



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0122919
(43) 공개일자 2009년12월01일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01) C07C 15/20 (2006.01)

H05B 33/14 (2006.01) H01L 51/50 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-7016507

(22) 출원일자 2008년03월27일

심사청구일자 2009년08월07일

(85) 번역문제출일자 2009년08월07일

(86) 국제출원번호 PCT/JP2008/056615

(87) 국제공개번호 WO 2008/120806

국제공개일자 2008년10월09일

(30) 우선권주장

JP-P-2007-096343 2007년04월02일 일본(JP)

JP-P-2008-038298 2008년02월20일 일본(JP)

(71) 출원인

캐논 가부시끼가이샤

일본 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2고

(72) 발명자

네기시 치카

일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방

2고 캐논 가부시끼가이샤나미

사이토 아키히토

일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방

2고 캐논 가부시끼가이샤나미

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

장수길, 박충범

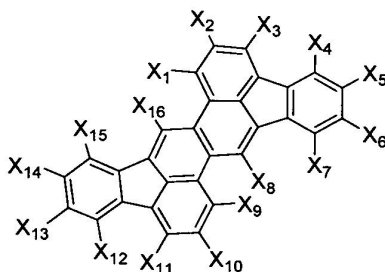
전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 신규한 축합환 방향족 화합물 및 이것을 구비한 유기 발광 소자

(57) 요약

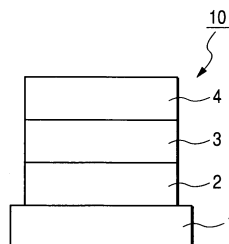
고효율·고휘도의 광출력을 지니고, 또한 내구성을 지니는 축합환 방향족 화합물 및 유기 발광 소자가 제공된다. 유기 발광 소자는 양극과 음극을 포함하되, 이들 양극과 음극 중 적어도 하나가 투명 혹은 반투명한 것인 1쌍의 전극; 및 상기 1쌍의 전극 사이에 배치된 유기 화합물층을 포함하고, 상기 유기 화합물층은 하기 일반식 1로 표시되는 축합환 방향족 화합물을 함유한다:

[일반식 1]



식 중, X₁ 내지 X₁₆은 각각 동일하거나 상이할 수 있고, 각각 독립적으로 수소 원자, 할로겐 원자, 치환 혹은 무치환의 알킬기, 치환 혹은 무치환의 알콕시기, 치환 혹은 무치환의 아릴옥시기, 치환 혹은 무치환의 아미노기, 치환 혹은 무치환의 아릴기 또는 치환 혹은 무치환의 복소환기를 나타내며; X₄ 내지 X₇으로부터 선택된 군에 있어서 인접하는 기들은 서로 결합해서 적어도 하나의 환을 형성하고; 또한 X₁₂ 내지 X₁₅으로부터 선택된 군에 있어서 인접하는 기들은 서로 결합해서 적어도 하나의 환을 형성한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

오루이 히로키

일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2
고 캐논 가부시끼가이샤나미

이와와키 히로노부

일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2
고 캐논 가부시끼가이샤나미

무라츠바키 마사노리

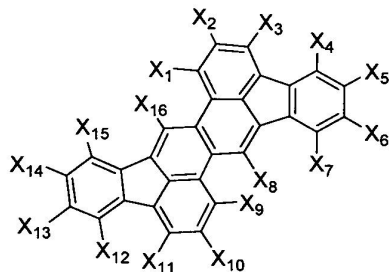
일본국 도쿄도 오오따꾸 시모마루쵸 3쵸메 30방 2
고 캐논 가부시끼가이샤나미

특허청구의 범위

청구항 1

하기 일반식 1로 표시되는 것을 특징으로 하는 축합환 방향족 화합물:

[일반식 1]

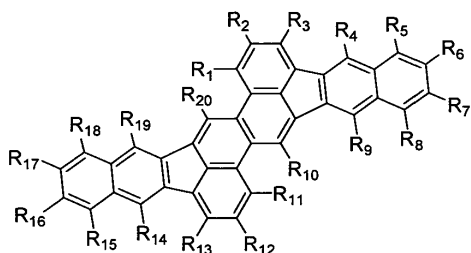


(식 중, X_1 내지 X_{16} 은 각각 동일하거나 상이할 수 있고, 각각 독립적으로 수소 원자, 할로겐 원자, 치환 혹은 무치환의 알킬기, 치환 혹은 무치환의 알콕시기, 치환 혹은 무치환의 아릴옥시기, 치환 혹은 무치환의 아미노기, 치환 혹은 무치환의 아릴기 또는 치환 혹은 무치환의 복소환기를 나타내며; X_4 내지 X_7 으로부터 선택된 군에 있어서 인접하는 기들은 서로 결합해서 적어도 하나의 환(ring)을 형성하고; 또한 X_{12} 내지 X_{15} 으로부터 선택된 군에 있어서 인접하는 기들은 서로 결합해서 적어도 하나의 환을 형성함).

청구항 2

제1항에 있어서, 하기 일반식 2로 표시되는 것을 특징으로 하는 축합환 방향족 화합물:

[일반식 2]



(식 중, R_1 내지 R_{20} 은 각각 동일하거나 상이할 수 있고, 각각 독립적으로 수소 원자, 할로겐 원자, 치환 혹은 무치환의 알킬기, 치환 혹은 무치환의 알콕시기, 치환 혹은 무치환의 아릴옥시기, 치환 혹은 무치환의 아미노기, 치환 혹은 무치환의 아릴기 또는 치환 혹은 무치환의 복소환기를 나타냄).

청구항 3

양극과 음극을 포함하되, 이들 양극과 음극 중 적어도 하나가 투명 혹은 반투명한 것인 1쌍의 전극; 및

상기 1쌍의 전극 사이에 배치된 유기 화합물층을 포함하고,

상기 유기 화합물층은 제1항 또는 제2항에 의한 축합환 방향족 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 유기 화합물층은 발광층인 것을 특징으로 하는 유기 발광 소자.

명세서

기술분야

<1> 본 발명은 신규한 축합환 방향족 화합물 및 그것을 지닌 유기 발광 소자에 관한 것이다.

배경 기술

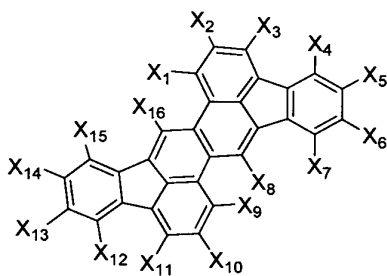
- <2> 유기 발광 소자는 양극과 음극 사이에 형광성 유기 화합물을 포함하는 박막을 삽입한 소자이다. 또, 각 전극으로부터 전자 및 정공(hole)을 주입함으로써, 형광성 유기 화합물의 여기자를 생성시킴으로써, 이 여기자가 기저 상태로 되돌아올 때에, 유기 발광 소자는 광을 방사한다.
- <3> 유기 발광 소자에 있어서의 최근의 진보는 현저하고, 그 특징은, 예를 들어 저인가 전압으로 고휘도, 발광 파장의 다양성, 고속 응답성, 발광 디바이스의 초박형·경량화가 가능한 것을 들 수 있다. 이들 특징으로부터, 유기 발광 소자가 광범위한 용도에 대해서 이용될 가능성이 시사되고 있다.
- <4> 그러나, 현재의 상황 하에서는 고휘도의 광출력 혹은 고변환 효율을 가진 유기 발광 소자가 필요하다. 또, 유기 발광 소자는 장시간의 사용에 의한 시간에 따른 변화나 예를 들어 산소를 함유하는 분위기 기체 혹은 습기에 의한 열화 등의 내구성의 면에서 여전히 많은 문제를 내포한다.
- <5> 따라서, 최근에는 발광 효율이 높고, 또, 내구성이 양호한 유기 발광 소자를 실현하기 위한 재료가 요구되고 있다.
- <6> 상기한 과제를 해결하는 방법으로서, 축합환 방향족 화합물을 유기 발광 소자의 구성 재료로서 사용하는 것이 제안되어 있다. 일본국 공개 특허 제2001-102173호, 미국 특허 공개 제2004-0076853호 공보, 일본국 공개특허 제2006-256979호 공보, 일본국 공개 특허 평10-189247호 공보, 일본국 공개 특허 평09-241629호 공보에는, 축합환 방향족 화합물을 유기 발광 소자의 구성 재료로서 사용한 예가 개시되어 있다. 또한, 문헌[J. Org. Chem. 64, 1650-1656, 1999]에도 축합환 방향족 화합물이 개시되어 있다.

발명의 상세한 설명

<7> 발명의 개시

- <8> 본 발명은 전술한 바와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여 이루어진 것이다. 즉, 본 발명의 목적은 유기 발광 소자용의 신규한 축합환 방향족 화합물을 제공하는 데 있다. 또, 본 발명의 다른 목적은 고효율·고휘도의 광출력을 지니고, 또한 내구성을 지닌 유기 발광 소자를 제공하는 데 있다.
- <9> 본 발명자들은 상기 과제를 해결하기 위해서 검토한 결과, 본 발명을 완성하기에 이르렀다. 즉, 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 하기 일반식 1로 표시된다:

<10> [일반식 1]

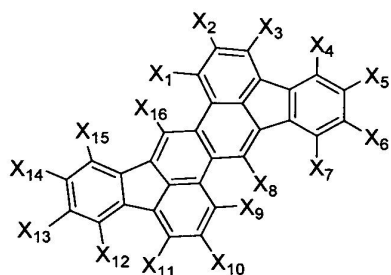


- <11>
- <12> 식 중, X_1 내지 X_{16} 은 각각 동일하거나 상이할 수 있고, 각각 독립적으로 수소 원자, 할로젠 원자, 치환 혹은 무치환의 알킬기, 치환 혹은 무치환의 알콕시기, 치환 혹은 무치환의 아릴옥시기, 치환 혹은 무치환의 아미노기, 치환 혹은 무치환의 아릴기 또는 치환 혹은 무치환의 복소환기를 나타내며; X_4 내지 X_7 으로부터 선택된 군에 있어서 인접하는 기들은 서로 결합해서 적어도 하나의 환(ring)을 형성하고; 또한 X_{12} 내지 X_{15} 으로부터 선택된 군에 있어서 인접하는 기들은 서로 결합해서 적어도 하나의 환을 형성한다.
- <13> 본 발명의 신규한 축합환 방향족 화합물은 높은 양자 효율을 지닌다. 따라서, 본 발명에 의하면, 고효율·고휘도의 광출력을 지니고, 또한, 내구성을 지니는 유기 발광 소자를 제공할 수 있다.
- <14> 본 발명의 추가의 특성은 첨부 도면을 참조한 이하의 예시적인 실시예의 설명으로부터 명백해질 것이다.

발명을 실시하기 위한 최선의 형태

우선, 본 발명의 축합환 방향족 화합물에 대해서 상세하게 설명한다. 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 하기 일반식 1로 표시된다:

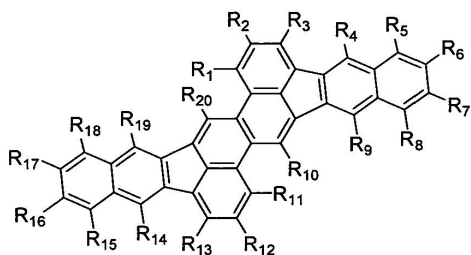
[일반식 1]



식 중, X_1 내지 X_{16} 은 각각 동일하거나 상이할 수 있고, 각각 독립적으로 수소 원자, 할로젠 원자, 치환 혹은 무치환의 알킬기, 치환 혹은 무치환의 알콕시기, 치환 혹은 무치환의 아릴옥시기, 치환 혹은 무치환의 아미노기, 치환 혹은 무치환의 아릴기 또는 치환 혹은 무치환의 복소환기를 나타내며; X_4 내지 X_7 으로부터 선택된 군에 있어서 인접하는 기들은 서로 결합해서 적어도 하나의 환을 형성하고; 또한 X_{12} 내지 X_{15} 으로부터 선택된 군에 있어서 인접하는 기들은 서로 결합해서 적어도 하나의 환을 형성한다.

또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 상기 일반식 1로 표시되는 축합환 방향족 화합물이 하기 일반식 2로 표시되는 것임을 특징으로 한다:

[일반식 2]



식 중, R_1 내지 R_{20} 은 각각 동일하거나 상이할 수 있고, 각각 독립적으로 수소 원자, 할로젠 원자, 치환 혹은 무치환의 알킬기, 치환 혹은 무치환의 알콕시기, 치환 혹은 무치환의 아릴옥시기, 치환 혹은 무치환의 아미노기, 치환 혹은 무치환의 아릴기 또는 치환 혹은 무치환의 복소환기를 나타낸다.

상기 일반식 1 및 2에 있어서의 X_1 내지 X_{16} 및 R_1 내지 R_{20} 로 표시되는 치환기의 구체예는 각각 이하에 설명하지만, 이들 치환기로 제한되는 것은 아니다.

X_1 내지 X_{16} 및 R_1 내지 R_{20} 으로 표시되는 할로젠 원자의 예로는 불소, 염소, 브롬 또는 요오드를 들 수 있다.

X_1 내지 X_{16} 및 R_1 내지 R_{20} 로 표시되는 알킬기의 예로는 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 아이소프로필기, n-부틸기, tert-부틸기, sec-부틸기, n-펜틸기, 옥틸기, 1-아다만틸기, 2-아다만틸기, 벤질기, 페네틸기 등을 들 수 있다.

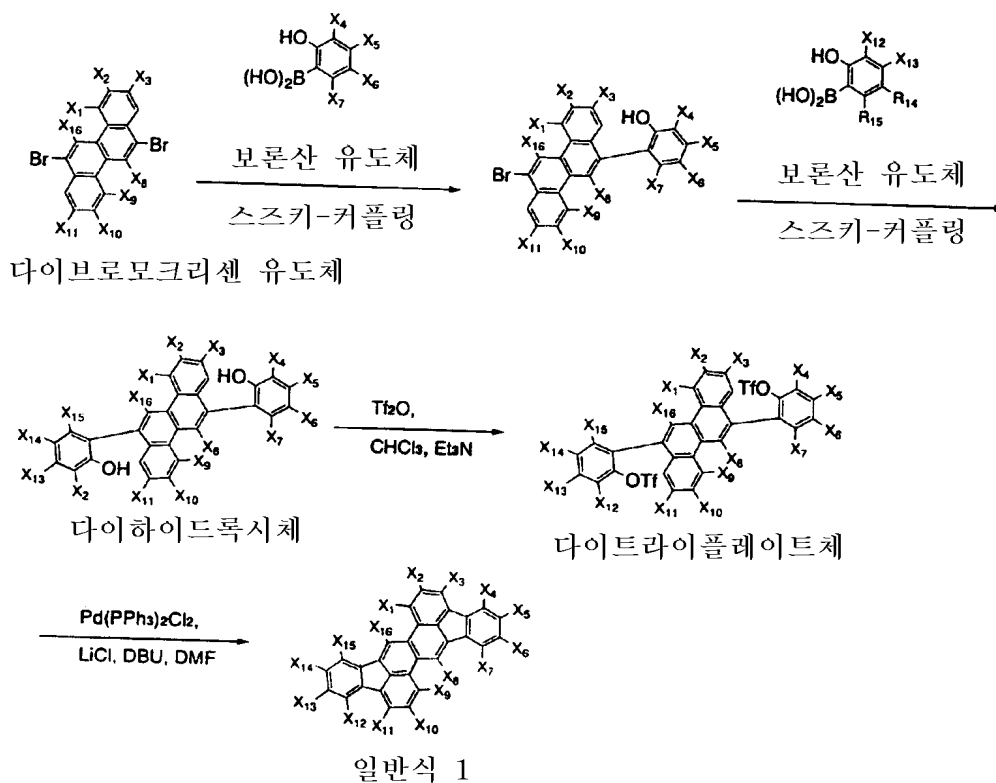
X_1 내지 X_{16} 및 R_1 내지 R_{20} 로 표시되는 알콕시기의 예로는 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기, 2-에틸-옥틸옥시기, 벤질옥시기 등을 들 수 있다.

X_1 내지 X_{16} 및 R_1 내지 R_{20} 로 표시되는 아릴옥시기의 예로는 페녹시기, 4-tert-부틸페녹시기, 티에닐옥시기 등을 들 수 있다.

X_1 내지 X_{16} 및 R_1 내지 R_{20} 로 표시되는 아미노기의 예로는,

- <30> N-메틸아미노기, N-에틸아미노기, N,N-다이메틸아미노기, N,N-다이에틸아미노기,
- <31> N-메틸-N-에틸아미노기, N-벤질아미노기, N-메틸-N-벤질아미노기,
- <32> N,N-다이벤질아미노기, 아닐리노기, N,N-다이페닐아미노기,
- <33> N,N-다이나프틸아미노기, N,N-다이하플루오레닐아미노기, N-페닐-N-톨릴아미노기,
- <34> N,N-다이하톨릴아미노기, N-메틸-N-페닐아미노기, N,N-다이하니솔릴아미노기,
- <35> N-메시틸-N-페닐아미노기, N,N-다임েশ틸아미노기,
- <36> N-페닐-N-(4-tert-부틸페닐)아미노기,
- <37> N-페닐-N-(4-트라이플루오로메틸페닐)아미노기,
- <38> N,N-다이(4-tert-부틸페닐)아미노기, N,N-다이(3,5-다이메틸페닐)아미노기,
- <39> N-(9,9-다이메틸-플루오레닐)-N-페닐아미노기,
- <40> N-(9,9-다이메틸-플루오레닐)-N-톨릴아미노기,
- <41> N-(9,9-다이메틸-플루오레닐)-N-(3,5-다이메틸페닐)아미노기,
- <42> N-(9,9-다이메틸-플루오레닐)-N-(2-나프틸)아미노기 등을 들 수 있다.
- <43> X_1 내지 X_{16} 및 R_1 내지 R_{20} 로 표시되는 아릴기의 예로는, 페닐기, 나프틸기, 펜탈레닐기, 인데닐기, 아줄레닐기, 안트릴기, 피레닐기, 인다세닐기, 아세나프테닐기, 페난트릴기, 페날레닐기, 플루오란테닐기, 아세페난트릴기, 아세안트릴기, 트라이페닐레닐기, 크리세닐기, 나프타세닐기, 페릴레닐기, 펜타세닐기, 바이페닐기, 터페닐기, 플루오레닐기 등을 들 수 있다.
- <44> X_1 내지 X_{16} 및 R_1 내지 R_{20} 로 표시되는 복소환기의 예로는, 피리딜기, 바이피리딜기, 피롤릴기, 옥사졸릴기, 옥사다이아졸릴기, 티아졸릴기, 티아다이아졸릴기, 퀴놀릴기, 아이소퀴놀릴기, 카바졸릴기, 아크리디닐기, 페난토릴기 등을 들 수 있다.
- <45> 상기 알킬기, 아릴기 및 복소환기가 가질 수 있는 치환기의 예로는, 메틸기, 에틸기, 프로필기 등의 알킬기; 벤질기 등의 아르알킬기; 페닐기, 바이페닐기 등의 아릴기; 피리딜기, 피롤릴기 등의 복소환기; 다이메틸아미노기, 다이에틸아미노기, 다이벤질아미노기, 다이페닐아미노기, 다이하톨릴아미노기, 다이하니솔릴아미노기 등의 아미노기; 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기 등의 알콕시기; 페녹실기 등의 아릴옥시기; 불소, 염소, 브롬, 요오드 등의 할로젠 원자; 사이아노기 등을 들 수 있다.
- <46> 일반식 1 및 일반식 2로 표시되는 축합환 방향족 화합물은 예를 들어 이하의 합성 경로 1 및 2에 나타난 바와 같은 방법에 의해 합성될 수 있다.
- <47> 합성 경로 1
- <48> 일반식 1로 표시되는 축합환 방향족 화합물은, 예를 들어, 하기의 합성 경로 1에 나타난 바와 같이 다이브로모 크리센 유도체와 보론산 유도체를 원료로 이용해서 합성될 수 있지만, 그 합성 방법은 이것으로 한정되는 것은 아니다.

<49> [합성 경로 1]



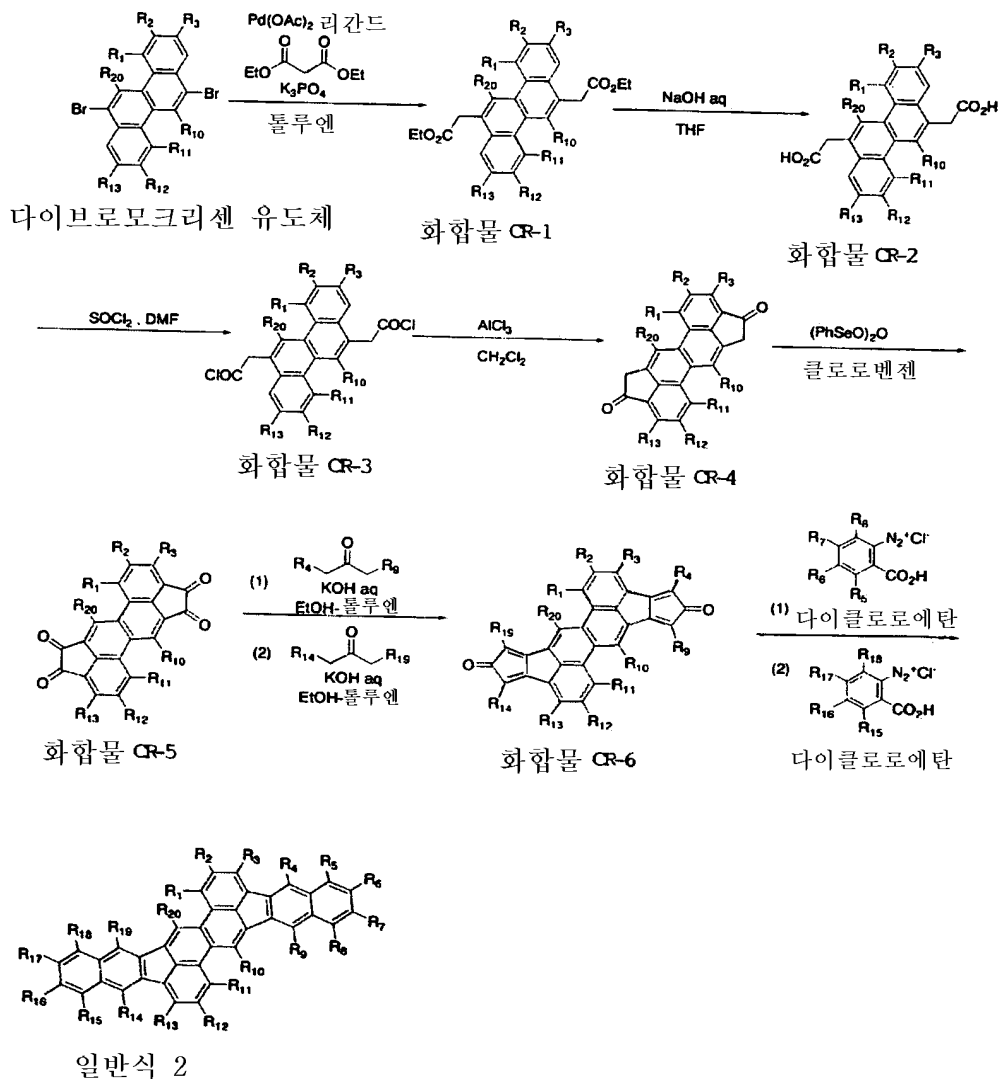
<50>

<51> 이하, 합성 경로 1의 구체적인 방법을 설명한다. 우선, 다이하이드록시체와 보론산의 유도체와의 스즈키-미야우라-커플링 반응(Suzuki-Miyaura-coupling reaction)(예를 들면, Chem. Rev. 1995, 95, 2457-2483)에 의해 다이트라이플레이트체를 합성한다. 다른 방법으로서, 예를 들어, 니켈 촉매를 이용한 야마모토(Yamamoto)법(예를 들어, Bull. Chem. Soc. Jpn. 51, 2091, 1978) 등도 들 수 있다. 다음에, 합성한 다이하이드록시체를 다이트라이플레이트체(ditriplate product)로 유도하고, 이것에 분자내 고리화(예를 들어, J. Org. Chem. 68, 883-887, 2003)를 행한다. 이것에 의해, 일반식 1로 표시되는 축합환 방향족 화합물을 얻을 수 있다.

<52> 합성 경로 2

<53> 또한, 일반식 2로 표시되는 축합환 방향족 화합물은, 예를 들어, 하기의 합성 경로 2에 나타낸 바와 같이 다이하이드록시체 유도체를 원료로 이용해서 합성할 수도 있다.

<54> [합성 경로 2]



<55>

<56> 이하, 합성 경로 2의 구체적인 방법에 대해 설명한다.

<57>

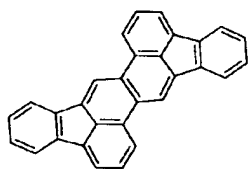
합성 경로 2는 일반식 2 중의 R₄ 내지 R₉ 혹은 R₁₄ 내지 R₁₉에 각종 치환기를 도입할 경우에 특히 유용하다. 구체적으로는, 다이하로모크리센 유도체를 그의 에스터체인 화합물 CR-1로 유도한다. 다음에, 에스터체를 가수분해해서 화합물 CR-2를 유도하고, 이 화합물 CR-2는 후속의 공정을 거쳐서 그의 산 염화물인 화합물 CR-3으로 유도된다. 이 화합물 CR-3은 더욱 분자내 고리화(예를 들어, J. Am. Chem. Soc. 105, 7375, 1983)를 행함으로써 케톤체를 유도한다. 이 케톤체를 다이케톤체(예를 들어, Bull. Chem. Soc. Jpn. 59, 3311, 1986)로 변환한다. 이 다이케톤체를 중간체로서 이용하여, 각종 치환체를 크노에베나겔 반응(Knoevenagel reaction)(예를 들어, Eur. J. Org. Chem. 4185, 2002) 및 딜스-알더 반응(Diels-Alder reaction)(예를 들면 J. Org. Chem. 62, 530, 1997) 공정을 통해 R₄ 내지 R₉ 혹은 R₁₄ 내지 R₁₉에 도입한다.

<58>

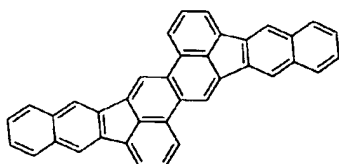
유기 발광 소자에 사용하는 재료는 발광 중심 재료로서 사용할 경우 발광 양자 효율이 높은 것이 바람직하다.

<59>

일반식 1의 화합물은 이하에 나타낸 발광 양자 효율이 높은 화합물 A에 축합환을 형성함으로써 얻어진 화합물이다.



화합물 A



예시 화합물 B-1

<60>

<61>

화합물 A의 발광 양자 효율은 톨루엔 용액 중($1 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$)에 있어서 0.91로 높은 값을 나타낸다. 측정에 있어서 플루오란텐을 대조 화합물로서 사용해서 발광 양자 효율을 상대적으로 산출하였다. 단, 플루오란텐의 물은 용액 중에서의 발광 양자 효율은 0.35이다(Steven L. Murov. Handbook of Photochemistry, Second Edition, Revised and Expanded, (1993)).

<62>

따라서, 일반식 1로 표시되는 화합물은 상기 화합물 A의 π -공액계의 신장에 의해 증가된 진동자 강도를 얻으므로, 한층 더 발광 양자 효율의 향상을 기대할 수 있다.

<63>

예를 들어, 본 발명자들은 계산 시뮬레이션(simulation)에 의해 상기 화합물 A와 예시 화합물 B-1로 표시되는 화합물의 진동자 강도를 산출한 결과, 진동자 강도는 각각 0.44와 0.78로 얻어졌다.

<64>

이 경우, 계산 시뮬레이션에는 분자 궤도 계산 프로그램인 가우스 03 패키지(Gaussian, Inc.)의 밀도 함수법의 하나인 B3LYP법(Becke 's Three parameter hybrid method using the Lee-Yang-Parr correlation(J. Chem. Phys. 98, 5648(1993))을 이용해서 행할 수 있다.

<65>

또한, 일반식 1 중의 X_1 내지 X_{16} 중 어느 하나에 치환기를 도입하는 것은 분자 자체의 회합을 억제하여, 발광 효율의 저하를 저감할 수 있다. 이것을 행함으로써, 발광 효율의 더 한층의 향상을 기대할 수 있다. 특히, X_1 , X_4 , X_7 , X_8 , X_9 , X_{12} , X_{15} 또는 X_{16} 에 치환기를 도입할 경우, 해당 치환기는 인접하는 치환기끼리의 입체 장애에 의해 일반식 1의 화합물의 평면에 대해서 수직인 방향에 위치하는 경향이 있고, 이것에 의해, 분자 회합에 의한 발광 효율 저하의 저감 효과는 크다.

<66>

분자 자체에 입체장애를 부여하기 위한 치환기의 예로는, 알킬기, 알콕시기, 아릴옥시기, 아미노기, 아틸기, 복소환기 등을 들 수 있고, 바람직한 예로는 아미노기, 아틸기, 복소환기 등을 들 수 있다.

<67>

일반식 1로 표시되는 화합물을 발광층으로서 이용할 경우, 호스트 재료 혹은 게스트 재료의 어느 것으로도 이용할 수 있다. 특히, 일반식 1로 표시되는 화합물을 발광층의 호스트 재료로서 이용할 경우, 이 화합물은 유리전 이온도가 높은 재료인 것이 바람직하고, 그 목적을 위해서, X_1 내지 X_{16} 은 치환기를 지니는 것이 바람직하다.

<68>

유리전이온도를 증가시키기 위한 X_1 내지 X_{16} 의 치환기의 바람직한 예로는, 아미노기, 아틸기, 복소환기 등을 들 수 있다.

<69>

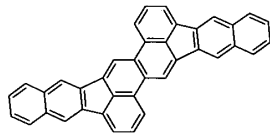
또, 일반식 1로 표시되는 화합물을 합성 공정의 중간체로서 사용하기 위해서 도입하는 치환기로서는 예를 들어 할로겐 원자를 들 수 있다. 이 경우, 합성 반응에 있어서의 활성도의 점에서, 요오드, 브롬 또는 염소가 바람직하다.

<70>

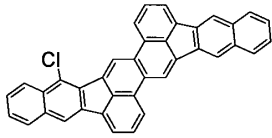
유기 발광 소자의 재료로서 이용되는 화합물은 캐리어 주입성이 높은 것이 바람직하다. 캐리어 주입을 촉진시킴으로써, 소자는 저전압에서 구동될 수 있다. 캐리어 주입성을 증강시키기 위해서 도입하는 치환기의 바람직한 예로는 아미노기나 복소환기를 들 수 있다. 이 경우, 아미노기가 치환기로서 도입될 경우, 정공 주입성이 일반적으로 향상된다. 한편, 복소환기를 도입하면 전자 주입성이 향상된다.

<71>

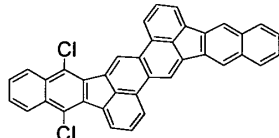
상기 일반식 1에 있어서의 화합물의 구체적인 예를 이하에 나타낸다. 그러나, 본 발명은 이들 화합물로 한정되는 것은 아니다.



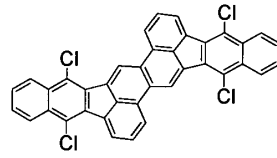
B-1



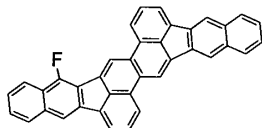
C-1



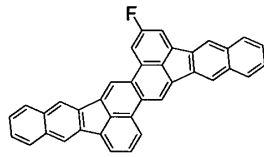
C-2



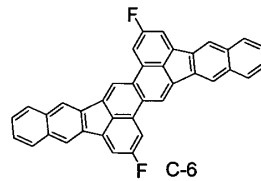
C-3



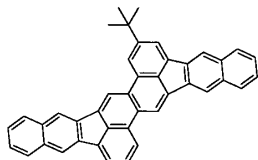
C-4



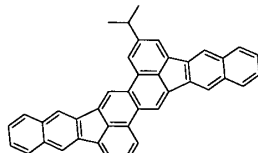
C-5



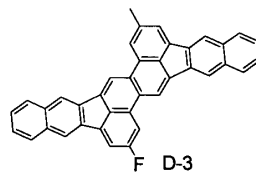
C-6



D-1

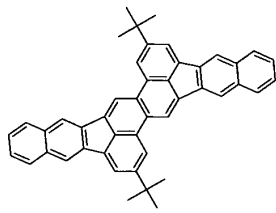


D-2

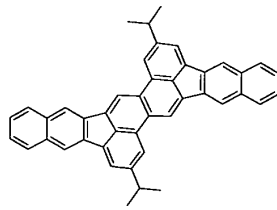


D-3

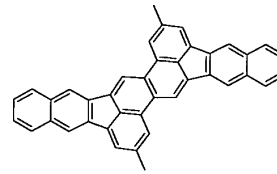
<72>



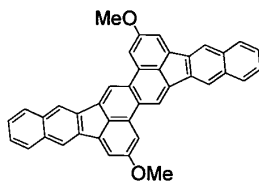
D-4



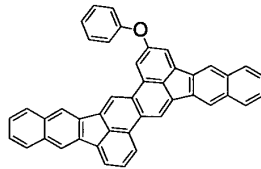
D-5



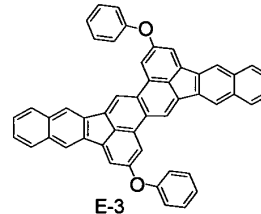
D-6



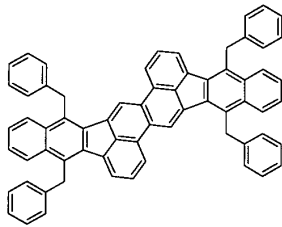
E-1



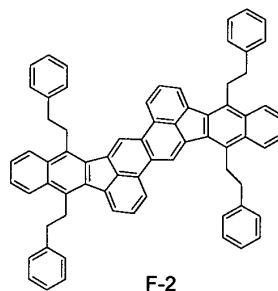
E-2



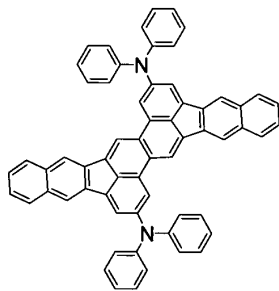
E-3



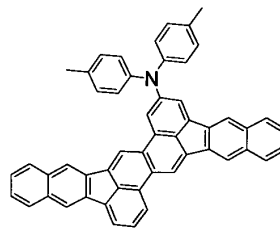
F-1



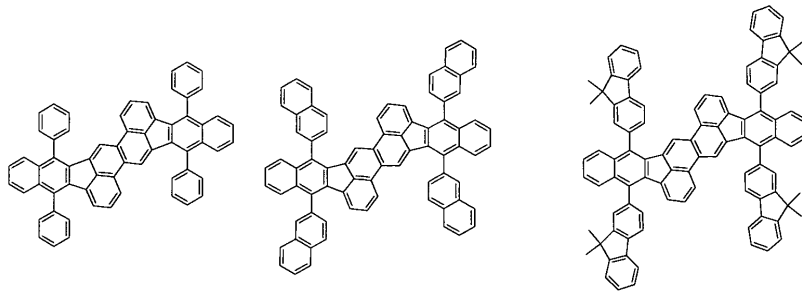
F-2



G-1



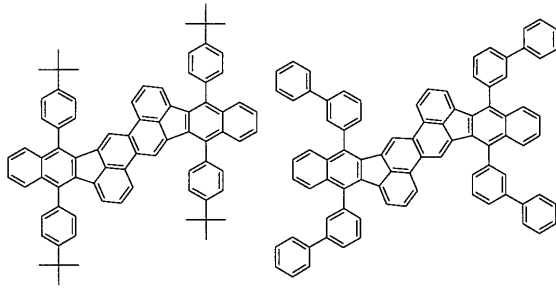
G-2



H-1

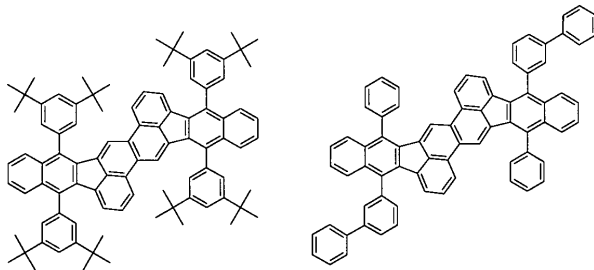
H-2

H-3



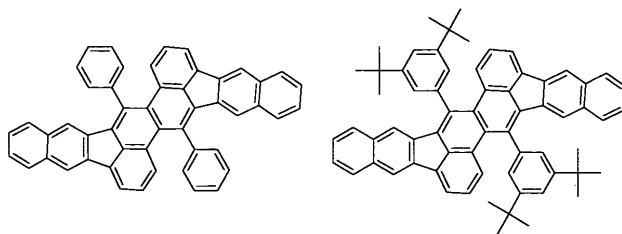
H-4

H-5



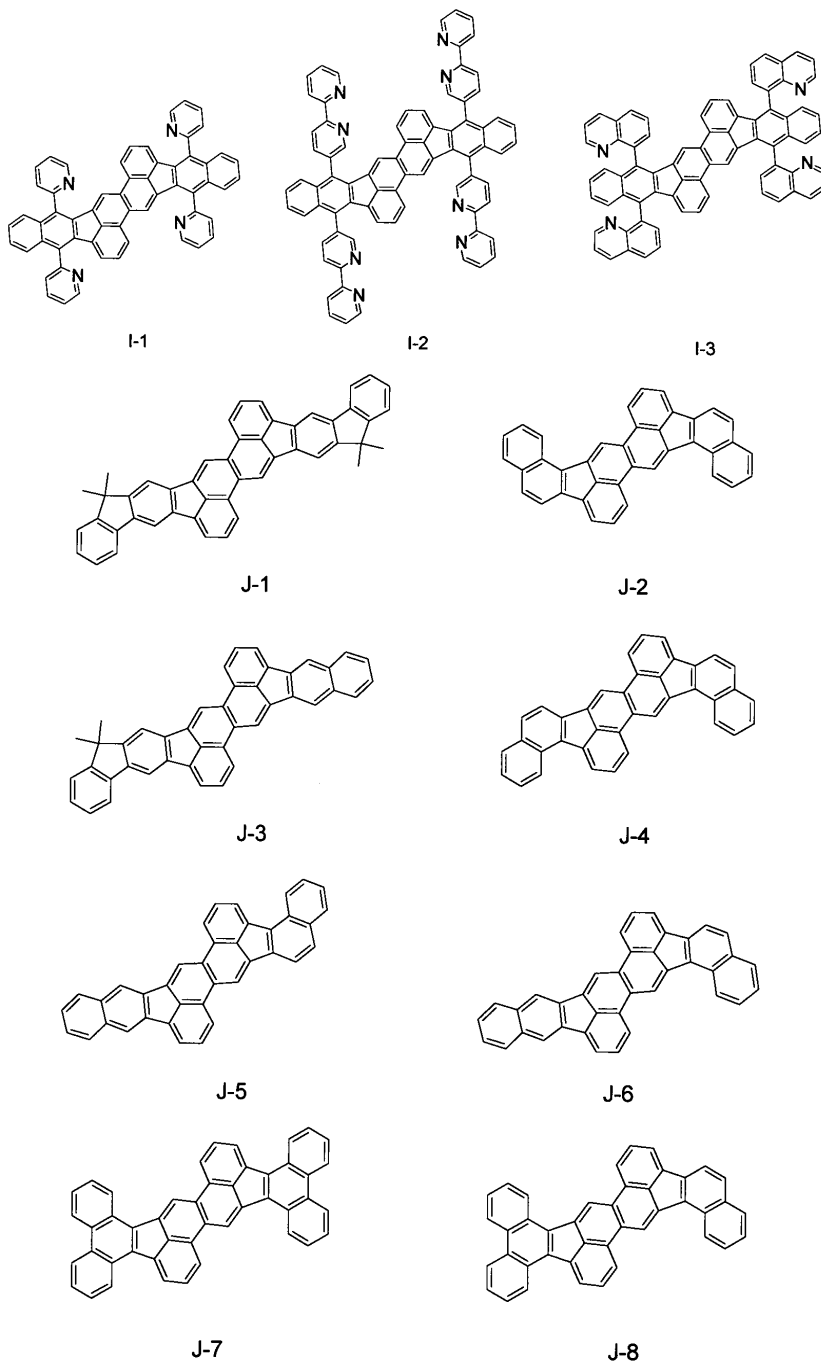
H-6

H-7



H-8

H-9



<75>

<76>

다음에, 본 발명의 유기 발광 소자에 대해서 상세하게 설명한다.

<77>

본 발명의 유기 발광 소자는 양극, 음극 및 이 양극과 음극 사이에 삽입된 유기 화합물을 포함하는 층(유기 화합물층)을 포함한다. 또한, 본 발명의 유기 발광 소자에서는, 유기 화합물을 포함하는 층이 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 함유한다.

<78>

본 발명의 유기 발광 소자는 1쌍의 전극인 양극과 음극 사이에 배치된 유기 화합물 층 이외에 다른 유기 화합물 층을 포함할 수도 있다. 다른 유기 화합물층으로는, 예를 들어, 정공 주입층, 정공 수송층, 전자 차단층, 정공 차단층, 전자 수송층 또는 전자 주입층을 들 수 있다.

<79>

이하, 도면을 참조하면서, 본 발명의 유기 발광 소자를 상세하게 설명한다.

<80>

먼저, 도면에서의 참조 부호를 설명한다. 참조 부호 (1)은 기판; (2)는 양극; (3)은 발광층; (4)는 양극; (5)는 정공 수송층; (6)은 전자 수송층; (7)은 정공 주입층; (8)은 정공 및/또는 여기자를 차단하는 정공/여기자 차단층; (10), (20), (30), (40), (50)은 유기 발광 소자이다.

- <81> 도 1은 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제1 실시예를 나타낸 단면도이다. 도 1의 유기 발광 소자(10)에는, 기관(1) 위에 양극(2), 발광층(3) 및 음극(4)이 순차 배치되어 있다. 이 유기 발광 소자(10)는, 발광층(3)이 정공 수송 능력, 전자 수송 능력 및 발광성을 모두 지니는 유기 화합물을 포함할 경우 유용하다. 또한, 유기 발광 소자(10)는, 발광층(3)이 정공 수송 능력, 전자 수송 능력 및 발광성의 어느 하나를 각각 가진 유기 화합물의 혼합물을 포함할 경우에도 유용하다.
- <82> 도 2는 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제2 실시예를 나타낸 단면도이다. 도 2의 유기 발광 소자(20)에서는, 기관(1) 위에 양극(2), 정공 수송층(5), 전자 수송층(6) 및 음극(4)이 순차 배치되어 있다. 이 유기 발광 소자(20)는, 정공 수송성 및 전자 수송성 중 어느 하나를 가진 발광성의 유기 화합물이 전자 수송성 또는 정공 수송성만을 가진 유기 화합물과 조합될 경우에 유용하다. 또한, 유기 발광 소자(20)에서는 정공 수송층(5) 또는 전자 수송층(6)은 발광층으로서도 기능한다.
- <83> 도 3은 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제3 실시예를 나타낸 단면도이다. 도 3의 유기 발광 소자(30)는, 도 2의 유기 발광 소자(20)에 있어서, 정공 수송층(5)과 전자 수송층(6) 사이에 발광층(3)을 삽입한 것이다. 이 유기 발광 소자(30)는, 캐리어 수송과 발광 기능을 서로 분리한 것이며, 정공 수송성, 전자 수송성 및 발광성의 각 특성을 지닌 유기 화합물을 적절하게 조합시켜서 이용할 수 있다. 따라서, 재료 선택의 자유도가 매우 증가하는 동시에, 발광 파장을 달리하는 여러 가지 유기 화합물을 사용할 수 있으므로, 발광 색상의 다양화가 가능해진다. 또한, 중앙의 발광층(3)에 캐리어 혹은 여기자를 유효하게 포획함으로써 유기 발광 소자(30)의 발광 효율의 향상을 도모하는 것도 가능하게 된다.
- <84> 도 4는 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제4 실시예를 나타낸 단면도이다. 도 4의 유기 발광 소자(40)는, 도 3의 유기 발광 소자(30)에 있어서, 양극(2)과 정공 수송층(5) 사이에 정공 주입층(7)을 배치한 것이다. 이 유기 발광 소자(40)는, 정공 주입층(7)을 배치함으로써 양극(2)과 정공 수송층(5) 사이의 밀착성 또는 정공 주입성이 개선되므로, 저전압화에 효과적이다.
- <85> 도 5는 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제5 실시예를 나타낸 단면도이다. 도 5의 유기 발광 소자(50)는, 도 3의 유기 발광 소자(30)에 있어서, 정공 또는 여기자를 음극(4) 쪽으로 통과하는 것을 방지하는 층(정공/여기자 차단층(8))을, 발광층(3)과 전자 수송층(6) 사이에 삽입한 것이다. 이온화 포텐셜이 매우 높은 유기 화합물을 정공/여기자 차단층(8)으로서 사용함으로써, 유기 발광 소자(50)의 발광 효율이 향상된다.
- <86> 그러나, 상기 제1 내지 제5 실시예는 단지 기본적인 소자 구성을 지니며, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 이용한 유기 발광 소자의 구성은 이들로 한정되는 것은 아니다. 예를 들어, 전극과 유기층 사이의 계면에 절연층, 접착층 또는 간섭층을 배치한 층 구성, 정공 수송층이 이온화 포텐셜이 다른 2층으로 구성되는 층구성 등의 각종 층구성을 이용할 수 있다.
- <87> 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 상기 제1 내지 제5 실시예의 어느 것에도 사용될 수 있다. 또한, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 사용할 경우, 단 하나의 화합물을 사용해도 되고, 복수의 화합물을 조합시켜서 사용해도 된다.
- <88> 또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 유기 화합물을 포함하는 층, 예를 들어, 제1 내지 제5 실시예에 있어서의 발광층(3), 정공 수송층(5), 전자 수송층(6), 정공 주입층(7) 및 정공/여기자 차단층(8) 중 어느 하나에 함유된다. 바람직하게는, 이것은 발광층(3)에 함유된다. 또한, 이들 층에는 본 발명의 축합환 방향족 화합물의 1종 또는 2종 이상이 함유될 수도 있다.
- <89> 발광층(3)은 바람직하게는 호스트와 게스트를 포함한다. 여기서, 발광층(3)이 캐리어 수송성의 호스트와 게스트를 포함할 경우, 발광을 조래하는 주된 과정은 이하의 몇몇 단계를 포함한다.
- <90> 1. 발광층 내에서의 전자 및 정공의 수송
- <91> 2. 호스트의 여기자의 생성
- <92> 3. 호스트 분자 간의 여기 에너지 전달
- <93> 4. 호스트로부터 게스트로의 여기 에너지의 이동.
- <94> 각 단계에 있어서의 바람직한 에너지 이동 혹은 발광은 다양한 실패(deactivation) 단계와 경쟁적으로 일어난다.
- <95> 유기 발광 소자의 발광 효율을 높이기 위해서는, 발광 중심 재료 그 자체의 발광 양자 효율이 클 필요가 있는

것은 말할 필요도 없다. 그러나, 호스트와 호스트 사이 혹은 호스트와 게스트 사이의 에너지 이동이 어떻게 효율적으로 수행될 수 있을지도 큰 관건이 된다. 또, 통전에 의한 발광 열화의 원인은 현재 분명하지 않지만, 적어도 발광 중심 재료 그 자체 또는 그 발광 중심 재료의 주변 분자에 의한 발광 재료의 환경 변화와 관련된 것으로 상정된다.

<96> 여기서, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 발광층의 호스트 또는 게스트에 사용할 경우, 소자의 발광 효율, 소자에 의해 출력되는 광의 휘도 및 소자의 내구성이 향상된다.

<97> 본 발명의 유기 발광 소자에 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 발광층 재료로서 사용할 경우, 발광층을 본 발명의 축합환 방향족 화합물만으로 구성할 수 있다. 또, 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 게스트(도펀트) 재료 또는 호스트 재료로서 사용될 수 있다. 또한, 본 발명의 축합환 방향족 화합물은 전자 수송층 재료로서 사용될 수도 있다.

<98> 여기서, 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 게스트 재료로서 사용할 경우, 그 화합물의 사용량은 바람직하게는 호스트 재료에 의거해서 0.01중량% 내지 20중량%이며, 더 바람직하게는 0.1중량% 내지 15중량%이다. 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 이 범위 내에서 사용하면, 발광층 중에 있어서 게스트 재료를 서로 중첩함으로써 일어나는 농도 소광을 적절하게 억제할 수 있다.

<99> 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 게스트 재료로서 사용할 경우, 호스트 재료의 에너지갭은 게스트 재료의 에너지갭보다 큰 것이 바람직하다.

<100> 본 발명에 있어서, 특히, 발광층의 구성 재료로서 본 발명의 축합환 방향족 화합물을 이용하지만, 필요에 따라서, 예를 들어, 종래 공지되어 있는 저분자계 및 폴리머계의 정공 수송성 화합물, 발광성 화합물 혹은 전자 수송성 화합물 등과 함께 사용될 수도 있다.

<101> 정공 수송성 화합물의 예로는 트리아릴아민 유도체, 페닐렌다이아민 유도체, 트리아졸 유도체, 옥사다이아졸 유도체, 이미다졸 유도체, 피라졸린 유도체, 피라졸론 유도체, 옥사졸 유도체, 플루오레논 유도체, 하이드라존 유도체, 스틸벤 유도체, 프탈로시아닌 유도체, 포르피린 유도체 및 폴리(비닐카바졸), 폴리(실틸렌), 폴리(티오펜) 및 기타 도전성 고분자 등을 들 수 있다.

<102> 발광성 화합물의 예로는, 본 발명의 축합환 방향족 화합물 이외에, 예를 들어, 나프탈렌 유도체, 페난트렌 유도체, 플루오렌 유도체, 피렌 유도체, 테트라센 유도체, 코로넨 유도체, 크리센 유도체, 페틸렌 유도체, 9,10-다이페닐안트라센 유도체, 루브렌 유도체 등, 퀴나크리돈 유도체, 아크리돈 유도체, 쿠마린 유도체, 피란 유도체, 나일 레드(nile red), 피라진 유도체, 벤즈이미다졸 유도체, 벤조티아졸 유도체, 벤즈옥사졸 유도체, 스틸벤 유도체, 유기 금속 착체(예를 들어, 트리스(8-퀴놀리놀레이트)알루미늄 등의 유기 알루미늄 착체, 유기 베릴륨 착체) 및 폴리(페닐렌비닐렌) 유도체, 폴리(플루오렌) 유도체, 폴리(페닐렌) 유도체, 폴리(티에닐렌비닐렌) 유도체, 폴리(아세틸렌) 유도체 등의 고분자 유도체 등을 들 수 있다.

<103> 전자 수송성 화합물의 예로는 옥사다이아졸 유도체, 옥사졸 유도체, 티아졸 유도체, 티아다이아졸 유도체, 피라진 유도체, 트리아졸 유도체, 트리아진 유도체, 페틸렌 유도체, 퀴놀린 유도체, 퀴녹살린 유도체, 플루오레논 유도체, 안트론 유도체, 페난트롤린 유도체, 유기 금속 착체 등을 들 수 있다.

<104> 양극을 구성하는 재료의 예로는 금, 백금, 은, 구리, 니켈, 팔라듐, 코발트, 셀렌, 바나듐, 텅스텐 등의 금속 단체 혹은 이들 금속 단체의 합금, 산화주석, 산화아연, 산화인듐, 산화 주석 인듐(ITO), 산화 아연 인듐 등의 금속 산화물을 들 수 있다. 또한, 양극을 구성하는 재료로는 예를 들어 폴리아닐린, 폴리피롤, 폴리티오펜, 폴리페닐렌설파이드 등의 도전성 폴리머 등도 들 수 있다. 이들 전극 재료는 단독으로 사용하거나 혹은 이들을 2종 이상 조합해서 사용할 수도 있다. 또한, 양극은 단층 구성 혹은 다층 구성을 가질 수도 있다.

<105> 음극을 구성하는 재료의 예로는, 리튬, 나트륨, 칼륨, 칼슘, 마그네슘, 알루미늄, 인듐, 루테튬, 티타늄, 망간, 이트륨, 은, 납, 주석, 크롬 등의 금속 단체를 들 수 있다. 대안적으로는, 음극을 구성하는 재료로는 예를 들어 리튬-인듐, 나트륨-칼륨, 마그네슘-은, 알루미늄-리튬, 알루미늄-마그네슘, 마그네슘-인듐 합금 등의 2종 이상의 합금을 들 수 있고, 또한, 산화 주석 인듐(ITO) 등의 금속 산화물도 들 수 있다. 이들 전극 재료는 단독으로 사용하거나, 혹은 이들을 2종 이상 조합해서 사용할 수도 있다. 또한, 음극은 단층 구성 혹은 다층 구성을 가질 수도 있다.

<106> 본 발명의 유기 발광 소자에 이용되는 기관은 특히 한정되는 것은 아니지만, 예를 들어, 금속계 기관, 세라믹계 기관 등의 불투명성 기관, 유리, 석영, 플라스틱 시트 등의 투명성 기관을 이용할 수 있다.

<107> 또, 기관으로 예를 들어 컬러 필터막, 형광 색 변환 필터막, 유전체 반사막 등을 이용해서 발색광을 제어하는 것도 가능하다. 또한, 기관 위에 박막 트랜지스터(TFT)를 형성하여 접속시켜 소자를 작성하는 것도 가능하다.

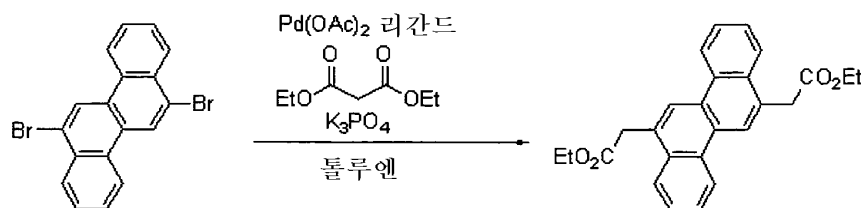
<108> 또한, 소자의 광취출 방향에 대해서는, 하부 발광형 구성(기관 쪽에서부터 광을 취출하는 구성) 및 상부 발광형 구성(기관의 반대쪽으로부터 광을 취출하는 구성)의 양쪽 모두를 이용할 수 있다.

실시예

<115> 이하, 실시예에 의해 본 발명을 한층 더 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이들 실시예로 한정되는 것은 아니다.

<실시예 1> [예시 화합물 H-6의 합성]

(1-1) 합성 중간체 화합물 1-2의 합성



화합물 1-1

화합물 1-2

<118> 300ml의 가지 달린 플라스크(recovery flask)에 이하에 나타낸 시약 및 용매를 주입하고, 질소 기류 하에 80℃에서 18시간 교반하였다:

<120> 화합물 1-1: 5.0g(13.0mmol)

<121> 아세트아세트산 에틸: 6.74g(51.8mmol)

<122> 인산 삼칼륨: 16.5g(77.7mmol)

<123> 아세트산 팔라듐(II): 116mg(0.52mmol)

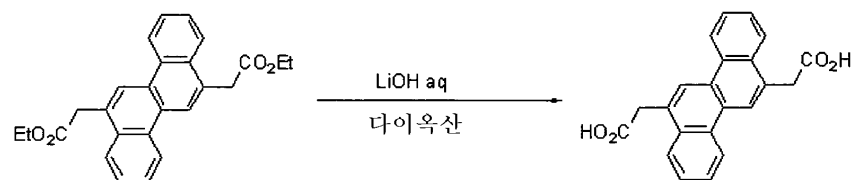
<124> 2-(다이-tert-부틸포스피노)-2'-메틸바이페닐: 324mg(1.04mmol)

<125> 톨루엔: 100ml

<126> 에탄올: 15ml.

<127> 반응 종료 후, 톨루엔 및 물을 가함으로써 반응 혼합물의 유기층을 분액하고, 황산마그네슘 위에서 건조시킨 후, 용매를 증류 제거하였다. 얻어진 생성물을 실리카겔 칼럼 크로마토그래피(전개 용매: 톨루엔/클로로포름 =1/1)로 정제함으로써, 화합물 1-2를 2.87g(수율: 55%) 얻었다.

(1-2) 합성 중간체 화합물 1-3의 합성



화합물 1-12

화합물 1-13

<130> 가지 달린 플라스크에 이하에 나타낸 시약 및 용매를 주입하고, 90℃에서 24시간 교반하였다:

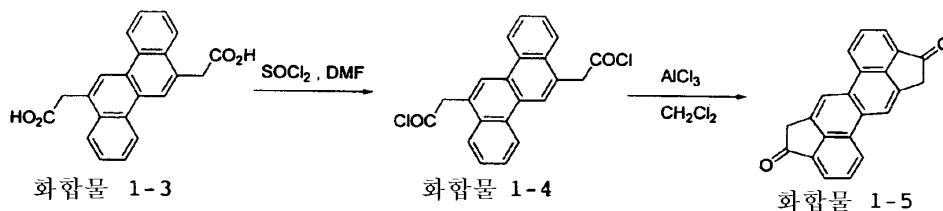
<131> 화합물 1-2: 3.76g(89.6mmol)

<132> 다이옥산: 30ml

<133> 수산화리튬 일수화물: 3.76g(89.6mmol).

<134> 다음에, 이 현탁액에 진한 염산(20ml)을 천천히 가하고 나서, 얻어진 혼합물을 실온에서 5시간 교반하였다. 그 후, 이 혼합물에 물(200ml)을 첨가하고, 석출된 결정을 여과에 의해 분리하였다. 이 결정을 물, 메탄올 및 다이에틸에터로 순차 세정을 행하고 나서, 고진공 하에 가열·건조시킴으로써, 화합물 1-3을 2.87g(수율: 93%) 얻었다.

<135> (1-3) 합성 중간체 화합물 1-5의 합성



<136>

<137> 가지 달린 플라스크에 이하에 나타낸 시약 및 용매를 주입하고, 80℃에서 2시간 교반하였다:

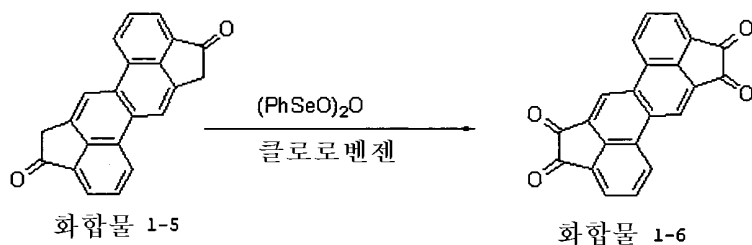
<138> 화합물 1-3: 2.87g(6.36mmol)

<139> 염화티오닐: 50ml

<140> 다이메틸포름아마이드: 300 μ l.

<141> 이 현탁액을 감압 하에 증류 제거하고, 얻어진 잔류물에 다이클로로메탄(50ml)과 삼염화 알루미늄(2.1g, 15.9mmol)을 순차 가하고, 이 혼합물을 실온에서 18시간 격렬하게 교반하였다. 얻어진 현탁액에 진한 염산(180ml)을 가하고, 얻어진 혼합물을 가열하면서 1시간 교반을 행하였다. 이 현탁액을 여과에 의해 분리하고, 그 여과액에 대해서 클로로포름을 용매로서 이용하는 속슬렛 추출을 행하고, 얻어진 추출물을 농축시켰다. 이 추출물을 실리카겔 칼럼 크로마토그래피(전개 용매: 클로로포름/아세트산 에틸=15/1)에 의해 정제함으로써, 화합물 1-5를 1.2g(수율: 61%) 얻었다.

<142> (1-4) 합성 중간체 화합물 1-6의 합성



<143>

<144> 가지 달린 플라스크에 이하에 나타낸 시약 및 용매를 주입하고, 130℃에서 18시간 교반하였다:

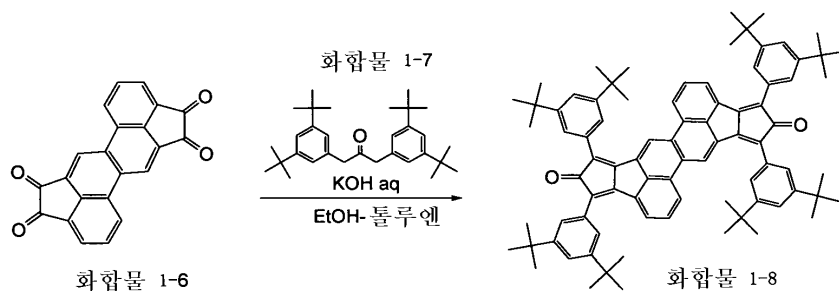
<145> 화합물 1-5: 1.2g(3.89mmol)

<146> 벤젠 셀렌산 무수물: 4.4g(8.56mmol)

<147> 클로로벤젠: 60ml.

<148> 다음에, 이 현탁액을 100℃까지 냉각한 후, 뜨거운 상태 그대로 석출된 결정을 여과에 의해 분리하였다. 얻어진 결정을 헥산으로 세정하고, 고진공 하에 건조함으로써, 화합물 1-6을 1.27g(수율: 97%) 얻었다.

<149> (1-5) 합성 중간체 화합물 1-8의 합성



<150>

<151> 가지 달린 플라스크에 이하에 나타낸 시약 및 용매를 주입하고, 질소 기류 하에, 80℃에서 18시간 교반하였다:

<152> 화합물 1-6: 37mg(0.0046mmol)

<153> 화합물 1-7: 40mg(0.0092mmol)

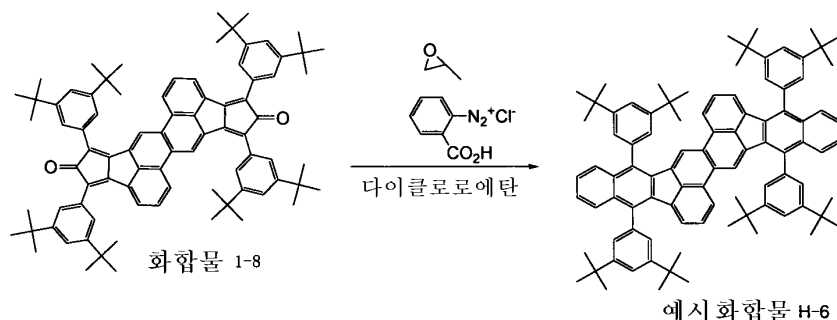
<154> 에탄올: 2ml

<155> 톨루엔: 0.4ml

<156> 6N-수산화칼륨: 300μl.

<157> 반응 종료 후, 이 반응 혼합물을 실온까지 방치하여 냉각시키고, 얻어진 결정을 여과에 의해 분리하였다. 얻어진 결정을 메탄올 및 IPE(아이소프로필 에터)로 순차 세정을 행하고, 고진공 하에 건조시킴으로써, 화합물 1-8을 55mg(수율: 99%) 얻었다.

<158> (1-6) 예시 화합물 H-6의 합성



<159>

<160> 가지 달린 플라스크에 이하에 나타낸 시약 및 용매를 주입하고, 70℃에서 5시간 교반하였다:

<161> 화합물 1-8: 55mg(0.0485mmol)

<162> 벤젠다이아조늄-2-카복실레이트 염산염: 500mg(0.27mmol)

<163> 프로필렌 옥사이드: 0.5ml

<164> 다이클로로에탄: 5ml.

<165> 반응 종료 후, 반응 혼합물을 실온까지 방치하여 냉각시키고, 얻어진 결정을 여과에 의해 분리하였다. 이 결정을 다이에틸 에터-헥산으로 충분히 세정하고 나서, 실리카겔 칼럼 크로마토그래피(전개 용매: 헥산/클로로포름 =3/1)에 의해 정제함으로써, 예시 화합물 H-6을 33mg(수율: 55%) 얻었다.

<166> 얻어진 화합물의 물성을 측정해서 평가하였다.

<167> (분자량)

<168> MALDI-TOF-MS(매트릭스-지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광분석: matrix-assisted laser desorption/ionization time-of-flight mass spectrometry)에 의해 이 화합물의 M⁺가 1229.79인 것을 확인하였고, 따라서, 이 화합물은 예시 화합물 H-6인 것으로 동정되었다.

<169> (NMR)

<170> NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인하였다.

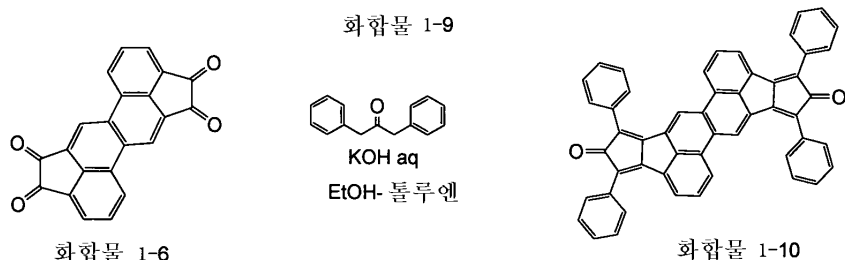
<171> $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3 , 400MHz) σ (ppm): 7.87-7.86(m, 4H), 7.78-7.77(m, 2H), 7.73(d, 2H, $J=8.0\text{Hz}$), 7.66(t, 2H, $J=2.0\text{Hz}$), 7.48-7.41(m, 14H), 7.35(t, 2H, $J=7.0\text{Hz}$), 6.65(d, 2H, $J=7.2\text{Hz}$), 1.42(s, 36H), 1.39(s, 36H)

<172> (발광 특성)

<173> 용액 상태의 예시 화합물 H-6의 발광 스펙트럼을 측정하였다. 발광 스펙트럼을 측정하기 전에, 미리 분광광도계 "U-3010"(히타치 하이-테크놀로지스사(Hitachi High-Technologies Corporation) 제품)을 사용해서 예시 화합물 H-6의 톨루엔 용액($1 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$)의 흡수 스펙트럼을 측정하였다. 흡수 스펙트럼을 측정한 후, 형광 분광광도계 "F-4500"(히타치 하이-테크놀로지스사 제품)을 사용해서 예시 화합물 H-6의 톨루엔 용액($1 \times 10^{-5} \text{ mol/l}$)의 발광 스펙트럼(PL 스펙트럼)을 측정하였다. 이때, 흡수 스펙트럼 측정의 결과로부터 여기 파장은 351nm로 설정되었다. 측정 결과, 도 6에 나타난 PL 스펙트럼이 얻어졌다. 도 6에 나타난 PL 스펙트럼으로부터, 예시 화합물 H-6의 최대 발광 파장의 제1피크 및 제2피크는 각각 469nm 및 502nm였고, 이 화합물 H-6은 양호한 청색 발광을 나타내는 것으로 판명되었다.

<174> <실시예 2> [예시 화합물 H-1의 합성]

<175> (2-1) 합성 중간체 화합물 1-10의 합성



<176>

<177> 가지 달린 플라스크에 이하에 나타난 시약 및 용매를 주입하고, 질소 기류 하에 80℃에서 0.5시간 교반하였다:

<178> 화합물 1-6: 0.76g(2.26mmol)

<179> 화합물 1-9: 0.8g(3.80mmol)

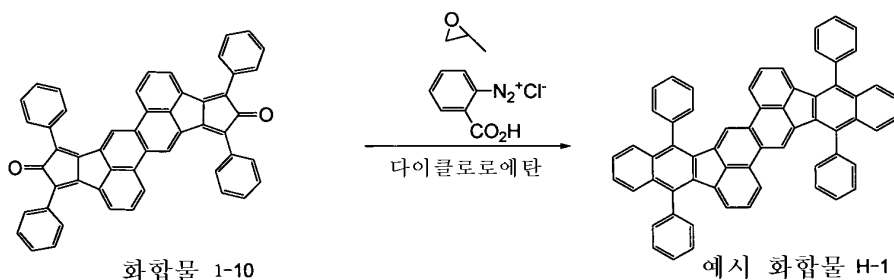
<180> 에탄올: 18ml

<181> 톨루엔: 2ml

<182> 6N-수산화칼륨: 800ml

<183> 반응 종료 후, 이 반응 혼합물을 실온까지 방치하여 냉각시켜, 얻어진 결정을 여과에 의해 분리하였다. 이 결정을 메탄올 및 IPE로 순차 세정하고, 고진공 하에 건조시킴으로써, 화합물 1-10을 330mg(수율: 21%) 얻었다.

<184> (2-2) 예시 화합물 H-1의 합성



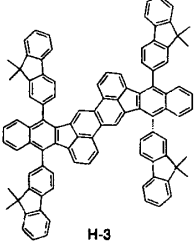
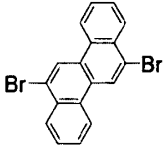
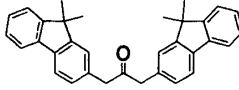
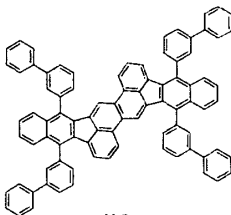
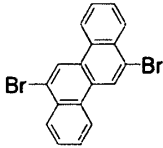
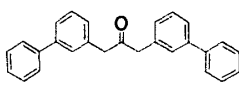
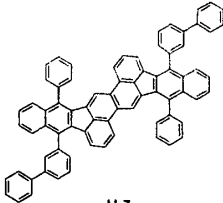
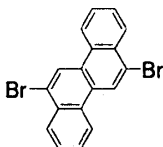
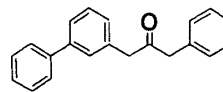
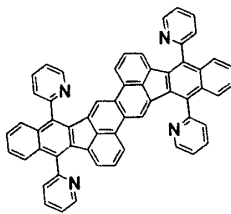
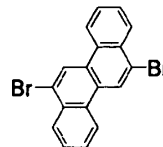
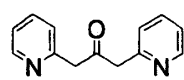
<185>

<186> 가지 달린 플라스크에 이하에 나타난 시약 및 용매를 주입하고, 70℃에서 2시간 교반하였다:

<187> 화합물 1-10: 76mg(0.111mmol)

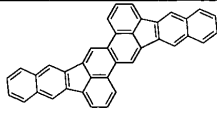
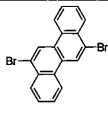
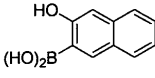
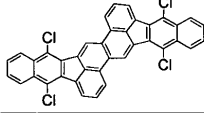
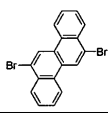
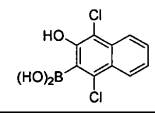
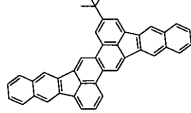
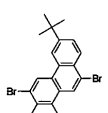
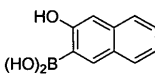
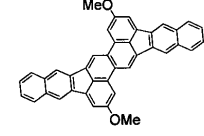
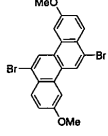
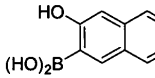
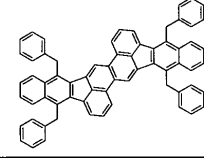
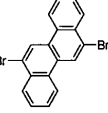
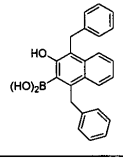
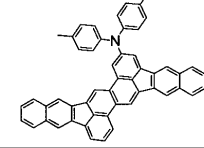
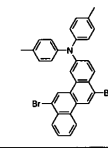
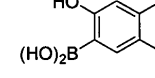
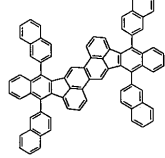
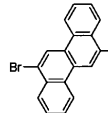
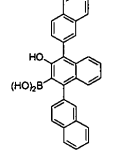
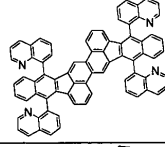
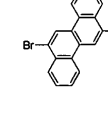
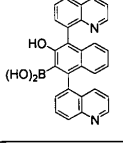
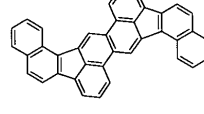
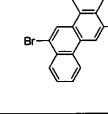
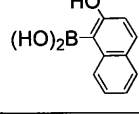
- <188> 벤젠 다이아조늄-2-카복실레이트 염산염: 82mg(0.444mmol)
- <189> 프로필렌 옥사이드: 0.2ml
- <190> 다이클로로에탄: 4ml.
- <191> 반응 종료 후, 이 반응 혼합물을 실온까지 방치하여 냉각시키고, 얻어진 결정을 여과에 의해 분리하였다. 이 결정을 디에틸 에터로 충분히 세정하고 나서, 실리카겔 칼럼 크로마토그래피(전개 용매: 헥산/클로로포름 =3/1)에 의해 정제함으로써, 예시 화합물 H-1을 45mg(수율: 51%) 얻었다.
- <192> 얻어진 화합물의 물성을 측정해서 평가하였다.
- <193> (분자량)
- <194> MALDI-TOF-MS(매트릭스-지원 레이저 탈착/이온화 비행 시간형 질량 분광분석)에 의해 M+가 780.04인 것을 확인 하였고, 따라서, 예시 화합물 H-1인 것을 동정하였다.
- <195> (NMR)
- <196> NMR 측정에 의해 이 화합물의 구조를 확인하였다.
- <197> $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 400\text{MHz})$ σ (ppm): 7.81(t, 6H, J=2.8Hz), 7.73-7.65(m, 18H), 7.60-7.58(m, 4H), 7.43-7.38(m, 6H), 7.54(d, 2H, J=6.8Hz), 1.42(s, 36H), 1.40(s, 36H)
- <198> 이하, 실시예 1과 같은 합성 방법으로, 예시 화합물 H-3, H-5, H-7 및 I-1을 각각 합성할 수 있다. 구체적으로는, 실시예 1에 있어서, 화합물 1-1 및 화합물 1-7 대신에, 이하의 표 1에 나타난 다이브로모크리센 유도체 및 아세톤 유도체를 각각 사용한 것 이외에는, 실시예 1과 같은 조건 하에서 합성을 수행하였다.

표 1

예시 화합물	다이브로모크리센 유도체	아세톤 유도체
 H-3		
 H-5		
 H-7		
 I-1		

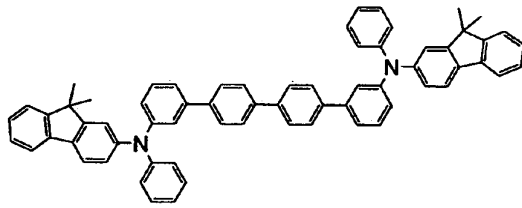
또 합성 경로 1의 방법에 의해, 예시 화합물 B-1, C-3, D-1, E-1, F-1, G-2, H-2, I-3 및 J-2를 각각 합성할 수 있다. 구체적으로는, 합성 경로 1에 있어서, 다이브로모크리센 유도체 및 보론산유도체를 이하의 표 2에 나타낸 화합물을 이용한다.

표 2

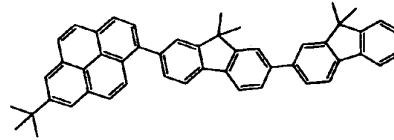
예시 화합물	다이브로모크리센 유도체	보론산 유도체
 B-1		
 C-3		
 D-1		
 E-1		
 F-1		
 G-2		
 H-2		
 I-3		
 J-2		

<실시예 3> [유기 발광 소자의 제작]

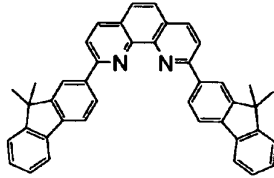
본 실시예에서는, 도 3에 나타난 유기 발광 소자를 제작하였다. 우선, 유리 기판(기판(1)) 위에 막 두께 100nm를 지니도록 산화 주석 인듐(ITO)(양극(2))을 패터닝함으로써, ITO 전극을 가진 유리 기판을 제작하였다. 다음에, 이 ITO 전극을 가진 유리 기판 위에, 유기 화합물을 포함하는 층과 음극을 저항가열에 의한 진공증착을 실시해서, ITO 전극을 가진 유리 기판 위에 막을 연속적으로 형성하였다. 구체적으로는, 우선, 정공 수송층(5)으로서, 이하에 나타난 화합물 2를 이용해서 막두께 20nm를 지닌 막을 형성하였다. 다음에, 발광층(3)으로서, 호스트로서 기능하는 이하에 나타난 화합물 3과 게스트로서 기능하는 예시 화합물 H-1을, 화합물 3에 의거해서 예시 화합물 H-1의 함유량이 1 중량%가 되도록 공증착시켰다. 이때, 발광층(3)은 30nm의 막 두께를 지니도록 형성하였다. 이어서, 전자 수송층으로서 이하에 나타난 화합물 4를 이용해서 30nm 두께의 막을 형성하였다. 그 후, KF를 이용해서 1nm 두께의 막을 형성하고, 최후에 알루미늄을 이용해서 100nm 두께의 막을 형성하였다. 여기서, KF 및 알루미늄은 음극(4)으로서 기능한다.



화합물 2



화합물 3



화합물 4

<204>

<205> 단, 막 형성 동안 진공실 내의 압력은 10^{-5} Pa로 설정하였다. 또한, 소자를 작성할 경우, 서로 대향하는 전극은 각각 3mm²의 면적을 지니도록 형성되었다. 이상과 같이 해서, 유기 발광 소자를 얻었다.

<206> 얻어진 유기 발광 소자의 물성을 측정해서 평가하였다. 구체적으로는, 얻어진 소자의 전류 전압 특성을 휴렛-패커드사 제품인 미소전류계 "4140B"로 측정하였고, 상기 소자의 발광 휘도는 탑콘사(TOPCON CORPORATION) 제품인 "BM7"로 측정하였다. 그 결과, 상기 유기 발광 소자는 4.0V의 인가 전압에서 300cd/m²의 발광 휘도를 보였고, 청색 발광이 관측되었다. 또, 이 소자를 질소 분위기 하에 30mA/cm²의 전류 밀도에서 유지하였고, 100시간 전압을 인가해서 구동한 후에도 양호한 내구성을 보이는 것이 확인되었다.

<207> 이상, 본 발명을 예시적인 실시예를 참조해서 설명하였으나, 본 발명은 개시된 예시적인 실시예로 한정되는 것은 아니다. 이하의 청구의 범위의 범주는 이러한 모든 변형과 등가 구성 및 기능을 망라하도록 최광의의 해석을 따를 필요가 있다.

<208> 본 출원은 일본국 특허 출원 제2007-096343호(출원일: 2007년 4월 2일) 및 일본국 특허 출원 제2008-038298호(출원일: 2008년 2월 20일)의 우선권의 이득을 주장하는 것이며, 이들 특허 출원은 참고로 본 명세서에 그들의 전문이 인용되어 있다.

도면의 간단한 설명

<109> 도 1은 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제1 실시예를 나타낸 단면도;

<110> 도 2는 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제2 실시예를 나타낸 단면도;

<111> 도 3은 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제3 실시예를 나타낸 단면도;

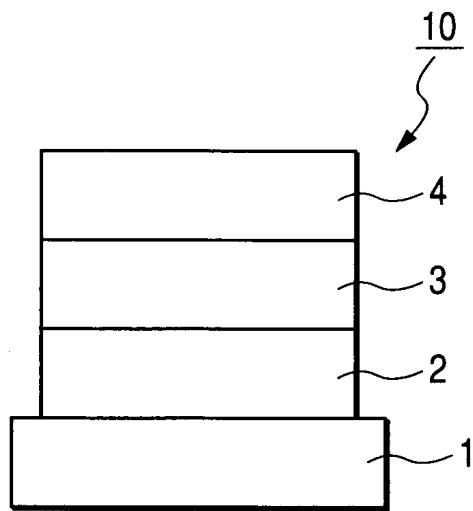
<112> 도 4는 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제4 실시예를 나타낸 단면도;

<113> 도 5는 본 발명의 유기 발광 소자에 있어서의 제5 실시예를 나타낸 단면도;

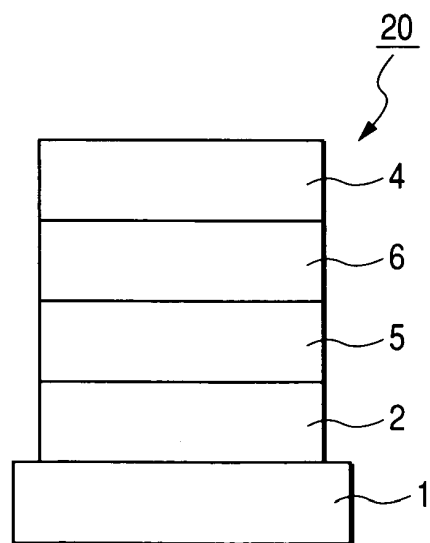
<114> 도 6은 예시 화합물 H-6의 톨루엔 용액(1×10^{-5} mol/l)의 PL 스펙트럼(여기파장: 351nm)을 나타낸 그래프.

도면

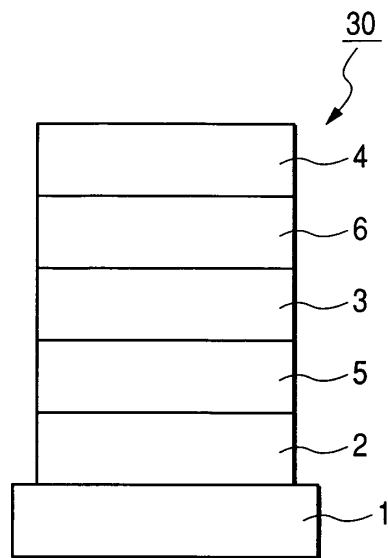
도면1



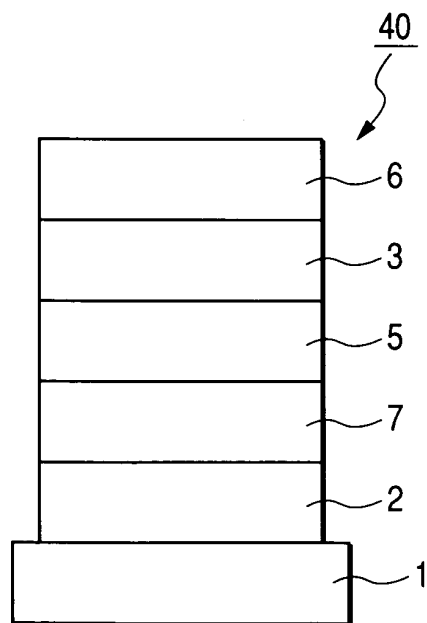
도면2



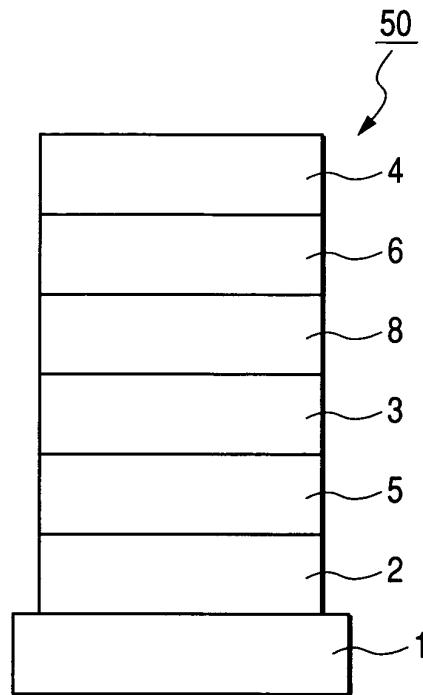
도면3



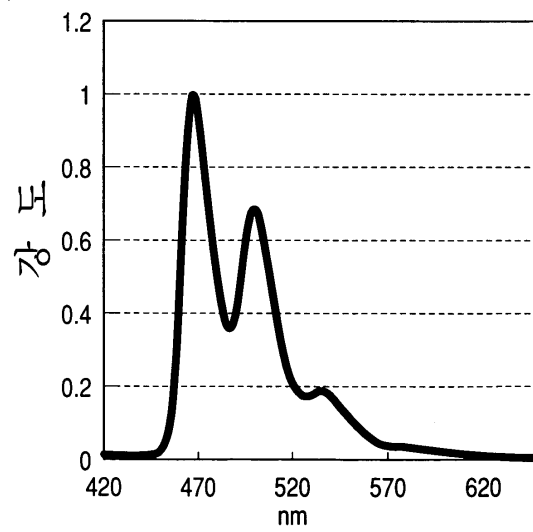
도면4



도면5



도면6



专利名称(译)	新型稠环芳香族化合物和具有该化合物的有机发光器件		
公开(公告)号	KR1020090122919A	公开(公告)日	2009-12-01
申请号	KR1020097016507	申请日	2008-03-27
[标]申请(专利权)人(译)	佳能株式会社		
申请(专利权)人(译)	佳能sikki有限公司		
[标]发明人	NEGISHI CHIKA 네기시치카 SAITOH AKIHITO 사이토아키히토 OHRUI HIROKI 오루이히로키 IWAWAKI HIRONOBU 이와와키히로노부 MURATSUBAKI MASANORI 무라츠바키마사노리		
发明人	네기시치카 사이토아키히토 오루이히로키 이와와키히로노부 무라츠바키마사노리		
IPC分类号	C09K11/06 C07C15/20 H05B33/14 H01L51/50		
CPC分类号	C07C211/61 C07D471/04 C07C49/665 C07C13/62 C09K11/06 H01L51/0057 H01L51/5012 H01L51/5036 H01L51/5048 H05B33/14 H01L51/0052 C07C25/22 C07C43/21 C07C2603/18 C07C2603/54 C07C2603/90 C09K2211/1007 C09K2211/1011 C09K2211/1014 C09K2211/1029 C09K2211/1044 Y10S428/917		
代理人(译)	Jangsugil Bakchungbeom		
优先权	2007096343 2007-04-02 JP 2008038298 2008-02-20 JP		
其他公开文献	KR101143789B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供一种稠环芳香族化合物和具有高效率，高亮度，耐久性的光输出的有机发光装置。一种有机发光装置，包括：一对电极，包括阳极和阴极，其中至少一个是透明或半透明的；和设置在所述一对电极之间的有机化合物层，其中所述有机化合物层含有由下式1表示的稠环芳香族化合物。在式中，X1至X16各自独立地表示氢原子，卤素原子，取代的或未取代的烷基，取代或未取代的烷氧基，取代或未取代的芳氧基，取代或未取代的氨基，取代或未取代的芳基，或取代或未取代的杂环基，它们可以相同或不同；相邻的基团相互结合形成选自X4至X7的基团中的至少一个环；和相邻的组相互结合，形成选自X12至X15的组中的至少一个环。

COPYRIGHT KIPO 0026 # WIPO 2010

