

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 (43) 공개일자	10-2010-0131068 2010년12월15일
(51) Int. Cl. <i>C09K 11/06</i> (2006.01) (21) 출원번호 (22) 출원일자 심사청구일자	10-2009-0049754 2009년06월05일 2009년06월05일	(71) 출원인 (주)아이티켄 (72) 발명자 임동수 고진필	충북 청원군 오창면 각리 641-1 벤처플라자 306 대전 서구 탄방동 55-16 충북 청원군 오창면 양청리 774-2 (뒷면에 계속)
	(74) 대리인 김원준		

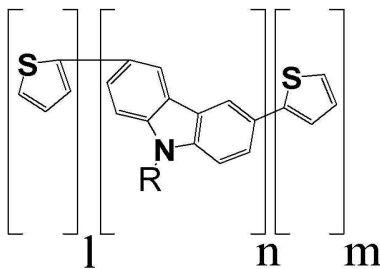
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 티오펜일 카바졸계 화합물 및 이를 이용한 유기전기발광 소자

(57) 요약

본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 티오펜일 카바졸계 화합물 및 이를 이용한 유기 전기발광(EL) 소자에 관한 것이다.

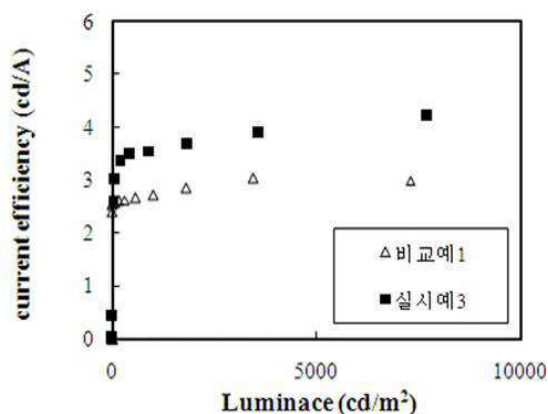
[화학식 1]



상기 화학식 1에서, R은 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 치환되지 않은 알킬기, 6 내지 50개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 치환되지 않은 방향족기를 나타내고, 1은 0~3의 정수이며, n과 m은 각각 1~3인 정수이다.

화학식 1의 티오펜일 카바졸계 화합물을 이용함으로써, 기존의 유기 전기발광 소자의 정공주입 물질의 문제점인 낮은 정공주입특성의 문제점을 해결하여, 소자의 구동전압을 낮출 수 있을 뿐 아니라, 발광 효율이 우수한 안정적이고 고효율의 유기 전기발광 소자를 제공할 수 있다.

대표도 - 도7



(72) 발명자

김홍민

충북 청주시 흥덕구 산남동 산남퀸덤아파트
109-205

오재원

충북 청주시 흥덕구 개신동 1-30 정수빌라 101호

박영은

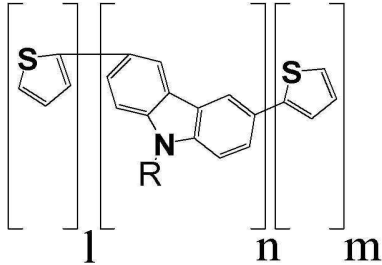
충북 청주시 흥덕구 사창동 사창대원칸타빌아파트
111-1304

특허청구의 범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 화합물인 유기 전기발광 소자용 화합물:

[화학식 1]



상기 화학식 1에서, R은 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 치환되지 않은 알킬기, 6 내지 50개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 치환되지 않은 방향족기를 나타내고,

1은 0~3의 정수이며, n과 m은 각각 1~3인 정수이다.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 치환 또는 비치환된 핵 탄소수 6 내지 50의 방향족기는 페닐기, 1-나프틸기, 2-나프틸기, 1-안트릴기, 2-안트릴기, 9-안트릴기, 1-페난트릴기, 2-페난트릴기, 3-페난트릴기, 4-페난트릴기, 9-페난트릴기, 1-나프타센일기, 2-나프타센일기, 9-나프타센일기, 1-피렌일기, 2-피렌일기, 4-피렌일기, 2-바이페닐일기, 3-바이페닐일기, 4-바이페닐일기, *p*-터페닐-4-일기, *p*-터페닐-3-일기, *p*-터페닐-2-일기, *m*-터페닐-4-일기, *m*-터페닐-3-일기, *m*-터페닐-2-일기, *o*-톨릴기, *m*-톨릴기, *p*-톨릴기, *p*-*tert*-뷰틸페닐기, *p*-(2-페닐프로필)페닐기, 3-메틸-2-나프틸기, 4-메틸-1-나프틸기, 4-메틸-1-안트릴기, 4-메틸바이페닐일기 및 4-*tert*-뷰틸-*p*-터페닐-4-일기로 이루어진 군으로부터 선택되는 어느 하나인 유기 전기발광 소자용 화합물.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 치환 또는 비치환된 탄소수 1 내지 20의 알킬기는 메틸, 에틸, *n*-프로필, *n*-펜틸기, *n*-뷰틸, *n*-헥실기, *n*-헵틸기, *n*-옥틸기, *n*-데카닐, *n*-에이코사닐 아이소프로필기, *sec*-뷰틸기, 아이소뷰틸기, *tert*-뷰틸기, 하이드록시메틸기, 1-하이드록시에틸기, 2-하이드록시에틸기, 2-하이드록시아이소뷰틸기, 1,2-다이하이드록시에틸기, 1,3-다이하이드록시아이소프로필기, 2,3-다이하이드록시-*tert*-뷰틸기, 1,2,3-트라이하이드록시프로필기, 클로로메틸기, 1-클로로에틸기, 2-클로로에틸기, 2-클로로아이소뷰틸기, 1,2-다이클로로에틸기, 1,3-다이클로로아이소프로필기, 2,3-다이클로로-*tert*-뷰틸기, 1,2,3-트라이클로로프로필기, 브로모메틸기, 1-브로모에틸기, 2-브로모에틸기, 2-브로모아이소뷰틸기, 1,2-다이브로모에틸기, 1,3-다이브로모아이소프로필기, 2,3-다이브로모-*tert*-뷰틸기, 1,2,3-트라이브로모프로필기, 아이오도메틸기, 1-아이오도에틸기, 2-아이오도에틸기, 2-아이오도아이소뷰틸기, 1,2-다이아이오도에틸기, 1,3-다이아이오도아이소프로필기, 2,3-다이아이오도-*tert*-뷰틸기, 1,2,3-트라이아이오도프로필기, 아미노메틸기, 1-아미노에틸기, 2-아미노에틸기, 2-아미노아이소뷰틸기, 1,2-다이아미노에틸기, 1,3-다이아미노아이소프로필기, 2,3-다이아미노-*tert*-뷰틸기, 1,2,3-트리아미노프로필기, 사이아노메틸기, 1-사이아노에틸기, 2-사이아노에틸기, 2-사이아노아이소뷰틸기, 1,2-다이스아미노에틸기, 1,3-다이스아미노아이소프로필기, 2,3-다이스아미노-*tert*-뷰틸기, 1,2,3-트리아미노프로필기, 나이트로메틸기, 1-나이트로에틸기, 2-나이트로에틸기, 2-나이트로아이소뷰틸기, 1,2-다이나이트로에틸기, 1,3-다이나이트로아이소프로필기, 2,3-다이나이트로-*tert*-뷰틸기 및 1,2,3-트리아이나이트로프로필기로 이루어진 군으로부터 선택되는

하나인 유기 전기발광 소자용 화합물.

청구항 4

제 1 전극, 제 2 전극 및 상기 제 1 전극과 제 2 전극 사이에 형성되는 적어도 하나의 발광층을 갖는 단층 또는 복수층의 유기층을 포함하는 유기 전기발광 소자에 있어서,

상기 유기층이 제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 기재된 유기 전기발광 소자용 화합물을 포함하는 유기 전기발광 소자.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 유기층이 정공주입층인 것을 특징으로 하는 유기 전기발광 소자.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 티오펜일 카바졸계 화합물 및 이를 이용한 유기 전기발광(EL) 소자에 관한 것으로, 보다 상세하게는 정공 주입물질로서 기존 유기발광소자의 정공주입 특성을 향상시켜 낮은 구동 전압과 높은 효율을 나타내게 할 수 있는 티오펜일 카바졸계 화합물 및 이를 이용한 유기 전기발광 소자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기 전기발광 소자는 기존 디스플레이에 비하여 구조가 간단하여 제조 공정상 다양한 장점이 있으며, 높은 휘도 및 시야각 특성이 우수하고 백라이트가 불필요하여 경량 및 박형이 가능하다. 또한 응답속도가 빠르고 구동 전압이 낮으며 색 재현 범위가 넓어 디스플레이로서 적용되고 있으며, 최근에는 높은 광량 및 우수한 효율 등의 특성으로 인하여 광원으로로서 사용되도록 활발하게 개발이 진행되고 있다.

[0003] 유기 전기발광 소자는 일반적으로 두개의 전극 사이에 유기물을 포함하는 층으로 구성되어 있다. 유기물 층은 발광층과 발광층으로 정공 및 전자의 전달을 도와주는 보조층 들로 구성된다. 보조층으로는 정공 전달을 위한 정공주입층 및 정공수송층과 전자 전달을 위한 전자수송층이 있다. 유기 전기발광 소자의 특성은 발광층 물질의 특성 뿐 아니라 보조층인 정공주입층, 정공수송층 및 전자수송층 물질의 특성에 크게 의존한다.

[0004] 유기 전기발광 소자에 전기장이 가해지면 양극으로부터 정공이 주입되고 음극으로부터 전자가 주입되며, 주입된 정공과 전자는 발광층에서 재조합하여 발광여기자(exitons)를 형성한다. 발광여기자는 바닥상태(ground state)로 전이하며 빛을 방출한다. 정공주입층은 양극의 가장 가까이에 위치하며 양극으로부터 형성된 정공이 발광층으로 용이하게 들어갈 수 있도록 하는 보조층으로, 유기 전기발광 소자의 구동전압이나 발광효율에 영향을 미친다.

[0005] 기존의 유기 발광 소자의 정공주입 물질로서 다양한 구조의 화합물들이 이미 알려져 있다. 이 중 대표적인 물질로 방향족 아민 구조를 포함하는 화합물, copper phthalocyanine 유도체 화합물, hexaazatriphenylene 유도체 화합물 등이 알려져 있다. 그러나, 종래기술에 의한 정공주입층 물질들은 유기 전기발광 소자에서 발광 효율 및 구동전압 등 우수한 정공주입 특성을 구현하지 못하는 문제점이 있으며, 보다 우수한 특성을 갖는 정공주입층 물질의 개발이 요구되고 있다. 또한 기존 재료들 중 copper phthalocyanine 계열이나, hexaazatriphenylene 물질들은 결정화 등의 문제로 인하여 공정성이 매우 저하되는 문제점이 있으므로 이를 개

선하기 위한 새로운 화합물의 개발이 요구되고 있다.

발명의 내용

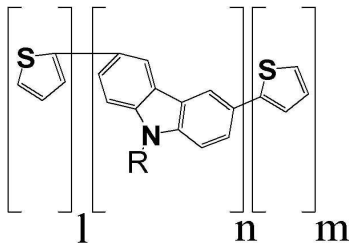
해결 하고자하는 과제

- [0006] 본 발명은 이와 같은 기존의 유기 전기발광 소자가 갖는 높은 구동전압과 낮은 효율의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 정공주입 특성이 우수한 티오펜일 카바졸계 화합물을 제공하는 것을 목적으로 한다.
- [0007] 또한, 본 발명은 티오펜일 카바졸계 화합물을 정공주입층 물질로 사용하여 구동전압이 낮고 발광 효율이 우수한 유기 전기발광 소자를 제공하는 것을 또 다른 목적으로 한다.

과제 해결수단

- [0008] 진술한 목적을 달성하기 위한 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 티오펜일 카바졸계 화합물에 관한 것이다.

- [0009] [화학식 1]



- [0010]
- [0011] 상기 화학식 1에서, R은 1 내지 20개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 치환되지 않은 알킬기, 6 내지 50개의 탄소 원자를 갖는 치환되거나 치환되지 않은 방향족기를 나타내고,
- [0012] 1은 0~3의 정수이며, n과 m은 각각 1~3인 정수이다.
- [0013] 보다 구체적으로, 각 치환기의 예는 다음과 같다.
- [0014] 치환 또는 비치환된 탄소수 1 내지 20의 알킬기,
- [0015] 상기 R의 치환 또는 비치환된 탄소수 1 내지 20의 알킬기, 치환기는 할로젠 원자, 시아노기, 나이트로기, 알콕시기로 동일하거나 상이한 치환기가 단일 또는 다중으로 치환될 수 있다.
- [0016] 치환 또는 비치환된 핵 탄소수 6 내지 50의 방향족기
- [0017] 상기 R의 치환 또는 비치환된 핵 탄소수 6 내지 50의 방향족기에서, 치환기로 상기 "치환기군"에서 선택된 동일하거나 상이한 치환기가 단일 또는 다중으로 치환될 수 있다. 치환 또는 비치환된 핵 탄소수 6 내지 50의 방향족기로서의 구체적인 예로서는, 페닐기, 1-나프틸기, 2-나프틸기, 1-안트릴기, 2-안트릴기, 9-안트릴기, 1-페난트릴기, 2-페난트릴기, 3-페난트릴기, 4-페난트릴기, 9-페난트릴기, 1-나프타센일기, 2-나프타센일기, 9-나프타센일기, 1-피렌일기, 2-피렌일기, 4-피렌일기, 2-바이페닐일기, 3-바이페닐일기, 4-바이페닐일기, *p*-터페닐-4-일기, *p*-터페닐-3-일기, *p*-터페닐-2-일기, *m*-터페닐-4-일기, *m*-터페닐-3-일기, *m*-터페닐-2-일기, *o*-톨릴기, *m*-톨릴기, *p*-톨릴기, *p*-*tert*-뷰틸페닐기, *p*-(2-페닐프로필)페닐기, 3-메틸-2-나프틸기, 4-메틸-1-나프틸기, 4-메틸-1-안트릴기, 4'-메틸바이페닐일기 또는 4"-*tert*-뷰틸-*p*-터페닐-4-일기 등을 들 수 있다.
- [0018] 본 발명의 다른 일 양태는 상기 티오펜일 카바졸계 화합물을 정공수송 물질로 함유하는 유기 전기발광 소자에

관한 것이다. 유기 전기발광 소자의 구조는 종래 기술에서 널리 알려져 있으므로, 당업자라면 종래 기술을 참조하여 본 발명의 티오펜일 카바졸계 화합물을 사용하여 정공주입층을 형성한 유기 전기발광 소자를 다양한 형태로 용이하게 구성할 수 있을 것이다.

[0019] 일 예로 본 발명에 의한 화학식 1의 화합물을 정공주입 물질로 이용한 유기 전기발광 소자는 도 1과 같은 구조로 실현될 수 있다. 즉, 일 실시예에 의한 유기 전기발광 소자는 양극(110), 정공주입층(120), 정공수송층(130), 발광층(140), 전자수송층(150) 및 음극(160)이 순차적으로 적층된 구조로 이루어진다. 이때, 필요에 따라 정공수송층(130) 또는 전자수송층(150)은 생략될 수도 있다. 또한, 상기 (120)~(150)의 유기층 이외에 전자주입층, 정공저지층, 또는 전자저지층을 일부 또는 전부 별도로 적층시켜 유기 전기발광 소자의 발광효율을 향상시킬 수도 있다.

[0020] 전자수송층에는 공지의 전자수송물질, 예를 들면 트리스(9-하이드록시퀴놀린) 알루미늄(AlQ3), 2,5-디아릴 실롤유도체(PyPySPyPy), 퍼플루오로네이티드 화합물(PF-6P), Octasubstituted cyclooctatetraene 화합물(COTs) 등을 혼합하여 사용할 수도 있다.

[0021] 정공수송 물질로서는 광전도성 재료 중에서 정공수송물질로서 통상적으로 사용되는 재료 및 유기 EL 소자의 정공수송층 형성에 사용되는 공지된 재료로부터 임의로 선택하여 사용할 수 있다. 예를 들면, N,N'-디페닐-N,N'-디(3-메틸페닐)-4,4'-디아미노비페닐(TPD), N,N'-디페닐-N,N'-디나프틸-4,4'-디아미노비페닐, N,N,N'-테트라-p-톨릴-4,4'-디아미노비페닐, N,N,N'-테트라페닐-4,4'-디아미노비페닐, 주쇄 또는 측쇄내에 방향족 3차아민을 갖는 중합체, 1,1-비스(4-디-p-톨릴아미노페닐)시클로헥산, N,N,N-트리(p-톨릴)아민, 4, 4', 4'-트리[N-(3-메틸페닐)-N-페닐아미노]트리페닐아민과 같은 트리아릴아민 유도체 등을 들 수 있다.

[0022] 본 발명의 유기 전기발광 소자에 사용되는 발광재료로서는 공지된 발광재료, 예를 들면 축광 형광재료, 형광증백제, 레이저 색소, 유기 신틸레이터 및 형광분석용 시약을 사용할 수 있다. 구체적으로는, AlQ3, 안트라센, 페난트렌, 피렌, 루브렌 및 퀴나크리돈과 같은 폴리아로마틱 화합물, 쿼터페닐과 같은 올리고페닐렌 화합물, 1,4-비스(2-메틸스티릴)벤젠, 1,4-비스(4-메틸스티릴)벤젠, 1,4-비스(4-메틸-5-페닐-2-옥사졸릴)벤젠, 1,4-비스(5-페닐-2-옥사졸릴)벤젠, 2,5-비스(5-t-부틸-2-벤즈옥사졸릴)티오펜, 1,4-디페닐-1,3-부타디엔, 1,6-디페닐-1,3,5-헥사트리엔, 1,1,4,4-테트라페닐-1,3-부타디엔과 같은 액체신틸레이션용 신틸레이터, 쿠마린 색소, 디시아노메틸렌피란 색소, 디시아노메틸렌티오피란 색소, 폴리메틴 색소, 옥소벤즈안트라센 색소, 크산텐 색소, 카르보스티릴 색소, 페릴렌 색소, 옥사진 화합물, 스틸벤 유도체, 스피로 화합물, 옥사디아졸 화합물 등을 들 수 있다.

[0023] 본 발명의 유기 EL 소자를 구성하는 각 층은 진공증착, 스펀코팅 또는 캐스팅과 같은 공지된 방법을 통하여 박막으로 형성시키거나, 각 층에서 사용되는 재료를 이용하여 제조할 수 있다. 이들 각 층의 막두께에 대해서는 특별한 제한은 없으며, 재료의 특성에 따라 알맞게 선택할 수 있으나, 보통 2nm 내지 5000nm의 범위에서 결정될 수 있다.

[0024] 본 발명의 따른 화학식 1의 화합물은 진공증착법에 의하여 형성될 수 있으므로, 박막형성공정이 간편하고, 핀홀(pin hole)이 거의 없는 균질한 박막으로 용이하게 얻을 수 있는 장점이 있다.

[0025] 본 발명의 일 실시예에 의한 유기 전기발광 소자는 표준 소자 구조인 ITO/DNTPD(10 nm)/NPD(50 nm)/Alq3(40 nm)/LiF/Al 녹색 형광 소자에 비해 높은 발광효율과 낮은 구동 전압을 나타내었다.

효 과

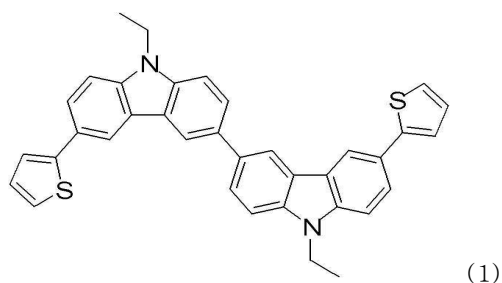
[0026] 이상과 같이 본 발명에 의하면 화학식 1의 티오펜일 카바졸계 화합물을 이용함으로써, 기존의 유기 전기발광 소자의 정공주입 물질의 문제점인 낮은 정공주입특성의 문제점을 해결하여, 소자의 구동전압을 낮출 수 있을 뿐만 아니라, 발광 효율이 우수한 안정적이고 고효율의 유기 전기발광 소자를 제공할 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0027] 이하 첨부한 도면과 실시예를 통하여 본 발명을 상세하게 설명한다. 이하에서 본 발명의 대표적 화합물의 예 (1), (2), (3)만을 예시하였지만, 이들은 예시적인 목적일 뿐 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

[0028] **제조예 : 티오펜일 카바졸계 화합물의 제조**

[0029] **제조예 1 : 화합물 (1)의 제조**



[0030]

[0031] 1) 9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸의 제조

[0032] 9-카바졸 5 g에 테트라하이드로퓨란 50 mL를 넣고 녹인 후 아이언 클로라이드 8.3 g을 넣고 온도를 상온으로 유지시키며 16시간 동안 교반하였다. 반응이 완료된 후 물과 메틸렌클로라이드 각 100mL씩을 넣고 교반한 후 유기층을 분리하고 감압 농축하였다. 농축잔사를 컬럼 크로마토그래피에 의해 정제하여 9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸을 얻었고 수율은 70%이다.

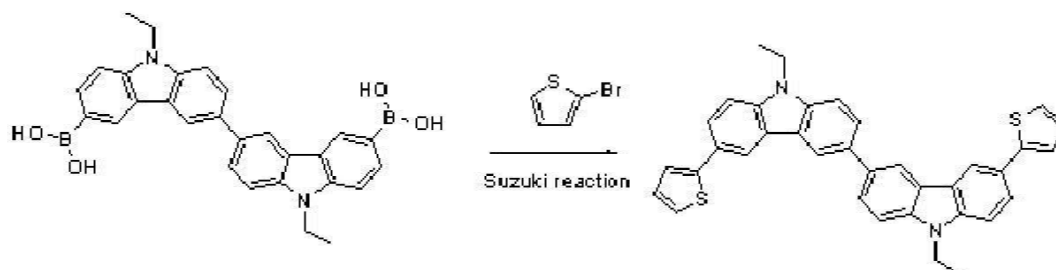
[0033] 2) 6,6'-다이브로모-9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸의 제조

[0034] 1)에서 제조한 9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸 2g에 10mL의 사염화탄소를 넣고 녹인 후 브로민을 2당량을 넣고 상온을 유지하면서 12시간 반응하였다. 반응이 완료되면 물을 100mL 넣고 추출하여 유기층을 감압 농축하였다. 감압 농축에 의해 얻어진 고체를 컬럼크로마토그래피에 의해 정제하고 에틸 아세테이트와 헥산을 이용하여 재결정을 하여 수율 92%의 6,6'-다이브로모-9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸을 얻었다.

[0035] 3) 9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸-6,6'-다이보로닉엑시드의 제조

[0036] 2)에서 얻은 6,6'-다이브로모-9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸 1당량에 테트라하이드로퓨란 50 mL를 넣고 영하 78℃로 냉각하였다. 부틸리튬 2.6당량을 천천히 적가하고, 온도를 유지시켜주며 2시간 동안 교반하였다. 반응액에 트리에틸보레이트 2.6당량을 다시 천천히 적가한 후 상온으로 올려주었다. 상온에서 추가로 1시간 교반하여 반응이 완료되면, 2N 염산 50mL를 넣고 3시간 동안 교반하여 반응을 종결시켰다. 반응액에 추출용매 에틸 아세테이트와 물을 각각 100mL를 넣고 추출하여 유기층을 분리한 후 감압농축하였다. 농축 잔사를 헥산을 이용하여 재침전시켜 70%의 9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸-6,6'-다이보로닉엑시드를 얻었다.

[0037] 4) 화합물 (1)의 제조



[0038]

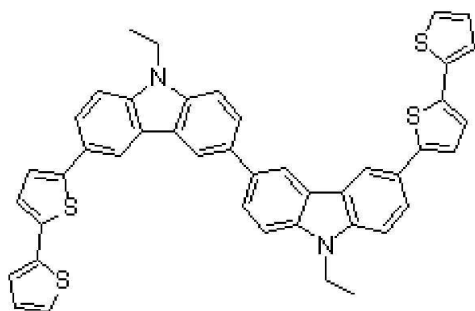
[0039] 테트라하이드로퓨란 30 mL에 2-브로모티오펜 1당량, 9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸-6,6'-다이보로닉엑시드 1.2

당량, 팔라듐 촉매 5 mol%를 넣고 환류하면서 12시간 반응하였다. 반응이 완료되면, 물과 메틸렌 클로라이드를 각 100mL 씩을 넣고 추출하여 유기층을 감압 농축하고 농축잔사를 컬럼 크로마토그래피에 의해 정제하여 노란색 고체를 얻었다. 수율은 약 92%이다.

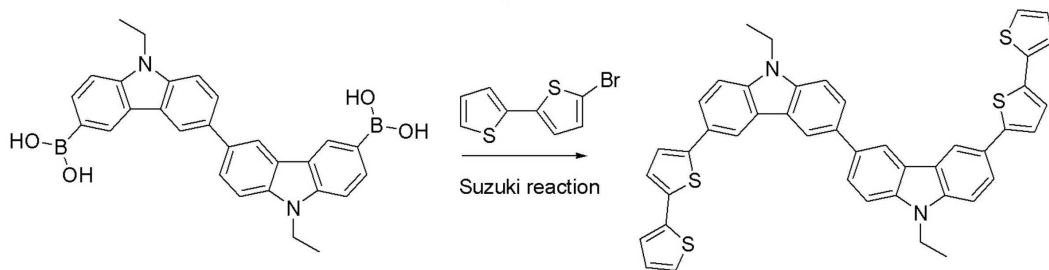
[0040] 핵자기 공명분석 분석자료는 아래와 같았다.

[0041] ^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ 8.43-7.12(m, 18H), 4.46-4.29(q, 4H), 1.67-1.37(t, 6H).

[0042] **제조예 2 : 화합물 (2)의 제조**



(2)



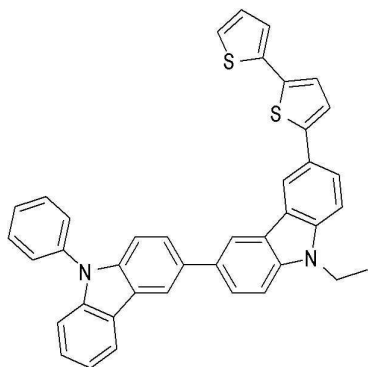
[0044]

[0045] 테트라하이드라퓨란 30 mL에 5-브로모-2,2'-티오펜 1당량, 제조예 1에서 제조한 중간체인 9,9'-다이에틸-3,3'-바이카바졸-6,6'-다이보로닉엑시드 1.2 당량, 팔라듐 촉매 5 mol%를 넣고 환류하면서 12시간 반응하였다. 반응이 완료되면, 물과 메틸렌클로라이드를 각 100mL 씩을 넣고 추출하여 유기층을 감압 농축하고 농축잔사를 컬럼 크로마토그래피에 의해 정제하여 64%의 노란색 고체를 얻었다.

[0046] 핵자기 공명분석 분석자료는 아래와 같았다.

[0047] ^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ 8.48-7.02(m, 22H), 4.46-4.39(q, 4H), 1.67-1.47(t, 6H).

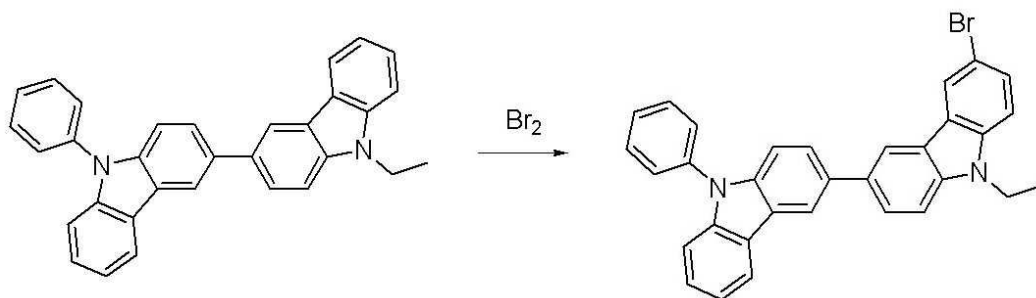
[0048] **제조예 3 : 화합물 (3)의 제조**



(3)

[0049]

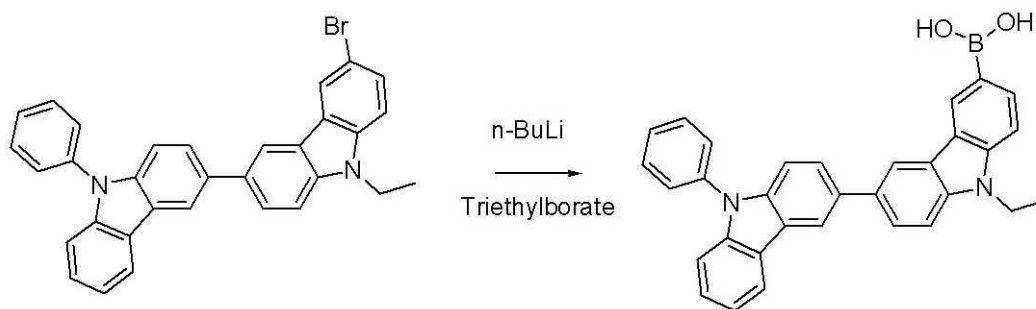
[0050] 1) 9-페닐-9'-에틸-6'-브로모-3,3'-바이카바졸의 제조



[0051]

[0052] 9-페닐-9'-에틸-3,3'-바이카바졸 1당량을 사염화탄소 200mL를 넣고 녹였다. 이 용액에 브롬 1당량을 넣고 온도를 상온으로 유지시키면서 4시간 동안 교반하였다. 4시간 후 물 200mL를 넣고 추출한 후 감압농축하여 유기용매를 제거하였다. 농축 후 생성된 고체를 컬럼크로마토그래피를 이용하여 정제하고 에틸아세테이트와 헥산 혼합용액에서 재결정하여 65%의 수율로 중간체를 얻었다.

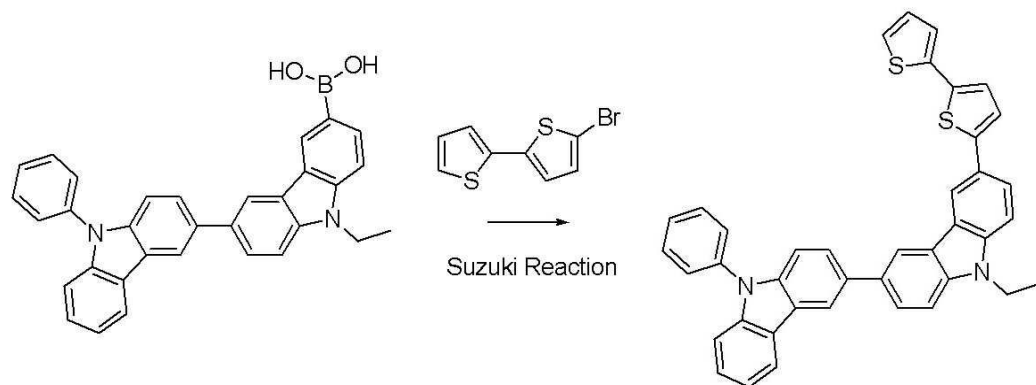
[0053] 2) 9-페닐-9'-에틸-3,3'-바이카바졸-6'-보로닉엑시드의 제조



[0054]

[0055] 1)에서 얻은 중간체 1당량에 테트라하이드로퓨란 50mL를 넣고 온도를 영하 78℃로 냉각시켰다. 그 후, n-부틸리튬 1.3당량을 천천히 적가시켜 주었다. 온도를 유지시키며 2시간 동안 반응시킨 후 트리에틸보레이트 1.3당량을 다시 천천히 적가하고 상온으로 서서히 온도를 올려주었다. 6시간 동안 반응을 진행시킨 후 2N 염산 50mL를 넣고 상온에서 3시간 교반하고, 에틸아세테이트 200mL를 이용하여 추출한 후 용매를 제거한 다음 헥산으로 재결정하여 89%의 수율로 합성물을 얻었다.

[0056] 3) 화합물(3)의 제조



[0057]

[0058] 테트라하이드로퓨란 10mL, 톨루엔 150mL에 5-브로모-2,2'-티오펜 1.2당량과 2)에서 제조한 9-페닐-9'-에틸-3,3'-바이카바졸-6'-보로닉엑시드 1당량 및 탄산칼륨 1.3당량을 넣고 80℃에서 12시간 반응하였다. 반응이 완료되면 물 150mL를 넣고 추출하여 유기층을 감압 농축하고 농축잔사를 컬럼 크로마토그래피에 의해 정제하여 노

란색 티오펜 화합물을 84%의 수율로 얻었다.

[0059] 핵자기 공명분석 분석자료는 아래와 같았다.

[0060] ^1H NMR (200 MHz, CDCl_3) : δ 8.48-7.02(m, 23H), 4.46-4.39(q, 2H), 1.67-1.47(t, 3H).

[0061] **실시예 : 유기 전기발광 소자의 제조**

[0062] **비교예**

[0063] 본 발명에 의한 유기 전기발광 소자의 효능을 비교하기 위한 비교예로서 일반적으로 알려져 있는 표준 소자 구조인 ITO/DNTPD(10 nm)/NPD(50 nm)/Alq3(40 nm)/LiF/Al을 제작하였다.

[0064] ITO 기판은 물과 이소프로필알콜 용액에서 초음파를 가하여 각각 30분씩 세정하였다. ITO 기판은 세정 후 UV/ozone을 10분 동안 처리하여 표면처리하였으며, 표면처리 후 진공증착기에 이송하여 소자를 제작하였다. 기판위에 유기물은 DNTPD, NPD, Alq3를 순차적으로 7×10^{-7} torr 압력하에서 0.1 nm/s의 속도로 열증착하였다. 유기물 증착후 LiF를 1 nm의 두께로 증착하고 Al을 200 nm 두께로 열증착하였다.

[0065] **실시예 1 : 화합물 (1)을 정공주입층 물질로 한 유기 전기발광 소자**

[0066] 상기 제조예 1에서 제조한 화합물 (1)을 정공주입층 물질로 이용하여 녹색 유기 전기발광 소자를 구성하였다. 소자의 구조는 ITO/화합물 1(10 nm)/NPD(50 nm)/Alq3(40 nm)/LiF/Al 이었다.

[0067] ITO 기판은 물과 이소프로필알콜 용액에서 초음파를 가하여 각각 30분씩 세정하였다. ITO 기판은 세정 후 UV/ozone을 10분 동안 처리하여 표면처리하였으며, 표면처리 후 진공증착기에 이송하여 소자를 제작하였다. 기판위에 유기물은 화합물 1, NPD, Alq3를 순차적으로 7×10^{-7} torr 압력하에서 0.1 nm/s의 속도로 열증착하였다. 유기물 증착후 LiF를 1 nm의 두께로 증착하고 Al을 200 nm 두께로 열증착하였다.

[0068] 상기에서 제작한 녹색 유기 전기발광 소자 및 비교예의 소자에 대해 전류-전압 측정계(Keithley 2400 source measurement unit) 및 휘도 분광기(KONICA MINOLTA SENSING, ISC., CS 1000A spectrophotometer)를 이용하여 전류효율 및 구동전압을 측정하고 그 결과를 도 2와 도 3에 각각 도시하였다. 전류효율 값은 소자가 전류를 광으로 변환하는 효율을 나타내며, 전류효율 값이 높을수록 같은 전류에서 높은 휘도를 나타낸다. 본 유기 전기발광 소자는 1000 cd/m^2 기준 전류효율 3.1 cd/A를 보였으며, 구동 전압 5.6 V를 나타내었다. 이에 반해 앞에서 제조한 비교예의 녹색 형광 소자는 1000 cd/m^2 기준 전류효율 2.7 cd/A를 보였으며, 구동전압 6V를 나타내었다.

[0069] **실시예 2 : 화합물 (2)를 정공주입층 물질로 한 유기 전기발광 소자**

[0070] 정공주입층 물질로 제조예 2에서 제조한 화합물 (2)를 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 유기 전기발광 소자를 구성하고 전류-전압 측정계(Keithley 2400 source measurement unit) 및 휘도 분광기(KONICA MINOLTA SENSING, ISC., CS 1000A spectrophotometer)를 이용하여 전류효율 및 구동전압을 측정하고 그 결과를 도 4와 도 5에 각각 도시하였다.

[0071] 본 실시예에서 제작한 녹색 유기 전기발광 소자는 1000 cd/m^2 기준 전류효율 3.2 cd/A를 보였으며, 구동 전압 5.4 V를 나타내었다.

[0072] **실시예 3 : 화합물 (3)을 정공주입층 물질로 한 유기 전기발광 소자**

[0073] 정공주입층 물질로 제조예 3에서 제조한 화합물 (3)을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 유기 전기발광 소자를 구성하고 전류-전압 측정계(Keithley 2400 source measurement unit) 및 휘도 분광기(KONICA MINOLTA SENSING, ISC., CS 1000A spectrophotometer)를 이용하여 전류효율 및 구동전압을 측정하고

그 결과를 도 6과 도 7에 각각 도시하였다.

[0074] 본 실시예에서 제작한 녹색 유기 전기발광 소자는 1000 cd/m^2 기준 전류효율 4.2 cd/A 를 보였으며, 구동 전압 5.1 V 를 나타내었다.

도면의 간단한 설명

[0075] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 유기 전기발광 소자의 구조를 개략적으로 나타낸 도면이다.

[0076] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 유기 전기발광 소자용 화합물 (1)을 이용한 유기 발광 소자의 전류-전압 곡선이다.

[0077] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 유기 전기발광 소자용 화합물 (1)을 이용한 유기 발광 소자의 휘도-전압 곡선이다.

[0078] 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 유기 전기발광 소자용 화합물 (2)를 이용한 유기 발광 소자의 전류-전압 곡선이다.

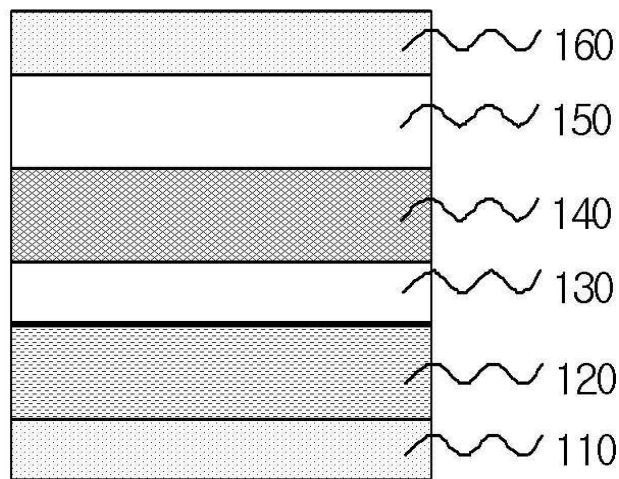
[0079] 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 유기 전기발광 소자용 화합물 (2)를 이용한 유기 발광 소자의 휘도-전압 곡선이다.

[0080] 도 6는 본 발명의 일 실시예에 따른 유기 전기발광 소자용 화합물 (3)을 이용한 유기 발광 소자의 전류-전압 곡선이다.

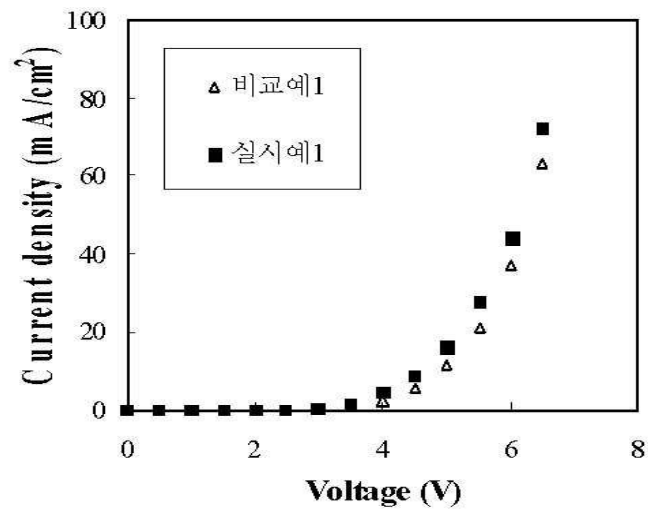
[0081] 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 유기 전기발광 소자용 화합물 (3)을 이용한 유기 발광 소자의 휘도-전압 곡선이다.

도면

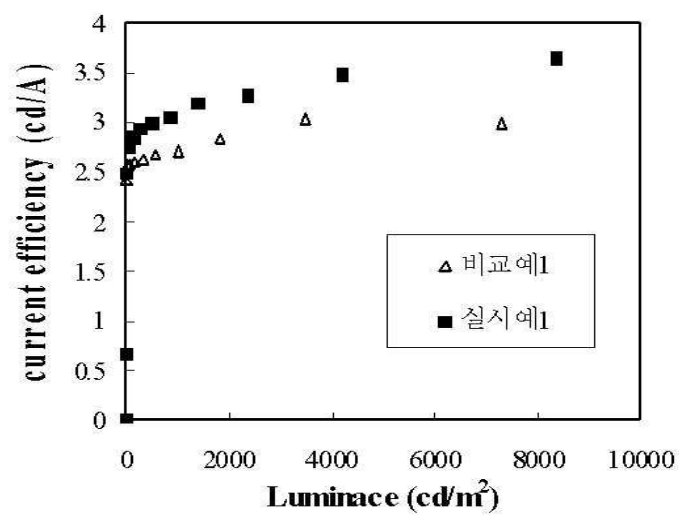
도면1



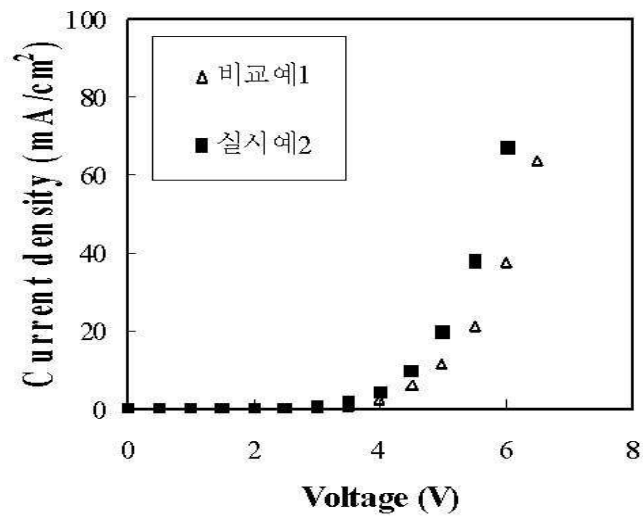
도면2



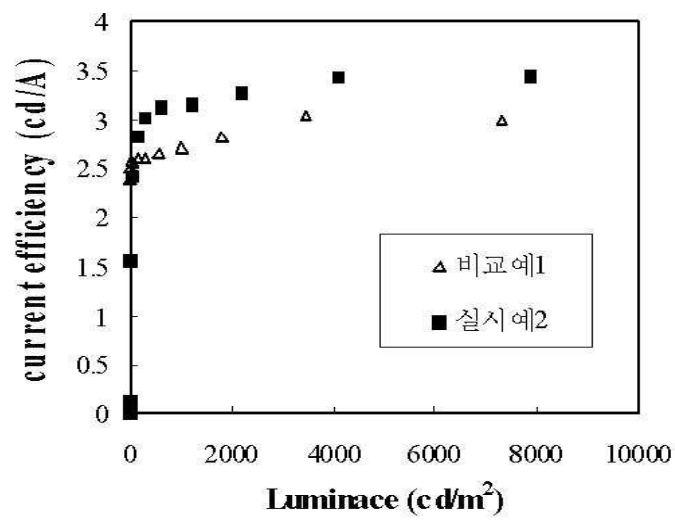
도면3



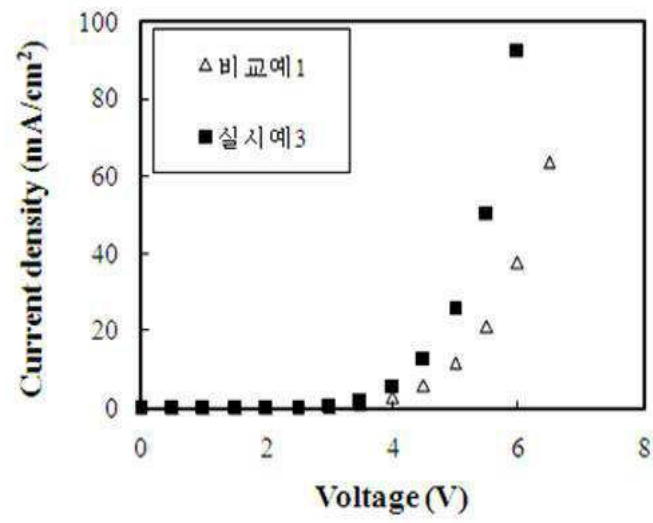
도면4



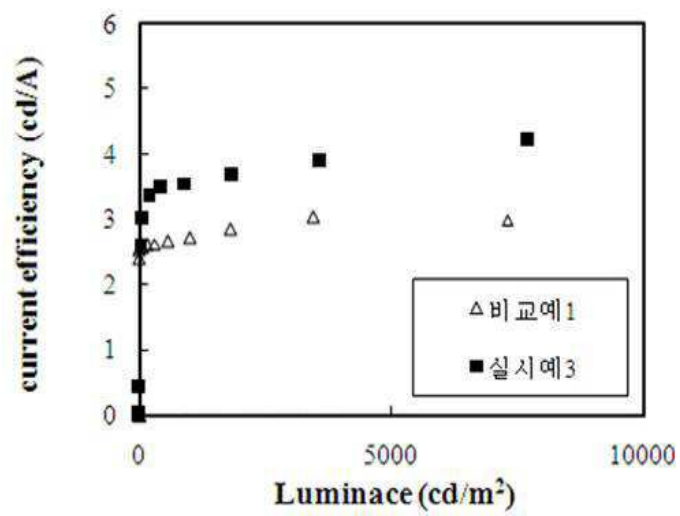
도면5



도면6



도면7



专利名称(译)	基于噻吩咔唑的化合物和使用其的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR1020100131068A	公开(公告)日	2010-12-15
申请号	KR1020090049754	申请日	2009-06-05
[标]申请(专利权)人(译)	IT CHEM		
申请(专利权)人(译)	(株)海地健与美		
当前申请(专利权)人(译)	(株)海地健与美		
[标]发明人	LIM DONG SOO 임동수 KO JIN PHIL 고진필 KIM HONG MIN 김홍민 OH JAE WON 오재원 PARK YOUNG EUN 박영은		
发明人	임동수 고진필 김홍민 오재원 박영은		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	KIM , WON JOON		
其他公开文献	KR101097210B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及由以下化学式1表示的噻吩基咔唑基化合物和使用其的有机电致发光 (EL) 器件。 [化学式1]化学式1中的R表示取代或未取代的具有取代或未取代的碳原子数为1至20的烷基，且碳原子数为6至50的芳族基团。并且l可以是固定数，其中固定数为0~3，n和m分别为1~3。解决了低空穴注入特性的问题，即现有有机电致发光器件的空穴注入材料的问题，即使用化学式1的噻吩基咔唑基化合物。可以降低器件的驱动电压。此外，它可以是稳定的并且可以提供高效率的有机电致发光器件。噻吩咔唑，噻吩，咔唑，有机电致发光器件，发光效率，驱动电压。

