

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. C09K 11/06 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년06월19일 10-0589969 2006년06월08일
---	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2004-0038037	(65) 공개번호	10-2004-0103389
(22) 출원일자	2004년05월28일	(43) 공개일자	2004년12월08일

(30) 우선권주장	JP-P-2003-00153539	2003년05월29일	일본(JP)
	JP-P-2003-00206953	2003년08월08일	일본(JP)

(73) 특허권자 세이코 엡슨 가부시키키가이샤
일본 도쿄도 신주쿠구 니시신주쿠 2초메 4-1

(72) 발명자 시노하라유지
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

이시이류지
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

시마즈마사미츠
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

우에하라마사미츠
일본국나가노켄스와의오와3-3-5세이코엡슨가부시키키가이샤내

(74) 대리인 문두현
 문기상

심사관 : 손창호

(54) 정공 수송 재료 및 그 정공 수송 재료의 제조 방법

요약

유기 EL 장치에서, 전압이 양극과 음극을 가로질러 인가되면, 정공은 정공 수송층으로 이동하고, 전자는 전자 수송층으로 이동하여, 상기 정공과 상기 전자가 발광층에서 재결합된다. 상기 발광층에서의 상기 재결합시에 방출된 에너지에 의해 엑시톤이 생성되며, 이 엑시톤이 기저(ground) 상태로 복귀할 때 형광 또는 인광의 형태로 에너지를 방출하거나 또는 광을 발한다. 양이온성 불순물 및/또는 음이온성 불순물의 양을 적게 컨트롤한 정공 수송 재료가 정공 수송층에 사용되므로, 상기 유기 EL 장치는 발광 휘도의 저하가 억제되어, 우수한 발광 특성이 장기간 유지된다.

대표도

도 1

색인어

정공 수송 재료, 정공 수송 재료의 제조 방법, 유기 EL 장치, 발광 휘도

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 유기 EL 장치의 예를 나타내는 종단면도.

부호의 설명

1 --- 유기 EL 장치, 2 --- 기판, 3 --- 양극, 4 --- 유기 EL층, 5 --- 음극, 6 --- 보호층

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 유기 일렉트로루미네선스 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료와, 그 정공 수송 재료를 제조하는 방법에 관한 것이다.

유기 일렉트로루미네선스 장치(이후, "유기 EL 장치"라고 함)는 공지되어 있다. 이 유기 EL 장치는 양극과 음극 사이에 적어도 하나의 발광 유기층(유기 일렉트로루미네선스층)이 구비되어 있는 구조를 갖는다. 상기 유기 EL 장치는 무기 EL 장치에 비하여, 인가 전압을 현저히 감소시킬 수 있다. 또한, 각종의 루미네스نت 컬러를 제공할 수 있는 장치를 제조할 수 있다.

최근에, 고성능 유기 EL 장치를 얻기 위하여, 그 장치의 구조는 물론 사용되는 재료의 개발 및 개선에 많은 연구가 활발히 행하여지고 있다.

현재까지, 각종 루미네스نت 컬러를 제공할 수 있는 유기 EL 장치, 또는 고휘도, 고효율을 갖는 유기 EL 장치가 이미 개발되어 있으며, 표시 또는 광원의 화상 소자로의 응용 등 그들의 각종 실용적 사용을 실현하기 위하여, 더욱 더 연구가 행하여지고 있다.

그러나, 현재의 유기 EL 장치는, 실용적 사용의 관점에서, 장기간 사용하는 경우에 발광 휘도가 감소되거나 열악해지는 문제점을 여전히 가지고 있어, 이 문제점을 해결하기 위한 기술적 수단의 달성이 요구되고 있다.

상기 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 억제하는 방법으로서, 고순도 유기 화합물을 사용하는 방법이 제안되어 있다(예; 일본공개특허 2002-175885). 이 일본공개특허 2002-175885에는 유기 EL 장치를 구성하는 재료내에 함유되어 있는 할로젠 함유 화합물(불순물)의 함량을 1,000ppm 미만으로 함으로써, 장시간 사용할 때 발생하는 발광 휘도의 저하를 억제하는 유기 EL 장치가 개시되어 있다.

그러나, 유기 EL 장치에서의 발광 휘도의 저하와, 사용되는 구성 재료내에 함유된 불순물의 종류 및 이들의 함량 사이의 특정 관계는 아직 확립되어 있지 않다. 그러므로, 실용적 사용을 실현하기 위하여, 더욱 더 연구가 진행되고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은, 유기 EL 장치내에서 발광 휘도의 저하를 억제할 수 있는 정공 수송 재료와, 이 정공 수송 재료를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은, 유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료에 관한 것으로, 상기 정공 수송 재료는, 상기 층을 이 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우에, 그 층에 함유되어 있는 황산 이온의 양이 1000ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

상기한 발명에 의하면, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 제공할 수 있게 된다.

상기 정공 수송 재료에서, 정공 수송 재료의 체적 저항률은 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 것이 바람직하다. 이렇게 하면, 발광 효율이 높은 유기 EL 소자를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 것이 바람직하다. 그러한 저분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 치밀한 정공 수송층을 얻어 정공 수송 능력을 향상시킬 수 있다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하여도 좋다. 그러한 고분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 정공 수송 재료를 용매에 비교적 용이하게 용해시킬 수 있어, 정공 수송층을 잉크젯 인쇄법 등의 각종의 수단에 의하여 용이하게 형성할 수 있다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 및 벤지딘계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이 바람직하다. 이들 화합물은 정공 수송 능력이 높기 때문에 바람직하다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되며, 상기 층은 황산 이온 이외의 1종 이상의 음이온성 불순물을 함유하는 정공 수송 재료에 관한 것으로, 상기 정공 수송 재료는, 상기 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우, 상기 음이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 음이온성 불순물의 양이 100ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

상기 본 발명에 의하면, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 제공할 수 있게 된다.

이 경우에, 상기 층에 함유되어 있는 음이온성 불순물들의 총량이 500ppm 이하인 것이 바람직하다. 이렇게 하면, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 보다 확실하게 억제할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료에서, 이 정공 수송 재료의 체적 저항률은 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 것이 바람직하다. 이렇게 하면, 발광 효율이 높은 유기 EL 소자를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 것이 바람직하다. 이러한 저분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 치밀한 정공 수송층을 얻어 정공 수송 능력을 향상시킬 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하여도 좋다. 이러한 고분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 상기 정공 수송 재료는 용매에 비교적 용이하게 용해될 수 있어, 잉크젯 인쇄법 등의 각종의 방법에 의해서 정공 수송층을 용이하게 형성할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 및 벤지딘계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이 바람직하다. 이들 화합물은 정공 수송 능력이 높기 때문에 바람직하다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되며, 상기 층은 1종 이상의 양이온성 불순물을 함유하는 정공 수송 재료에 관한 것으로, 상기 정공 수송 재료는, 상기 층을 이 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우에, 상기 양이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 양이온성 불순물의 양이 500ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

상기 본 발명에 의하면, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 제공할 수 있게 된다.

이 경우에, 상기 층에 함유되어 있는 양이온성 불순물의 총량은 1500ppm 이하인 것이 바람직하다. 이렇게 하면, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 보다 확실하게 억제할 수 있게 된다.

또한, 상기 양이온성 불순물은 금속 이온을 포함하는 것이 바람직하다. 상기 금속 이온을 제거함으로써, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 보다 확실하게 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기한 정공 수송 재료에서, 그 정공 수송 재료의 체적 저항률은 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 것이 바람직하다. 이렇게 하면, 발광 효율이 높은 유기 EL 소자를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 것이 바람직하다. 이러한 저분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 치밀한 정공 수송층을 얻어 정공 수송 능력을 향상시킬 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하여도 좋다. 이러한 고분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 상기 정공 수송 재료는 용매에 비교적 용이하게 용해될 수 있어, 잉크젯 인쇄법 등의 각종의 방법에 의해서 정공 수송층을 용이하게 형성할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 및 벤지딘계 화합물로 구성된 군으로부터 선택하는 것이 바람직하다. 이들 화합물은 정공 수송 능력이 높기 때문에 바람직하다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료에 관한 것으로, 상기 정공 수송 재료는, 이 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우에, 상기 액체는 황산 이온을 함유하지만, 그 황산 이온의 양이 20ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

상기 본 발명에 의하면, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 제공할 수 있게 된다.

상기 정공 수송 재료에서, 이 정공 수송 재료의 체적 저항률은 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 것이 바람직하다. 이렇게 하면, 발광 효율이 높은 유기 EL 소자를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 것이 바람직하다. 이러한 저분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 치밀한 정공 수송층을 얻어 정공 수송 능력을 향상시킬 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하여도 좋다. 이러한 고분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 상기 정공 수송 재료는 용매에 비교적 용이하게 용해될 수 있어, 잉크젯 인쇄법 등의 각종의 방법에 의해서 정공 수송층을 용이하게 형성할 수 있게 된다.

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 및 벤지딘계 화합물로 구성된 군으로부터 선택하는 것이 바람직하다. 이들 화합물은 정공 수송 능력이 높기 때문에 바람직하다.

또한 본 발명은 유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료에 관한 것으로, 상기 정공 수송 재료는, 이 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우에, 상기 액체가 황산 이온 이외의 1종 이상의 음이온성 불순물을 함유하지만, 상기 음이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 음이온성 불순물의 양이 2ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

상기 본 발명에 의하면, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 제공할 수 있게 된다.

이 경우에, 상기 액체 함유되어 있는 양이온성 불순물의 총량은 10ppm 이하인 것이 바람직하다. 이렇게 하면, 유기 EL 소자의 발광 휘도의 저하를 보다 확실하게 억제할 수 있다.

또한, 상기한 정공 수송 재료에서, 이 정공 수송 재료의 체적 저항률은 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 것이 바람직하다. 이렇게 함으로써, 발광 효율이 높은 유기 EL 소자를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 것이 바람직하다. 이러한 저분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 치밀한 정공 수송층을 얻어 정공 수송 능력을 향상시킬 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하여도 좋다. 이러한 고분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 상기 정공 수송 재료는 용매에 비교적 용이하게 용해될 수 있어, 잉크젯 인쇄법 등의 각종의 방법에 의해서 정공 수송층을 용이하게 형성할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리논계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 및 벤지딘계 화합물로 구성된 군으로부터 선택하는 것이 바람직하다. 이들 화합물은 정공 수송 능력이 높기 때문에 바람직하다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료에 관한 것으로, 상기 정공 수송 재료는, 이 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우에, 상기 액체가 1종 이상의 양이온성 불순물을 함유하지만, 상기 양이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 양이온성 불순물의 양이 10ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

상기한 본 발명에 의하면, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기 양이온성 불순물은 금속 이온을 포함하는 것이 바람직하다. 상기 금속 이온을 제거함으로써, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 저하를 보다 확실하게 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기한 정공 수송 재료에서, 이 정공 수송 재료의 체적 저항률은 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 것이 바람직하다. 이렇게 함으로써, 발광 효율이 높은 유기 EL 소자를 제공할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 것이 바람직하다. 이러한 저분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 치밀한 정공 수송층을 얻어 정공 수송 능력을 향상시킬 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하여도 좋다. 이러한 고분자 정공 수송 재료를 함유함으로써, 상기 정공 수송 재료는 용매에 비교적 용이하게 용해될 수 있어, 잉크젯 인쇄법 등의 각종의 수단에 의해서 정공 수송층을 용이하게 형성할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리논계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 및 벤지딘계 화합물로 구성된 군으로부터 선택하는 것이 바람직하다. 이들 화합물은 정공 수송 능력이 높기 때문에 바람직하다.

본 발명의 또하나의 관점은 유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법에 관한 것으로, 이 방법은,

정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 황산 이온을 황산 이온의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매 또는 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 정공 수송 기능을 갖는 층을 이 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우에, 상기 층내에 함유되어 있는 황산 이온의 양이 1000ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법에 관한 것으로, 이 방법은,

정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 황산 이온 이외의 1종 이상의 음이온성 불순물을 음이온성 불순물의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매 또는 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우에, 상기 층내에 함유되어 있는 음이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 음이온성 불순물의 양이 100ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법에 관한 것으로, 이 방법은,

정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 1종 이상의 양이온성 불순물을 양이온성 불순물의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매 또는 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우에, 상기 층내에 함유되어 있는 양이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 양이온성 불순물의 양이 500ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법에 관한 것으로, 이 방법은,

정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 황산 이온을 황산 이온의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매 또는 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우에, 황산 이온의 양이 20ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법에 관한 것으로, 이 방법은,

정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 황산 이온 이외의 1종 이상의 음이온성 불순물을 음이온성 불순물의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매 또는 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우에, 음이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 음이온성 불순물의 양이 2ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

또한, 본 발명은 유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법에 관한 것으로, 이 방법은,

정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 1종 이상의 양이온성 불순물을 양이온성 불순물의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매 또는 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우에, 액체에 함유된 양이온성 불순물중에서 함량이 가장 많은 양이온성 불순물의 양이 10ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

상기한 본 발명의 제조 방법에 의하면, 정공 수송 재료로부터 음이온성 불순물 및/또는 양이온성 불순물을 비교적 용이하게 또한 비교적 단시간에 제거할 수 있게 된다.. 또한, 본 발명에 의하면, 제거 수단의 종류를 적당히 선택하기만 하면, 목표로 하는 음이온성 불순물 및/또는 양이온성 불순물을 확실하게 또한 효율적으로 제거할 수 있게 된다.

발명의 상세한 설명

본 발명의 정공 수송 재료 및 이 정공 수송 재료의 제조 방법을 상세하게 설명하기에 앞서, 본 발명의 정공 수송 재료를 사용하여 형성된 정공 수송층을 갖는 유기 EL 장치(organic electroluminescent device)의 예를 설명한다.

<유기 EL 장치>

도 1은 유기 EL 장치의 예를 나타내는 종단면도이다.

도 1에 나타난 유기 EL 장치는 투명 기관(2), 이 기관(2)상에 설치된 양극(3), 이 양극(3)상에 설치된 유기 EL층(4), 이 유기 EL층(4)상에 설치된 음극(5), 및 이들 층(3, 4, 5)을 덮도록 설치된 보호층(6)을 포함한다.

상기 기관(2)은 유기 EL 장치(1)의 지지체로서 역할을 하며, 상술한 층들은 이 기관(2)상에 형성된다.

상기 기관(2)의 구성 재료로는 광투과성과 우수한 광학 특성을 갖는 재료를 사용할 수 있다. 이러한 재료의 예로는 폴리에틸렌테레프탈레이트, 폴리에틸렌나프탈레이트, 폴리프로필렌, 시클로올레핀 중합체, 폴리아미드, 폴리에테르설폰, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리카보네이트, 및 폴리아릴레이트 등과 같은 각종 수지 재료와, 각종 유리 재료 등을 들 수 있다. 이들 재료는 단독으로 사용할 수도 있고, 이들 중에서 2종 이상을 조합하여 사용할 수도 있다.

상기 기관(2)의 두께는 특별하게 한정되지는 않지만, 약 0.1~30mm가 바람직하며, 약 0.1~10mm가 더욱 바람직하다.

양극(3)은 정공을 유기 EL층(4)(즉, 후술할 정공 수송층(41))에 주입하는 전극이다. 또한, 이 양극(3)은 실질적으로 투명(무색 투명, 착색 투명, 또는 반투명을 포함)하게 되어 있어 유기 EL층(4)으로부터(즉, 후술한 발광층(42)으로부터)의 발광을 가시적으로 확인할 수 있다.

상기 관점에서, 일함수가 높고, 도전성 및 광투과성이 우수한 재료를 양극(3)의 구성 재료(이하, "양극 재료"라고 함)로 사용함이 바람직하다.

상기 양극 재료의 예로는 ITO(인듐 주석 산화물), SnO₂, Sb 함유 SnO₂ 및 Al 함유 ZnO 와 같은 산화물, Au, Pt, Ag, Cu, 및 이들 중 2종 이상을 함유하는 알로이를 들 수 있다. 이들 재료는 단독으로 사용할 수 있고, 또는 이들 중 2종 이상을 조합하여 사용할 수도 있다.

상기 양극(3)의 두께는 특별하게 한정되지는 않지만, 약 10~200nm의 범위가 바람직하며, 약 50~150nm의 범위가 더욱 바람직하다. 이 양극(3)의 두께가 너무 얇으면, 양극(3)으로서의 기능을 충분히 발휘하지 못할 우려가 있다. 반면에, 양극(3)의 두께가 너무 두꺼우면, 사용하는 양극 재료의 종류에 따라 광투과율이 현저하게 저하되어, 그 결과, 유기 EL 장치는 실용적 용도로 적합하게 사용할 수 없게 된다.

예를 들어, 폴리티오펜, 폴리피롤 등과 같은 도전성 수지도 양극 재료로서 사용할 수 있다.

한편, 음극(5)은 전자를 유기 EL층(4)에(후술할 전자 수송층(43)에) 주입하는 전극이다.

상기 음극(5)의 구성 재료(이후에는, "음극 재료"라고 함)로는, 일함수가 낮은 재료를 사용하는 것이 바람직하다.

상기 음극 재료의 예로는 Li, Mg, Ca, Sr, La, Ce, Er, Eu, Sc, Y, Yb, Ag, Cu, Al Cs, Rb, 및 이들의 2종 이상을 함유하는 알로이를 들 수 있다. 이들 재료는 단독으로 사용할 수 있고, 이들 중 2종 이상을 조합하여 사용할 수도 있다.

특히, 알로이를 음극 재료로서 사용하는 경우에는, Ag, Al 또는 Cu 와 같은 안정한 금속 원소를 함유하는 알로이, 구체적으로 MgAg, AlLi, 또는 CuLi와 같은 알로이를 사용하는 것이 바람직하다. 음극 재료로서 상기의 알로이를 사용하면, 음극(5)의 전자 주입 효율과 안정성을 향상시킬 수 있다.

상기 음극(5)의 두께는 약 1nm~1 μ m의 범위가 바람직하며, 100~400nm의 범위가 더욱 바람직하다. 이 음극(5)의 두께가 너무 얇으면, 음극(5)으로서의 기능을 충분히 발휘하지 못할 우려가 있다. 반면에, 음극(5)의 두께가 너무 두꺼우면, 유기 EL 장치(1)의 발광 효율이 낮아질 우려가 있다.

양극(3)과 음극(5) 사이에, 유기 EL층(4)이 설치된다. 이 유기 EL층(4)은 정공 수송층(41), 발광층(42) 및 전자 수송층(43)을 포함한다. 이들 층(41, 42, 43)은 양극(3)상에 이 순서로 형성된다.

정공 수송층(41)은 양극(3)으로부터 주입된 정공을 발광층(42)으로 수송하는 기능을 한다.

정공 수송 능력을 갖는다면, 어떠한 재료라도 정공 수송층(41)의 구성 재료(이후, "정공 수송 재료"라고 함)로서 사용할 수 있다. 그러나, 상기 정공 수송층(41)의 구성 재료는 공액계를 갖는 화합물로 형성되는 것이 바람직하다. 그 이유는, 공액계를 갖는 화합물은 전자 구름의 특유의 확산성으로 인하여 정공을 매우 원활하게 수송할 수 있기 때문이며, 따라서, 그러한 화합물은 정공 수송 능력이 특히 우수하다.

또한, 사용되는 정공 수송 재료는 실온에서 고상, 반고상 또는 액상 중 어느 하나의 형태로 사용할 수 있다. 상술한 어느 하나의 형태로서의 상기한 정공 수송 재료는 취급성이 양호하므로, 정공 수송층(41)은 용이하게 또한 확실하게 형성되며, 이렇게 하여 고성능의 유기 EL 장치(1)를 얻을 수 있게 된다.

상기 정공 수송 재료의 예로는: 1,1'-비스(4-디-파라-트리아미노페닐)시클로hex산 및 1,1'-비스(4-디-파라-톨릴아미노페닐)-4-페닐-시클로hex산 등의 아릴시클로알칸계 화합물; 4,4',4''-트리메틸트리페닐아민, N,N,N',N''-테트라페닐-1,1'-비페닐-디아민, N,N'-디페닐-N,N'-비스(3-메틸페닐)-1,1'-비페닐-4,4'-디아민(TPD1), N,N'-디페닐-N,N'-비스(4-메톡시페닐)-1,1'-비페닐-4,4'-디아민(TPD2), N,N,N',N''-테트라키스(4-메톡시페닐)-1,1'-비페닐-4,4'-디아민(TPD3), N,N'-디(1-나프틸)-N,N'-디페닐-1,1'-비페닐-4,4'-디아민(α -NPD), 및 TPTE 등의 아릴아민계 화합물; N,N,N',N''-테트라페닐-파라-페닐렌디아민, N,N,N',N''-테트라(파라-톨릴)-파라-페닐렌디아민, 및 N,N,N',N''-테트라(메타-톨리)-메타-페닐렌디아민(PDA) 등의 페닐렌디아민계 화합물; 카바졸, N-이소프로필카바졸, 및 N-페닐카바졸 등의 카바졸계 화합물; 스틸벤, 및 4-디-파라-톨릴아미노스틸벤 등의 스틸벤계 화합물; O_xZ 등의 옥사졸계 화합물; 트리페닐메탄, 및 m-MTDATA 등의 트리페닐메탄계 화합물; 1-페닐-3-(파라-디메틸아미노페닐)피라졸린 등의 피라졸린계 화합물; 벤진(시클로hex사디엔)계 화합물; 트리아졸 등의 트리아졸계 화합물; 이미다졸 등의 이미다졸계 화합물; 1,3,4-옥사디졸, 및 2,5-디(4-디메틸아미노프로필)-1,3,4-옥사디졸 등의 옥사디졸계 화합물; 안트라센, 및 9-(4-디에틸아미노스티릴)안트라센 등의 안트라센계 화합물; 플루오레논, 2,4,7-트리니트로-9-플루오레논, 및 2,7-비스(2-하이드록시-3-(2-클로로페닐)카바모일)-1-나프틸아조)플루오레논 등의 플루오레논계 화합물; 폴리아닐린 등의 아닐린계 화합물; 실란계 화합물; 폴리티오펜, 및 폴리(티오펜비닐렌) 등의 티오펜계 화합물; 폴리(2,2'-티에닐피롤), 및 1,4-디티오케토-3,6-디페닐-피롤로-(3,4-c)피롤로피롤 등의 피롤계 화합물; 플루오렌 등의 플루오렌계 화합물; 포르피린, 및 금속 테트라페닐포르피린 등의 포르피린계 화합물; 퀴나크리돈 등의 퀴나크리돈계 화합물; 프탈로시아닌, 동 프탈로시아닌, 테트라(t-부틸)동 프탈로시아닌, 및 철 프탈로시아닌 등의 금속 또는 비금속 프탈로시아닌계 화합물; 동 나프탈로시아닌, 바니딜 나프탈로시아닌, 및 모노클로로갈륨 나프탈로시아닌 등의 금속 또는 비금속 나프탈로시아닌계 화합물; 및, N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐-벤지딘 및 N,N,N',N''-테트라페닐벤지딘 등의 벤지딘계 화합물을 들 수 있다. 이들 화합물을 단독으로 사용할 수 있으며, 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 이들 모두는 높은 정공 수송 능력을 갖는다.

이들 화합물은 단량체 또는 올리고머(저분자 정공 수송 재료)로서, 또는 주쇄 또는 측쇄에 이들 화합물을 함유하는 예비 중합체 또는 중합체(고분자 정공 수송 재료)로서 사용할 수 있다.

또한, 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물(예: 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)(PEDOT/PSS)) 등의 고분자 정공 수송 재료를 상기 정공 수송 재료로서 사용할 수 있다. 이 고분자 정공 수송 재료도 높은 정공 수송 능력을 갖는다. 한편, 이 고분자 정공 수송 재료는 폴리스티렌설포산 함량 때문에 다른 정공 수송 재료에 비하여 비교적 많은 황산 이온을 함유한다. 그러므로, 그것으로부터 황산 이온을 제거하는 것이 특히 효과적이다.

또한, 정공 수송 재료로서 사용할 수 있는 상기의 화합물들은 단독으로 사용하여도 좋고, 2종 이상을 조합하여 사용하여도 좋다.

이러한 관점에서, 저분자 정공 수송 재료를 사용하면, 치밀한 정공 수송층(41)을 얻을 수 있어, 정공 수송 능력을 향상시킬 수 있다. 한편, 고분자 정공 수송 재료를 사용하면, 용매내에서 비교적 용이하게 용해될 수 있어, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 방법에 의하여 용이하게 정공 수송층을 형성할 수 있다. 또한, 저분자 정공 수송 재료와 고분자 정공 수송 재료를 함께 사용하면, 저분자 정공 수송 재료의 효과와 고분자 정공 수송 재료의 효과로부터의 시너지 효과를 얻을 수 있다. 즉, 우수한 정공 수송 능력을 갖는 치밀한 정공 수송층(41)을 잉크젯 인쇄법 등의 각종 방법에 의하여 용이하게 형성할 수 있는 효과를 얻는다.

상기 정공 수송층(41)의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 약 10~150nm의 범위가 바람직하며, 약 50~100nm의 범위가 더욱 바람직하다. 정공 수송층(41)의 두께가 너무 얇으면, 편광이 생성될 우려가 있다. 반면에, 정공 수송층(41)의 두께가 너무 두꺼우면, 정공 수송층(41)의 투과도가 낮아져서 유기 EL 장치(1)의 루미네스цент 컬러의 색도(hue)가 변할 우려가 있다.

본 발명의 정공 수송 재료는 비교적 얇은 정공 수송층(41)을 형성하기에 특히 적합하다.

전자 수송층(43)은 음극(5)으로부터 발광층(42)으로 주입되는 전자를 수송하는 기능을 갖는다.

상기 전자 수송층(43)의 구성 재료의 예로는:

1,3,5-트리스[(3-페닐-6-트리플루오로메틸)퀴놀사린-2-일]벤젠(TPQ1), 및 1,3,5-트리스[(3-(4-t-부틸페닐)-6-트리플루오로메틸)퀴놀사린-2-일]벤젠(TPQ2) 등의 벤젠계 화합물(스타버스트계 화합물); 나프탈렌 등의 나프탈렌계 화합물; 페난트렌 등의 페난트렌계 화합물; 크리센 등의 크리센계 화합물; 페릴렌 등의 페릴렌계 화합물; 안트라센 등의 안트라센계 화합물; 피렌 등의 피렌계 화합물; 아크리딘 등의 아크리딘계 화합물; 스틸벤 등의 스틸벤계 화합물; BBOT 등의 티오펜계 화합물; 부타디엔 등의 부타디엔계 화합물; 쿠마린 등의 쿠마린계 화합물; 퀴노린 등의 퀴노린계 화합물; 비스티릴 등의 비스티릴계 화합물; 피라진 및 디스티릴피라진 등의 피라진계 화합물; 퀴노사린 등의 퀴놀사린계 화합물; 벤조퀴논, 및 2,5-디페닐-파라-벤조퀴논 등의 벤조퀴논계 화합물; 나프토퀴논 등의 나프토퀴논계 화합물; 안트라퀴논 등의 안트라퀴논계 화합물; 옥사디아졸, 2-(4-비페닐)-5-(4-t-부틸페닐)-1,3,4-옥사디아졸(PBD), BMD, BND, BDD, 및 BAPD 등의 옥사디아졸계 화합물; 트리아졸, 및 3,4,5-트리페닐-1,2,4-트리아졸 등의 트리아졸계 화합물; 옥사졸계 화합물; 안트론 등의 안트론계 화합물; 플루오레논 및 1,3,8-트리니트로플루오레논(TNF) 등의 플루오레논계 화합물; 디페노퀴논, 및 MBDQ 등의 디페노퀴논계 화합물; 스틸벤퀴논, 및 MBSQ 등의 스틸벤퀴논계 화합물; 아트라퀴노디메탄계 화합물; 티오피란 디옥사이드계 화합물; 플루오레닐리덴메탄계 화합물; 디페닐디시아노에틸렌계 화합물; 플로렌 등의 플로렌계 화합물; 프탈로시아닌, 동 프탈로시아닌, 및 철 프탈로시아닌 등의 금속 또는 비금속 프탈로시아닌계 화합물; 및 8-하이드록시퀴노린알루미늄(Alq₃) 등의 각종 금속 착체, 및 벤조옥사졸 또는 벤조티아졸을 리간드로서 갖는 착체를 들 수 있다.

또한, 전자 수송 재료로서 사용할 수 있는 화합물들은 단독으로 사용하여도 좋고, 2종 이상을 조합하여 사용하여도 좋다.

상기 전자 수송층(43)의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 약 1~100nm의 범위가 바람직하며, 약 20~50nm의 범위가 더욱 바람직하다. 전자 수송층(43)의 두께가 너무 얇으면, 편광이 생성되어 단락을 일으킬 우려가 있다. 반면에, 정공 수송층(43)의 두께가 너무 두꺼우면, 저항치가 높아질 우려가 있다.

전류가 양극(3)과 음극(5) 사이를 흐르면, 즉, 전압이 양극(3)과 음극(5)을 가로질러 인가되면, 정공은 정공 수송층(41)으로 이동하며, 전자는 전자 수송층(43)으로 이동하고, 그 후, 이 정공과 전자가 발광층(42)에서 재결합한다. 그 때, 발광층(42)에서, 재결합시에 방출된 에너지에 의하여 엑시톤이 생성되며, 이 엑시톤이 기저 상태로 복귀할 때 형광 또는 인광의 형태로 에너지를 방출하거나 또는 광을 발한다.

발광층(42)의 구성 재료(발광 재료)로는, 정공과 전자를 재결합하도록 전압을 인가하는 동안에 정공을 양극(3)으로부터 주입할 수 있고 또한 전자를 음극(5)으로부터 주입할 수 있는 영역을 제공할 수 있다면, 어느 재료라도 사용할 수 있다.

그런 발광 재료는 하기에 기술할, 각종의 저분자 발광 재료 및 각종의 고분자 발광 재료를 포함한다. 이들 재료는 단독으로 사용할 수 있고, 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

이 관점에서, 저분자 발광 재료를 사용하면, 치밀한 발광층(42)을 얻을 수 있어 발광층(42)의 발광 효율을 향상시킬 수 있게 된다. 또한, 이 고분자 발광 재료는 용매에 비교적 쉽게 용해되므로, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 방법에 의하여 용이하게 발광층(42)을 형성할 수 있게 된다. 또한, 저분자 발광 재료와 고분자 발광 재료를 함께 사용하면, 저분자 발광 재료의 효과와 고분자 발광 재료의 효과로부터의 시너지 효과를 얻을 수 있다. 즉, 우수한 발광 효율을 갖는 치밀한 발광층(42)을 잉크젯 인쇄법 등의 각종 방법에 의하여 용이하게 형성할 수 있는 효과를 얻을 수 있다.

상기 저분자 발광 재료의 예로는, 디스티릴벤젠(DSB), 및 디아미노디스티릴벤젠(DADSB) 등의 벤젠계 화합물; 나프탈렌 및 나일레드 등의 나프탈렌계 화합물; 페난트렌 등의 페난트렌계 화합물; 크리센 및 6-니트로크리센 등의 크리센계 화합물; 페릴렌, 및 N,N'-비스(2,5-디-t-부틸페닐)-3,4,9,10-페릴렌-디-카복시이미드(BPPC) 등의 페릴렌계 화합물; 코로넨 등의 코로넨계 화합물; 안트라센 및 비스스티릴안트라센 등의 안트라센계 화합물; 피렌 등의 피렌계 화합물; 4-(디-시아노메틸렌)-2-메틸-6-(파라-디메틸아미노스티릴)-4H-피란(DCM) 등의 피란계 화합물; 아크리딘 등의 아크리딘계 화합물; 스틸벤 등의 스틸벤계 화합물; 2,5-디벤조옥사졸티오펜 등의 티오펜계 화합물; 벤조옥사졸 등의 벤조옥사졸계 화합물; 벤조이미다졸 등의 벤조이미다졸계 화합물; 2,2'-(파라-페닐렌디비닐렌)-비스벤조티아졸 등의 벤조티아졸계 화합물; 비스스티릴(1,4-디페닐-1,3-부타디엔), 및 테트라페닐부타디엔 등의 부타디엔계 화합물; 나프탈이미드 등의 나프탈이미드계 화합물; 쿠마린 등의 쿠마린계 화합물, 페리논 등의 페리논계 화합물; 옥사디아졸 등의 옥사디아졸계 화합물; 아다진계 화합물; 1,2,3,4,5-펜타페닐-1,3-시클로펜타디엔(PCPP) 등의 시클로펜타디엔계 화합물; 퀴나크리돈 및 퀴나크리돈 레드 등의 퀴나크리돈계 화합물; 피롤로피리딘, 및 티아졸로피리딘 등의 피리딘계 화합물; 2,2',7,7'-페닐-9,9'-스피로비플루오렌 등의 스피로 화합물; 프탈로시아닌(H₂Pc), 및 구리프탈로시아닌 등의 금속 또는 비금속 프탈로시아닌계 화합물; 및 8-히드록시퀴놀린 알루미늄(Alq₃), 트리스(4-메틸-8-퀴놀리놀레이트)알루미늄(III)(Alq₃), 8-히드록시퀴놀린 아연(Znq₂), (1,10-페난트롤린)-트리스-(4,4,4-트리플루오로-1-(2-티에닐)-부탄-1,3-디오네이트)유로퓸(III)(Eu(TTA)₃(phen)), fac-트리스(2-페닐피리딘)이리듐(Ir(ppy)₃), 및 2,3,7,8,12,13,17,18-옥타에닐-21H,23H-포르핀 플래티늄(II) 등의 각종 금속 착체를 들 수 있다.

고분자 발광 재료의 예로는, 트랜스형 폴리아세틸렌, 시스형 폴리아세틸렌, 폴리(디-페닐아세틸렌)(PDPA), 및 폴리(알킬, 페닐아세틸렌)(PAPA) 등의 폴리아세틸렌계 화합물; 폴리(파라-페닐렌비닐렌)(PPV), 폴리(2,5-디알콕시-파라-페닐렌비닐렌)(RO-PPV), 시아노-치환-폴리(파라-페닐렌비닐렌)(CN-PPV), 폴리(2-디메틸옥틸실릴-파라-페닐렌비닐렌)(DMOS-PPV), 및 폴리(2-메톡시-5-(2'-에틸헥속시)-파라-페닐렌비닐렌)(MEH-PPV) 등의 폴리파라페닐렌비닐렌계 화합물; 폴리(3-알킬티오펜)(PAT), 및 폴리(옥시프로필렌)트리올(POPT) 등의 폴리티오펜계 화합물; 폴리(9,9-디알킬플루오렌)(PDAF), α,ω-비스[N,N'-디(메틸페닐)아미노페닐]-폴리[9,9-비스(2-에틸헥실)플루오렌-2,7-디일] (PF2/6am4), 폴리(9,9-디옥틸-2,7-디비닐렌플루오레닐)-알트-코(아트라센-9,10-디일) 등의 폴리플루오렌계 화합물; 폴리(파라-페닐렌)(PPP), 및 폴리(1,5-디알콕시-파라-페닐렌)(RO-PPP) 등의 폴리파라페닐렌계 화합물; 폴리(N-비닐카바졸)(PVK) 등의 폴리카바졸계 화합물; 및 폴리(메틸페닐실란)(PMPS), 폴리(나프틸페닐실란)(PNPS), 및 폴리(비페닐릴페닐실란)(PBPS) 등의 폴리실란계 화합물을 들 수 있다.

상기 발광층(42)의 두께는 특별히 한정되지 않지만, 약 10~150nm의 범위가 바람직하며, 약 50~100nm의 범위가 더욱 바람직하다. 발광층의 두께를 상기 범위로 설정하면, 정공과 전자의 재결합이 효율적으로 일어나서, 발광층(42)의 발광 효율을 한층 더 향상시킬 수 있게 된다.

본 발명의 예에서는, 발광층(42), 정공 수송층(41) 및 전자 수송층(43)이 각각 별개로 설치되지만, 정공 수송층(41)과 발광층(42)을 결합한 정공 수송가능 발광층 또는 전자 수송층(43)과 발광층(42)을 결합한 전자 수송가능 발광층으로 형성하여도 좋다. 이 경우에, 정공 수송가능 발광층과 전자 수송층(43) 사이의 계면 근처의 영역, 또는 전자 수송가능 발광층과 정공 수송층(41) 사이의 계면 근처의 영역은 발광층(42)으로서 기능한다.

또한, 정공 수송가능 발광층을 사용하는 경우, 양극으로부터 정공 수송가능 발광층으로 주입된 정공은 전자 수송층에 의하여 트랩되며, 전자 수송가능 발광층을 사용하는 경우, 음극으로부터 전자 수송가능 발광층으로 주입된 전자는 정공 수송가능 발광층내에서 트랩된다. 양쪽 모두의 경우, 정공과 전자의 재결합 효율을 향상시킬 수 있는 장점을 갖는다.

또한, 상기 층들(3,4,5)의 인접하는 층 사이에, 목적에 따라 임의 층을 부가하여도 좋다. 예를 들어, 정공 수송층(41)과 양극(3) 사이에 정공 주입층을 설치하여도 좋고, 또는 전자 수송층(43)과 음극(5) 사이에 전자 주입층을 설치하여도 좋다. 유기 EL 장치(1)가 정공 주입층을 구비하는 경우, 본 발명의 정공 수송 재료를 이 정공 주입층에 사용하여도 좋다. 한편, 유기 EL 장치(1)가 전자 주입층을 구비하는 경우, 상기한 전자 수송 재료 뿐만 아니라, LiF 등의 알칼리 할라이드를 상기 전자 주입층에 사용하여도 좋다.

보호층(6)을 설치하여 유기 EL 장치(1)를 구성하는 층들(3,4,5)을 덮는다. 이 보호층(6)은 유기 EL 장치(1)를 구성하는 층들(3,4,5)을 밀봉하여 산소 또는 습기로부터 차단하는 기능을 한다. 상기 보호층(6)을 설치함으로써, 상기 유기 EL 장치(1)의 신뢰성을 향상시키는 효과, 또한 이 유기 EL 장치(1)의 변형 또는 열화를 방지하는 효과를 얻을 수 있다.

상기 보호층(6)의 구성 재료의 예로는 Al, Au, Cr, Nb, Ta 및 Ti, 이들을 함유하는 알로이, 산화실리콘, 각종 수지 재료, 등을 포함한다. 또한, 도전 재료를 보호층(6)의 구성 재료로서 사용하는 경우에는, 단락을 방지하기 위하여, 필요에 따라, 보호층(6)과 각 층들(3,4,5) 사이에 절연막을 설치하는 것이 바람직하다.

이 유기 EL 장치(1)는, 예를 들어 디스플레이용으로서 사용할 수 있지만, 그 외에도 광원 등과 같은 각종의 광학적 용도 등에도 사용할 수 있다.

상기 유기 EL 장치(1)를 디스플레이에 적용하는 경우, 그 구동 방식은 특별히 한정되지 않지만, 액티브 매트릭스 방식, 패시브 매트릭스 방식의 어느 것이라도 좋다.

상기한 유기 EL 장치(1)는 예를 들어, 다음과 같이 하여 제조할 수 있다.

<1> 우선, 기판(2)를 준비하고, 이 기판(2)상에 양극(3)을 형성한다.

양극(3)은, 예를 들어, 플라즈마 CVD, 열 CVD, 레이저 CVD와 같은 화학 증착법(CVD), 진공 증착, 스퍼터링, 이온 플레이팅 등의 건식 도금법, 전해 도금, 침지 도금, 무전해 도금 등의 습식 도금법, 스퍼터링, 졸·겔법, MOD 법, 금속박의 접합 등을 사용하여 형성할 수 있다.

<2> 다음에, 양극(3)상에 정공 수송층(41)을 형성한다.

정공 수송층(41)은, 예를 들어, 상술한 바와 같은 정공 수송 재료를 용매에 용해하여 이루어지는 정공 수송층 재료를, 양극(3)상에 도포하여 형성할 수 있다.

이 도포에는, 스펀 코팅법, 캐스팅법, 마이크로그래비아 코팅법, 그래비아 코팅법, 바 코팅법, 롤 코팅법, 와이어-바 코팅법, 딥 코팅법, 스프레이 코팅법, 스크린 인쇄법, 플렉소그래핀 인쇄법, 오프셋 인쇄법, 잉크젯 인쇄법 등의 각종 도포법을 사용할 수 있다. 이러한 도포법에 의하면, 정공 수송층(41)을 비교적 용이하게 형성할 수 있다.

정공 수송 재료를 용해하는 용매의 예로는, 질산, 황산, 암모니아, 과산화 수소, 물, 2황화탄소, 4염화탄소, 에틸렌카보네이트 등의 무기 용매나, 메틸에틸케톤(MEK), 아세톤, 디에틸케톤, 메틸이소부틸케톤(MIBK), 메틸이소프로필케톤(MIPK), 시클로헥사논 등의 케톤계 용매, 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜(DEG), 글리세린 등의 알콜계 용매, 디에틸에테르, 디이소프로필 에테르, 1,2-디메톡시에탄(DME), 1, 4-디옥산, 테트라하이드로퓨란(THF), 테트라하이드로피란(THP), 아니졸, 디에틸렌글리콜디메틸에테르(디그림), 디에틸렌글리콜에틸에테르(카비톨) 등의 에테르계 용매, 메틸셀로솔브, 에틸셀로솔브, 페닐셀로솔브 등의 셀로솔브계 용매, 헥산, 펜탄, 헵탄, 시클로헥산 등의 지방족 탄화수소계 용매, 톨루엔, 크실렌, 벤젠 등의 방향족 탄화수소계 용매, 피리딘, 피라진, 퓨란, 피롤, 티오펜, 메틸 피롤리돈 등의

방향족 복소환 화합물계 용매, N,N-디메틸포름아미드(DMF), N,N-디메틸아세트아미드(DMA) 등의 아미드계 용매, 디클로로메탄, 클로로포름, 1,2-디클로로에탄 등의 할로젠 화합물계 용매, 초산에틸, 초산메틸, 포름산에틸 등의 에스테르계 용매, 디메틸설폭사이드(DMSO), 설포란 등의 황 화합물계 용매, 아세토니트릴, 프로피오니트릴, 아크릴로니트릴 등의 니트릴계 용매, 포름산 초산, 트리클로로초산, 트리플루오로 초산 등의 유기산계 용매와 같은 각종 유기용매, 또는 이들을 함유하는 혼합 용매 등을 들 수 있다.

얻어진 도막에는, 필요에 따라서, 예를 들어 대기 중 또는 불활성 분위기 중에서, 감압(또는 진공)하에서 열처리를 실시해도 좋다. 이것에 의해, 예를 들어, 도막의 건조(용매 또는 분산매의 제거) 또는 정공 수송 재료의 중합을 행할 수 있다. 또한, 상기 도막은 열처리에 의하지 않고 건조해도 좋다.

또한, 저분자의 정공 수송 재료를 사용하는 경우, 정공 수송층 재료중에는 필요에 따라서, 바인더(고분자 바인더)를 첨가하여도 좋다.

바인더로는 전하 수송을 매우 저해하지 않고, 또한, 가시광의 흡수율이 낮은 것을 사용하는 것이 바람직하다. 상기 바인더의 구체적인 예로는, 폴리에틸렌옥사이드, 폴리비닐리덴 플루오라이드, 폴리카보네이트, 폴리아크릴레이트, 폴리메틸아크릴레이트, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리스틸렌, 폴리염화비닐, 폴리실록산 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 사용할 수 있고, 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다. 또한, 이 바인더에는, 상술한 바와 같은 고분자의 정공 수송 재료를 사용하여도 좋다.

또한, 저분자의 정공 수송 재료를 사용하는 경우, 정공 수송층(41)은 예를 들어 진공 증착법 등을 사용하여 형성할 수도 있다.

<3> 다음에, 정공 수송층(41)상에 발광층(42)을 형성한다.

발광층(42)은 정공 수송층(41)과 동일하게 하여 형성할 수 있다. 즉, 발광층(42)은 상술한 바와 같은 발광 재료를 사용하여, 정공 수송층(41)에서 설명한 방법에 의해 형성할 수 있다.

<4> 다음에, 발광층(42)상에 전자 수송층(43)을 형성한다.

전자 수송층(43)은 정공 수송층(41)과 동일하게 하여 형성할 수 있다. 즉, 전자 수송층(43)은 상술한 바와 같은 전자 수송 재료를 사용하여, 정공 수송층(41)에서 설명한 방법에 의해 형성할 수 있다.

<5> 다음에, 전자 수송층(43)상에 음극(5)을 형성한다.

음극(5)은, 예를 들어, 진공 증착법, 스퍼터링법, 금속박의 접합 등을 사용하여 형성할 수 있다.

<6> 다음에, 양극(3), 유기 EL층(4) 및 음극(5)을 덮도록, 보호층(6)을 형성한다.

보호층(6)은 예를 들어, 상술한 바와 같은 재료로 구성되는 상자 모양의 보호 커버를, 각종 경화성 수지(접착제)를 사용하여 접합함으로써 형성(설치)할 수 있다.

경화성 수지에는 열경화성 수지, 광경화성 수지, 반응성 경화 수지, 혐기성 경화 수지의 어느 것이나 사용 가능하다.

이상과 같은 공정을 거쳐서, 유기 EL 장치(1)가 제조된다.

다음에, 본 발명의 정공 수송 재료 및 정공 수송 재료의 제조 방법에 대해서 설명한다.

<정공 수송 재료>

본 발명의 정공 수송 재료는 상술한 바와 같은 유기 EL 장치(1)내의 정공 수송층(41)(정공을 수송하는 기능을 갖는 층)에 사용되는 것이다.

본 발명자는 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 감소를 억제하기 위하여, 유기 EL 장치(1)를 구성하는 각층의 구성 재료 중에서도, 특히, 정공 수송 재료에 주목하여 예의 검토를 거듭했다. 그 결과, 본 발명자는 정공 수송 재료중에 함유되는 불순물, 그 중에서도, 음이온성 불순물이나 양이온성 불순물의 함량을 소정량 이하로 억제함으로써, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 감소를 효과적으로 억제할 수 있음을 알아내서, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

구체적으로, 본 발명은 다음의 조건 (A) 및 (B) 중의 적어도 하나를 만족하는 것이 요구된다.

(A) 정공 수송층(41)(정공을 수송하는 기능을 갖는 층)을 본 발명의 정공 수송 재료를 사용하여 형성할 때, 이 정공 수송층(41) 내에 함유된 음이온성 불순물이나 양이온성 불순물의 함량이, 이하에 나타내는 범위로 되어야 한다.

(B) 본 발명의 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 하였을 때, 그 액체중에 함유된 음이온성 불순물이나 양이온성 불순물의 함량이, 이하에 나타내는 범위로 되어야 한다. 이하, (A) 및 (B)의 각각의 조건을 설명한다.

<정공 수송층에 함유된 불순물의 양>

A-I: 상기 정공 수송층에 함유된 황산 이온의 함량이 1000ppm 이하인 것이 바람직하고, 750ppm 이하인 것이 더 바람직하고, 500ppm 이하인 것이 더욱 바람직하다.

A-II: 1종 이상의 음이온성 불순물(황산 이온 이외)이 상기 정공 수송층에 함유되어 있는 경우, 상기 음이온성 불순물 중에서 가장 많이 함유되어 있는 음이온성 불순물의 양이 100ppm 이하인 것이 바람직하고, 75ppm이하인 것이 더 바람직하고, 50ppm이하인 것이 더욱 바람직하다.

A-III: 1종 이상의 양이온성 불순물이 상기 정공 수송층에 함유되어 있는 경우, 상기 양이온성 불순물 중에서 가장 많이 함유되는 양이온성 불순물의 양이 500ppm 이하인 것이 바람직하고, 250ppm이하인 것이 더 바람직하고, 50ppm이하인 것이 더욱 바람직하다.

또한, 이들 조건 A-I ~ A-III 중 적어도 하나를 만족하는 것이 바람직하고, 이들 중 임의의 두개를 만족하는 것이 더 바람직하고, 3개를 모두 만족하는 것이 더욱 바람직하다.

정공 수송층(41)내에 함유되어 있는 불순물의 양이 많으면, 정공 수송 재료와 불순물 사이에 반응이 일어나기 쉽다. 이 반응은 정공 수송 재료의 열화를 일으켜서, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 저하의 요인으로 된다.

한편, 여기에 함유된 불순물의 양을 상기한 범위로 조정하면 정공 수송 재료를 사용하면, 상기 단점을 없앨 수 있고, 이것에 의해, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 감소를 억제할 수 있다. 그 결과, 유기 EL 장치(1)는 장기간에 걸쳐서 양호한 발광 특성을 유지할 수 있게 된다.

또한, 상기 정공 수송 재료가 복수종의 음이온성 불순물 또는 양이온성 불순물을 함유하는 경우, 상기 정공 수송층(41)내에 함유되어 있는 음이온성 불순물의 총량은 500ppm이하인 것이 바람직하며, 225ppm이하인 것이 보다 바람직하며, 상기 정공 수송층(41)내에 함유되어 있는 양이온성 불순물의 총량은 1500ppm 이하인 것이 바람직하며, 500ppm인 것이 보다 바람직하다. 정공 수송 재료내에 함유되어 있는 음이온성 불순물 또는 양이온성 불순물의 총량을 상기 범위로 설정함으로써, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 저하를 보다 확실하게 억제할 수 있다.

<정공 수송 재료의 2.0중량% 액체(이후, 2.0중량% 액체"라고 함)내에 함유된 불순물의 양 >

B-I: 2.0중량% 액체내에 함유된 황산 이온의 양은 20ppm 이하가 바람직하며, 15ppm 이하가 더 바람직하고, 10ppm 이하로 더욱 바람직하다.

B-II: 1종 이상의 음이온성 불순물(황산 이온 이외)이 상기 액체중에 함유되어 있는 경우, 이 음이온성 불순물 중에서 가장 많이 함유되는 음이온성 불순물의 양은 2ppm 이하가 바람직하고, 1.5ppm 이하가 더 바람직하고, 1ppm 이하가 더욱 바람직하다.

III: 1종 이상의 양이온성 불순물이 상기 액체중에 함유되어 있는 경우, 이 양이온성 불순물 중에서 가장 많이 함유되는 양이온성 불순물의 양은 10ppm 이하가 바람직하고, 5ppm 이하가 더 바람직하며, 1ppm 이하가 더욱 바람직하다.

또한, 이들 조건(B-I~B-III)중 하나를 만족하는 것이 바람직하며, 이들 중 임의 2개를 만족하는 것이 더 바람직하고, 3개의 조건 모두를 만족하는 것이 더욱 바람직하다. 상술한 바와 같이, 이렇게 함으로써, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 감소를 억제할 수 있고, 그 결과, 유기 EL 장치(1)은 장기간에 걸쳐 양호한 발광 특성을 유지할 수 있게 된다.

또한, 정공 수송 재료가 복수종의 음이온성 불순물 또는 양이온성 불순물을 함유하는 경우, 상기 2.0중량% 액체내에 함유된 음이온성 불순물의 총량은 10ppm 이하인 것이 바람직하고, 4.5ppm 이하인 것이 더 바람직하고, 상기 2.0중량% 액체내에 함유된 양이온성 불순물의 총량은 30ppm 이하가 바람직하고, 10ppm 이하가 더 바람직하다. 상기 정공 수송 재료에 함유되어 있는 음이온성 불순물 또는 양이온성 불순물의 총량을 상기 하한치 미만으로 함으로써, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 감소를 보다 확실하게 억제할 수 있다.

제거할 음이온성 불순물(황산 이온 이외)로는, 각종의 음이온성 불순물을 들 수 있다. 특히, HCO_2^- (포름산 이온), $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ (옥살산 이온), CH_3CO_2^- (초산 이온)중 적어도 1종을 제거하는 것이 바람직하다. 이들 이온 모두는, 상기 정공 수송 재료와의 반응성이 매우 높으므로, 정공 수송 재료를 특히 열화시키기 쉽다. 그러므로, 이들 이온을 제거함으로써, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 감소를 보다 확실하게 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 얻을 수 있다.

또한, 제거할 양이온성 불순물로는, 각종의 양이온성 불순물을 들 수 있다. 특히, 금속 이온을 제거하는 것이 바람직하다. 금속 이온도 정공 수송 재료와의 반응성이 매우 높으므로, 이들 금속 이온은 상기 정공 수송 재료를 특히 열화시키기 쉽다. 그러므로, 금속 이온을 제거함으로써, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 감소를 보다 확실하게 억제할 수 있는 정공 수송 재료를 얻을 수 있다.

금속 이온으로는 각종의 금속 이온을 들 수 있지만, 특히, 원소 주기율표의 Ia족, IIa족, VIa족, VIIa족, VIII족 및 IIb족에 속하는 금속의 적어도 1종의 이온을 제거하는 것이 바람직하다. 이들 금속 이온을 제거함으로써, 유기 EL 장치(1)의 발광 휘도의 감소를 억제하는 효과를 특히 현저하게 발휘한다.

< 정공 수송 재료를 정제하는 방법 >

상기 정공 수송 재료로부터, 음이온성 불순물(황산 이온을 포함함) 및 양이온성 불순물(이하, "이온성 불순물"이라 함.)을 제거하는 방법으로는, 예를 들어, 각각 저분자의 정공 수송 재료와 고분자의 정공 수송 재료에 대하여, 다음의 방법을 사용할 수 있다.

구체적으로, 저분자의 정공 수송 재료의 경우, 제거 방법의 예로는 진계 분리법, 중화법, 승화 정제법, 재결정법, 재침 정제법, 음이온성 불순물 및/또는 양이온성 불순물을 분리 또는 제거할 수 있는 제거 수단을 사용하는 방법을 들 수 있다. 이들 방법은 단독으로 사용할 수 있고, 2종 이상을 조합하여 사용할 수 있다.

여기서, 제거 수단의 예로는 필터, 컬럼 필터, 투석막(투석기), 밀도 구배를 갖는 매체를 들 수 있다. 즉, 제거 수단을 사용하는 제거 방법의 구체적인 예로는 필터레이션법; 흡착 크로마토그래피법, 이온 교환 크로마토그래피법, 분배(순상 또는 역상) 크로마토그래피법, 분자체 크로마토그래피법(겔 여과법), 향류 분배 크로마토그래피법, 액적 향류 분배 크로마토그래피법 등의 각종 크로마토그래피법; 밀도 구배 원심분리법과 같은 원심 분리법; 한외 여과법; 투석법 등을 들 수 있다.

한편, 고분자의 정공 수송 재료의 경우, 필터레이션법, 한외 여과법, 또는 투석법 등의 제거 수단을 사용하는 제거 방법이 적합하게 사용된다.

이들 방법 중에서, 이온성 불순물을 제거하는 방법으로서, 제거 수단을 사용하는 제거 방법(즉, 본 발명에서 사용되는 정공 수송 재료를 정제하는 방법)이 바람직하며, 특히 필터레이션법을 사용하는 것이 더 바람직하다. 상기 방법에 의하면, 상기 정공 수송 재료로부터 이온성 불순물을 비교적 용이하게 제거할 수 있다. 또한, 상용하는 필터(제거 수단)의 종류를 적당히 선택함으로써, 목적 이온성 불순물을 효율 좋게 확실하게 제거할 수 있다.

이후, 이온성 불순물의 제거 방법으로서, 필터레이션법을 사용하는 경우를 대표로 설명한다.

상기 필터레이션법에 의하면, 정공 수송 재료를 용매에 용해 또는 분산매에 분산시켜 얻은 정제용 용액 또는 정제용 분산액(이하, "정제용 용액"이라 함)을 필터를 통과시켜서, 정제용 용액으로부터 필터에 의해 이온성 불순물(음이온성 불순물 및/또는 양이온성 불순물)을 분리, 제거한 후, 용매(또는 분산매)를 제거하여, 정공 수송 재료의 정제를 행한다. 이렇게 함으로써, 정공 수송층(41)내 또는 정공 수송 재료내의 이온성 불순물의 함량을, 상술한 범위가 되도록 조정한다.

정제용 용액의 제조시에는, 유기 EL 장치(1)의 제조 방법(정공 수송층(41)의 형성 공정)에서 설명한 동일 용매를 사용할 수 있다.

필터레이션법에서 사용하는 필터로는 각종의 것을 사용할 수 있다. 양이온성 불순물의 경우에는, 양이온 교환 수지를 주재료로 사용하여 형성한 필터가 적합하고, 음이온성 불순물의 경우에는, 음이온 교환 수지를 주재료로 사용한 필터가 적합하게 사용된다. 그러한 필터를 사용함으로써, 목적 이온성 불순물을 정공 수송 재료중으로부터 효율적으로 제거할 수 있다.

상기 양이온 교환 수지의 예로는 강산성 양이온 교환 수지, 약산성 양이온 교환 수지, 중금속을 선택적으로 제거할 수 있는 킬레이트 수지가 있다. 예를 들어, 스티렌계 중합체, 메타크릴계 중합체 및 아크릴계 중합체 등의 각종 중합체의 주쇄에, $-SO_3M$, $-COOM$, 및 $-N=(CH_2COO)_2M$ 등의 각종의 관능기를 도입하여 얻어진 것들을 사용할 수 있다. 또한, 관능기는 양이온 교환 수지의 수지의 종류 등에 따라서, 적당히 선택된다.

한편, 상기 음이온 교환 수지의 예로는, 최강 염기성 음이온 교환 수지, 강염기성 음이온 교환 수지, 중염기성 음이온 교환 수지 및 약염기성 음이온 교환 수지가 있다. 예를 들어, 스티렌계 중합체 및 아크릴계 중합체 등의 각종 중합체의 주쇄에, 제4급 암모늄 염기, 제3급 아민 등의 각종의 관능기를 도입하여 얻어진 것들을 사용할 수 있다. 또한, 관능기는 음이온 교환 수지의 종류 등에 따라서, 적당히 선택된다.

정제용 용액을 필터에 통과시킬 때의 속도(이후 "액체 통과 속도"라 함)는 특별히 한정되지 않지만, 약 1~1000mL/min의 범위가 바람직하고, 약 50~100mL/min의 범위가 더 바람직하다. 정제용 용액의 액체 통과 속도를 상기 범위로 함으로써, 이온성 불순물의 제거를 보다 효율 좋게 행할 수 있다.

또한, 정제용 용액의 온도(이하, "용액 온도"라 함)도, 특별히 한정되지 않지만, 이온성 불순물의 제거 조작에 지장을 주지 않는 범위에서 가능한 높은 것이 바람직하다. 즉, 용액 온도는 약 0~80℃의 범위가 바람직하고, 약 10~25℃의 범위가 더 바람직하다. 용액 온도를 상기 범위로 함으로써, 이온성 불순물의 제거를 보다 효율 좋게 행할 수 있다.

이 경우, 정제용 용액은 필터에 1회 뿐만 아니라 2회 이상 통과시켜도 좋고, 다른 2종 이상의 필터를 통과시켜도 좋다. 또한, 이들 필터링 조작을 조합하여 행하여도 좋다. 그렇게 함으로써, 이온성 불순물을 보다 효율 좋게 제거할 수 있다.

또한, 정제후의 정제용 용액은 용매(또는 분산매)를 제거함이 없이, 그대로 유기 EL 장치(1)의 제조에 사용해도 좋다.

상술한 방법으로 얻어지는 정공 수송 재료의 체적 저항율을 측정한 경우에, 그것의 체적 저항율은 10Ω·cm 이상이 바람직하고, 10²Ω·cm 이상이 더 바람직하다. 이렇게 하면, 고발광 효율을 갖는 유기 EL 장치(1)를 얻을 수 있다.

이상, 본 발명의 정공 수송 재료 및 정공 수송 재료의 제조 방법에 대해서 설명했지만, 본 발명은 이것에 한정되는 것이 아니다.

실시예

다음에, 본 발명의 구체적 실시예에 대해서 설명한다.

<정공 수송 재료의 정제>

(실시예 1)

정제용 용액으로서, 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설폰산)(바이엘 사제 정공 수송 재료, "Baytron P")의 2.0중량% 수용액을 준비했다.

다음에, 이 정제용 용액을, 6개의 필터를 구비한 컬럼중에, 용액 온도 20℃, 액체 통과 속도 50mL/min로 통과시킴으로써, 음이온성 불순물을 제거하였다.

상기 모든 필터는 스티렌계 4급 암모늄염형의 최강 염기성 음이온 교환 수지제이다.

다음에, 필터를 통과시킨 정제용 용액에서, 용매를 휘발, 제거함으로써, 정제 정공 수송 재료를 얻었다.

(실시예 2)

상기 6개의 필터 모두를, 스티렌계 에탄올아민(제4급 암모늄염)형의 강염기성 음이온 교환 수지제의 필터로 대체한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 3)

상기 6개의 필터 모두를, 아크릴계 제4급 암모늄염형의 중염기성 음이온 교환 수지제의 필터로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 4)

상기 6개의 필터 모두를, 아크릴계 제3급 아민형의 약염기성 음이온 교환 수지제의 필터로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 5)

상기 6개의 필터를 상기 실시예 1과 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 2와 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 6)

상기 6개의 필터를 상기 실시예 1과 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 3과 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 7)

상기 6개의 필터를 상기 실시예 1과 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 4와 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 8)

상기 6개의 필터를 상기 실시예 2와 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 3과 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 9)

상기 6개의 필터를 상기 실시예 2와 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 4와 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 10)

상기 6개의 필터를 상기 실시예 3과 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 4와 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 11~20)

상기 실시예 1과 동일한 정공 수송 재료와, 폴리아닐린(중량 평균 분자량 20000)을 90:10(중량비)로 혼합하여 얻은 정공 수송 재료를 각각 실시예 11~20의 정공 수송 재료로서 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1~10과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다. 또한, 상기 정공 수송 재료를 용매로서 순수에 용해시켜 그 농도를 2.0중량%로 하였다.

(실시예 21~30)

상기 실시예 1과 동일한 정공 수송 재료와, N,N,N',N'-테트라페닐벤지딘을 90:10(중량비)로 혼합하여 얻은 정공 수송 재료를 각각 실시예 21~30의 정공 수송 재료로서 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1~10과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다. 또한, 상기 정공 수송 재료를 용매로서 순수-메탄올 혼합액에 용해시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 하였다.

(실시예 31~40)

상기 실시예 1과 동일한 정공 수송 재료와, N,N,N',N'-테트라페닐벤지딘과, N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐벤지딘을 92:5:3(중량비)로 혼합하여 얻은 정공 수송 재료를 각각 실시예 31~40의 정공 수송 재료로서 사용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1~10과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다. 또한, 상기 정공 수송 재료를 용매로서 순수-메탄올 혼합액에 용해시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 하였다.

(실시예 41)

상기 실시예 1과 동일하게 하여 정제용 용액을 제조했다.

그 후, 이 정제용 용액을, 6매의 필터를 구비한 컬럼중에, 용액 온도 20℃, 액체 통과 속도 50mL/min로 통과시킴으로써, 양이온성 불순물을 제거했다.

또한, 각 필터 모두는 스티렌계 설펜산형의 강산성 양이온 교환 수지제이다.

다음에, 필터를 통과시킨 정제용 용액에서, 용매를 휘발, 제거함으로써, 정제 정공 수송 재료를 얻었다.

(실시예 42)

상기 6매의 필터 모두를, 메타크릴계 카복실산형의 약산성 양이온 교환 수지제로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 43)

상기 6매의 필터 모두를, 아크릴계 카복실산형의 약산성 양이온 교환 수지제로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 44)

상기 6매의 필터를 상기 실시예 41과 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 42와 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 45)

상기 6매의 필터를 상기 실시예 41과 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 43과 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 46)

상기 6매의 필터를 상기 실시예 42와 동일한 필터 3매 및 상기 실시예 43과 동일한 필터 3매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 47)

상기 6매의 필터를 상기 실시예 41과 동일한 2매, 상기 실시예 42와 동일한 필터 2매, 및 상기 실시예 43과 동일한 필터 2매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 48)

상기 6매의 필터를 상기 실시예 41과 동일한 필터 2매, 상기 실시예 42와 동일한 필터 2매, 및 스티렌계 이미노디아세트산형 킬레이트 수지제의 필터 2매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 49)

상기 6매의 필터를 상기 실시예 41과 동일한 필터 2매, 상기 실시예 43과 동일한 필터 2매, 및 스티렌계 이미노디아세트산형 킬레이트 수지제의 필터 2매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 50)

상기 6매의 필터를 상기 실시예 42와 동일한 필터 2매, 상기 실시예 43과 동일한 필터 2매, 및 스티렌계 이미노디아세트산형 킬레이트 수지제의 필터 2매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(실시예 51)

상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정제용 용액을 제조했다.

이 정제용 용액을, 상기 실시예 1과 상기 실시예 41의 여과 공정을 조합하여, 정공 수송 재료의 정제를 행했다(음이온성 불순물과 양이온성 불순물의 모두를 제거하기 위함).

(비교예 1)

상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정제용 용액을 제조했다.

상기 정제용 용액을, 상기 6매의 필터를 상기 실시예 1과 동일한 필터 2매 및 상기 실시예 2와 동일한 필터 1매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로, 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(비교예 2)

상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정제용 용액을 제조했다.

상기 정제용 용액을, 상기 6매의 필터를 상기 실시예 2와 동일한 필터 2매 및 상기 실시예 4와 동일한 필터 1매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로, 정공 수송 재료의 정제를 행하였다.

(비교예 3)

상기 실시예 1과 동일한 정공 수송 재료를 준비했지만, 그 정제를 생략했다.

(비교예 4)

상기 실시예 11과 동일한 정공 수송 재료를 준비했지만, 그 정제를 생략했다.

(비교예 5)

상기 실시예 21과 동일한 정공 수송 재료를 준비했지만, 그 정제를 생략했다.

(비교예 6)

상기 실시예 31과 동일한 정공 수송 재료를 준비했지만, 그 정제를 생략했다.

(비교예 7)

상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정제용 용액을 제조했다.

상기 6매의 필터를 상기 실시예 41과 동일한 필터 2매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로 상기 정제용 용액을 사용하여 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

(비교예 8)

상기 실시예 1과 동일한 방법으로 정제용 용액을 제조했다.

상기 정제용 용액을, 상기 6매의 필터를 상기 실시예 41과 동일한 필터 1매 및 스티렌계 이미노디아세트산형 킬레이트 수지제의 필터 1매로 대체한 것을 제외하고는 상기 실시예 41과 동일한 방법으로, 정공 수송 재료의 정제를 행했다.

[평가]

1. 이온성 불순물 함량의 측정

1-1. 음이온성 불순물 함량의 측정

각 실시예 1~40 및 51에서 얻어진 정제 정공 수송 재료내에 함유되어 있는 음이온성 불순물의 함량, 및 비교예 1~6의 정공 수송 재료내에 함유되어 있는 음이온성 불순물의 함량을, 각각, 이온 크로마토그래피(Ion Chromatography)법(IC법)를 사용하여 측정했다.

구체적으로는, 상기 각각의 정공 수송 재료를 순수 또는 순수-메탄올 혼합액에 용해시켜 그것의 농도가 2.0중량%인 용액을 얻었다. 이 용액을 IC법에 의해 분석했다.

또한, 여기서 사용한 순수 및 메탄올에서는, 음이온성 불순물이 검출되지 않았다.

또한, 후술하는 유기 EL 장치의 정공 수송층내에 함유되어 있는 음이온성 불순물의 양은 여기에서 얻어진 측정치를 환산하여 구하였다.

1-2. 양이온성 불순물 함량의 측정

각 실시예 41~51에서 얻어진 정제 정공 수송 재료내에 함유되어 있는 양이온성 불순물의 양, 및 비교예 3, 7, 8의 정공 수송 재료내에 함유되어 있는 양이온성 불순물의 함량을, 각각, 인덕티브 커플 플라즈마 매스 스펙트로스코피(Inductively coupled plasma mass spectroscopy 법)(ICP-MS 법)를 사용하여 측정했다.

구체적으로는, 정공 수송 재료를 순수 또는 순수-메탄올 혼합물에 용해시켜서 얻은 농도 2.0중량%의 용액을 석영제 도가니에서 0.5g을 칭량한 후, 핫 플레이트 및 전기로에서, 순차적으로 재화(ash) 처리를 행했다. 다음에, 재화물을 질산으로 가열 분해한 후, 희 질산으로 일정한 체적(constant volume)으로 하였다. 얻어진 일정한 체적을 갖는 용액을 ICP-MS 법에 의해 분석하였다.

또한, 여기서 사용한 순수 및 메탄올에서는, 양이온성 불순물이 검출되지 않았다.

또한, 후술하는 유기 EL 장치의 정공 수송층내에 함유되어 있는 음이온성 불순물의 양은 여기에서 얻어진 측정치를 환산하여 구하였다.

<2.0중량% 용액내에 함유되어 있는 양이온성 불순물의 함량>

-: 0.1ppm이하

+: 0.1ppm초과, 1ppm이하

2+: 1ppm초과, 5ppm이하

3+: 5ppm초과, 10ppm이하

4+: 10ppm초과, 30ppm이하

5+: 30ppm초과, 500ppm이하

6+: 500ppm초과

<정공 수송층에 함유되어 있는 양이온성 불순물의 함량>

-: 5ppm이하

+: 5ppm초과, 50ppm이하

2+: 50ppm초과, 250ppm이하

3+: 250ppm초과, 500ppm이하

4+: 500ppm초과, 1500ppm이하

5+: 1500ppm초과, 25000ppm이하

6+: 25000ppm초과

2. 유기 EL 장치의 발광 휘도의 감소 평가

각 실시예 1~51에서 얻어진 정제 정공 수송 재료, 및, 비교예 1~8의 정공 수송 재료를 사용하여, 각각, 다음과 같이 하여 유기 EL 장치를 제작했다.

우선, 평균 두께 0.5mm의 투명한 유리 기판을 준비했다.

다음에, 이 기판 상에, 진공 증착법에 의해, 평균 두께 100nm의 ITO 전극(양극)을 형성했다.

다음에, ITO 전극 상에, 상기 정공 수송 재료를 순수 또는 순수-메탄올 혼합물에 용해시켜서 얻은 농도 2.0중량%의 용액을, 스핀 코트법에 의해 도포한 후, 건조하여, 평균 두께 50nm의 정공 수송층을 형성했다.

다음에, 정공 수송층 상에, 폴리(9, 9-디옥틸 2, 7디비닐렌플루오레닐-알트-코(안트라센-9, 10-디일))(중량 평균 분자량: 200000)의 1.7중량% 크실렌 용액을, 스핀 코트법에 의해 도포한 후, 건조하여, 평균 두께 50nm의 발광층을 형성했다.

다음에, 발광층 상에, 3,4,5-트리페닐-1,2,4-트리아졸을 진공 증착하여, 평균 두께 20nm의 전자 수송층을 형성했다.

다음에, 전자 수송층 상에, 진공 증착법에 의해, 평균 두께 300nm의 ALLi 전극(음극)을 형성했다.

다음에, 형성한 각층을 덮도록, 폴리카보네이트제의 보호 커버를 덮고, 자외선 경화성 수지에 의해 고정, 밀봉하여, 유기 EL 장치를 완성했다.

이상과 같이 하여 제조된 각 유기 EL 장치의 ITO 전극과 AILi 전극간에 6V의 전압을 인가하여, 각각, 발광 휘도를 측정하고, 발광 휘도가 초기값의 반으로 되는 시간(반감기)를 측정했다.

이온성 불순물 함량의 측정 결과, 및, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 감소 평가 결과를 이하의 표 1~표 6에 나타낸다.

각각의 표 1~표 6에서, 표 A는 각 2.0중량% 용액내에 함유되어 있는 불순물의 양을 나타내며, 표 B는 각 정공 수송층에 함유되어 있는 불순물의 양을 나타낸다.

또한, 표 1~표 4 및 표 6에는, 각 음이온성 불순물(즉, SO_4^{2-} , HCO_2^- , $C_2O_4^{2-}$, $CH_3CO_2^-$)의 함량 및 음이온성 불순물의 총량(SO_4^{2-} 이외)를 나타냈다.

또한, 표 5 및 표 6에는, 각각, 각 양이온성 불순물의 함량 및 이 양이온성 불순물의 총량을 나타냈다.

또한, 각 유기 EL 장치의 발광 휘도의 감소의 평가 결과는 각 실시예 및 비교예의 정공 수송 재료를 사용하여 제작한 유기 EL 장치의 발광 휘도의 반감기의 상대치에 의하여 나타냈다. 또한, 각 대응 비교예의 미정제된 정공 수송 재료를 사용하여 제작된 유기 EL 장치의 발광 휘도의 반감기를 "1"로 정의함으로써 각각의 값을 구하였다.

[표 1 (A)]

<2.0중량% 용액내>

	음이온성 불순물의 함량(ppm)					발광 휘도의 감소 평가
	SO_4^{2-}	SO_4^{2-} 이외				
		HCO_2^-	$C_2O_4^{2-}$	$CH_3CO_2^-$	총량	
실시예 1	8.5	0.9	0.3	0.4	1.8	1.74
실시예 2	9.2	0.9	0.5	0.6	2.1	1.65
실시예 3	9.5	1.0	0.6	0.7	3.2	1.67
실시예 4	10.2	1.0	0.5	0.6	2.2	1.55
실시예 5	14.5	1.3	0.7	0.8	2.9	1.46
실시예 6	15.0	1.5	0.7	0.8	3.3	1.44
실시예 7	14.8	1.4	0.8	0.9	3.1	1.42
실시예 8	14.6	1.4	0.7	0.8	3.0	1.48
실시예 9	19.8	1.9	1.0	1.1	4.0	1.21
실시예 10	20.0	1.8	0.9	1.0	3.7	1.23
비교예 1	24.9	2.4	1.1	1.2	11.4	1.02
비교예 2	38.9	3.5	2.1	2.2	12.3	1.02
비교예 3	59.5	5.2	4.3	4.4	16.5	1.00

[표 1 (B)]

<정공 수송 재료내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)					발광 휘도의 감소 평가
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻				반감기 (상대치)
		HCO ₂ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻	총량	
실시예 1	425	45	15	20	90	1.74
실시예 2	460	45	25	30	105	1.65
실시예 3	475	50	30	35	160	1.67
실시예 4	510	50	25	30	110	1.55
실시예 5	725	65	35	40	145	1.46
실시예 6	750	75	35	40	165	1.44
실시예 7	740	70	40	45	155	1.42
실시예 8	730	70	35	40	150	1.48
실시예 9	990	95	50	55	200	1.21
실시예 10	1,000	90	45	50	185	1.23
비교예 1	1,245	120	55	60	570	1.02
비교예 2	1,945	175	105	110	615	1.02
비교예 3	2,975	260	215	220	825	1.00

[표 2 (A)]

<2.0중량% 용액내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)					발광 휘도의 감소 평가
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻ 이외				반감기 (상대치)
		HCO ₂ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻	총량	
실시예 11	8.2	0.9	0.3	0.4	1.8	1.70
실시예 12	9.3	0.9	0.6	0.6	2.2	1.67
실시예 13	9.7	1.0	0.5	0.6	2.3	1.60
실시예 14	11.2	1.1	0.6	0.5	2.3	1.45
실시예 15	14.2	1.2	0.8	0.7	2.9	1.35
실시예 16	15.0	1.5	0.7	0.6	2.9	1.33
실시예 17	14.8	1.4	0.7	0.6	2.8	1.34
실시예 18	14.6	1.2	0.7	0.6	2.8	1.32
실시예 19	18.8	1.9	1.0	1.1	4.1	1.18
실시예 20	18.0	1.7	0.9	1.0	3.6	1.17
비교예 4	57.5	5.2	4.5	4.5	15.5	1.00

[표 2 (B)]

<정공 수송 재료내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)					발광 휘도의 감소 평가
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻ 이외			총량	반감기 (상대치)
		HCO ₂ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻		
실시예. 11	410	45	15	20	90	1.70
실시예. 12	465	45	30	30	110	1.67
실시예. 13	485	50	25	30	115	1.60
실시예. 14	560	55	30	25	115	1.45
실시예. 15	710	60	40	35	145	1.35
실시예. 16	750	75	35	30	145	1.33
실시예. 17	740	70	35	30	140	1.34
실시예. 18	730	60	35	30	140	1.32
실시예. 19	940	95	50	55	205	1.18
실시예. 20	900	85	45	50	180	1.17
비교예. 4	2,875	260	225	225	775	1.00

[표 3 (A)]

<2.0중량% 용액내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)					발광 휘도의 감소 평가
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻ 이외			총량	반감기 (상대치)
		HCO ₂ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻		
실시예. 21	8.1	0.9	0.3	0.2	1.6	1.73
실시예. 22	9.4	0.9	0.6	0.2	1.8	1.68
실시예. 23	9.5	1.0	0.5	0.4	2.1	1.53
실시예. 24	10.2	1.1	0.6	0.4	2.2	1.39
실시예. 25	14.2	1.1	0.8	0.8	2.8	1.31
실시예. 26	15.0	1.5	0.7	0.7	3.2	1.33
실시예. 27	15.8	1.3	0.8	0.7	2.8	1.34
실시예. 28	15.6	1.1	0.7	0.7	2.6	1.35
실시예. 29	18.4	1.9	1.0	1.0	4.0	1.15
실시예. 30	18.3	1.7	0.9	1.0	3.9	1.17
비교예. 5	54.5	5.6	4.4	4.4	16.9	1.00

[표 3 (B)]

<정공 수송 재료내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)					발광 휘도의 감소 평가
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻ 이외				반감기 (상대치)
		HCO ₂ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻	총량	
실시예. 21	405	45	15	10	80	1.73
실시예. 22	470	45	30	10	90	1.68
실시예. 23	475	50	25	20	105	1.53
실시예. 24	510	55	30	20	110	1.39
실시예. 25	710	55	40	40	140	1.31
실시예. 26	750	75	35	35	160	1.33
실시예. 27	790	65	40	35	140	1.34
실시예. 28	780	55	35	35	130	1.35
실시예. 29	920	95	50	50	200	1.15
실시예. 30	915	85	45	50	195	1.17
비교예. 5	2,725	280	220	220	845	1.00

[표 4 (A)]

<2.0중량% 용액내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)					발광 휘도의 감소 평가
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻ 이외				반감기 (상대치)
		HCO ₂ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻	총량	
실시예. 31	7.9	0.7	0.3	0.2	1.3	1.74
실시예. 32	9.3	0.7	0.5	0.3	1.6	1.69
실시예. 33	9.8	1.0	0.7	0.3	2.2	1.55
실시예. 34	11.2	1.2	0.5	0.3	2.1	1.40
실시예. 35	14.4	1.2	0.7	0.4	2.4	1.35
실시예. 36	15.2	1.7	0.7	0.5	3.2	1.33
실시예. 37	14.8	1.4	0.5	0.3	2.2	1.35
실시예. 38	13.6	1.2	0.9	0.7	2.9	1.38
실시예. 39	19.4	2.0	1.0	1.0	4.0	1.13
실시예. 40	19.3	1.4	0.7	0.7	3.1	1.12
비교예. 6	52.5	5.2	4.8	4.8	16.3	1.00

[표 4 (B)]

<정공 수송 재료내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)					발광 휘도의 감소 평가
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻ 이외				반감기 (상대치)
		HCO ₃ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻	총량	
실시예. 31	395	35	15	10	65	1.74
실시예. 32	465	35	25	15	80	1.69
실시예. 33	490	50	35	15	110	1.55
실시예. 34	560	60	25	15	105	1.40
실시예. 35	720	60	35	20	120	1.35
실시예. 36	760	85	35	25	160	1.33
실시예. 37	740	70	25	15	110	1.35
실시예. 38	680	60	45	35	145	1.38
실시예. 39	970	100	50	50	200	1.13
실시예. 40	965	70	35	35	155	1.12
비교예. 6	2,625	260	240	240	815	1.00

[표 5 (A)]

<2.0중량% 용액내>

	양이온성 불순물의 함량											발광 휘도의 감소 평가
	Na	Mg	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Zn	Sr	총량	반감기 (상대치)
실시예. 41	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	2+	1.79
실시예. 42	+	+	+	+	+	-	+	+	+	+	3+	1.55
실시예. 43	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	3+	1.51
실시예. 44	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	3+	1.53
실시예. 45	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	3+	1.54
실시예. 46	2+	+	+	2+	+	+	+	+	+	+	4+	1.41
실시예. 47	2+	+	+	2+	+	+	+	+	+	+	4+	1.39
실시예. 48	3+	+	+	3+	2+	+	+	+	+	+	4+	1.29
실시예. 49	2+	+	+	3+	2+	+	+	+	+	+	4+	1.27
실시예. 50	3+	+	+	3+	+	+	+	+	+	+	4+	1.31
비교예. 7	4+	+	+	3+	2+	+	2+	+	+	+	6+	1.08
비교예. 8	5+	+	+	3+	2+	+	2+	+	+	+	6+	1.03
비교예. 3	6+	+	+	3+	3+	+	3+	+	+	+	6+	1.00

-: 0.1ppm이하

+: 0.1ppm초과, 1ppm이하

2+: 1ppm초과, 5ppm이하

3+: 5ppm초과, 10ppm이하

4+: 10ppm초과, 30ppm이하

5+: 30ppm초과, 500ppm이하

6+: 500ppm초과

[표 5 (B)]

<정공 수송 재료내>

	양이온성 불순물의 함량											발광 휘도의 감소 평가
	Na	Mg	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Zn	Sr	총량	반감기 (상대치)
실시예. 41	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	2+	1.79
실시예. 42	+	+	+	+	+	-	+	+	+	+	3+	1.55
실시예. 43	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	3+	1.51
실시예. 44	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	3+	1.53
실시예. 45	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	3+	1.54
실시예. 46	2+	+	+	2+	+	+	+	+	+	+	4+	1.41
실시예. 47	2+	+	+	2+	+	+	+	+	+	+	4+	1.39
실시예. 48	3+	+	+	3+	2+	+	+	+	+	+	4+	1.29
실시예. 49	2+	+	+	3+	2+	+	+	+	+	+	4+	1.27
실시예. 50	3+	+	+	3+	+	+	+	+	+	+	4+	1.31
비교예. 7	4+	+	+	3+	2+	+	2+	+	+	+	6+	1.08
비교예. 8	5+	+	+	3+	2+	+	2+	+	+	+	6+	1.03
비교예. 3	6+	+	+	3+	3+	+	3+	+	+	+	6+	1.00

-: 5ppm이하

+: 5ppm초과, 50ppm이하

2+ : 50ppm초과, 250ppm이하

3+ : 250ppm초과, 500ppm이하

4+ : 500ppm초과, 1500ppm이하

5+ : 1500ppm초과, 25000ppm이하

6+ : 25000ppm초과

[표 6 (A)]

<2.0중량% 용액내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)				
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻ 이외			
		HCO ₂ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻	총량
실시예 1	8.5	0.9	0.3	0.4	1.8
실시예 41	측정 없음				
실시예 51	7.9	0.7	0.2	0.1	1.3
비교예 3	59.5	5.2	4.3	4.4	16.5

	양이온성 불순물의 함량											발광 휘도의 감소 평가
	Na	Mg	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Zn	Sr	총량	반감기 (상대치)
실시예 1	측정 없음											1.74
실시예 41	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	2+	1.79
실시예 51	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	2+	1.99
비교예 3	6+	+	+	3+	3+	+	3+	+	+	+	6+	1.00

-: 0.1ppm이하

+: 0.1ppm초과, 1ppm이하

2+: 1ppm초과, 5ppm이하

3+: 5ppm초과, 10ppm이하

4+: 10ppm초과, 30ppm이하

5+: 30ppm초과, 500ppm이하

6+: 500ppm초과

[표 5 (B)]

<정공 수송 재료내>

	음이온성 불순물의 함량 (ppm)				
	SO ₄ ²⁻	SO ₄ ²⁻ 이외			
		HCO ₂ ⁻	C ₂ O ₄ ²⁻	CH ₃ CO ₂ ⁻	총량
실시예 1	425	45	15	20	90
실시예 41	측정 없음				
실시예 51	395	35	10	5	65
비교예 3	2,975	260	215	220	825

	양이온성 불순물의 함량											발광 휘도의 감소 평가
	Na	Mg	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni	Zn	Sr	총량	반감기 (상대치)
실시예 1	측정 없음											1.74
실시예 41	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	2+	1.79
실시예 51	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	2+	1.99
비교예 3	6+	+	+	3+	3+	+	3+	+	+	+	6+	

-: 5ppm이하

+ : 5ppm초과, 50ppm이하

2+ : 50ppm초과, 250ppm이하

3+ : 250ppm초과, 500ppm이하

4+ : 500ppm초과, 1500ppm이하

5+ : 1500ppm초과, 25000ppm이하

6+ : 25000ppm초과

표 1~표 4 및 표 6에 나타내는 바와 같이, 각 실시예의 정제 정공 수송 재료의 경우, 음이온성 불순물이 감소하였고, 여기에 함유되어 있는 SO_4^{2-} 는 2.0중량% 용액내에서 20ppm 이하(정공 수송층내에서 1000ppm 이하)로 조정되었으며, HCO_2^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, 및 CH_3CO_2^- 의 함량은 2.0중량% 용액내에서 2ppm 이하(정공 수송층내에서 100ppm 이하)로 조정되었다.

또한, 각 실시예의 상기 정공 수송 재료의 경우, 표 1~표 4 및 표 6에는 나타내지 않았지만, 여기에 함유되어 있는 SO_4^{2-} , HCO_2^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, 및 CH_3CO_2^- 이외의 불순물 함량도 2.0중량% 용액내에서 2ppm 이하(정공 수송층내에서 100ppm 이하)로 조정되었다.

또한, 각 실시예의 정공 수송 재료의 경우, 여기에 함유되어 있는 음이온성 불순물(SO_4^{2-} 이외)의 총량도 2.0중량% 용액내에서 10ppm 이하(특히 4.5ppm 이하)로 조정되었고, 또한 정공 수송층내에서 500ppm 이하(특히 225ppm 이하)로 조정되었다.

한편, 비교예의 정공 수송 재료의 경우, 여기에 함유되어 있는 SO_4^{2-} 의 함량은 2.0중량% 용액내에서 20ppm 초과(정공 수송층에서 1000ppm 초과)하였으며, 음이온성 불순물(SO_4^{2-} 이외)의 총량도 2.0중량% 용액내에서 10ppm 초과(정공 수송층내에서 500ppm 초과)하였다.

한편, 표 5 및 표 6에 나타내는 바와 같이, 각 실시예의 정제 정공 수송 재료의 경우, 양이온성 불순물은 감소하였고, 이 양이온성 불순물의 각각은 2.0중량% 용액내에서 10ppm 이하(정공 수송층내에서 500ppm 이하)로 조정되었다.

또한, 각 실시예의 정제 정공 수송 재료의 경우, 양이온성 불순물의 총량도 2.0중량% 용액내에서 30ppm 이하(정공 수송층내에서 1500ppm 이하)로 조정되었다.

한편, 각 비교예의 정공 수송 재료의 경우, 양이온성 불순물중에서 함량이 가장 많은 양이온성 불순물의 양은 2.0중량% 용액에서 10ppm 초과(정공 수송층에서 500ppm 초과)하였으며, 양이온성 불순물의 총량도 2.0중량% 용액내에서 30ppm 초과(정공 수송층내에서 1500ppm 초과)하였다.

또한, 각 실시예의 정공 수송 재료의 체적 저항율은 비교예의 정공 수송 재료의 체적 저항율보다 크고, $10^4\Omega\cdot\text{cm}$ 이상 이었다.

또한, 각 실시예의 정공 수송 재료를 사용하여 제작한 유기 EL 장치는 각 비교예의 정공 수송 재료를 사용하여 제작한 유기 EL소자에 비해, 발광 휘도의 반감기가 길어서, 발광 휘도의 감소가 억제되었다.

또한, 각 표에 의하며, 음이온성 불순물 및 양이온성 불순물의 함량이 감소됨에 따라, 유기 EL 장치의 발광 휘도의 반감기가 길어지는 경향을 알 수 있다.

또한 표 6에 나타내는 바와 같이, 음이온성 불순물이나 양이온성 불순물 모두를 제거한 실시예 51의 정공 수송 재료를 사용하여 제작한 유기 EL 장치는 발광 휘도의 반감기가 현저하게 길게 되었다.

발명의 효과

이상의 설명한 바와 같이, 음이온성 불순물이나 양이온성 불순물의 함량을 소정량으로 억제한 본 발명의 정공 수송 재료를 사용한 유기 EL 장치는 발광 휘도의 감소를 억제할 수 있어, 장기간에 걸쳐 양호한 발광 특성을 유지할 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스티벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우, 그 층에 함유되어 있는 황산 이온의 양이 1000ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 2.

제1항에 있어서,

상기 정공 수송 재료의 체적 저항률이 10Ω·cm 이상인 정공 수송 재료.

청구항 3.

제1항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 4.

제1항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 5.

삭제

청구항 6.

유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되며, 상기 층은 황산 이온 이외의 1종 이상의 음이온성 불순물을 함유하는 정공 수송 재료로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리논계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우, 상기 층에 포함된 상기 음이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 음이온성 불순물의 양이 100ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 7.

제6항에 있어서,

상기 층에 함유되어 있는 음이온성 불순물들의 총량이 500ppm 이하인 정공 수송 재료.

청구항 8.

제6항에 있어서,

상기 정공 수송 재료의 체적 저항률이 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 정공 수송 재료.

청구항 9.

제6항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 10.

제6항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 11.

삭제

청구항 12.

유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되며, 상기 층은 1종 이상의 양이온성 불순물을 함유하는 정공 수송 재료로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우, 상기 층내에 포함된 상기 양이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 양이온성 불순물의 양이 500ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 13.

제12항에 있어서,

상기 층에 함유되어 있는 양이온성 불순물의 총량이 1500ppm 이하인 정공 수송 재료.

청구항 14.

제12항에 있어서,

상기 양이온성 불순물이 금속 이온을 포함하는 정공 수송 재료.

청구항 15.

제12항에 있어서,

상기 정공 수송 재료의 체적 저항률이 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 정공 수송 재료.

청구항 16.

제12항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 17.

제12항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 18.

삭제

청구항 19.

유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우, 상기 액체는 황산 이온을 함유하지만, 그 황산 이온의 양이 20ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 20.

제19항에 있어서,

상기 정공 수송 재료의 체적 저항률이 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 정공 수송 재료.

청구항 21.

제19항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 22.

제19항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 23.

삭제

청구항 24.

유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우, 상기 액체는 황산 이온 이외의 1종 이상의 음이온성 불순물을 함유하지만, 상기 음이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 음이온성 불순물의 양이 2ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 25.

제24항에 있어서,

상기 액체에 함유되어 있는 양이온성 불순물의 총량이 10ppm 이하인 정공 수송 재료.

청구항 26.

제24항에 있어서,

상기 정공 수송 재료의 체적 저항률이 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 정공 수송 재료.

청구항 27.

제24항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 28.

제24항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 29.

삭제

청구항 30.

유기 EL 장치내에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우, 상기 액체는 1종 이상의 양이온성 불순물을 함유하지만, 상기 양이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 양이온성 불순물의 양이 10ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 31.

제30항에 있어서,

상기 양이온성 불순물은 금속 이온을 포함하는 정공 수송 재료.

청구항 32.

제30항에 있어서,

상기 정공 수송 재료의 체적 저항률이 $10\Omega\cdot\text{cm}$ 이상인 정공 수송 재료.

청구항 33.

제30항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 저분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 34.

제30항에 있어서,

상기 정공 수송 재료는 고분자 정공 수송 재료를 함유하는 정공 수송 재료.

청구항 35.

삭제

청구항 36.

유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법으로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 황산 이온을 황산 이온의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매와 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 정공 수송 기능을 갖는 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우, 상기 층내에 함유되어 있는 황산 이온의 양이 1000ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료의 제조 방법.

청구항 37.

유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법으로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 황산 이온 이외의 1종 이상의 음이온성 불순물을 음이온성 불순물의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매와 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우, 상기 층내에 함유되어 있는 음이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 음이온성 불순물의 양이 100ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료의 제조 방법.

청구항 38.

유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법으로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 1종 이상의 양이온성 불순물을 양이온성 불순물의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매와 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 층을 상기 정공 수송 재료를 사용하여 형성한 경우, 상기 층내에 함유되어 있는 양이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 양이온성 불순물의 양이 500ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료의 제조 방법.

청구항 39.

유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법으로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리돈계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 황산 이온을 황산 이온의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매와 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우, 황산 이온의 양이 20ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료의 제조 방법.

청구항 40.

유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법으로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리논계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 황산 이온 이외의 1종 이상의 음이온성 불순물을 음이온성 불순물의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매와 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우, 음이온성 불순물 중에서 함량이 가장 많은 음이온성 불순물의 양이 2ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료의 제조 방법.

청구항 41.

유기 EL 장치에서 정공 수송 기능을 갖는 층에 사용되는 정공 수송 재료의 제조 방법으로서,

상기 정공 수송 재료는 아릴시클로알칸계 화합물, 아릴아민계 화합물, 페닐렌디아민계 화합물, 카바졸계 화합물, 스틸벤계 화합물, 옥사졸계 화합물, 트리페닐메탄계 화합물, 피라졸린계 화합물, 벤진(시클로헥사디엔)계 화합물, 트리아졸계 화합물, 이미다졸계 화합물, 옥사디아졸계 화합물, 안트라센계 화합물, 플루오레논계 화합물, 아닐린계 화합물, 실란계 화합물, 티오펜계 화합물, 피롤계 화합물, 플로렌계 화합물, 포르피린계 화합물, 퀴나크리논계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 나프탈로시아닌계 화합물, 벤지딘계 화합물, 및 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물로 구성된 군으로부터 선택한 것이고,

상기 정공 수송 재료를 용매 또는 분산매에 용해 또는 분산시켜 액체를 제조하는 공정; 및

상기 액체에 함유되어 있는 1종 이상의 양이온성 불순물을 양이온성 불순물의 분리 또는 제거하는 제거 수단에 의하여 제거한 후, 용매와 분산매를 그 액체로부터 제거하여, 상기 정공 수송 재료를 정제하는 공정으로 이루어지고,

이렇게 하여 정제된 정공 수송 재료는, 상기 정공 수송 재료를 액체에 용해 또는 분산시켜 그것의 농도를 2.0중량%로 한 경우, 양이온성 불순물의 양이 10ppm 이하인 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료의 제조 방법.

청구항 42.

제1항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 43.

제6항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 44.

제6항에 있어서,

상기 음이온성 불순물은 HCO_2^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, CH_3CO_2^- 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 45.

제12항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 46.

제12항에 있어서,

상기 양이온성 불순물은 원소 주기율표 중 I a족, II a족, VI a족, VII a족, VIII족, 및 II b족에 속하는 금속 이온 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 47.

제19항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 48.

제24항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 49.

제24항에 있어서,

상기 음이온성 불순물은 HCO_2^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, CH_3CO_2^- 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 50.

제30항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 51.

제30항에 있어서,

상기 양이온성 불순물은 원소 주기율표 중 I a족, II a족, VI a족, VII a족, VIII족, 및 II b족에 속하는 금속 이온 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 52.

제36항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 53.

제37항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 54.

제38항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 55.

제38항에 있어서,

상기 양이온성 불순물은 원소 주기율표 중 I a족, II a족, VI a족, VII a족, VIII족, 및 II b족에 속하는 금속 이온 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 56.

제39항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 57.

제40항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 58.

제40항에 있어서,

상기 음이온성 불순물은 HCO_2^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, CH_3CO_2^- 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

청구항 59.

제41항에 있어서,

상기 폴리(티오펜/스티렌설포산)계 화합물은 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜/스티렌설포산)를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

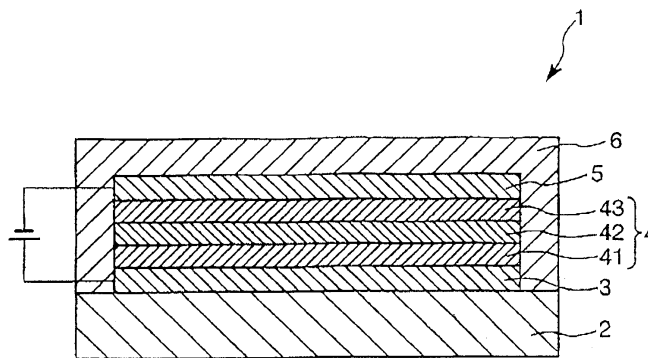
청구항 60.

제41항에 있어서,

상기 양이온성 불순물은 원소 주기율표 중 I a족, II a족, VI a족, VII a족, VIII족, 및 II b족에 속하는 금속 이온 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 정공 수송 재료.

도면

도면1



专利名称(译)	空穴传输材料和制造空穴传输材料的方法		
公开(公告)号	KR100589969B1	公开(公告)日	2006-06-19
申请号	KR1020040038037	申请日	2004-05-28
[标]申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
当前申请(专利权)人(译)	精工爱普生株式会社		
[标]发明人	SHINOHARA YUJI 시노하라유지 ISHI RYUJI 이시이류지 SHIMAZU MASAMITSU 시마즈마사미츠 UEHARA MASAMITSU 우에하라마사미츠		
发明人	시노하라유지 이시이류지 시마즈마사미츠 우에하라마사미츠		
IPC分类号	H01L51/40 H01L51/30 C09K C09K11/06 H01L51/50		
CPC分类号	H01L51/0037 H01L51/0003 H01L51/5048		
代理人(译)	MOON, KI桑		
优先权	2003153539 2003-05-29 JP 2003206953 2003-08-08 JP		
其他公开文献	KR1020040103389A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

当有机EL器件中，在阳极和阴极的宽度施加电压时，空穴移动到空穴传输层和电子移动到电子输送层，空穴和电子再结合的发光层。和激子通过在发光层在所述重组释放的能量，荧光或磷光时产生激子返回到地面（地）状态以形式发射能量或发光。阳离子杂质和/或阴离子型空穴传输材料少一个控制杂质的量在空穴输送层中使用时，有机EL装置中抑制和发光亮度的降低是长期保持优异的发光特性。1 指数方面 空穴传输材料，在制造的空穴传输材料的一种方法，一种有机EL装置，发射

