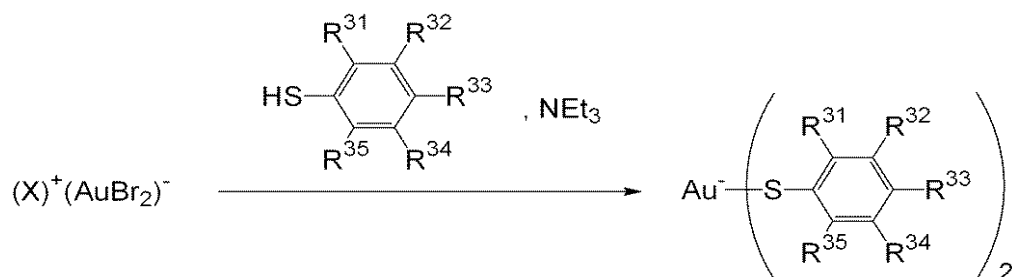
일반식(3) 또는 (4)으로 나타내어지는 금 착체는, 스킴-1에 나타낸 화합물A와 반응되는 알킨으로서, 0.5당량의 아세틸렌, 부타디엔, 헥사트리인, 옥타테트라인 또는 데카펜타인, 또는 상기 알킨의 말단 수소를 실릴기로 치환시켜 얻어진 실릴화 알킨을 사용하여 합성될 수 있다.

[0060]

일반식(6)으로 나타내어지는 화합물은, 2가의 티오페놀 유도체 및 2가의 알킬아민을 스킴-2에 나타내는 공지의 방법(J. Chem. Soc., Dalton Trans., p. 1845, 1973)에 의해 합성된 할로겐화 금 착체에 작용시킴으로써 얻을 수 있다.

[0061]

스킴-2



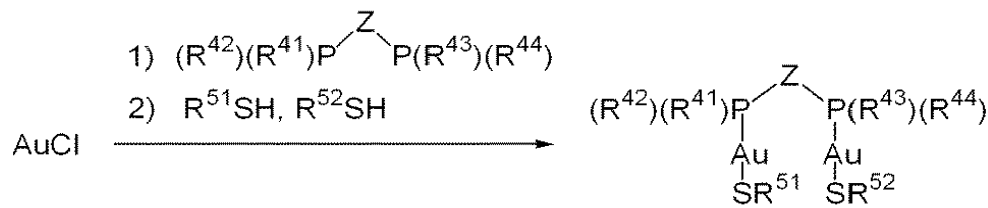
[0062]

[0063]

스킴-3에 나타낸 바와 같이, 일반식(7)으로 나타내어지는 화합물은, 가교기를 갖는 0.5당량의 인 화합물을 할로겐화 금(I)(예컨대, 염화 금(I))에 작용시키고, 이어서, 여기에 머캡탄 화합물을 작용시킴으로써 합성시킬 수 있다.

[0064]

스킴-3



[0065]

[0066]

본 발명의 발광 소자에 사용할 수 있는 공지의 화합물은, 예컨대, J. Chem. Soc., Dalton Trans., 4227(1996), J. Am. Chem. Soc., 123, 4985(2001), J. Chem. Soc., Chem. Commun., 243(1989), Inorg. Chim. Acta, 197, 177(1992), J. Chem. Soc., Dalton Trans., 3585(2000), Inorg. Chem., 32, 2506(1993), J. Med. Chem., 30, 2181(1987) 등에 기재된 금 착체가 포함된다.

[0067]

또한, 상기 금 착체에 중합 관능기를 도입시킴으로써 얻어진 금 착체를 중합시켜 상기 금 착체가 폴리머의 일부를 구성하는 유기 폴리머 발광 재료를 형성할 수 있다.

[0068]

도 1은, 본 발명의 유기 발광 소자의 구성의 일 실시형태를 나타내는 단면도이다. 상기 실시형태에 있어서, 투명 기판(1) 상에 양극(2) 및 음극(6)이 제공되고, 상기 양극(2) 및 음극(6) 사이에 정공 운반층(3), 발광층(4) 및 전자 운반층(5)이, 이 순서대로 제공된다. 본 발명의 유기 발광 소자의 구성은 도 1에 나타난 실시형태에 제한되지 않는다. 본 발명의 유기 발광 소자의 구성은, 상기 양극(2) 및 음극(6) 사이에 (i)정공 운반층 및 발광층의 순서로, 또는 (ii)발광층 및 전자 운반층의 순서로의 조합 중 어느 하나로 형성된 것이어도 좋다. 또한, 본 발명의 유기 발광 소자의 구성은 (iii)정공 운반 재료, 발광 재료 및 전자 운반 재료, (iv)정공 운반 재료 및 발광 재료, (v)발광 재료 및 전자 운반 재료, 또는 (vi)발광 재료만을 함유하는 1층만을 포함하는 것이어도 좋다. 또한, 도 1에 나타난 발광층은 단일층이지만, 2개 이상의 발광층이 적층되어 있어도 좋다.

[0069]

상기 각각의 층을 구성하기 위한 발광 재료, 정공 운반 재료 및 전자 운반 재료를 사용한 필름 형성 방법으로서, 저항 가열 증착법, 전자빔 증착법, 스퍼터링법, 코팅법, 용액코팅법 등을 사용할 수 있지만, 이들에 한정되지 않는다. 저분자량 화합물인 경우, 주로 저항 가열 증착법 및 전자빔 증착법이 사용되고, 반면에 폴리머 재료인 경우에는, 주로 코팅법이 사용되는 경우가 많다.

[0070]

본 발명의 유기 발광 소자에 있어서, 상기 발광층의 한측 또는 양측에 정공 운반층 및 전자 운반층의 형성은 발광 효율 및/또는 내구성을 더 개선시킬 수 있다.

[0071]

정공 운반층을 구성하는 정공 운반 재료의 예로는, 공지의 정공 운반 재료, TPD(N,N'-디메틸-N,N'-(3-메틸페닐)-1,1'-비페닐-4,4'-디아민), α -NPD(4,4'-비스[N-(1-나프틸)-N-페닐아미노]비페닐), 및 m-MTDATA(4,4',4''-트리(3-메틸페닐페닐아미노)트리페닐아민) 등의 트리페닐아민 유도체, 폴리비닐카르바졸, 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜)이 포함되고, 그 밖의 공지의 정공 운반 재료가 사용될 수 있지만, 특별히 이들에 한정되지 않는다. 상기 정공 운반 재료는, 단독으로 사용되어도 좋고, 또한 다른 정공 운반 재료와 혼합 또는 적층되어 사용되어도 좋다. 상기 정공 운반층의 두께는, 상기 정공 운반층의 도전성에 따라 달라지고, 일정하게 제한되지 않지만, 10nm~10 μ m가 바람직하고, 10nm~1 μ m가 더욱 바람직하다.

[0072]

전자 운반층을 형성하는 전자 운반 재료로서, 공지의 전자 운반 재료, 예컨대, Alq₃(알루미늄 트리퀴놀리놀) 등의 퀴놀리놀 유도체 금속 착체, 옥사디아졸 유도체 및 트리아졸 유도체가 사용되지만, 이들에 한정되지 않는다. 이들 전자 운반 재료는 단독으로 사용될 수 있지만, 이들은 다른 전자 운반 재료와 혼합 또는 적층되어도 좋다. 상기 전자 투명층의 두께는, 상기 정공 운반층의 도전성에 따라 달라지고, 일정하게 제한되지 않지만, 10nm~10 μ m가 바람직하고, 10nm~1 μ m가 더욱 바람직하다.

[0073]

상술의 각각의 발광 재료, 정공 운반 재료 및 전자 운반 재료는, 각각의 층을 형성하기 위해 사용되고, 또한, 다른 기능을 갖는 몇몇의 재료를 혼합하여 층을 형성하여도 좋다. 또한, 상기 각각의 층은, 바인더로서 폴리머 재료를 사용하여 형성할 수 있다. 상기 목적을 위해 사용되는 폴리머 재료는, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리카보네이트, 폴리에스테르, 폴리실론, 폴리페닐렌옥사이드 등이 포함되지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0074]

본 발명의 유기 발광 소자용 양극 재료로서, ITO(산화 인듐 주석), 산화 주석, 산화 아연, 폴리티오펜, 폴리피롤 및 폴리아닐린 등의 도전성 폴리머와 같은 공지의 투명 전극 재료이지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니

다. 이와 같은 투명 도전성 재료로 이루어지는 전극의 표면 저항은, $1 \sim 50 \Omega / \square$ (옴/스퀘어)가 바람직하다. 상기 양극 재료의 필름 형성 방법으로서, 전자빔 증착법, 스퍼터링법, 화학 반응법, 코팅법 등이 사용될 수 있지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니다. 상기 양극의 두께는 $50 \sim 300 \text{nm}$ 가 바람직하다.

[0075] 또한, 양극 및 정공 투명층 사이에, 또는 양극 및 그 양극에 인접하여 적층된 유기층 사이에, 정공 주입에 대한 주입 장애를 완화시키기 위해 버퍼층이 삽입되어 있어도 좋다. 이것을 위해, 프탈로시아닌 동 등의 공지의 재료가 사용되지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0076] 본 발명의 유기 발광 소자의 음극 재료로서, 공지의 음극 재료, 예컨대, Al, MgAg합금, Ca 등의 알칼리 토금속류, Li 및 Cs 등의 알칼리 금속, Al과 AlCa 등의 알칼리 토금속류의 합금, 및 알칼리 금속과 AlLi 및 AlCs 등의 Al의 합금이 사용되지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니다. 상기 음극 재료에 대한 필름 형성 방법으로서, 저항 가열 증착법, 전자빔 증착법, 스퍼터링법, 이온 플레팅법 등을 사용할 수 있지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니다. 상기 음극의 두께는 $10 \text{nm} \sim 1 \mu\text{m}$ 가 바람직하고, $50 \text{nm} \sim 500 \mu\text{m}$ 가 더욱 바람직하다.

[0077] 또한, 전자 주입 효율을 증가시키기 위해, 음극 및 전자 투명층 사이에, 또는 음극 및 그 음극에 인접되어 적층된 유기층의 사이에, 두께가 $0.1 \sim 10 \text{nm}$ 인 절연층이 삽입되어 있어도 좋다. 상기 절연층으로서, 불화 리튬, 불화 마그네슘, 산화 마그네슘 및 알루미늄 등의 공지의 재료가 사용되지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0078] 또한, 상기 음극을 향해 대면하는 발광층의 한쪽에 인접하여, 상기 발광층을 통한 정공의 통과를 억제시켜 상기 발광층에서의 정공과 전자를 효율적으로 재결합시키기 위해, 정공 블로킹층을 형성하여도 좋다. 이것을 위해, 트리아졸 유도체 및 옥사디아졸 유도체 등의 공지의 재료가 사용되지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0079] 본 발명의 유기 발광 소자를 위한 기판은, 발광 재료의 발광 파장에 대해 투명한 기판이 사용될 수 있다. 유리나 포함된 투명 플라스틱, PET(폴리에틸렌테레프탈레이트), 폴리카보네이트 등의 공지의 재료가 사용되지만, 특별히 이들에 한정되는 것은 아니다.

[0080] 본 발명의 유기 발광 소자는, 공지의 방법에 의한 매트릭스(matrix) 또는 세그먼트(segment) 방식의 화소로 이루어질 수 있고, 또한 화소의 형성 없이 백라이트로서 사용될 수도 있다.

실시예

[0082] 이하, 본 발명을 대표 실시예를 참조로 더욱 자세히 설명한다. 이들 실시예는, 단지 설명을 위한 것이고, 본 발명은 여기에 한정되지 않는다.

[0083] 하기 실시예에 있어서, 분석을 위해 사용되는 장치는 이하와 같다. 특별히, 달리 기재되어 있지 않는 한, 시약은 정제 없이 시판품(특급)을 사용하였다.

[0084] 1) $^1\text{H-NMR}$

[0085] JEOL, Ltd. 제작의 JNM EX270, 270MHz;

[0086] 용제: 중클로로포름

[0087] 2) 원소 분석

[0088] LECO Corporation 제작의 CHNS-932모델

[0089] 3) GPC 측정(분자량 측정)

[0090] 컬럼: SHOWA DENKO K.K. 제작의 Shodex KF-G+KF804L+KF802+KF801;

[0091] 용리액: 테트라히드로푸란(THF);

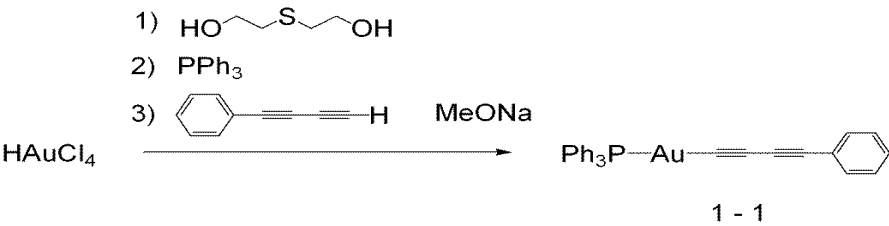
[0092] 온도: 40°C

[0093] 검출기: RI(Shodex RI-71)

[0094] 4) ICP 원소 분석

[0095] Shimadzu Corporation 제작의 ICPS 8000

[0096] 실시예 1: 페닐부타다이닐(트리페닐포스핀) 금(I)(화합물 1-1)의 합성



[0097]

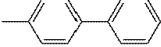
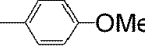
[0098] 0.50g(4.1mmol)의 티오디글리콜의 10ml 에탄올 용액에 0.85g(2.1mmol)의 클로로금산염(III) 테트라히드레이트의 10ml 수용액을 가하고, 그 얻어진 혼합물을 30분 동안 실온에서 교반하였다. 상기 반응액을 0℃까지 냉각시킨 후, 여기에 10ml의 아세톤-에탄올(부피비 1:1) 용액 중에 0.54g(2.1mmol)의 트리페닐포스핀을 첨가하고, 30분 동안 교반하였다. 상기 반응액을 100ml의 물에 붓고, 발생된 침전물을 여과하한 후, 감압 하에 건조하였다. 이어서, 98mg의 얻어진 백색 고체를 5ml의 메탄올에 현탁시키고, 30mg의 페닐부타다이인(0.24mmol) 및 15mg의 메톡시드 나트륨(0.28mmol)을 첨가한 후, 얻어진 혼합물을 16시간 동안 실온에서 교반하였다. 감압 하에 상기 얻어진 반응 혼합물로부터 상기 용제가 증류 제거된 후, 여기에 소량의 디에틸에테르를 첨가하고, 그 혼합물을 유리 필터로 여과하고, 상기 용제를 상기 용액으로부터 다시 제거하였다. 잔사를 실리카겔 컬럼 크로마토그래피로 정제하고, 감압 하에 건조시켜 밝은 갈색 고체로서 65mg(0.11mmol)의 목적 화합물 1-1이 산출되었다. 동정(Identification)은 CHN원소 분석에 의해 행해졌다. 결과를 표 1에 나타낸다.

[0099] 실시예 2~11

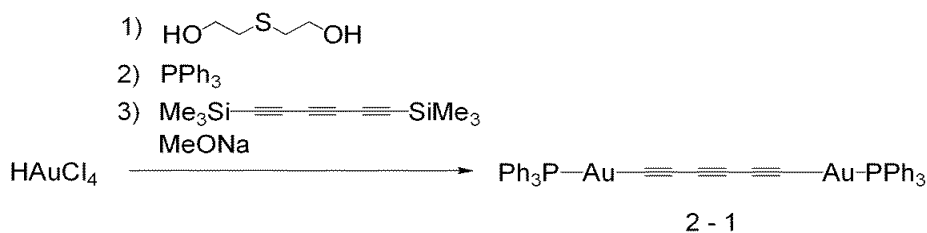
[0100] 트리페닐포스핀 대신에 유기 인 화합물 P(R¹⁰¹)(R¹⁰²)(R¹⁰³)을 사용하고, 페닐부타다이인 대신에 알킨 H(C₂)_nR¹⁰⁴를 사용하여 실시예 1의 화합물 1-1을 합성한 것과 동일한 방법으로 화합물 1-2~1-11을 합성하였다.

표 1

$$(R^{103})(R^{102})(R^{101})P-Au-(\equiv)_nR^{104}$$

실시예	화합물	R ¹⁰¹	R ¹⁰²	R ¹⁰³	R ¹⁰⁴	n	원소분석 (%)	
							C _{obs} (C _{calcd})	H _{obs} (H _{calcd})
1	1-1	Ph	Ph	Ph		2	57.55(57.29)	3.45(3.52)
2	1-2	Ph	Ph	Ph		1	58.81(59.03)	3.19(3.63)
3	1-3	Ph	Ph	Ph		1	60.57(60.39)	3.90(3.80)
4	1-4	Ph	Me	Me	<i>o</i> -tol	2	48.34(48.12)	3.55(3.83)
5	1-5	Ph	Ph	Et		2	43.83(43.79)	2.95(2.86)
6	1-6	Ph	Ph	Et		2	47.01(46.64)	3.29(3.50)
7	1-7	Ph	Ph	Et		1	41.44(41.30)	3.14(3.23)
8	1-8	Ph	Ph	Et	COOMe	1	43.69(43.83)	3.81(3.47)
9	1-9	Ph	Ph	Et	Me	3	42.58(42.77)	3.52(3.11)
10	1-10	EtO	EtO	EtO	<i>t</i> -Bu	2	36.15(35.91)	5.02(5.17)
11	1-11	PhO	PhO	PhO		2	52.70(52.67)	3.99(4.10)

[0102] 실시예 12 : 헥사트리인디일비스(트리페닐포스핀) 디골드(I)(화합물 2-1)의 합성



[0103]

[0104] 0.50g(4.1mmol)의 티오디글리콜의 10ml 에탄올 용액에 0.85g(2.1mmol)의 클로로금산염(III) 테트라히드레이트 10ml 수용액을 첨가하였고, 그 얻어진 혼합물을 30분 동안 실온에서 교반하였다. 반응 용액을 0℃까지 냉각시킨 후, 10ml의 아세톤-에탄올(부피비 1:1) 용액에 0.54g(2.1mmol)의 트리페닐포스핀을 첨가하여 30분 동안 교반하였다. 상기 반응액을 100ml의 물에 붓고, 발생된 침전물을 여과한 후, 감압 하에 건조하였다. 이어서, 78mg의 얻어진 백색 고체를 10ml의 메탄올 중에 현탁시키고, 여기에 8.5mg의 메톡시드 나트륨(0.16mmol) 및 19mg의 비스(트리메틸실릴)헥사트리인(0.087mmol)을 첨가하여 얻어진 혼합물을 3시간 동안 실온에서 교반하였다. 발생된 황갈색 침전물을 유리 필터로 여과하고, 메탄올로 세정하고, 감압 하에 건조하여 황갈색 고체로서 66mg(0.067mmol)의 화합물 2-1을 얻었다. 동정을 CHN 원소 분석기로 행하였다. 결과를 표 2에 나타낸다.

[0105] 실시예 13~15:

[0106] 실시예 12의 트리페닐포스핀 대신에 유기 인 화합물 $\text{P}(\text{R}^{105})(\text{R}^{106})(\text{R}^{107})$ 를 사용하고, 비스(트리메틸실릴)헥사트리인 대신에 알킨 $\text{Me}_3\text{Si}(\text{C}_2)_n\text{SiMe}_3$ 를 사용하여 실시예 12의 화합물 2-1을 합성한 방법과 동일한 방법으로 화합물 2-2~2-4를 합성하였다. 동정은 CHN원소 분석으로 행하였다. 결과를 표 2에 나타낸다.

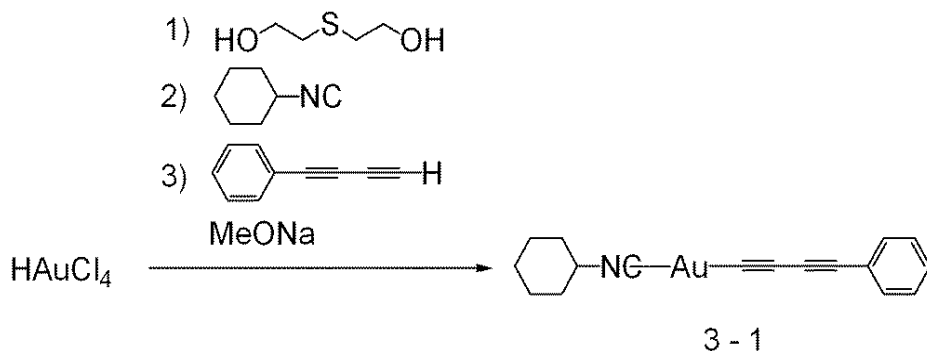
표 2



실시예	화합물	R^{105}	R^{106}	R^{107}	n	원소분석 (%)	
						$\text{C}_{\text{obs}}(\text{C}_{\text{calcd}})$	$\text{H}_{\text{obs}}(\text{H}_{\text{calcd}})$
12	2-1	Ph	Ph	Ph	3	50.93(51.26)	3.05(3.01)
13	2-2	Ph	Ph	Ph	4	52.09(52.33)	2.98(3.20)
14	2-3				2	48.15(47.91)	6.37(6.63)
15	2-4	Et	Et	Et	3	30.53(30.78)	4.50(4.31)

[0107]

[0108] 실시예 16:



[0109]

[0110] 0.50g(4.1mmol)의 티오디글리콜의 10ml 에탄올 용액에 0.85g(2.1mmol)의 클로로금산염(III) 테트라히드레이트의 10ml 수용액을 첨가하고, 얻어진 혼합물을 30분 동안 실온에서 교반하였다. 반응액을 0℃까지 냉각시킨 후, 10ml의 에탄올 중에 0.23g(2.1mmol)의 시클로헥실이소시아니드 용액을 첨가하고, 30분 동안 교반하였다. 반응액을 100ml의 물에 붓고, 발생된 침전물을 여과한 후, 감압 하에 건조시켰다. 이어서, 100mg의 얻어진 백색 고체를 10ml의 메탄올에 현탁시키고, 여기에 16mg의 메톡시드 나트륨(0.29mmol) 및 37mg의 페닐부타디인(0.29mmol)을 첨가하여 얻어진 혼합물을 3시간 동안 실온에서 교반하였다. 발생된 황갈색 침전물을 유리 필터로 여과하고, 메탄올로 세정하고, 감압 하에 건조시켜 황갈색 고체로서 59mg(0.14mmol)의 화합물(3-1)을 얻었다. 동정은 CHN 원소 분석으로 행하였다. 그 결과를 표 3에 나타낸다.

[0111] 실시예 17-18:

[0112] 시클로헥실이소시아니드 대신에 리간드 L₅를 사용하고, 페닐부타디인 대신에 알킨 H(C₂)_nR¹⁰⁸을 사용하여 실시예 16의 화합물 3-1을 합성하는 것과 동일한 방법으로 화합물 3-2~3-3을 합성하였다. 동정은 CHN 원소 분석으로 행하였다. 그 결과를 표 3에 나타낸다.

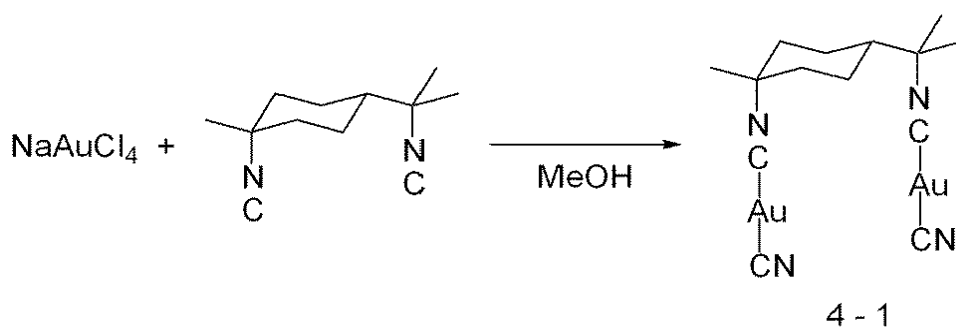
표 3

$$L^5-Au-(\equiv)_n-R^{108} \quad L^5-Au-(\equiv)_n-Au-L^6$$

실시예	화합물	L ⁵	L ⁶	R ¹⁰⁸	n	원소 분석 (%)	
						C _{obs} (C _{calcd})	H _{obs} (H _{calcd})
16	3-1		—	Ph	2	47.72(47.34)	3.51(3.74)
17	3-2		—	Ph	2	45.18(44.90)	2.66(2.51)
18	3-3			—	2	32.55(32.74)	3.69(3.36)

[0113]

[0114] 실시예 19-20:



[0115]

[0116] 0.40g의 클로로금산염(III) 나트륨 디히드레이트(1.0mmol)를 10ml의 메탄올에 용해시키고, 여기에 0.40g의 1,8-다이소시아노-p-멘탄(2.1mmol)을 첨가하였다. 얻어진 혼합물을 30분 동안 실온에서 교반한 후, 1시간 동안의 환류 하에 가열하였다. 발생된 침전물을 유리 필터로 여과하고, -20℃까지 냉각시켜 화합물 4-1(실시예 19)을 얻었다.

[0117] 1,8-다이소시아노-p-멘탄 대신에 2,5-다이소시아노-2,5-디메틸헥산을 사용함으로써, 화합물 4-2를 얻었다(실시예 20). 동정은 CHN 원소 분석으로 행하였다.

[0118] 원소 분석

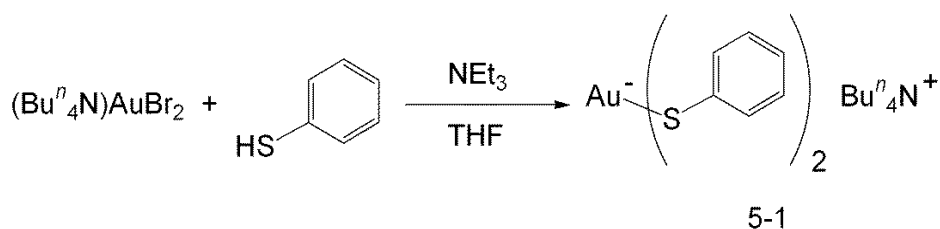
[0119] 실시예 19(화합물 4-1)

[0120] Calcd: C, 26.43; H, 2.85; N, 8.81. Found: C, 26.80; H, 3.09; N, 9.02.

[0121] 실시예 20(화합물 4-2)

[0122] Calcd: C, 23.62; H, 2.64; N, 9.18. Found: C, 23.77; H, 2.41; N, 9.05.

[0123] 실시예 21:



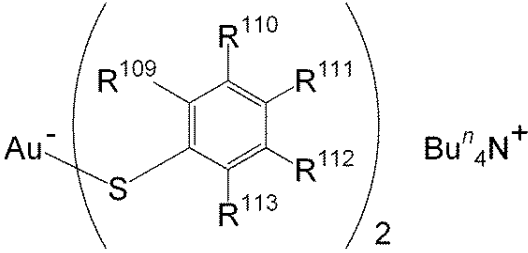
[0124]

[0125] 103mg의 벤젠티올(0.93mmol) 및 95mg의 트리에틸아민(0.93mmol)을 5ml의 THF에 용해시키고, 공지된 방법(P. Braunstein et al., J. Chem. Soc., Dalton Trans., 1845(1973) 참조)으로 합성된 279mg(0.47mmol)의 (테트라부틸암모늄)디브로모 금(I)의 5ml의 THF용액에 적하 첨가하였다. 얻어진 혼합물을 2시간 동안 실온에서 교반하였다. 얻어진 반응 혼합물을 유리 필터로 여과한 후, 용제를 감압하에 제거하였다. 유상(oil-like) 잔사를 디에틸에테르로 세정한 후, 메탄올에 용해시켜 재결정시켜 화합물 5-1을 얻었다. 동정은 CHN 원소 분석으로 행하였다. 결과를 표 4에 나타낸다.

[0126] 실시예 22-28:

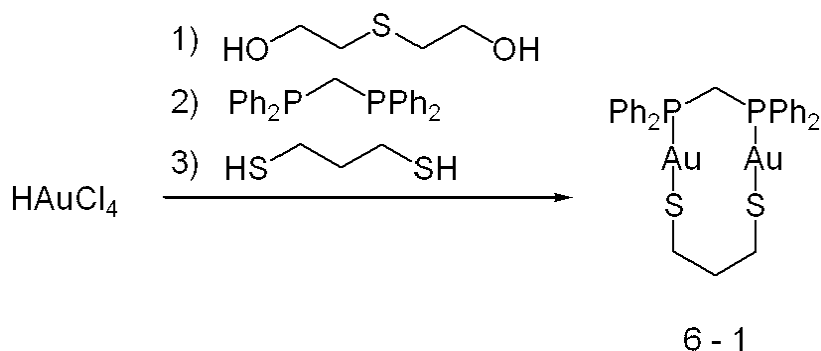
[0127] 벤젠티올 대신에 치환 벤젠티올을 사용하여 실시예 21의 화합물 5-1을 합성하는 방법과 동일한 방법으로 화합물 5-2~5-8을 얻었다. 동정은 CHN 원소 분석으로 행하였다. 그 결과를 표 4에 나타낸다.

표 4

실시예	화합물						원소 분석 (%)	
		R ¹⁰⁹	R ¹¹⁰	R ¹¹¹	R ¹¹²	R ¹¹³	C _{obs} (C _{calcd})	H _{obs} (H _{calcd})
21	5-1	H	H	H	H	H	50.88(51.13)	7.22(7.05)
22	5-2	H	Cl	H	H	H	46.31(46.28)	5.81(6.10)
23	5-3	H	Me	H	H	H	52.22(52.54)	7.49(7.35)
24	5-4	H	H	OMe	H	H	49.89(50.20)	6.87(7.02)
25	5-5	H	H	Ph	H	H	59.60(59.31)	6.55(6.72)
26	5-6	H	H	NHCOCH ₃	H	H	49.62(49.79)	6.91(6.79)
27	5-7	H	H	<i>t</i> -Bu	H	H	55.83(56.16)	8.00(8.12)
28	5-8	F	F	F	F	F	39.97(40.15)	4.58(4.33)

[0128]

[0129] 실시예 29:



[0130]

[0131] 0.50g(4.1mmol)의 티오디글리콜의 에탄올 용액 10ml에 0.85g(2.1mmol)의 클로로금산염(III) 테트라히드레이트의 수용액 10ml를 첨가하고, 그 결과 혼합물을 30분 동안 실온에서 교반하였다. 상기 반응액을 0℃까지 냉각시킨 후, 10ml의 아세톤-에탄올(부피비 1:1)용액 중에 0.40g(1.1mmol)의 비스(디페닐포스포노)메탄을 첨가하고 30분 동안 교반하였다. 상기 반응액을 100ml의 물에 붓고, 발생한 침전물을 여과한 후, 감압 하에 건조하였다. 이어서, 150mg의 얻어진 백색 고체를 메탄올 중에 현탁시키고, 여기에 35mg의 트리에틸아민(0.35mmol) 및 19mg의 1,3-프로판디티올(0.18mmol)을 첨가하고, 그 결과물을 3시간 동안 실온에서 교반하였다. 발생된 침전물을 유리 필터로 여과하고, 메탄올로 세정하고, 감압하에 건조하여 황갈색 고형물로서 89mg의 화합물 6-1을 얻었다. 동정은 CHN 원소 분석으로 행하였다. 그 결과를 표 5에 나타낸다.

[0132] 실시예 30-34:

[0133] 비스(디페닐포스포노)메탄 대신에 디포스핀(R^{114})(R^{115})P-Z-P(R^{116})(R^{117})을 사용하고, 1,3-프로판디티올 대신에 티올(R^{118})SH 및 (R^{119})SH를 사용하여 실시예 29에서 화합물 6-1을 합성한 방법과 동일한 방법으로 화합물 6-2~6-6을 합성하였다. 동정은 CHN 원소 분석으로 행하였다. 그 결과를 표 5에 나타낸다.

표 5

실시예	화합물	$\text{R}^{114} \sim \text{R}^{117}$	Z	R^{118}	R^{119}	원소 분석 (%)	
						$\text{C}_{\text{obs}}(\text{C}_{\text{calcd}})$	$\text{H}_{\text{obs}}(\text{H}_{\text{calcd}})$
29	6-1	Ph	$-\text{CH}_2-$	$-\text{C}_3\text{H}_6-$		37.80(38.02)	3.47(3.19)
30	6-2	Ph	$-\text{C}_2\text{H}_4-$	Ph	Ph	45.08(45.16)	3.50(3.39)
31	6-3	Ph	$-\text{C}_4\text{H}_8-$	<i>p</i> -tol	<i>p</i> -tol	46.13(46.25)	3.91(3.69)
32	6-4	Ph		$-\text{C}_4\text{H}_8-$		43.00(42.51)	3.49(3.36)
33	6-5	Ph		$-\text{C}_3\text{H}_6-$		44.25(44.59)	3.63(3.24)
34	6-6	Me		$-\text{C}_3\text{H}_6-$		25.66(25.33)	2.96(3.25)

[0134]

[0135] 실시예 35~48: 유기 발광 소자의 제작 및 평가

[0136] 2개의 4mm 폭 ITO전극을 스트라이프 형상으로 25mm 스퀘어 유리 기판의 한쪽에 형성한 ITO(산화 인듐 주석)부착 기판(Nippo Electric Co., LTD. 제작)을 사용하여, 유기 발광 소자를 제작하였다. 우선, 상기 ITO-부착 기판의 ITO(양극) 상에, 회전수 3,500rpm, 코팅 시간 40초의 조건 하에 스핀 코팅에 의해 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜)폴리스티렌설폰산(Beyer AG제작의 상품명 "Vitron P")을 코팅시켰다. 이어서, 진공 건조기 중에서 감압 하에 2시간 동안 60℃에서 건조를 행하여 양극 버퍼층을 형성하였다. 그 얻어진 양극 버퍼층의 두께는 약 50nm이었다. 이어서, 발광 재료, 정공 운반 재료 및 전자 운반 재료를 함유한 층을 형성하기 위한 도포액을 제작하였다. 본 발명의 8.2μmol의 발광 재료, 정공 운반 재료로서 21.0mg(0.11mmol)의 폴리비닐 카르바졸 및 9.0mg(0.025mmol)의 2-(4-비페닐)-5-(4-tert-부틸페닐)-1,3,4-옥사디아졸(PED)(Tokyo Kasei Kogyo Co.,Ltd.제작)을 2.970mg의 클로로포름(Wako Pure Chemical Industry Co.,Ltd.제작, 특급) 중에 용해시키고, 얻어진 용액을 0.2μm의 구경을 갖는 필터를 통하여 여과하여 코팅액을 제작하였다. 이어서, 이것을 회전수 3,000rpm 및 코팅 시간 30초의 조건 하의 스핀 코팅법에 의해 상기 양극 버퍼층 상에 코팅시키고, 30분 동안 실온(25℃)에서 건조시켜 발광층을 형성하였다. 그 얻어진 발광층의 두께는 약 100nm이었다. 이어서, 상기 발광층이 형성된 기판을 증착 기구에 위치시키고, 칼슘 및 알루미늄을 1:10의 중량비로 공증착시켜 양극이 연신되는 방향에 대하여 직교하도록 3mm 폭의 스트라이프 형상으로 배열된 2개의 음극을 형성하였다. 상기 얻어진 음극의 두께는 약 50nm이었다. 최후에, 아르곤 분위기 중에서 납선(배선)이 양극 및 음극에 각각 부착되었다. 이렇게 하여 4mm길이 ×3mm 폭의 4개의 유기 발광 소자를 제작하였다. Advantest Corporation에 의해 제작된 프로그램 가능한 직류 전압/전류원 TR6143을 사용하여 상기 유기 EL 소자에 전압을 가하여 발광을 야기하고, 그것의 휘도를 Topcon Corporation제작의 휘도 미터 BM-8을 사용하여 측정하였다. 결과로서, 발광을 야기하는 전압값 및 광의 색상을 표 6에 나타내었다(각각의 발광 재료를 사용한 4개 소자의 평균값)

표 6

실시예	발광재료	발광을 야기하는 전압 (V)	15V인가시 휘도 (cd/m ²)	광의 색상
35	1-1	10	15	블루
36	1-2	10	220	오렌지
37	1-3	10	150	오렌지
38	1-9	10	10	옐로우
39	2-1	10	10	옐로우
40	2-2	10	10	레드
41	2-4	10	5	블루
42	4-1	10	10	블루
43	5-1	10	80	그린
44	5-2	10	50	옐로우
45	5-3	10	20	그린
46	5-5	10	50	오렌지
47	6-1	10	10	그린
48	6-5	10	10	그린

[0137]

산업상 이용 가능성

[0138] 상기 유기 발광 소자에 의해, 낮은 전압에서 단파장 광인 블루에서 장파장 광인 레드까지의 가시광 범위를 발광

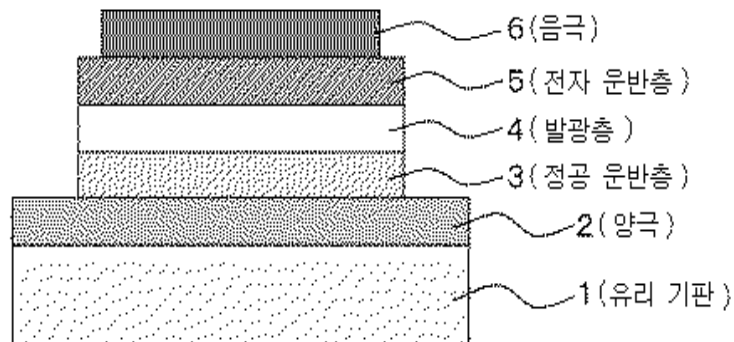
할 수 있을 뿐만 아니라, 본 발명의 유기 발광 소자가 인광 발광 재료를 사용하므로, 과거의 형광 재료에 의해서 불가능하였던 3중항 여기 상태에서부터 발광할 수 있어 상기 소자에 가해진 전기 에너지가 높은 효율로 광으로 전환될 수 있다. 또한, 발광 소자의 재료로서, 폴리머 화합물이나 저분자량 화합물, 또는 폴리머 화합물과 저분자량 화합물의 혼합물 중 어느 하나를 사용함으로써, 본 발명은 코팅법에 의해 대면적 소자를 용이하게 제작할 수 있다.

도면의 간단한 설명

도1은, 본 발명의 유기 발광 소자의 일 실시예를 나타내는 단면도이다.

도면

도면1



专利名称(译)	有机发光器件材料和有机发光器件		
公开(公告)号	KR101026713B1	公开(公告)日	2011-04-08
申请号	KR1020057007718	申请日	2003-11-14
[标]申请(专利权)人(译)	昭和电工株式会社		
申请(专利权)人(译)	昭和电工有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	昭和电工有限公司		
[标]发明人	TAKAHASHI YOSHIKI 타카하시요시아키 SHIRANE KORO 시라네코로 KONDO KUNIO 콘도쿠니오		
发明人	타카하시요시아키 시라네코로 콘도쿠니오		
IPC分类号	C09K11/06 C07F1/12 C07F1/00 H01L51/30 H01L51/50		
CPC分类号	C09K11/06 C07F1/12 H01L51/5072 H01L51/5056 H01L51/5012 Y10S428/917 Y02B20/181 C07F1/00 C07F9/5045 C07H21/02 C09K2211/188 H01L51/0077 H01L51/0084 H01L51/5016 H05B33/14		
代理人(译)	床9 Hayounguk		
优先权	2002331555 2002-11-15 JP		
其他公开文献	KR1020050084624A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供磷光材料和聚合物磷光材料，其产生各种颜色的光，包括蓝色，绿色，黄色，橙色和红色，其可用于高性能多色有机发光EL器件，并且还提供有机发光器件材料。含有由下式(2)和(6)表示的金络合物(式中的符号如说明书中所述)，其中金与选自碳，氧和硫的至少一个原子和有机光键合-发光EL器件，包括发光层中的材料。

©KIPO & WIPO 2007

