



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2008년06월09일
(11) 등록번호 10-0835986
(24) 등록일자 2008년06월02일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2006-0045851

(22) 출원일자 2006년05월22일

심사청구일자 2006년05월22일

(65) 공개번호 10-2007-0112665

(43) 공개일자 2007년11월27일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020010099713 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

(주)그라셀

서울특별시 성동구 성수동2가 284-25

(72) 발명자

김성민

서울특별시 강서구 화곡8동 392-27 살렘하우스 102호

김봉옥

서울특별시 광진구 군자동 99번지 일성파크APT 101-801

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

권오식, 박창희

전체 청구항 수 : 총 6 항

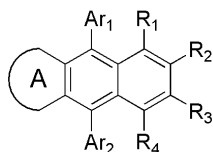
심사관 : 손창호

(54) 고효율의 방향족 발광 화합물 및 이를 채용하고 있는발광소자

(57) 요약

본 발명은 융합고리를 함유하는 하기 화학식 1로 표시되는 유기 발광 화합물 및 이를 포함하는 유기 발광 소자에 관한 것이다.

[화학식 1]



상기 화학식에서 A 고리는 2개 이상의 고리가 융합된 융합아릴기이며; Ar₁ 및 Ar₂는 서로 독립적으로 C₆-C₃₀의 아릴기이고; R₁ 내지 R₄는 서로 독립적으로 수소, C₁-C₂₀의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기 또는 알콕시기, C₆-C₃₀의 아릴 또는 헤테로아릴기, 할로젠기이며; 상기 융합아릴기, 아릴기, 헤테로아릴기, 알킬기, 알콕시기는 C₁-C₂₀의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기, 아릴기, 할로젠기로 더 치환될 수 있다. 본 발명에 따른 유기발광소자는 결정화가 적어 박막 안정성이 좋으며, 색순도가 양호하는 등 기존의 발광재료보다 우수한 EL 특성을 보이는 장점이 있다.

(72) 발명자

곽미영

서울 강남구 청담1동 65 진흥 APT 5-607

윤승수

서울특별시 강남구 수서동 삼익APT 405-1409

권혁주

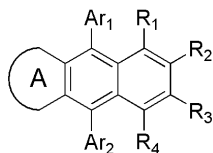
서울 동대문구 장안동 삼성래미안2차 224동 2001호

특허청구의 범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 유기 발광 화합물.

[화학식 1]

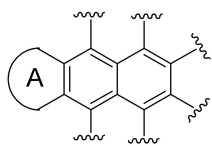


상기 화학식에서 A 고리는 2개 이상의 고리가 융합된 융합아릴기이며;

Ar₁ 및 Ar₂는 서로 독립적으로 C₆-C₃₀의 아릴기이고;

R₁ 내지 R₄는 서로 독립적으로 수소, C₁-C₂₀의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기 또는 알콕시기, C₆-C₃₀의 아릴 또는 헤테로아릴기, 할로겐기이며;

상기 융합아릴기, 아릴기, 헤테로아릴기, 알킬기, 알콕시기는 C₁-C₂₀의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기, 아릴기, 할로겐기로 더 치환될 수 있고;



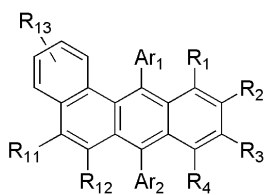
단, 는 나프타센 골격을 갖지 않는다.

청구항 2

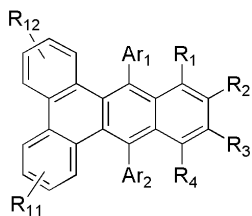
제 1 항에 있어서,

하기 화학식 3 내지 화학식 7로부터 선택되는 유기 발광 화합물.

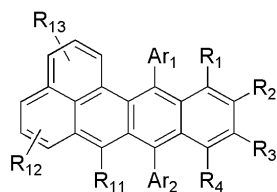
[화학식 3]



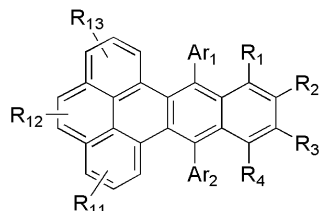
[화학식 4]



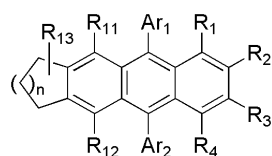
[화학식 5]



[화학식 6]



[화학식 7]



[상기 화학식 3 내지 화학식 7에서 Ar_1 , Ar_2 , R_1 , R_2 , R_3 및 R_4 는 상기 청구항 제1항의 화학식 1에서 정의한 바와 같으며, R_{11} 내지 R_{13} 은 서로 독립적으로 수소, C_1 - C_{20} 의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기 또는 알콕시기, C_6 - C_{30} 의 아릴 또는 헤테로아릴기, 할로젠기이며; n 은 1 내지 3이고; 알킬기, 알콕시기, 아릴기, 헤테로아릴기는 C_1 - C_{20} 의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기, 아릴기, 할로젠기로 더 치환될 수 있다.]

청구항 3

제 1 항에 있어서,

Ar_1 및 Ar_2 는 서로 독립적으로 페닐, 톨릴, 비페닐, 나프틸, 안트릴 및 플로레닐에서 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 발광 화합물.

청구항 4

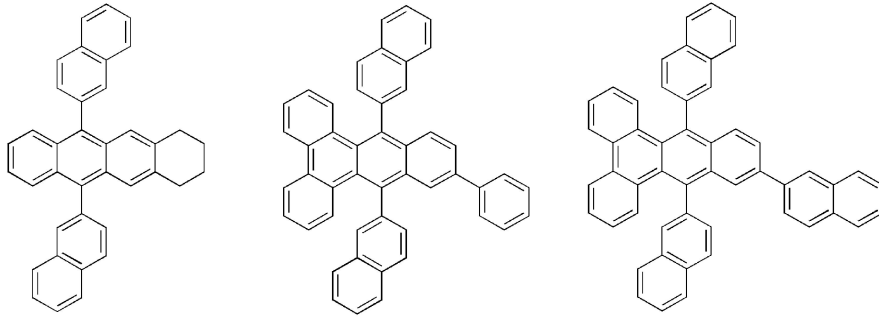
제 2 항에 있어서,

상기 R_1 내지 R_4 및 R_{11} 내지 R_{13} 은 서로 독립적으로 수소, 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, 부틸, 이소부틸, 펜틸, 헥실, 에틸헥실, 헵틸, 옥틸, 이소옥틸, 노닐, 데실, 도데실, 헥사데실, 페닐, 톨릴, 비페닐, 벤질, 나프틸, 안트릴 및 플로레닐에서 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 발광 화합물.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

하기 화합물로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 발광 화합물.



청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 따른 유기 발광 화합물을 포함하는 유기 발광 소자.

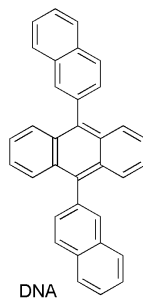
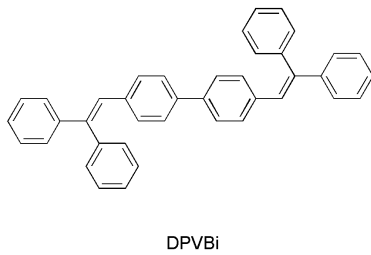
명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

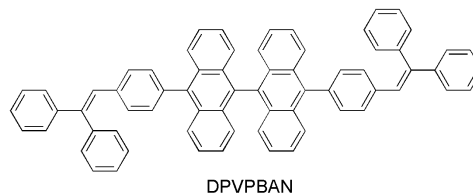
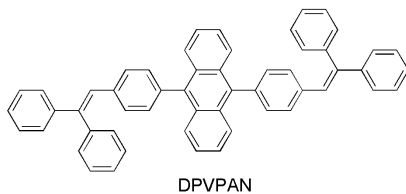
발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- <1> 최근에 정보화시대로 급속히 진입하면서 전자정보기기와 인간의 인터페이스 역할을 하는 디스플레이의 중요성이 더욱 커지고 있다. 새로운 평판 디스플레이 기술로서 OLED가 전세계적으로 활발하게 연구되고 있는데 이는 OLED가 자발광형으로 우수한 디스플레이 특성을 가질 뿐 아니라 소자 구조가 간단하여 제작이 용이하고 초박형, 초경량 디스플레이 제작이 가능하기 때문이다. OLED 소자는 일반적으로 금속으로 이루어진 음극과 양극사이에 여러 유기화합물의 박막층으로 구성되어 있는데 음극과 양극을 통해 주입된 전자와 정공이 각각 전자 주입층 및 전자 수송층, 정공 주입층 및 정공 수송층을 통해 발광층으로 전달되어 엑시톤을 형성하고 이렇게 형성된 엑시톤이 안정한 상태로 붕괴되면서 빛을 방출하게 된다. 이때 OLED 소자의 특성이 사용되는 유기 발광 화합물의 특성에 크게 의존하고 있으므로 발광재료에 대한 연구가 활발히 이루어지고 있다.
- <2> 발광재료는 기능적인 측면에서 호스트 재료와 도판트 재료로 구분될 수 있는데 일반적으로 EL 특성이 가장 우수한 소자 구조로는 호스트에 도판트를 도핑하여 발광층을 만드는 것으로 알려져 있다. 최근에 고효율, 장수명 유기 EL 소자의 개발이 시급한 과제로 대두되고 있는데, 특히 중대형 OLED 패널에서 요구하고 있는 EL 특성 수준을 고려해 볼때 기존의 발광재료에 비해 매우 우수한 재료의 개발이 시급한 실정이다. 이러한 측면에서 호스트 재료의 개발이 해결해야 할 가장 중요한 요소 중의 하나이다. 이때 유기 EL 소자에서 고체 상태의 용매 및 에너지 전달자 역할을 하는 호스트 물질의 바람직한 특성은 순도가 높아야하며, 진공증착이 가능하도록 적당한 분자량을 가져야 한다. 또한 유리 전이온도와 열분해온도가 높아 열적 안정성을 확보해야하며, 장수명화를 위해 높은 전기화학적 안정성이 요구되며, 무정형박막을 형성하기 용이해야 하며, 인접한 다른 층의 재료들과는 접착력이 좋은 반면 층간이동은 하지 않아야 한다.
- <3> 기존에 호스트 재료들이 많이 발표되었는데 대표적인 예로서는, 이테미쓰-고산의 디페닐비닐-비페닐 (DPVBi) 과 코닥의 디나프틸-안트라센 (DNA) 등이 있으나 효율이나 수명 및 색 순도 측면에서 많은 개선의 여지가 남아 있다.



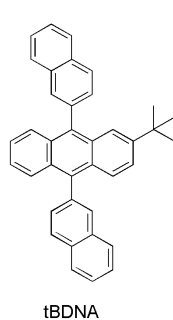
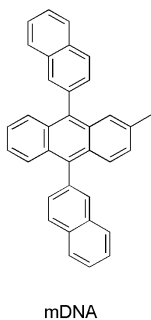
<4>

<5> 상기 DPVBi는 유리전이온도가 100°C 이하로 낮아 열적 안정성에 문제가 있어 이를 개선하기 위해 DPVBi의 비페닐 안쪽에 안트라센과 디안트라센을 도입한 DPVPAN과 DPVPBAN을 개발하여 유리전이온도를 105°C 이상으로 높여 열적 안정성을 강화시켰으나 색순도 및 발광효율은 만족할 만한 수준은 아니다.



<6>

<7> 또한 상기 DNA는 진공 증착을 통해 ITO 위에 형성된 박막을 원자현미경으로 관찰한 결과 박막 안정성이 떨어져 쉽게 결정화되는 현상이 발견되었다. 이런 현상은 소자의 수명에 나쁜 영향을 미치는 것으로 알려져 있는데 DNA의 이런 단점을 개선하기 위해 DNA의 2번 위치에 메틸기 또는 티-부틸기를 도입한 mDNA와 tBDNA을 개발하여 분자의 대칭성을 파괴하여 막 안정성을 향상시키려고 하였으나 역시 색순도 및 발광효율은 만족할 만한 수준은 아니다.



<8>

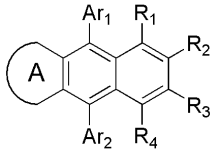
발명이 이루고자 하는 기술적 과제

<9> 본 발명의 목적은 기존의 호스트 재료보다 발광효율이 좋으며, 적절한 색좌표를 갖는 우수한 골격의 유기발광 화합물을 제공하는 것이며, 또한 결정화가 적어 박막 안정성이 좋은 유기발광 화합물을 제공하는 것이며, 또 다른 목적으로서 상기 유기 발광 화합물을 함유하는 표시소자를 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

<10> 본 발명은 하기의 화학식 1로 표시되는 융합고리를 함유하는 유기 발광화합물 및 이를 발광재료로서 채용하고 있는 유기발광소자(Organic Light Emitting Diode, OLED)에 관한 것이다.

<11> [화학식 1]

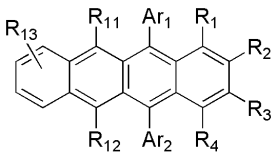


<12>

<13> [상기 화학식에서 A 고리는 2개 이상의 고리가 융합된 융합아릴기이며; Ar₁ 및 Ar₂는 서로 독립적으로 C₆-C₃₀의 아릴기이고; R₁ 내지 R₄는 서로 독립적으로 수소, C₁-C₂₀의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기 또는 알콕시기, C₆-C₃₀의 아릴 또는 헤테로아릴기, 할로젠기이며; 상기 융합아릴기, 아릴기, 헤테로아릴기, 알킬기, 알콕시기는 C₁-C₂₀의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기, 아릴기, 할로젠기로 더 치환될 수 있다.]

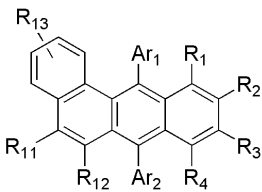
<14> 본 발명에 따른 유기 발광화합물은 상기 화학식 1에 있어서 A 고리가 2 개이상의 융합고리를 형성하는 것을 특징으로 하며, 구체적으로는 하기 화학식 2 내지 화학식 7로 예시될 수 있다.

<15> [화학식 2]



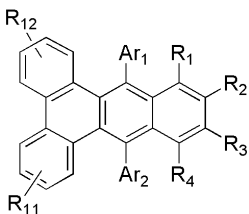
<16>

<17> [화학식 3]



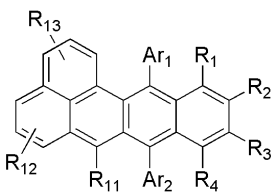
<18>

<19> [화학식 4]



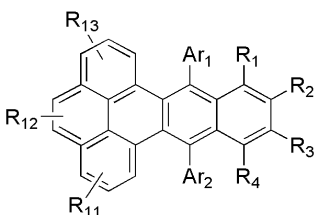
<20>

<21> [화학식 5]



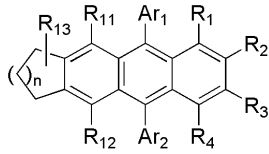
<22>

<23> [화학식 6]



<24>

<25> [화학식 7]

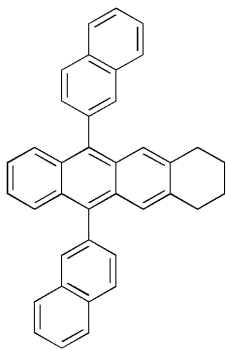


<26>

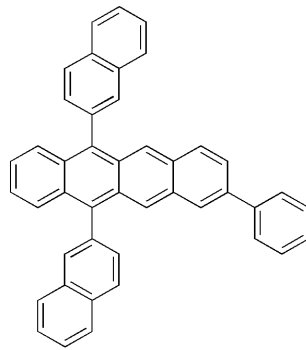
<27> [상기 화학식 2 내지 화학식 7에서 Ar₁, Ar₂, R₁, R₂, R₃ 및 R₄는 상기 화학식 1에서 정의한 바와 같으며, R₁₁ 내지 R₁₃은 서로 독립적으로 수소, C₁-C₂₀의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기 또는 알콕시기, C₆-C₃₀의 아릴 또는 헤테로아릴기, 할로겐기이며; n은 1 내지 3이고; 알킬기, 알콕시기, 아릴기, 헤테로아릴기는 C₁-C₂₀의 직쇄 또는 분지쇄의 알킬기, 아릴기, 할로겐기로 더 치환될 수 있다.]

<28> 상기 화학식 1 내지 화학식 7에서 Ar₁ 및 Ar₂는 서로 독립적으로 페닐, 톨릴, 비페닐, 나프틸, 안트릴 및 플로레닐로 예시될 수 있으며, 상기 R₁ 내지 R₄ 및 R₁₁ 내지 R₁₃은 서로 독립적으로 수소, 메틸, 에틸, 프로필, 이소프로필, 부틸, 이소부틸, 펜틸, 헥실, 에틸헥실, 헵틸, 옥틸, 이소옥틸, 노닐, 데실, 도데실, 헥사데실, 시클로펜틸, 시클로헥실, 페닐, 톨릴, 비페닐, 벤질, 나프틸, 안트릴 및 플로레닐을 포함한다.

<29> 본 발명에 다른 유기발광 화합물은 하기의 화합물로 예시될 수 있으나, 하기의 화합물이 본 발명을 한정하는 것은 아니다.

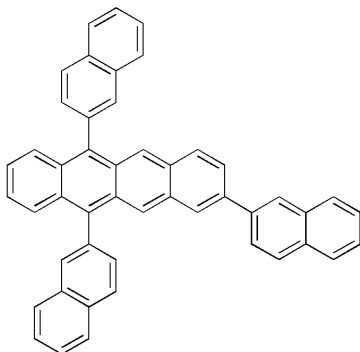


CYHDNA

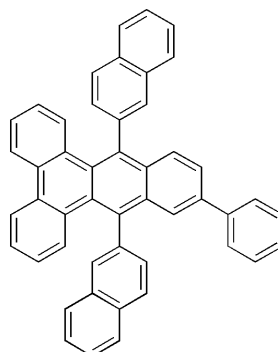


PHDNN

<30>

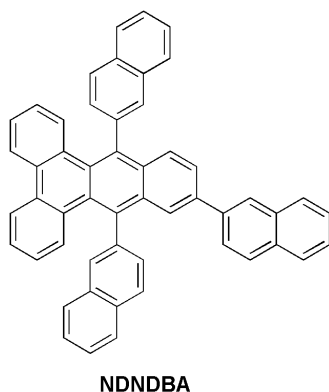


NDNN



PDNDBA

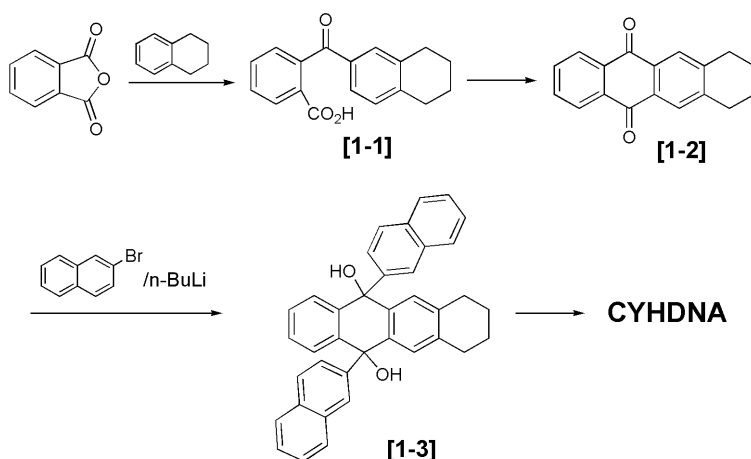
<31>



<32>

<33>

[제조예 1] CYHDNA의 제조



<34>

<35>

둥근바닥 플라스크에 디클로로메탄 70 mL와 알루미늄클로리드(Aluminum chloride) 15.8 g(118.8 mmol)을 넣고, 이소벤조퓨란-1,3-디온(isobenzofuran-1,3-dione) 8.0 g(54.0 mmol)과 1,2,3,4-테트라히드로나프탈렌(1,2,3,4-tetrahydronaphthalene) 8.8 mL(64.8 mmol)을 디클로로메탄 800 mL에 녹여 알루미늄클로리드(aluminum chloride)가 들어있는 플라스크에 천천히 가하였다. 25℃에서 24시간동안 교반 후 35% 염산 30 mL 얼음물 150 mL에 반응 혼합물을 천천히 첨가 하고 20분 더 교반시켰다. 반응 혼합물을 에틸 아세테이트 200 mL를 이용하여 추출하고 재결정한 후 건조하여 화합물[1-1] 10.6 g(37.8 mmol)을 얻었다.

<36>

화합물[1-1] 10.6 g(37.8 mmol), 알루미늄 클로리드(Aluminum chloride) 50.4 g (378.1 mmol)와 소듐클로리드(sodium chloride) 11.1 g(189.0 mmol)을 넣고 130℃에서 4시간동안 환류교반 시켰다. 반응물의 온도를 25℃로 내리고 테트라히드로퓨란 60 mL를 첨가하여 녹이고, 물 30 mL를 가하여 반응을 종료시켰다. 반응이 종료된 후 디클로로메탄 100 mL으로 추출하여 감압건조시켜 화합물[1-2] 3 g(11.4 mmol)을 얻었다.

<37>

2-브로모나프탈렌(2-bromo naphthalene) 8.5 g(40.9 mmol)을 테트라히드로퓨란 50 mL에 녹인 후 상기 2-브로모나프탈렌이 용해된 테트라히드로퓨란 50 mL에 n-부틸리튬(n-butyllithium, 2.5M solution in n-Hexane) 4.3 mL(45.7 mmol)을 -72℃에서 천천히 첨가하고 2시간동안 교반 후 화합물 [1-2] 3.0 g(11.4 mmol)을 가하고 실온에서 24시간동안 교반시켰다. 증류수 50 mL를 천천히 가하여 반응을 종료시킨 후 반응 혼합물을 테트라히드로퓨란 250 mL으로 추출, 감압 건조시켜 화합물[1-3]을 3.5 g(6.8 mmol)을 얻었다.

<38>

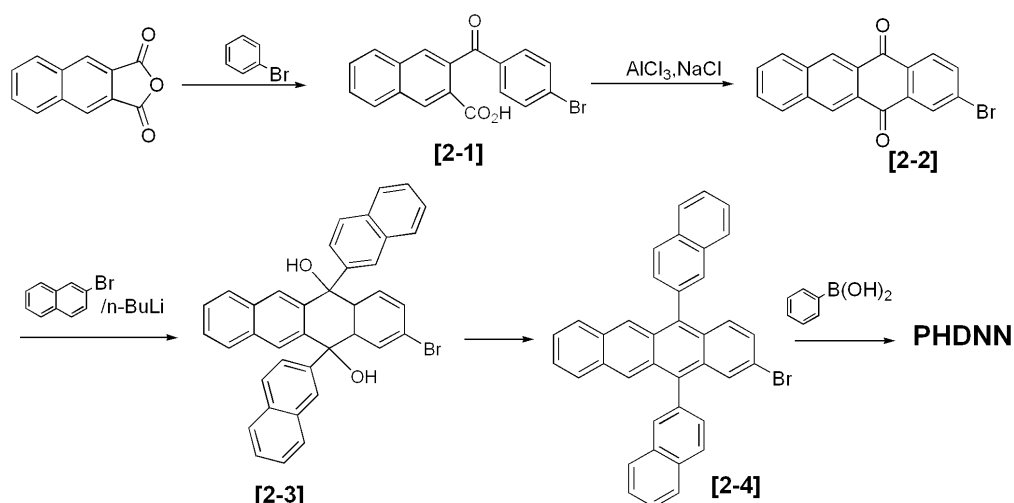
화합물 [1-3] 3.6 g(6.8 mmol)과 포타슘 아이오다이드(potassium iodide) 4.5 g(27.1 mmol), 소듐히드로포스피네이드(sodium hydrophosphinate) 5.8 g(54.6 mmol)을 아세트산(acetic acid) 30 mL와 디클로로메탄 10 mL 혼합 용액에 녹여 24시간 동안 환류교반 시켰다. 25℃으로 냉각시키고 물 20 mL를 천천히 가하여 반응을 종결시킨 다음 디클로로메탄 200 mL으로 추출하여 재결정한 후 건조하여 화합물 CYHDNA 2.8 g(5.8 mmol, 전체수율 11%)을 수득하였다.

<39>

^1H NMR(200 MHz, CDCl_3) : δ = 1.60(m, 4H), 2.85(m, 4H), 7.32(m, 6H), 7.40(t, 2H), 7.54(d, 2H), 7.67-7.73(m, 8H), 7.89(d, 2H)

<40> MS/FAB: 484.22(found), 484.63(calculated)

<41> [제조예 2] PHDNN의 제조



<42>

<43> 나프토(2,3-*C*)퓨란-1,3-다이온(naphtho(2,3-*C*)furan-1,3-dione) 10 g(50.5 mmol)과 1-브로모벤젠(1-bromobenzene) 9.5 g(60.5 mmol)을 사용하여 제조예 1과 유사한 방법으로 화합물 [2-1] 12.5 g(35.2 mmol)을 수득 하였다.

<44> 화합물 [2-1] 12.5g (35.2 mmol)과 알루미늄 클로리드(Aluminum chloride) 46.9 g(351.9 mmol)와 소듐클로리드(sodium chloride) 10.3 g(175.9 mmol)을 사용하여 제조예 1과 동일한 방법으로 화합물 [2-2] 3.6 g (10.6 mmol)을 수득하였다.

<45> 2-브로모나프탈렌(2-bromo naphthalene) 8.0 g(38.6 mmol), *n*-부틸리튬(*n*-butyllithium, 2.5M solution in *n*-Hexane) 3.9 mL(42.7 mmol)과 화합물 [2-2] 3.6 g(10.6 mmol)을 사용하여 제조예 1과 유사한 방법으로 화합물 [2-3] 3.8 g(6.4 mmol)을 얻었다.

<46> 상기 화합물 [2-3] 3.8 g(6.4 mmol), 포타슘 아이오다이드(potassium iodide) 4.2 g(25.3 mmol)과 소듐하이드로포스피네이트(sodium hydrophosphinate) 5.4 g(50.9 mmol)을 사용하여 <제조예1>의 방법으로 화합물 [2-4] 2.9 g(5.2 mmol)을 수득하였다.

<47> 화합물 [2-4] 2.9 g(5.2 mmol)과 페닐보론산(phenylboronic acid) 0.7 g(6.0 mmol) 톨루엔 30 mL와 에탄올 15 mL혼합용액에 녹이고 테트라키스팔라듐트리페닐포스핀($\text{Pd}(\text{Ph}_3)_4$) 0.2 g(1.7 mmol)과 2M 탄산나트륨 수용액 2.3 mL를 첨가하여 5시간동안 환류 교반시켰다. 상온으로 냉각시키고 물 15mL를 천천히 가해 반응을 종료시킨 후, 반응 혼합물을 디클로로메탄 300 mL으로 추출, 감압 건조하여 화합물 PHDNN 2.6 g(4.7 mmol, 전체 수율 9%)을 얻었다.

<48> ^1H NMR(200 MHz, CDCl_3): δ = 7.22-7.32(m, 9H), 7.48(d, 2H), 7.54(d, 3H), 7.67-7.73(m, 11H), 7.89(d, 3H)

<49> MS/FAB: 556.22(found), 556.69(calculated)

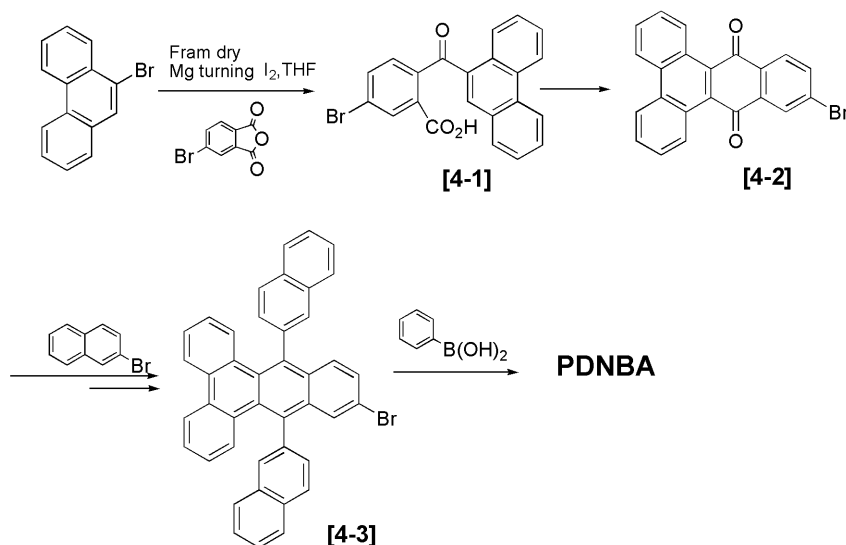
<50> [제조예 3] NDNN의 제조

<51> 화합물 [2-4] 2.9 g(5.2 mmol)과 나프탈렌보론산(phenylboronic acid) 1.1 g(6.4 mmol)을 사용한 것 이외에는 제조예 2와 동일한 방법으로 화합물 NDNN 3.0 g(4.9 mmol, 전체 수율 9%)을 수득하였다.

<52> ^1H NMR(200 MHz, CDCl_3): δ 7.32(m, 8H), 7.54(d, 4H), 7.67-7.73(m, 14H), 7.89(d, 4H)

<53> MS/FAB: 606.23(found), 606.75(calculated)

<54> [제조예 4] PDNBA의 제조



<55>

<56> 100 mL 둥근바닥 플라스크에 마그네슘 터닝(Mg turning) 1.7 g(70.1 mmol)을 넣고 소량의 I₂ 조각과 테트라히드로퓨란 10 mL를 넣었다. 9-브로모페난트렌(9-bromo -phenanthrene) 11 g(42.5 mmol)을 테트라히드로퓨란 10 mL에 녹여 0℃의 마그네슘이 들어있는 플라스크에 천천히 첨가한 후 25℃에서 30분동안 교반하였다. 여기에 5-브로모이소벤조퓨란-1,3-디온(5-bromoisobenzofurane-1,3-dione) 9.9 g(43.4 mmol)과 알루미늄클로리드(Aluminum chloride) 12.7 g(95.6 mmol)을 넣어 24시간동안 교반시켰다. 반응액을 1N 염산 수용액 150 mL에 천천히 가하여 30분간 교반한 후 디클로로메탄 200 mL으로 추출, 감압 건조하여 화합물[4-1] 11.4 g(28.2 mmol)을 얻었다.

<57> 화합물[4-1] 11.4 g(28.2 mmol)과 알루미늄 클로리드(Aluminum chloride) 37.9 g(284.4 mmol)와 소듐클로리드(sodium chloride) 8.3 g(142.2 mmol)을 사용하여 제조예 2의 방법으로 화합물 [4-2] 2.6 g(6.8 mmol)을 수득하였다.

<58> 2-브로모나프탈렌(2-bromo naphthalene) 5.1 g(24.6 mmol), n-부틸리튬(n-butyllithium, 2.5M in n-Hexane) 2.5 mL(27.3 mmol)과 화합물 [4-2] 2.6 g(6.8 mmol)을 사용하여 제조예 2의 방법으로 디히드록시 화합물 2.2 g(3.7 mmol)을 얻었다. 상기 디히드록시 화합물 2.2 g(3.7 mmol), 포타슘 아이오다이드(potassium iodide) 2.5 g(14.8 mmol)과 소듐히드로포스피네이트(sodium hydrophosphinate) 3.1 g(29.6 mmol)을 사용하여 제조예 3의 방법으로 화합물 [4-3] 1.95 g(3.2 mmol)을 수득하였다.

<59> 화합물 [4-3] 1.95 g(3.2 mmol)과 페닐보론산(phenylboronic acid) 470.7 mg(3.9 mmol) 테트라키스팔라듐트리페닐포스핀(Pd(Ph₃)₄) 0.2 g(1.7 mmol)과 2M 탄산나트륨 수용액 2.3 mL을 제조예 3과 동일한 방법으로 화합물 PDNBA 1.16 g(2.3 mmol 전체수율 5%)을 얻었다.

<60> ¹H NMR(200MHz, CDCl₃): δ = 7.22-7.32(m, 9H), 7.48-7.54(m, 7H), 7.73(d, 1H), 7.82-7.89(m, 5H), 8.12(d, 2H), 8.93(d, 2H)

<61> MS/FAB: 506.2(found), 506.63(calculated)

<62> [제조예 5] NDNDBA의 제조

<63> 제조예 4에서 제조된 화합물 [4-3] 1.95 g(3.2 mmol)과 나프탈렌보론산(naphthalene boronic acid) 664.0 mg(3.9 mmol), 테트라키스팔라듐트리페닐포스핀(Pd(Ph₃)₄) 0.2 g(1.7 mmol), 2M 탄산나트륨 수용액 2.3 mL, 톨루엔 30 mL와 에탄올 15 mL 혼합용액을 사용하여 제조예 5와 동일한 제조 방법을 이용하여 화합물 NDNDBA 1.2 g(2.2 mmol, 전체수율 5%)을 수득하였다.

<64> ¹H NMR(200 MHz, CDCl₃): δ = 7.22-7.32(m, 8H), 7.48-7.54(m, 6H), 7.67-7.89(m, 10H), 8.12(d, 2H), 8.93(d, 2H)

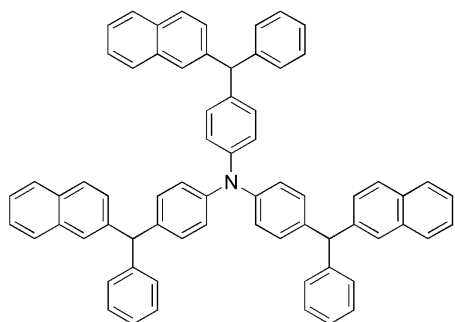
<65> MS/FAB: 556.22(found), 556.69(calculated)

<66> [실시예 1] 본 발명에 따른 화합물을 이용한 OLED 소자의 제조

<67> 본 발명의 발광 재료를 이용한 구조의 OLED 소자를 제작하였다.

<68> 우선, OLED용 글래스로부터 얻어진 투명전극 ITO 박막(15 $\Omega/\square$)을, 트리클로로에틸렌, 아세톤, 에탄올, 증류수를 순차적으로 사용하여 초음파 세척을 실시한 후, 이소프로판올에 넣어 보관한 후 사용하였다.

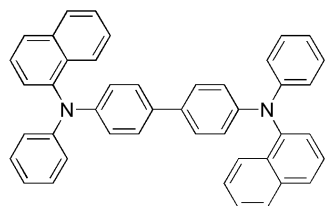
<69> 다음으로, 진공 증착 장비의 기판 폴더에 ITO 기판을 설치하고, 진공 증착 장비 내의 셀에 하기 구조의 4,4',4''-tris(N,N-(2-naphthyl)-phenylamino) triphenylamine (2-TNATA)을 넣고, 챔버 내의 진공도가 10⁻⁶ torr에 도달할 때까지 배기시킨 후, 셀에 전류를 인가하여 2-TNATA를 증발시켜 ITO 기판 상에 60 nm 두께의 정공주입층을 증착하였다.



2-TNATA

<70>

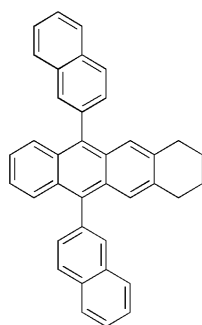
<71> 이어서, 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 하기구조 N,N'-bis(α-naphthyl)-N,N'-diphenyl-4,4'-diamine (NPB)을 넣고, 셀에 전류를 인가하여 NPB를 증발시켜 정공주입층 위에 20 nm 두께의 정공전달층을 증착하였다.



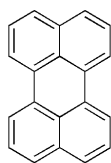
NPB

<72>

<73> 정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 그 위에 발광층을 다음과 같이 증착시켰다. 진공 증착 장비 내의 한쪽 셀에 본 발명에 따른 화합물(예 : 화합물 CYHDNA)을 넣고, 또 다른 셀에는 하기구조의 도판트 발광 재료를 각각 넣은 후, 증착 속도를 100:1 로 하여 상기 정공 전달층 위에 35 nm 두께의 발광층을 증착하였다.



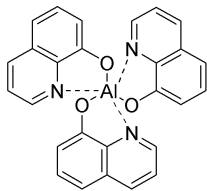
CYHDNA



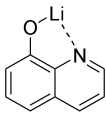
perylene

<74>

<75> 이어서 전자전달층으로써 하기 구조의 tris(8-hydroxyquinoline)-aluminum(III)(Alq)를 20 nm 두께로 증착한 다음, 전자주입층으로 하기 구조의 화합물 lithium quinolate (Liq)를 1 내지 2 nm 두께로 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극을 150 nm의 두께로 증착하여 OLED를 제작하였다.



Alq



Liq

<76>

<77>

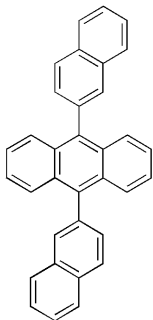
OLED 소자에 사용된 각 재료들은, 각각 10^{-6} torr 하에서 진공 승화 정제하여 OLED 발광재료로 사용하였다.

<78>

[비교예 1] 종래의 발광 재료를 이용한 OLED 소자를 제조

<79>

실시에 1과 동일한 방법으로 정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 상기 진공 증착 장비의 한쪽 셀에는 청색 발광 재료인 dinaphthylanthracene(DNA)을 넣고, 다른 셀에 다른 청색 발광 재료인 하기 구조의 perylene을 각 넣은 후, 증착 속도를 100:1 로 하여 상기 정공 전달층 위에 35 nm 두께의 발광층을 증착하였다.



DNA

<80>

<81>

이어서 실시에 1과 동일한 방법으로 전자전달층과 전자주입층을 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극을 150 nm의 두께로 증착하여 OLED를 제작하였다.

<82>

[실시에 2] 제조된 OLED 소자의 발광 특성

<83>

실시에 1과 비교예 1에서 제조된 본 발명에 따른 유기 발광 화합물과 종래의 발광 화합물을 함유하는 OLED 소자의 발광 효율을 각각 500 cd/m^2 및 $2,000 \text{ cd/m}^2$ 에서 측정하여 하기 표 1에 나타내었다. 특히 청색 발광 재료의 경우, 저휘도 영역과 패널에서 적용되는 휘도에서의 발광 특성이 매우 중요하므로 이를 반영하기 위하여 $2,000 \text{ cd/m}^2$ 정도 되는 휘도 데이터를 기준으로 하였다.

<84>

[표 1]

No.	발광재료 1	발광재료 2	EL peak (nm)	발광효율(cd/A)		색좌표		발광효율/Y
				@500cd/m ²	@2,000cd/m ²	X	Y	
1	CYHDNA	perylene	460,488	5.23	4.77	0.162	0.212	22.5
2	PHDNN	perylene	464,492	6.23	5.66	0.165	0.223	25.4
3	NDNN	perylene	464,492	6.12	5.60	0.165	0.225	24.9
4	PDNDBA	perylene	466,496	6.69	5.92	0.164	0.237	25.0
5	NDNDBA	perylene	466,498	6.70	5.81	0.164	0.235	24.7
비교예 1	DNA	perylene	456,484	4.45	3.62	0.160	0.200	22.3

<85>

<86>

상기 표 1에 나타난 바와 같이, 양자 효율과 유사한 경향을 나타내는 “발광효율/Y” 값을 기준으로, 널리 알려져 있는 종래의 발광재료인 DNA:perylene를 함유하는 OLED 소자인 비교예와 본 발명에 따른 유기 발광 화합물들을 발광재료로 사용한 OLED 소자를 비교하였을 때 본 발명에 따른 유기 발광 화합물을 발광재료로 사용한 OLED 소자가 더 높은 “발광효율/Y” 값을 나타내었다.

발명의 효과

<87>

본 발명에 따른 유기 발광 화합물은 발광효율이 좋고 재료의 수명특성이 뛰어나 소자의 구동수명이 매우 양호한 OLED 소자를 제조할 수 있는 장점이 있다.

专利名称(译)	高效芳族发光化合物和使用其的发光元件		
公开(公告)号	KR100835986B1	公开(公告)日	2008-06-09
申请号	KR1020060045851	申请日	2006-05-22
申请(专利权)人(译)	宇预支給显示器材料有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	宇预支給显示器材料有限公司		
[标]发明人	KIM SUNG MIN 김성민 KIM BONG OK 김봉옥 KWAK MI YOUNG 광미영 YOON SEUNG SOO 윤승수 KWON HYUCK JOO 권혁주		
发明人	김성민 김봉옥 광미영 윤승수 권혁주		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	昌熙园		
其他公开文献	KR1020070112665A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及由下式(1)表示的含有稠环的有机发光化合物和包含该有机发光化合物的有机发光器件。[公式1] 其中A环是稠合的芳基，其中两个或多个环稠合；Ar₁和Ar₂彼此独立地为C₆-C₃₀的芳基；R₁至R₄独立地表示氢，C₁-C₂₀直链或支链烷基或烷氧基，C₆-C₃₀的芳基或杂芳基，或卤素基团；稠合芳基，芳基，杂芳基，烷基和烷氧基可以进一步被C₁-C₂₀直链或支链烷基，芳基或卤素基团取代。根据本发明的有机发光材料具有显示出优于常规发光材料的EL特性的优点，例如低结晶度和良好的薄膜稳定性和良好的色纯度。有。

