



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년11월02일
(11) 등록번호 10-1672093
(24) 등록일자 2016년10월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) H01L 51/50 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0111279
(22) 출원일자 2014년08월26일
심사청구일자 2016년01월05일
(65) 공개번호 10-2015-0026880
(43) 공개일자 2015년03월11일
(30) 우선권주장
JP-P-2013-176602 2013년08월28일 일본(JP)
(56) 선행기술조사문헌
JP2004088094 A*
JP2007016196 A*
JP2012232967 A
JP2006128325 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
스미토모 가가꾸 가부시키키가이샤
일본국 도쿄도 주오구 신카와 2쵸메 27번 1고
(72) 발명자
고마츠, 마사시
일본 300-3294 이바라키켄 츠쿠바시 기타하라 6
스미토모 가가꾸 가부시키키가이샤 내
가키모토, 히데노부
일본 554-8558 오사카후 오사카시 고노하나구 가
스가데나카 3쵸메 1번 98고 스미토모 가가꾸 가부
시키키가이샤 내
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
장수길, 이석재

전체 청구항 수 : 총 25 항

심사관 : 지무근

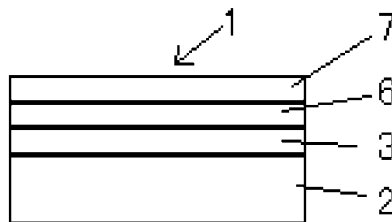
(54) 발명의 명칭 인광 발광 재료를 함유하는 액상 조성물

(57) 요약

본 발명의 과제는 보존 안정성이 우수한, 인광 발광 재료를 함유하는 유기 전계 발광 소자용 액상 조성물을 제공하는 것이다.

인광 발광 재료, 25℃ 및 1기압에서 액체인 용매 및 라디칼 연쇄 금지제 및 과산화물 분해제로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 첨가제 (A)를 함유하는 액상 조성물이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

사이토, 히로유키

일본 792-0015 에히메켄 나이하마시 오에초 1번 1
고 스미토모 가가꾸 가부시킴가이샤 내

요시다, 사다무

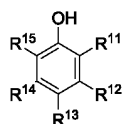
일본 300-3294 이바라키켄 츠클바시 기타하라 6 스
미토모 가가꾸 가부시킴가이샤 내

명세서

청구범위

청구항 1

인광 발광 재료, 25℃ 및 1기압에서 액체인 용매 및 라디칼 연쇄 금지제를 함유하는 액상 조성물이며, 상기 라디칼 연쇄 금지제가 식 (2)로 표시되는 화합물인 액상 조성물.



(2)

[식 중, R^{11} , R^{12} , R^{13} , R^{14} 및 R^{15} 는 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자수 1 내지 20의 알킬기, 탄소 원자수 1 내지 4의 알콕시기, 탄소 원자수 1 내지 4의 히드록시알킬기로 나타내는 기를 나타내되, 단 R^{11} , R^{12} , R^{13} , R^{14} 및 R^{15} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다름]

청구항 2

제1항에 있어서, R^{11} , R^{12} , R^{13} , R^{14} 및 R^{15} 가 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기, 탄소 원자수 1 내지 4의 알콕시기, 또는 탄소 원자수 1 내지 4의 히드록시알킬기를 나타내고, R^{11} , R^{13} 및 R^{15} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, R^{11} 의 탄소 원자수, R^{12} 의 탄소 원자수, R^{13} 의 탄소 원자수, R^{14} 의 탄소 원자수 및 R^{15} 의 탄소 원자수의 합계가 20 이하인 액상 조성물.

청구항 3

제1항에 있어서, R^{11} , R^{13} 및 R^{15} 중 적어도 1개가 tert-부틸기인 액상 조성물.

청구항 4

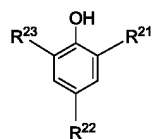
제2항에 있어서, R^{11} , R^{13} 및 R^{15} 중 적어도 1개가 tert-부틸기인 액상 조성물.

청구항 5

제1항에 있어서, 식 (2)로 표시되는 화합물이 2-부틸페놀, 4-부틸페놀, 2,3,4-트리메틸페놀, 2,3,5-트리메틸페놀, 2,3,6-트리메틸페놀, 2,4,5-트리메틸페놀, 2,4,6-트리메틸페놀, 2,3,4,5-테트라메틸페놀, 2,3,4,6-테트라메틸페놀, 2,3,5,6-테트라메틸페놀, 펜타메틸페놀, 2-tert-부틸-4-메틸페놀, 2-tert-부틸-5-메틸페놀, 2-tert-부틸-4-메톡시페놀, 3-tert-부틸-4-메톡시페놀, 2,4-디메틸-6-tert-부틸페놀, 2,6-디-tert-부틸페놀, 2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀, 2,6-디-tert-부틸-4-에틸페놀, 2-tert-부틸-4-메톡시페놀, 3-tert-부틸-4-메톡시페놀 및 4-히드록시메틸-2,6-디-tert-부틸페놀로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 액상 조성물.

청구항 6

제1항에 있어서, 식 (2)로 표시되는 화합물이 식 (4)로 표시되는 화합물인 액상 조성물.



(4)

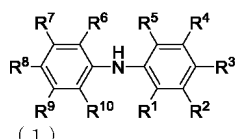
[식 중, R^{21} , R^{22} 및 R^{23} 은 각각 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기를 나타냄]

청구항 7

제6항에 있어서, 식 (4)로 표시되는 화합물이 2,4-디메틸-6-tert-부틸페놀, 2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀, 2,6-디-tert-부틸-4-에틸페놀 및 2,4,6-트리-tert-부틸페놀로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 액상 조성물.

청구항 8

인광 발광 재료, 25℃ 및 1기압에서 액체인 용매 및 라디칼 연쇄 금지제를 함유하는 액상 조성물이며, 상기 라디칼 연쇄 금지제가 식 (1)로 표시되는 화합물인 액상 조성물.



(1)

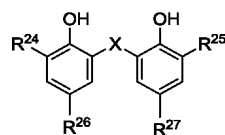
[식 중, R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 및 R^{10} 은 각각 독립적으로 수소 원자, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기를 나타냄]

청구항 9

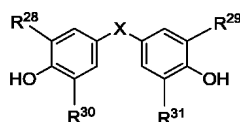
제8항에 있어서, 식 (1)로 표시되는 화합물이 디페닐아민, N-페닐-o-톨루이딘, N-페닐-m-톨루이딘, N-페닐-p-톨루이딘, 비스-o-톨루일아민, 비스-m-톨루일아민 및 비스-p-톨루일아민으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 액상 조성물.

청구항 10

인광 발광 재료, 25℃ 및 1기압에서 액체인 용매 및 라디칼 연쇄 금지제를 함유하는 액상 조성물이며, 상기 라디칼 연쇄 금지제가 식 (5) 또는 식 (6)으로 표시되는 화합물인 액상 조성물.



(5)



(6)

[식 중, R^{24} , R^{25} , R^{26} , R^{27} , R^{28} , R^{29} , R^{30} 및 R^{31} 은 각각 독립적으로 수소 원자, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기를 나타내되, 단 R^{24} , R^{25} , R^{26} 및 R^{27} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, R^{28} , R^{29} , R^{30} 및 R^{31} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, X는 메틸렌기, 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기로 치환된 메틸렌기, 또는 황 원자를 나타냄]

청구항 11

제10항에 있어서, 식 (5)로 표시되는 화합물이 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-tert-부틸페놀), 2,2'-메틸렌비스(4-에틸-6-tert-부틸페놀), 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-노닐페놀), 2,2'-이소부틸리덴비스(4,6-디메틸페놀), 2,2'-디히드록시-3,3'-디-(α -메틸시클로헥실)-5,5'-디메틸디페닐메탄 및 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-시클로헥실페놀)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 액상 조성물.

청구항 12

제10항에 있어서, 식 (6)으로 표시되는 화합물이 4,4'-메틸렌비스(2,6-디-tert-부틸페놀), 4,4'-이소프로필리덴비스(2,6-디-tert-부틸페놀) 및 4,4'-부틸리덴비스(3-메틸-6-tert-부틸페놀)로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 액상 조성물.

청구항 13

제10항에 있어서, 상기 라디칼 연쇄 금지제가 식 (5)로 표시되는 화합물이고, R^{24} , R^{25} , R^{26} 및 R^{27} 중 적어도 1개가 tert-부틸기이고, X가 메틸렌기, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기로 치환된 메틸렌기인 액상 조성물.

청구항 14

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 라디칼 연쇄 금지제의 함유량이 액상 조성물의 중량에 대해 0.1 내지 10000ppm의 범위인 액상 조성물.

청구항 15

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 인광 발광 재료가 식 (7)로 표시되는 화합물인 액상 조성물.

$$M(L)_{ka}(Z)_{kb}$$

(7)

[식 중, M은 루테튬, 로듐, 팔라듐, 오스뮴, 이리듐 또는 백금을 나타내고, L은 M으로 표시되는 금속 원자와의 사이에, 배위 결합 및 공유 결합으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 2개의 결합을 형성하여 다좌 배위할 수 있는, 중성 또는 1 내지 3가의 음이온성의 배위자를 나타내고, Z는 카운터 음이온을 나타내고, ka는 1 이상의 정수를 나타내고, kb는 0 이상의 정수를 나타내고, L이 복수 존재하는 경우 그들은 서로 동일할 수도, 다를 수도 있고, Z가 복수 존재하는 경우 그들은 서로 동일할 수도, 다를 수도 있음]

청구항 16

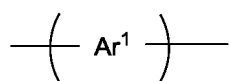
제15항에 있어서, 식 (7)에 있어서의 M이 이리듐인 액상 조성물.

청구항 17

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 25℃ 및 1기압에서 고체인 호스트 재료를 더 포함하는 액상 조성물.

청구항 18

제17항에 있어서, 25℃ 및 1기압에서 고체인 호스트 재료가 식 (8)로 표시되는 구조를 적어도 1개 구성 단위로 포함하는 고분자 화합물인 액상 조성물.



(8)

[식 중, Ar^1 은 치환되어 있을 수도 있는 아릴렌기, 치환되어 있을 수도 있는 2가의 방향족 복소환기, 또는 상기 아릴렌기 및 상기 2가의 방향족 복소환기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 동일 또는 다른 2개 이상의 기가 직접 결합한 2가의 기를 나타냄]

청구항 19

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 용매가 방향족 탄화수소, 방향족 에테르, 또는 방향족 탄화수소와 방향족 에테르의 혼합 용매인 액상 조성물.

청구항 20

제19항에 있어서, 용매가 톨루엔, o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌, 에틸벤젠, 1,2,4-트리메틸벤젠, 1,3,5-트리메틸벤젠, 테트라메틸벤젠, n-프로필벤젠, 쿠멘, n-부틸벤젠, n-펜틸벤젠, 시클로펜틸벤젠, n-헥실벤젠, 시클로헥실벤젠, n-헵틸벤젠, n-옥틸벤젠, 노닐벤젠, 데실벤젠, 운데실벤젠, 도데실벤젠 및 테트라린으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 1종인 액상 조성물.

청구항 21

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 기재된 액상 조성물의 건조물을 갖는 유기 전계 발광 소자.

청구항 22

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 기재된 액상 조성물을 기재 상에 도포하여 발광층을 형성하는 공정을 포함하는 유기 전계 발광 소자의 제조 방법.

청구항 23

제22항에 있어서, 액상 조성물을 도포한 후에, 30℃ 이상 250℃ 이하에서 가열하는 공정을 포함하는 제조 방법.

청구항 24

제22항에 있어서, 액상 조성물을 도포한 후에 100Pa 이하의 감압 환경에서 유지하는 공정을 포함하는 제조 방법.

청구항 25

제23항에 있어서, 액상 조성물을 도포한 후에 100Pa 이하의 감압 환경에서 유지하는 공정을 포함하는 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 인광 발광 재료를 함유하는 액상 조성물, 액상 조성물을 사용하여 제조된 유기 전계 발광 소자 및 그의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근, 유기 전계 발광 소자(이하, 「유기 EL 소자」라고도 함)를 사용한 컬러 디스플레이나 조명의 개발이 활발히 진행되고 있다. 소비 전력의 억제 등의 관점에서, 보다 고효율의 유기 전계 발광 소자가 요구되고 있고, 인광 발광 재료를 사용한 유기 전계 발광 소자의 개발이 활발히 진행되고 있다.

[0003] 유기 전계 발광 소자에 포함되는 유기 발광층의 성막 방법으로는, 증착 등의 건식법 및 도포 등의 습식법을 들 수 있지만, 생산성의 관점에서 습식법이 주목되고 있다.

[0004] 유기 발광층을 습식법으로 제조할 때에는, 발광 재료 및 용매 등을 함유하는 액상 조성물이 사용된다. 액상 조성물의 제조는, 제조 과정을 간략화하여 생산 효율을 향상시키는 관점에서 통상은 대기 중에서 행해진다. 이러한 경우, 대기 중의 산소가 액상 조성물에 혼입된다. 액상 조성물 중에 혼입된 산소가 보존 중에 성분과 반응하고, 성분이 산화 등을 하여 변질되면, 유기 전계 발광 소자의 성능이 저하될 가능성이 있다.

[0005] 특허문헌 1에는, 발광 재료와 용매를 포함하는 액상체에 산화 방지제를 첨가하여 액상화한 유기 전계 발광 소자용 조성물이 기재되어 있다. 이 조성물의 목적은, 대기에 기인하는 물성 변화나 용질의 석출을 억제하여 디바이스의 경시적인 열화 또는 신뢰성 저하를 방지하는 것이다. 즉, 액상 조성물의 경시 안정성을 향상시키는 것

이다.

[0006] 그러나, 특허문헌 1에는, 액상 조성물을 제조한 구체예가 없고, 산화 방지제를 첨가한 효과로서 유기 발광 소자의 성능의 지속 및 액상 조성물의 안정성의 향상이 나타나 있지 않다.

[0007] 특허문헌 2에는, 인광 발광 재료와 용매를 포함하는 액상체에, 가열에 의해 증발 또는 분해되는 산화 방지제를 첨가한 유기 전계 발광 소자용 액상 조성물이 기재되어 있다. 이러한 산화 방지제는 액상 조성물을 대기 분위기 하에서 도포하고, 그 후 가열 건조시킨 경우에, 산소에 기인하는 물성 변화 및 인광 발광 재료의 성능 저하를 억제한다. 한편, 이들 산화 방지제는 가열 시에 증발 또는 분해되어 발광층 중에 잔존하지 않고, 산화 방지제에 기인하는 인광 발광 재료의 성능 저하도 방지한다. 특허문헌 2에는, 산화 방지체로서 알킬렌글리콜 유도체, 아미노알코올 유도체 및 옥살산이 예시되어 있다.

[0008] 상기 산화 방지제는 가열에 의해 증발 또는 분해되는 성질이 있으면서, 유기 발광층의 가열 시에 산화 방지 기능을 발휘할 필요가 있다. 그로 인해, 특허문헌 2의 액상 조성물에는 비교적 다량의 산화 방지제가 함유되어 있다. 액상 조성물의 제조에 있어서 산화 방지제의 사용량이 많아지면 비용이 들고, 또한 산화 방지제의 작용에 의해 보존 중에 액상 조성물의 성분이 변질될 가능성이 발생한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 제2004-88094호

(특허문헌 0002) 국제 공개 제2012/043774호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 특허문헌 2의 액상 조성물이 액상의 산화 방지체인 알킬렌글리콜 유도체 또는 아미노알코올 유도체를 포함하는 경우, 액상 조성물에 대해 1 내지 50중량%의 매우 높은 농도의 산화 방지제가 필요해진다. 또한, 상기 액상 조성물이 고체 상태의 산화 방지체인 옥살산을 포함하는 경우, 액상 조성물 중의 고형분에 대해 0.1 내지 10질량%의 다량의 산화 방지제가 필요해진다. 또한, 옥살산은 방향족 탄화수소나 방향족 에테르 등의 유기 용매에 대해 난용이고, 용도가 한정된다는 문제도 있다.

[0011] 본 발명은 상기 종래의 문제를 해결하는 것으로, 그 목적으로 하는 점은 보존 안정성이 우수한, 인광 발광 재료를 함유하는 유기 EL 소자용 액상 조성물을 제공하는 것이다.

[0012] 또한, 인광 발광 재료는 산화 반응 생성물의 존재에 의해 전류 효율 및 발광 수명에 악영향을 받기 쉽다는 점에서 형광 발광 재료와 상이하고, 액상 조성물 중에 산화 반응 생성물이 발생하거나, 또는 축적되는 것을 보다 엄격하게 억제할 필요가 있다는 것을 발견하였다. 특히, 액상 조성물이 아릴 부분을 갖는 고분자 화합물을 포함하고, 용매로서 상기 고분자 화합물에 대한 용해성이 높은 방향족 탄화수소 또는 방향족 에테르를 포함하는 것인 경우, 액상 조성물에는 과산화물이나 산화 반응 생성물이 발생 또는 축적되기 쉬워진다. 또한, 인광 발광 재료가 이리듐을 포함하는 경우, 이리듐은 과산화물의 생성 반응을 촉진하므로, 인광 발광 재료의 성능 저하가 발생하기 쉽다.

과제의 해결 수단

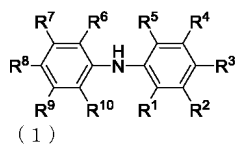
[0013] 일반적으로, 산화 방지제에는 라디칼 연쇄 금지제 및 과산화물 분해제 등이 있다. 본원 발명자들이 예의 검토한 결과, 산화 방지제 중에서도 라디칼 연쇄 금지제가 인광 발광 재료를 함유하는 잉크의 안정성을 향상시키는 것을 발견하였다.

[0014] 본 발명은 인광 발광 재료, 25℃ 및 1기압에서 액체인 용매 및 라디칼 연쇄 금지제를 함유하는 액상 조성물을 제공한다.

[0015] 어느 한 형태에 있어서는, 라디칼 연쇄 금지제가 방향족 아민계 라디칼 연쇄 금지제, 모노페놀계 라디칼 연쇄 금지제 및 비스페놀계 라디칼 연쇄 금지제로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 라디칼 연쇄 금지제가

다.

[0016] 어느 한 형태에 있어서는, 방향족 아민계 라디칼 연쇄 금지제가, 식 (1)로 표시되는 화합물이다.

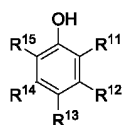


[0017]

[식 중, R¹, R², R³, R⁴, R⁵, R⁶, R⁷, R⁸, R⁹ 및 R¹⁰은 각각 독립적으로 수소 원자, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기를 나타냄]

[0019] 어느 한 형태에 있어서는, 라디칼 연쇄 금지제가 모노페놀계 라디칼 연쇄 금지제이다.

[0020] 어느 한 형태에 있어서는, 모노페놀계 라디칼 연쇄 금지제가 식 (2)로 표시되는 화합물이다.



(2)

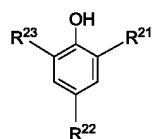
[0021]

[식 중, R¹¹, R¹², R¹³, R¹⁴ 및 R¹⁵는 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자수 1 내지 20의 알킬기, 탄소 원자수 1 내지 4의 알콕시기, 탄소 원자수 1 내지 4의 히드록시알킬기로 나타내는 기를 나타내되, 단 R¹¹, R¹², R¹³, R¹⁴ 및 R¹⁵ 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다름]

[0023] 어느 한 형태에 있어서는, R¹¹, R¹², R¹³, R¹⁴ 및 R¹⁵가 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기, 탄소 원자수 1 내지 4의 알콕시기, 또는 탄소 원자수 1 내지 4의 히드록시알킬기를 나타내고, R¹¹, R¹³ 및 R¹⁵ 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, R¹¹의 탄소 원자수, R¹²의 탄소 원자수, R¹³의 탄소 원자수, R¹⁴의 탄소 원자수 및 R¹⁵의 탄소 원자수의 합계가 20 이하이다.

[0024] 어느 한 형태에 있어서는, R¹¹, R¹³ 및 R¹⁵ 중 적어도 1개가 tert-부틸기이다.

[0025] 어느 한 형태에 있어서는, 식 (2)로 표시되는 화합물이 식 (4)로 표시되는 화합물이다.



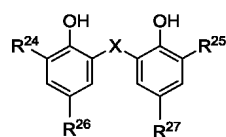
(4)

[0026]

[식 중, R²¹, R²² 및 R²³은 각각 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기를 나타냄]

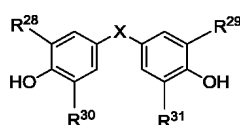
[0028] 어느 한 형태에 있어서는, 라디칼 연쇄 금지제가 비스페놀계 라디칼 연쇄 금지제이다.

[0029] 어느 한 형태에 있어서는, 비스페놀계 라디칼 연쇄 금지제가 식 (5) 또는 식 (6)으로 표시되는 화합물이다.



(5)

[0030]



(6)

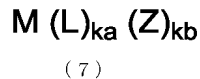
[식 중, R²⁴, R²⁵, R²⁶, R²⁷, R²⁸, R²⁹, R³⁰ 및 R³¹은 각각 독립적으로 수소 원자, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알

킬기를 나타내되, 단 R^{24} , R^{25} , R^{26} 및 R^{27} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, R^{28} , R^{29} , R^{30} 및 R^{31} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, X는 메틸렌기, 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기로 치환된 메틸렌기, 또는 황 원자를 나타냄]

[0032] 어느 한 형태에 있어서는, 비스페놀계 라디칼 연쇄 금지제가 식 (5)로 표시되는 화합물이고, R^{24} , R^{25} , R^{26} 및 R^{27} 중 적어도 1개가 tert-부틸기이고, X가 메틸렌기, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기로 치환된 메틸렌기이다.

[0033] 어느 한 형태에 있어서는, 라디칼 연쇄 금지제의 함유량이 액상 조성물의 중량에 대해 0.1 내지 10000ppm의 범위이다.

[0034] 어느 한 형태에 있어서는, 인광 발광 재료가 식 (7)로 표시되는 화합물이다.



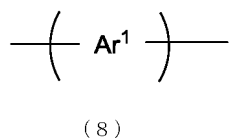
[0035]

[식 중, M은 루테튬, 로튬, 팔라듐, 오스뮴, 이리듐 또는 백금을 나타내고, L은 M으로 표시되는 금속 원자와의 사이에, 배위 결합 및 공유 결합으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 2개의 결합을 형성하여 다좌 배위 할 수 있는, 중성 또는 1 내지 3가의 음이온성의 배위자를 나타내고, Z는 카운터 음이온을 나타내고, ka는 1 이상의 정수를 나타내고, kb는 0 이상의 정수를 나타내고, L이 복수 존재하는 경우 그들은 서로 동일할 수도, 다를 수도 있고, Z가 복수 존재하는 경우 그들은 서로 동일할 수도, 다를 수도 있음]

[0037] 어느 한 형태에 있어서는, 식 (7)에 있어서의 M이 이리듐이다.

[0038] 어느 한 형태에 있어서는, 상기 액상 조성물은 25℃ 및 1기압에서 고체인 유기 화합물을 더 포함한다.

[0039] 어느 한 형태에 있어서는, 25℃ 및 1기압에서 고체인 유기 화합물이 식 (8)로 표시되는 구조를 적어도 1개 구성 단위로서 포함하는 고분자 화합물인 청구항 15에 기재된 액상 조성물이다.



[0040]

[식 중, Ar^1 은 치환되어 있을 수도 있는 아릴렌기, 치환되어 있을 수도 있는 2가의 방향족 복소환기, 또는 상기 아릴렌기 및 상기 2가의 방향족 복소환기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 동일 또는 다른 2개 이상의 기가 직접 결합한 2가의 기를 나타냄]

[0042] 어느 한 형태에 있어서는, 인광 발광 재료가 인광 착체 구조를 포함하는 고분자 화합물이다.

[0043] 어느 한 형태에 있어서는, 용매가 방향족 탄화수소, 방향족 에테르, 또는 방향족 탄화수소와 방향족 에테르의 혼합 용매이다.

[0044] 또한, 본 발명은 상기 어느 하나의 액상 조성물을 사용하여 제조된 유기 전계 발광 소자를 제공한다.

[0045] 또한, 본 발명은 상기 어느 하나의 액상 조성물을 기재 상에 도포하여 발광층을 형성하는 공정을 포함하는 유기 전계 발광 소자의 제조 방법을 제공한다.

[0046] 어느 한 형태에 있어서는, 상기 유기 전계 발광 소자의 제조 방법은, 액상 조성물을 도포한 후에 30℃ 이상 250℃ 이하에서 가열하는 공정을 포함한다.

[0047] 어느 한 형태에 있어서는, 상기 유기 전계 발광 소자의 제조 방법은 액상 조성물을 도포한 후에 100Pa 이하의 감압 환경에서 유지하는 공정을 포함한다.

발명의 효과

[0048] 본 발명에 따르면, 인광 발광 착체를 포함하는 유기 EL 소자의 발광층의 제조에 사용되고, 장기간 보관한 경우라도 전류 효율의 저하를 억제할 수 있는 액상 조성물, 또한 발광 수명의 단축도 억제할 수 있는 액상 조성물로서, 이들의 성능 저하를 억제하는 첨가제가 유기 용매에 대한 용해성이 우수하고, 첨가제의 함유량이 소량이어

도 되는 액상 조성물이 제공된다.

도면의 간단한 설명

[0049] 도 1은 본 발명의 유기 전계 발광 소자의 한 형태의 구조를 도시하는 모식 단면도이다.

도 2는 본 발명의 유기 전계 발광 소자의 다른 형태의 구조를 도시하는 모식 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

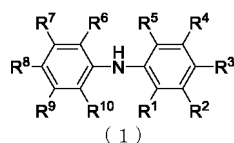
[0050] 이하, 본 발명에 대해 상세하게 설명한다.

[0051] <첨가제 (A)>

[0052] 본 발명의 액상 조성물은 첨가제 (A)를 함유한다. 첨가제 (A)는, 상기 액상 조성물에 산소가 혼입되고, 그 후 장기간 보관한 경우라도, 인광 발광 재료의 성능 저하를 억제한다. 첨가제 (A)로서는, 산화 방지제가 사용된다. 산화 방지제 중에서도, 첨가제 (A)는 라디칼 연쇄 금지제이다. 또한, 첨가제 (A)는 본 발명의 액상 조성물에 사용하는 용매에 용해되는 화합물이다.

[0053] 라디칼 연쇄 금지제라 함은, 본 발명의 액상 조성물에 포함되는 용매, 인광 발광 재료 및 필요에 따라서 사용되는 다른 성분 및 이들 산화 생성물로부터 생성되는 라디칼에 의한 연쇄 반응을 억제할 수 있는 재료를 의미하고, 예를 들어 방향족 아민계 라디칼 연쇄 금지제, 모노페놀계 라디칼 연쇄 금지제 및 비스페놀계 라디칼 연쇄 금지제를 들 수 있다.

[0054] 방향족 아민계 라디칼 연쇄 금지제로서는, 예를 들어 제2 방향족 아민을 들 수 있다. 방향족 아민계 라디칼 연쇄 금지제로서는, 식 (1)로 표시되는 화합물이 바람직하다.



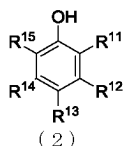
[0055]

[0056] [식 중, R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 , R^7 , R^8 , R^9 및 R^{10} 은 각각 독립적으로 수소 원자, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기를 나타냄]

[0057] 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기의 구체예로서는 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 이소프로필기, n-부틸기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, n-펜틸기, 이소펜틸기, 네오펜틸기 및 tert-펜틸기를 들 수 있다.

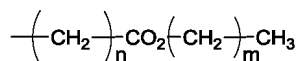
[0058] 식 (1)로 표시되는 화합물로서는, 예를 들어 디페닐아민, N-페닐-o-톨루이딘, N-페닐-m-톨루이딘, N-페닐-p-톨루이딘, 비스-o-톨루일아민, 비스-m-톨루일아민 및 비스-p-톨루일아민을 들 수 있다.

[0059] 모노페놀계 라디칼 연쇄 금지제로서는, 예를 들어 치환기를 갖는 페놀을 들 수 있다. 상기 치환기로서는, 예를 들어 알킬기, 알콕시기, 히드록시알킬기 및 아실옥시기를 들 수 있다. 모노페놀계 라디칼 연쇄 금지제로서는, 식 (2)로 표시되는 화합물이 바람직하다.



[0060]

[0061] [식 중, R^{11} , R^{12} , R^{13} , R^{14} 및 R^{15} 는 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자수 1 내지 20의 알킬기, 탄소 원자수 1 내지 4의 알콕시기, 탄소 원자수 1 내지 4의 히드록시알킬기, 또는 식 (3)으로 표시되는 기를 나타내되, 단 R^{11} , R^{12} , R^{13} , R^{14} 및 R^{15} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다름]



(3)

[0062]

[0063] [식 중, m 및 n은 각각 독립적으로 0 내지 20의 정수를 나타냄]

[0064]

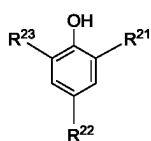
식 (2)로 표시되는 화합물로서는, R^{11} , R^{12} , R^{13} , R^{14} 및 R^{15} 가 각각 독립적으로 수소 원자, 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기, 탄소 원자수 1 내지 4의 알콕시기, 또는 탄소 원자수 1 내지 4의 히드록시알킬기를 나타내고, R^{11} , R^{13} 및 R^{15} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, R^{11} 의 탄소 원자수, R^{12} 의 탄소 원자수, R^{13} 의 탄소 원자수, R^{14} 의 탄소 원자수 및 R^{15} 의 탄소 원자수의 합계가 20 이하인 화합물이 바람직하고, 탄소수의 합계가 12 이하인 화합물이 더욱 바람직하다. 또한, R^{11} , R^{13} 및 R^{15} 중 적어도 1개가 tert-부틸기인 것이 바람직하다.

[0065]

식 (2)로 표시되는 화합물로서는, 예를 들어 o-크레졸, m-크레졸, p-크레졸, 2-에틸페놀, 3-에틸페놀, 4-에틸페놀, 2-프로필페놀, 3-프로필페놀, 4-프로필페놀, 2-부틸페놀, 3-부틸페놀, 4-부틸페놀, 2-펜틸페놀, 3-펜틸페놀, 4-펜틸페놀, 2-헥실페놀, 3-헥실페놀, 4-헥실페놀, 2-헵틸페놀, 3-헵틸페놀, 4-헵틸페놀, 2-옥틸페놀, 3-옥틸페놀, 4-옥틸페놀, 2-노닐페놀, 3-노닐페놀, 4-노닐페놀, 2-데실페놀, 3-데실페놀, 4-데실페놀, 2-운데실페놀, 3-운데실페놀, 4-운데실페놀, 2-도데실페놀, 3-도데실페놀, 4-도데실페놀, 2-트리데실페놀, 3-트리데실페놀, 4-트리데실페놀, 2-테트라데실페놀, 3-테트라데실페놀, 4-테트라데실페놀, 2-펜타데실페놀, 3-펜타데실페놀, 4-펜타데실페놀, 2-헥사데실페놀, 3-헥사데실페놀, 4-헥사데실페놀, 2-헵타데실페놀, 3-헵타데실페놀, 4-헵타데실페놀, 2-옥타데실페놀, 3-옥타데실페놀, 4-옥타데실페놀, 2-노나데실페놀, 3-노나데실페놀, 4-노나데실페놀, 2-이코실페놀, 3-이코실페놀, 4-이코실페놀, 2,3-디메틸페놀, 2,4-디메틸페놀, 2,5-디메틸페놀, 2,6-디메틸페놀, 3,4-디메틸페놀, 3,5-디메틸페놀, 2,3,4-트리메틸페놀, 2,3,5-트리메틸페놀, 2,3,6-트리메틸페놀, 2,4,5-트리메틸페놀, 2,4,6-트리메틸페놀, 2,3,4,5-테트라메틸페놀, 2,3,4,6-테트라메틸페놀, 2,3,5,6-테트라메틸페놀, 펜타메틸페놀, 2-tert-부틸-4-메틸페놀, 2-tert-부틸-5-메틸페놀, 2-tert-부틸-4-메톡시페놀, 3-tert-부틸-4-메톡시페놀, 2,4-디메틸-6-tert-부틸페놀, 2,6-디-tert-부틸페놀, 2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀, 2,6-디-tert-부틸-4-에틸페놀, 2-tert-부틸-4-메톡시페놀, 3-tert-부틸-4-메톡시페놀, 4-히드록시메틸-2,6-디-tert-부틸페놀, n-옥타데실-β-(3,5-디-tert-부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트 및 스테아릴-β-(3,5-디-tert-부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트를 들 수 있다.

[0066]

식 (2)로 표시되는 화합물로서는, 본 발명의 액상 조성물을 사용하여 형성한 유기 전계 발광 소자의 휘도 반감 수명의 저하를 억제하는 관점에서는, 식 (4)로 표시되는 화합물이 바람직하다.



(4)

[0067]

[0068] [식 중, R^{21} , R^{22} 및 R^{23} 은 각각 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기를 나타냄]

[0069]

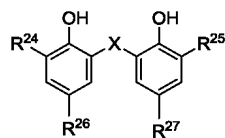
탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기 구체예로서는 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 이소프로필기, n-부틸기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, n-펜틸기, 이소펜틸기, 네오펜틸기 및 tert-펜틸기를 들 수 있다.

[0070]

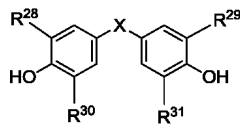
식 (4)로 표시되는 화합물로서는 2,4-디메틸-6-tert-부틸페놀, 2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀, 2,6-디-tert-부틸-4-에틸페놀 및 2,4,6-트리-tert-부틸페놀이 바람직하다. 이들 화합물은 본 발명의 액상 조성물에 사용하는 원하는 용매에 대한 용해성이 우수하다.

[0071]

비스페놀계 라디칼 연쇄 금지제로서는, 예를 들어 치환기를 갖고 있을 수도 있는 페놀 2개가, 메틸렌기, 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기로 치환된 메틸렌기, 또는 황 원자를 통해 결합한 화합물을 들 수 있다. 상기 치환기로서는, 예를 들어 알킬기, 시클로알킬기를 들 수 있다. 비스페놀계 라디칼 연쇄 금지제로서는, 식 (5) 또는 식 (6)으로 표시되는 화합물이 바람직하다.



(5)



(6)

[0072]

[0073]

[식 중, R^{24} , R^{25} , R^{26} , R^{27} , R^{28} , R^{29} , R^{30} 및 R^{31} 은 각각 독립적으로 수소 원자, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기를 나타내되, 단 R^{24} , R^{25} , R^{26} 및 R^{27} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, R^{28} , R^{29} , R^{30} 및 R^{31} 중 적어도 1개는 수소 원자와는 다르고, X는 메틸렌기, 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기로 치환된 메틸렌기, 또는 황 원자를 나타냄]

[0074]

식 (5)로 표시되는 화합물로서는, 예를 들어 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-tert-부틸페놀), 2,2'-메틸렌비스(4-에틸-6-tert-부틸페놀), 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-노닐페놀), 2,2'-이소부틸리덴비스(4,6-디메틸페놀), 2,2'-디히드록시-3,3'-디-(α -메틸시클로헥실)-5,5'-디메틸디페닐메탄, 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-시클로헥실페놀) 및 2,2'-티오비스(4-메틸-6-tert-부틸페놀)을 들 수 있다. 식 (6)으로 표시되는 화합물로서는, 예를 들어 4,4'-메틸렌비스(2,6-디-tert-부틸페놀), 4,4'-이소프로필리덴비스(2,6-디-tert-부틸페놀), 4,4'-부틸리덴비스(3-메틸-6-tert-부틸페놀), 4,4'-티오비스(2-메틸-6-tert-부틸페놀) 및 4,4'-티오비스(3-메틸-6-tert-부틸페놀)을 들 수 있다.

[0075]

식 (5)로 표시되는 화합물로서는, R^{24} , R^{25} , R^{26} 및 R^{27} 중 적어도 1개가 tert-부틸기이고, 또한 X가 메틸렌기, 또는 탄소 원자수 1 내지 5의 알킬기로 치환된 메틸렌기인 화합물이 바람직하다. 식 (6)으로 표시되는 화합물로서는, R^{28} , R^{29} , R^{30} 및 R^{31} 중 적어도 1개가 tert-부틸기인 화합물이 바람직하다.

[0076]

본 발명에 있어서의 액상 조성물은 인광 발광 재료를 포함하고, 또한 어느 한 형태에 있어서는 25℃ 및 1기압에서 고체인 유기 화합물(이하, 「제2 발광층용 재료」라고 하는 경우도 있음)을 더 포함하고 있을 수도 있다. 이 인광 발광 재료 및 제2 발광층용 재료를 총칭하여 본 명세서에서는 발광층용 재료라고 칭한다.

[0077]

발광층용 재료가 알킬기를 갖는 경우, 알킬기는 직쇄상일 수도, 분지상일 수도, 환상일 수도 있다. 알킬기의 탄소 원자수는 통상 1 내지 30이다. 알킬기는 치환기를 갖고 있을 수도 있고, 치환기로서는, 예를 들어 불소 원자를 들 수 있다. 치환기를 갖고 있을 수도 있는 알킬기의 구체예로서는 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 이소프로필기, n-부틸기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, n-펜틸기, 이소펜틸기, 2-메틸부틸기, 1-메틸부틸기, n-헥실기, 이소헥실기, 3-메틸펜틸기, 2-메틸펜틸기, 1-메틸펜틸기, n-헵틸기, n-옥틸기, 이소옥틸기, 2-에틸헥실기, 3-프로필헵틸기, 3,7-디메틸옥틸기, 노닐기, 데실기, 운데실기, 도데실기, 테트라데실기, 헥사데실기, 옥타데실기 및 에이코실기 등의 쇠상 알킬기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기 및 아다만틸기 등의 시클로알킬기를 들 수 있다.

[0078]

발광층용 재료가 알콕시기를 갖는 경우, 알콕시기의 알킬 부분은 직쇄상일 수도, 분지상일 수도, 환상일 수도 있다. 알콕시기는 치환기를 갖고 있을 수도 있다. 알콕시기의 탄소 원자수는 통상 1 내지 30이고, 치환기로서는, 예를 들어 불소 원자 및 알콕시기를 들 수 있다. 치환기를 갖고 있을 수도 있는 알콕시기의 구체예로서는 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기, 이소프로폭시기, 부톡시기, 이소부톡시기, tert-부톡시기, 펜틸옥시기, 헥실옥시기, 시클로헥실옥시기, 헵틸옥시기, 옥틸옥시기, 2-에틸헥실옥시기, 노닐옥시기, 데실옥시기, 3,7-디메틸옥틸옥시기, 라우릴옥시기, 트리플루오로메톡시기, 펜타플루오로메톡시기, 퍼플루오로부톡시기, 퍼플루오로헥실옥시기, 퍼플루오로옥틸옥시기, 메톡시메틸옥시기 및 2-메톡시에틸옥시기를 들 수 있다.

[0079]

발광층용 재료가 아릴기를 갖는 경우, 아릴기는 비치환의 방향족 탄화수소로부터 방향족 상의 수소 원자 1개를 제거한 기를 의미하고, 그의 탄소 원자수는 통상 6 내지 60이다. 아릴기는 치환기를 갖고 있을 수도 있고, 치환기로서는, 예를 들어 불소 원자, 알킬기, 알콕시기 및 아릴기를 들 수 있다. 치환기를 갖고 있을 수도 있는 아릴기의 구체예로서는, 페닐기, C1 내지 C12 알콕시페닐기(C1 내지 C12 알콕시는 탄소 원자수 1 내지 12의 알콕시인 것을 나타내고, 이하도 마찬가지임), C1 내지 C12 알킬페닐기(C1 내지 C12 알킬은 탄소 원자수 1 내지 12의 알킬인 것을 나타내고, 이하도 마찬가지임), 1-나프틸기, 2-나프틸기 및 펜타플루오로페닐기를 들 수 있다.

[0080]

발광층용 재료가 아르알킬기를 갖는 경우, 아르알킬기는 그의 탄소 원자수가 통상 7 내지 60이고, 아릴 부분이

치환기를 갖고 있을 수도 있다. 치환기로서는, 예를 들어 불소 원자, 알킬기, 알콕시기 및 아릴기를 들 수 있다. 치환기를 갖고 있을 수도 있는 아릴알킬기의 구체예로서는 페닐-C1 내지 C12 알킬기, C1 내지 C12 알콕시페닐-C1 내지 C12 알킬기, C1 내지 C12 알킬페닐-C1 내지 C12 알킬기, 1-나프틸-C1 내지 C12 알킬기 및 2-나프틸-C1 내지 C12 알킬기를 들 수 있다.

[0081] 발광층용 재료가 아릴알콕시기를 갖는 경우, 아릴알콕시기는 그의 탄소 원자수가 통상 7 내지 60이고, 아릴 부분이 치환기를 갖고 있을 수도 있다. 치환기로서는, 예를 들어 불소 원자, 알킬기, 알콕시기 및 아릴기를 들 수 있다. 치환기를 갖고 있을 수도 있는 아릴알콕시기의 구체예로서는 페닐-C1 내지 C12 알콕시기, C1 내지 C12 알콕시페닐-C1 내지 C12 알콕시기, C1 내지 C12 알킬페닐-C1 내지 C12 알콕시기, 1-나프틸-C1 내지 C12 알콕시기 및 2-나프틸-C1 내지 C12 알콕시기를 들 수 있다.

[0082] 발광층용 재료가 1가의 복소환기를 갖는 경우, 1가의 복소환기는 비치환의 복소환식 화합물로부터 수소 원자를 1개 제외한 기를 의미한다. 복소환식 화합물로서는, 예를 들어 푸란, 티오펜, 피롤, 옥사졸, 티아졸, 이미다졸, 티아디아졸, 옥사디아졸, 피리딘, 피리미딘 및 트리아진을 들 수 있다. 1가의 복소환기는 치환기를 갖고 있을 수도 있고, 상기 치환기로서는, 예를 들어 불소 원자, 알킬기, 알콕시기 및 아릴기를 들 수 있다. 1가의 복소환기로서는, 1가의 방향족 복소환기가 바람직하다.

[0083] 발광층용 재료가 치환 아미노기를 갖는 경우, 치환 아미노기란, 아미노기의 수소 원자의 1개 또는 2개가 치환된 것이고, 치환기는, 예를 들어 치환기를 갖고 있을 수도 있는 알킬기 및 치환기를 갖고 있을 수도 있는 아릴기이다. 치환 아미노기의 탄소 원자수는 통상 1 내지 40이다. 치환 아미노기의 구체예로서는 메틸아미노기, 디메틸아미노기, 에틸아미노기, 디에틸아미노기, 프로필아미노기, 디프로필아미노기, 이소프로필아미노기, 디이소프로필아미노기, 부틸아미노기, 이소부틸아미노기, tert-부틸아미노기, 펜틸아미노기, 헥실아미노기, 시클로헥실아미노기, 헵틸아미노기, 옥틸아미노기, 2-에틸헥실아미노기, 노닐아미노기, 데실아미노기, 3,7-디메틸옥틸아미노기, 라우릴아미노기, 시클로펜틸아미노기, 디시클로펜틸아미노기, 시클로헥실아미노기, 디시클로헥실아미노기, 디트리플루오로메틸아미노기, 페닐아미노기, 디페닐아미노기, 디(C1 내지 C12 알킬페닐)아미노기, 1-나프틸아미노기, 2-나프틸아미노기, 펜타플루오로페닐아미노기, 페닐-C1 내지 C12 알킬아미노기, C1 내지 C12 알킬페닐-C1 내지 C12 알킬아미노기, 1-나프틸-C1 내지 C12 알킬아미노기 및 2-나프틸-C1 내지 C12 알킬아미노기를 들 수 있다.

[0084] 발광층용 재료가 1가의 치환 카르보닐기를 갖는 경우, 치환 카르보닐기란, 카르복실산 중의 수산기를 제거한 기를 의미하고, 그의 탄소 원자수가 통상 2 내지 20이다. 아실기의 구체예로서는 아세틸기, 프로피오닐기, 부티릴기, 이소부티릴기, 피발로일기, 트리플루오로아세틸기 등의 탄소 원자수 2 내지 20의 불소 원자로 치환되어 있을 수도 있는 알킬카르보닐기, 벤조일기, 펜타플루오로벤조일기 등의 불소 원자로 치환되어 있을 수도 있는 페닐카르보닐기를 들 수 있다.

[0085] 발광층용 재료가 1가의 치환 옥시카르보닐기를 갖는 경우, 치환 옥시카르보닐기란, 카르복실산 중의 수소 원자를 제거한 기를 의미하고, 그의 탄소 원자수가 통상 2 내지 20이다. 아실옥시기의 구체예로서는 아세톡시기, 프로피오닐옥시기, 부티록시기, 이소부티록시기, 피발로일옥시기, 벤조일옥시기, 트리플루오로아세톡시기 및 펜타플루오로벤조일옥시기를 들 수 있다.

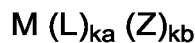
[0086] 발광층용 재료가 알킬렌기를 갖는 경우, 알킬렌기의 탄소 원자수는 통상 1 내지 30이다. 알킬렌기의 구체예로서는 메틸렌기 및 에틸렌기를 들 수 있다.

[0087] 발광층용 재료가 아릴알케닐기를 갖는 경우, 아릴알케닐기의 탄소 원자수는 통상 8 내지 20이다. 아릴알케닐기의 구체예로서는 스티릴기를 들 수 있다.

[0088] 발광층용 재료가 아릴알킬닐기를 갖는 경우, 아릴알킬닐기의 탄소 원자수는 통상 8 내지 20이다. 아릴알킬닐기의 구체예로서는 페닐아세틸레닐기를 들 수 있다.

[0089] 발광층용 재료가 아릴아미노기를 갖는 경우, 아릴아미노기란, 아미노기의 수소 원자의 1개 또는 2개가 치환기를 갖고 있을 수도 있는 아릴기로 치환된 기를 의미하고, 아미노기의 수소 원자의 1개가 치환기를 갖고 있을 수도 있는 아릴기로 치환되며, 수소 원자의 1개가 아릴기 이외의 치환기로 치환된 기도 포함된다. 아릴아미노기의 탄소 원자수는 통상 6 내지 40이다. 아릴아미노기의 구체예로서는 페닐아미노기, 디페닐아미노기, 디(C1 내지 C12 알킬페닐)아미노기, 1-나프틸아미노기, 2-나프틸아미노기, 펜타플루오로페닐아미노기, 페닐-C1 내지 C12 알킬아미노기, C1 내지 C12 알킬페닐-C1 내지 C12 알킬아미노기, 1-나프틸-C1 내지 C12 알킬아미노기 및 2-나프틸-C1 내지 C12 알킬아미노기를 들 수 있다.

- [0090] 발광층용 재료가 아릴렌기를 갖는 경우, 아릴렌기란, 비치환의 방향족 탄화수소로부터 수소 원자 2개를 제거한 원자단이고, 축합환을 갖는 기, 독립된 벤젠환 또는 축합환 중 어느 하나 또는 양쪽의 2개 이상이 직접 또는 비닐렌기 등의 공액계 연결기를 통해 결합한 기를 포함한다. 아릴렌기는 치환기를 갖고 있을 수도 있다. 아릴렌기의 치환기를 제거한 부분의 탄소수는 통상 6 내지 60이고, 치환기를 포함한 전체 탄소수는 통상 6 내지 100이다. 아릴렌기가 갖고 있을 수도 있는 치환기로서는, 단량체의 합성의 용이성 및 중합성의 관점에서는 알킬기, 알케닐기, 알키닐기, 알콕시기, 아릴기, 아릴옥시기, 할로겐 원자 및 시아노기가 바람직하고, 유기 EL 소자의 제작 용이성의 관점에서는 알케닐기 및 알키닐기가 바람직하고, 유기 EL 소자에 사용한 경우의 유기 EL 소자의 발광 특성의 관점에서는 알킬기, 알케닐기, 알키닐기 및 아릴기가 바람직하다.
- [0091] 발광층용 재료가 할로겐 원자를 갖는 경우, 할로겐 원자는 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자 및 요오드 원자를 나타낸다.
- [0092] 발광층용 재료가 알케닐기를 갖는 경우, 알케닐기의 탄소 원자수는 통상 2 내지 30이다. 알케닐기의 구체예로서는 비닐기 및 알릴기를 들 수 있다.
- [0093] 발광층용 재료가 알키닐기를 갖는 경우, 알키닐기의 탄소 원자수는 통상 2 내지 30이다. 알키닐기의 구체예로서는 에티닐기 및 프로파르길기를 들 수 있다.
- [0094] <인광 발광 재료>
- [0095] 본 발명의 액상 조성물은 인광 발광 재료를 포함한다. 인광 발광 재료로서는, 인광 발광성 화합물을 들 수 있다.
- [0096] 인광 발광성 화합물로서는, 삼중항 발광 착체 등의 공지된 화합물을 적용할 수 있고, 예를 들어 문헌 [Nature, (1998), 395, 151, Appl.Phys.Lett.(1999), 75(1), 4], [Proc.SPIE-Int.Soc.Opt.Eng.(2001), 4105(Organic Light-Emitting Materials and Devices IV), 119], [J.Am.Chem.Soc., (2001), 123, 4304], [Appl.Phys.Lett., (1997), 71(18), 2596], [Syn.Met., (1998), 94(1), 103], [Syn.Met., (1999), 99(2), 1361], [Adv.Mater., (1999), 11(10), 852], [Inorg.Chem., (2003), 42, 8609], [Inorg.Chem., (2004), 43, 6513], [Journal of the SID 11/1, 161(2003)], W02002/066552, W02004/020504, W02004/020448 등에 기재되어 있는 금속 착체를 들 수 있다.
- [0097] 인광 발광성 화합물인 금속 착체로서는, 예를 들어 중심 금속이 제5 주기 또는 제6 주기에 속하는 전이 금속인 오르토메탈화 착체 등을 들 수 있다.
- [0098] 인광 발광성 화합물인 금속 착체의 중심 금속으로서, 원자 번호 50 이상의 원자이고, 착체에 스핀-궤도 상호작용이 있고, 일중항 상태와 삼중항 상태 사이의 항간 교차를 일으킬 수 있는 금속을 들 수 있고, 루테튬, 로듐, 팔라듐, 오스뮴, 이리듐 및 백금이 바람직하고, 백금 및 이리듐이 보다 바람직하고, 이리듐이 더욱 바람직하다.
- [0099] 인광 발광성 화합물로서는, 하기 일반식 (7)로 표시되는 인광 발광성 화합물이 바람직하다.



(7)

- [0100]
- [0101] [식 중, M은 루테튬, 로듐, 팔라듐, 오스뮴, 이리듐 또는 백금을 나타낸다고, L은 M으로 표시되는 금속 원자와의 사이에, 배위 결합 및 공유 결합으로 이루어지는 군으로부터 선택되는 적어도 2개의 결합을 형성하여 다좌 배위할 수 있는, 중성 또는 1 내지 3가의 음이온성의 배위자를 나타내고, Z는 카운터 음이온을 나타내고, ka는 1 이상의 정수를 나타내고, kb는 0 이상의 정수를 나타내고, L이 복수 존재하는 경우 그들은 서로 동일할 수도, 다를 수도 있고, Z가 복수 존재하는 경우 그들은 서로 동일할 수도, 다를 수도 있음]
- [0102] 식 (7)로 표시되는 인광 발광성 화합물은 전체적으로 중성의 원자이다.
- [0103] 식 (7) 중, M은 백금 및 이리듐이 바람직하고, 이리듐이 보다 바람직하다. 인광 발광 재료로서는, 이리듐 화합물이 바람직하다. 중심 금속이 이리듐인 인광 발광 재료는 실온에서의 인광 발광의 효율이 높고, 고효율의 발광 소자를 작성하는 데 있어서 유리하다.
- [0104] 식 (7) 중, L로서는, 예를 들어 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 산소 원자를 포함

하는 배위자, M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 탄소 원자를 포함하는 배위자, M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 산소 원자를 2개 포함하는 배위자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자를 2개 포함하는 배위자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 인원자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 탄소 원자를 포함하는 배위자를 들 수 있다.

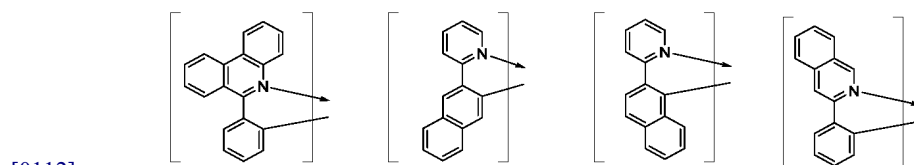
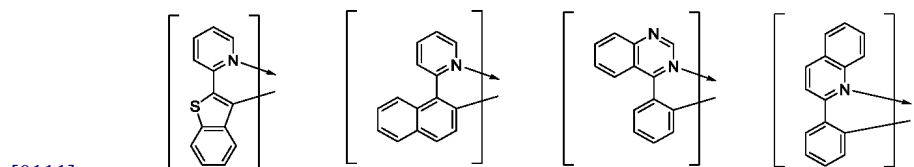
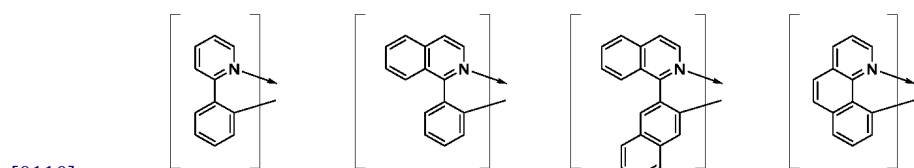
[0105] M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 산소 원자를 포함하는 배위자로서는, 8-퀴놀리놀, 8-퀴놀리놀의 유도체, 벤조퀴놀리놀 및 벤조퀴놀리놀의 유도체를 들 수 있다.

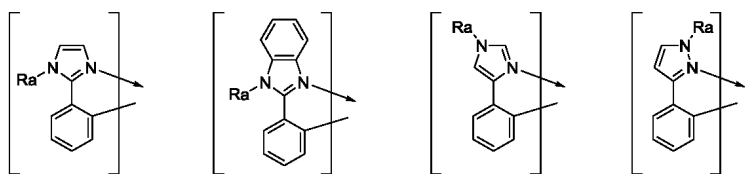
[0106] M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 탄소 원자를 포함하는 배위자로서는, 2-페닐-피리딘, 2-페닐-피리딘의 유도체를 들 수 있다. M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 산소 원자를 2개 포함하는 배위자로서는, 아세틸아세톤 및 아세틸아세톤의 유도체를 들 수 있다. M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자를 2개 포함하는 배위자로서는, 2,2'-비피리딜 및 2,2'-비피리딜의 유도체를 들 수 있다.

[0107] L로서는, M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 탄소 원자를 포함하는 배위자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자를 2개 포함하는 배위자가 바람직하고, M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 탄소 원자를 포함하는 배위자이며 모노 음이온성의 오르토메탈화 배위자(이하, 「모노 음이온성의 오르토메탈화 배위자」라고도 함) 및 모노 음이온성의 오르토메탈화 배위자가 서로 결합하여 이루어지는 2가 또는 3가의 배위자가 보다 바람직하고, M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 질소 원자 및 M으로 표시되는 금속 원자와 배위 결합 또는 공유 결합에 의해 결합할 수 있는 탄소 원자를 포함하는 배위자이며 모노 음이온성의 오르토메탈화 배위자가 더욱 바람직하다.

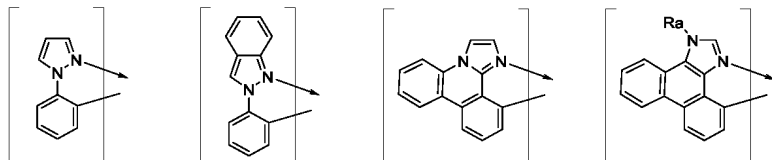
[0108] 식 (7)에 있어서의 L은 1종 단독으로 사용할 수도 있고, 2종 이상을 병용하여 사용할 수도 있지만, 1종 단독으로 사용하는 경우 식 (7)로 표시되는 인광 발광성 화합물은 호모레틱 착체(homoleptic complex)가 되고, 2종 이상을 병용하여 사용하는 경우 식 (7)로 표시되는 인광 발광성 화합물은 헤테로레틱 착체(heteroleptic complex)가 된다.

[0109] 모노 음이온성의 오르토메탈화 배위자를 이하에 예시한다.

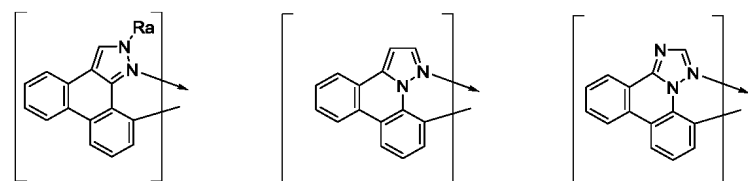




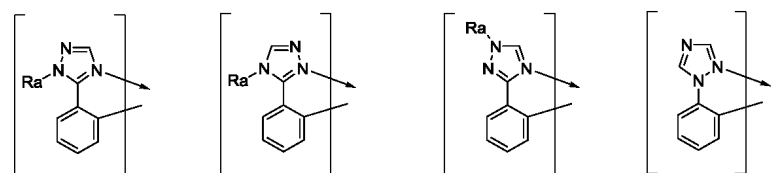
[0113]



[0114]



[0115]



[0116]

[0117] [식 중, Ra는 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴옥시기, 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 복소환기, 치환 아미노기, 치환 카르보닐기, 치환 옥시카르보닐기, 불소 원자 또는 시아노기를 나타내고, 화살표는 배위 결합을 나타냄]

[0118] Ra로서는, 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기 및 치환되어 있을 수도 있는 아릴알킬기가 바람직하다.

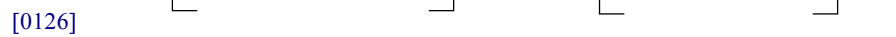
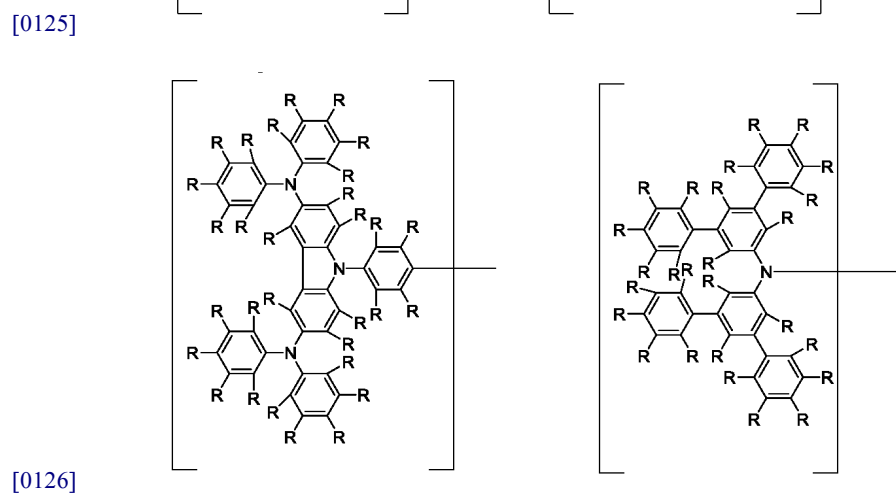
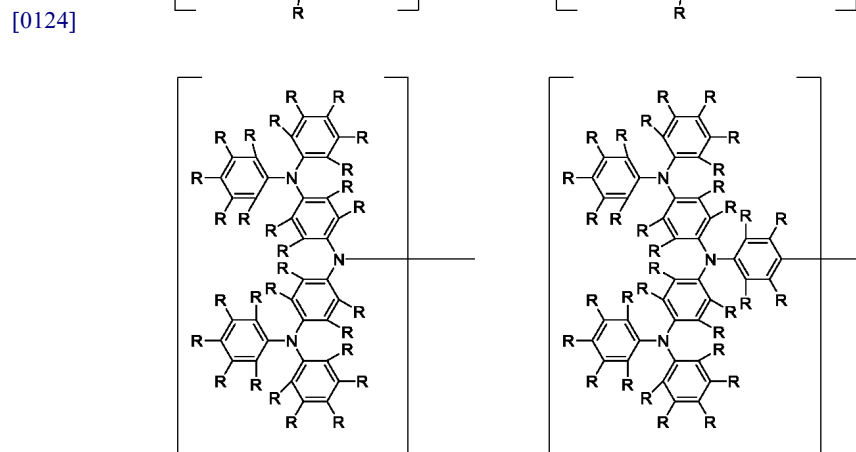
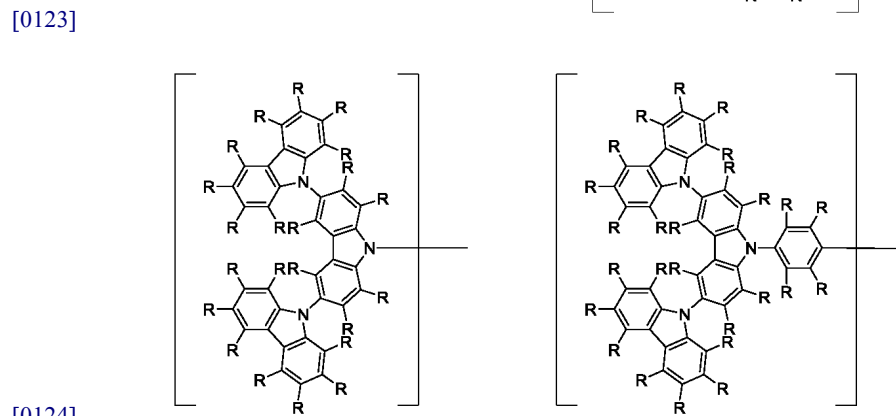
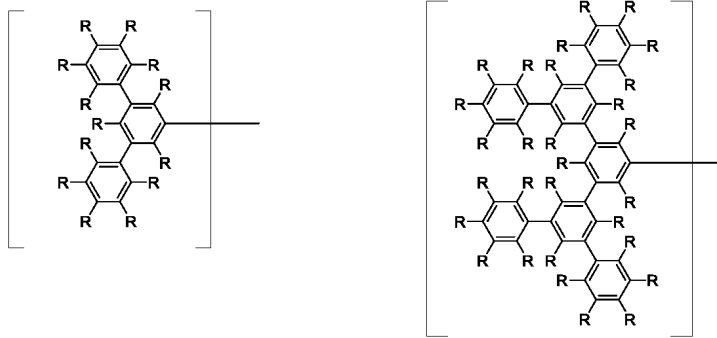
[0119] 상기에 예시한 모노 음이온성의 오르토메탈화 배위자에 있어서의 임의의 수소 원자는 알킬기, 아릴기, 1가의 방향족 복소환기, 알콕시기, 아릴옥시기, 아르알킬기, 아릴알콕시기, 치환 아미노기, 치환 카르보닐기, 치환 옥시카르보닐기, 불소 원자 또는 시아노기로 치환되어 있을 수도 있다. 해당 치환기가 복수 존재하는 경우, 그들은 동일할 수도, 다를 수도 있으며, 서로 결합하여 각각이 결합하는 원자와 함께 환 구조를 형성하고 있을 수도 있다.

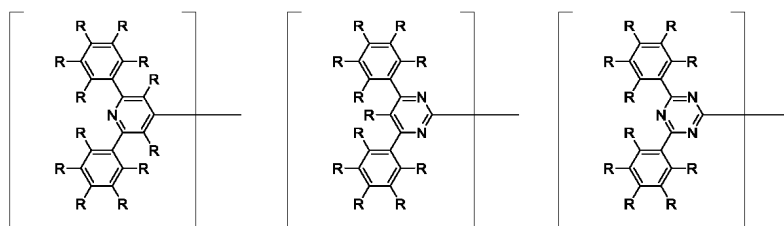
[0120] 용매에 대한 용해도의 관점에서, 인광 발광성 화합물에 포함되는 배위자 L은 유기 용매에 대한 용해성을 높이는 치환기를 포함하는 것이 바람직하다. 유기 용매에 대한 용해성을 높이는 치환기로서는, 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기 및 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기가 바람직하다. 유기 용매에 대한 용해성을 높이는 치환기의 수소 원자 이외의 원자의 총 수는 3개 이상인 것이 바람직하고, 5개 이상인 것이 보다 바람직하고, 7개 이상인 것이 더욱 바람직하고, 10개 이상인 것이 특히 바람직하다. 또한, 유기 용매에 대한 용해성을 높이는 치환기는 인광 발광성 화합물이 갖는 모든 배위자에 도입되어 있는 것이 바람직하다. 그 경우, 유기 용매에 대한 용해성을 높이는 치환기는 배위자마다 동일할 수도, 다를 수도 있다.

[0121] 유기 용매에 대한 용해성을 높이는 치환기로서는, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기 및 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 기를 포함하는 텐드론이 바람직하다. 텐드론이란, 분지 구조(branching structure)이고, 텐드론을 치환기로서 배위자에 도입함으로써, 인광 발광성 화합물은 용해성의 향상에 더하여, 예를 들어 도막성의 향상, 전하 수송성 등의 기능성(functionality), 발광색을 조정 등의 효과가 부여된 고밀도의 기능성을 갖는 인광 발광성 화합물로 될 수 있다. 또한, 텐드론을 치환기로서 갖는 고도로 갈라져 나온 거대 분자는 텐드리머라고 불리는 경우가 있다. 텐드리머는, 예를 들어 국제 공개

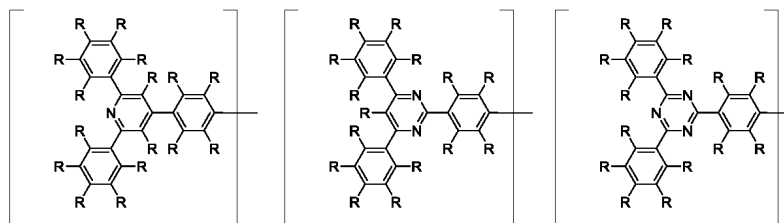
제02/066575호, 국제 공개 제02/066552호 및 국제 공개 제02/067343호에 기재되어 있고, 다양한 기능을 목적으로 하여 설계, 합성되어 있다.

[0122] 이하에, 대표적인 덴드론을 예시한다.





[0127]



[0128]

[0129] [식 중, R은 수소 원자, 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴옥시기, 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기, 치환 아미노기, 치환 카르보닐기, 치환 옥시카르보닐기, 불소 원자 또는 시아노기를 나타내거나, 2개의 R이 결합하여 각각이 결합하는 탄소 원자와 함께 환 구조로 되고, 복수 존재하는 R은 서로 동일할 수도, 다를 수도 있음]

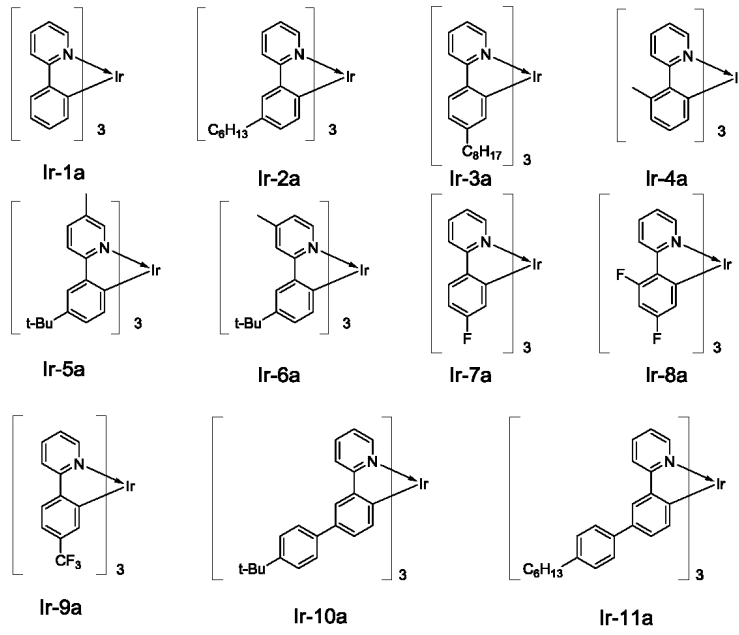
[0130] R은 수소 원자, 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기, 치환되어 있을 수도 있는 알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴옥시기, 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기 및 치환 아미노기가 바람직하고, 수소 원자, 치환되어 있을 수도 있는 알킬기 및 치환되어 있을 수도 있는 아릴기가 보다 바람직하다.

[0131] 2개의 R이 결합하여 형성하는 환 구조로서는, 알킬기로 치환되어 있을 수도 있는 시클로펜틸환, 알킬기로 치환되어 있을 수도 있는 시클로헥실환 및 알킬기로 치환되어 있을 수도 있는 시클로헵틸환이 바람직하다. 또한, 해당 환 구조는, 또한 벤젠환 등이 축합한 축합환 구조일 수도 있다.

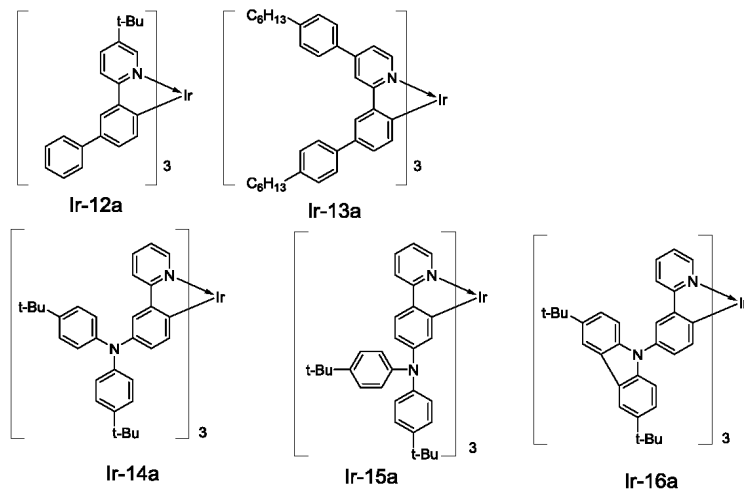
[0132] 식 (7) 중, Z로 표시되는 카운터 음이온으로서, 브뢴스테드산의 공액 염기를 들 수 있다. 브뢴스테드산의 공액 염기의 구체예로서는 불화물 이온, 염화물 이온, 브롬화물 이온, 요오드화물 이온, 황산 이온, 질산 이온, 탄산 이온, 과염소산 이온, 테트라플루오로보레이트 이온, 테트라키스(펜타플루오로페닐)보레이트 이온, 헥사플루오로포스페이트 이온, 메탄 술폰산 이온 및 트리플루오로아세트산 이온을 들 수 있다.

[0133] 식 (7)로 표시되는 인광 발광성 화합물로서는, M이 이리듐(III)이고, L이 모노 음이온성의 오르토메탈화 배위자이고, ka가 3이고, kb가 0인 인광 발광성 화합물이 바람직하다.

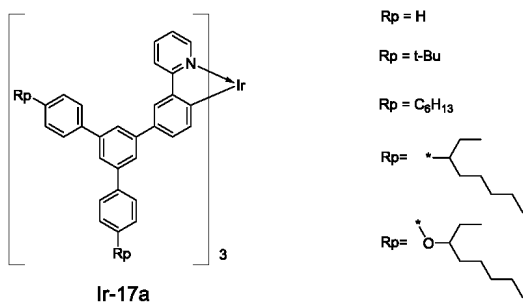
[0134] 식 (7)로 표시되는 인광 발광성 화합물로서는, 하기 인광 발광성 화합물이 예시된다.



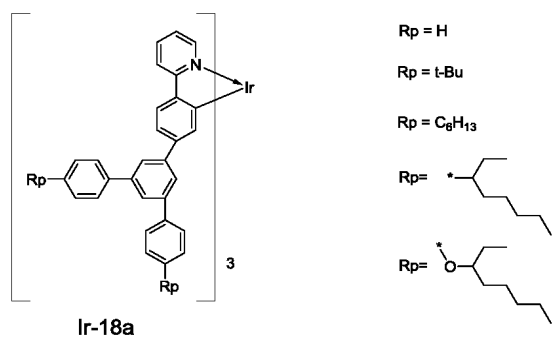
[0135]



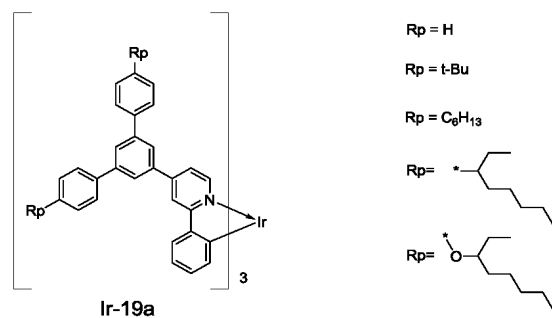
[0136]



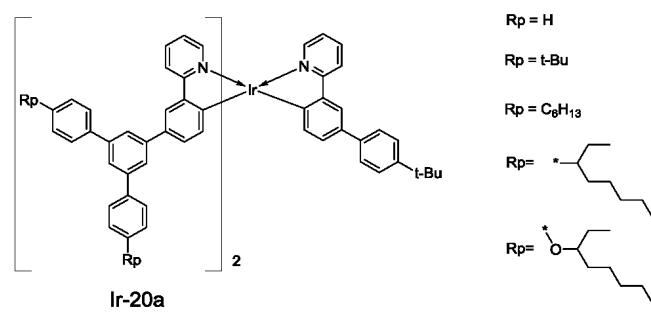
[0137]



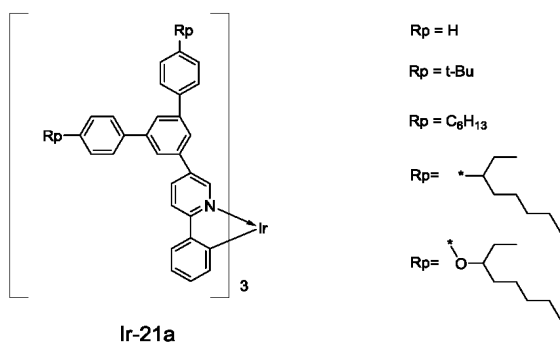
[0138]



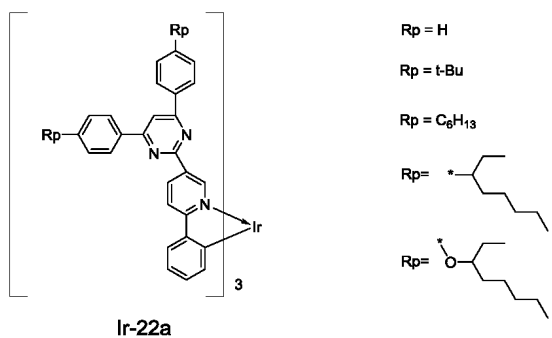
[0139]



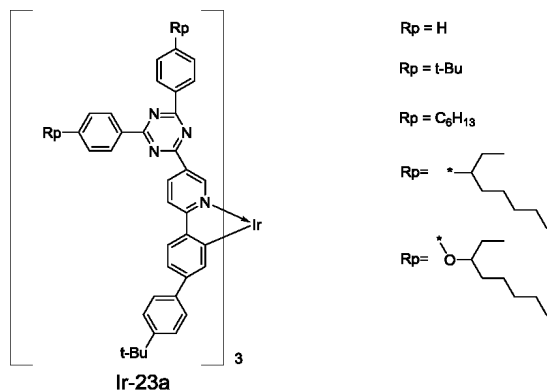
[0140]



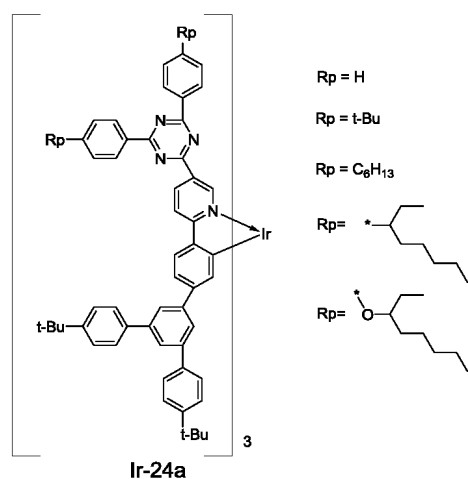
[0141]



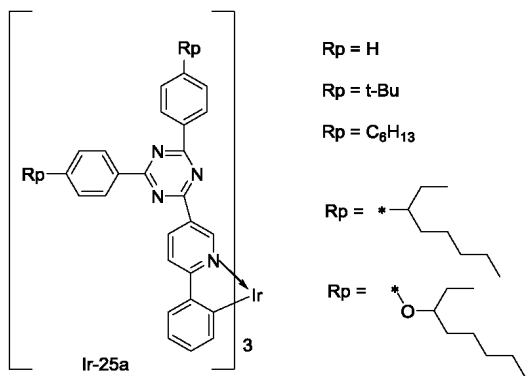
[0142]



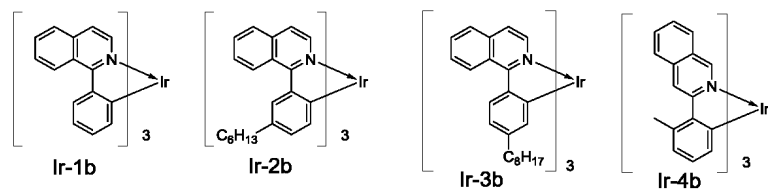
[0143]



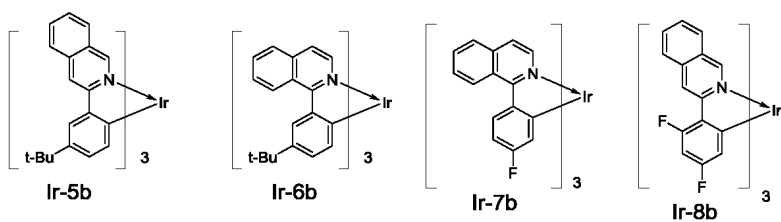
[0144]



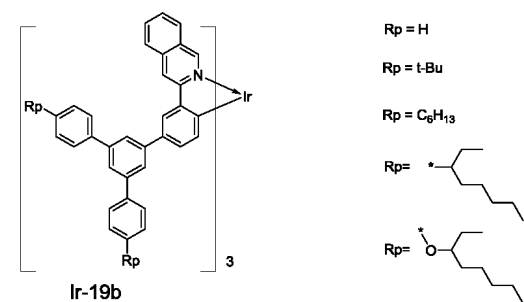
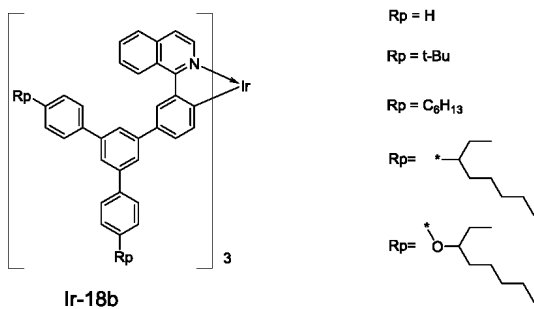
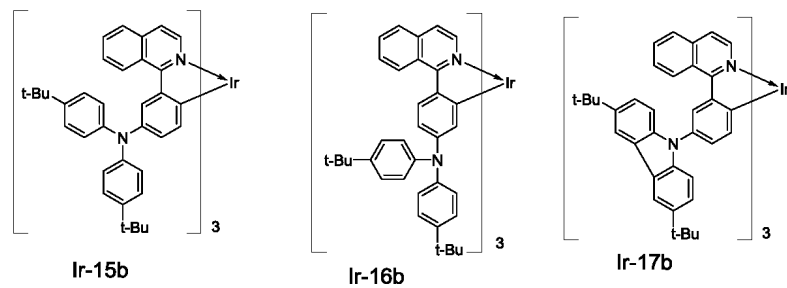
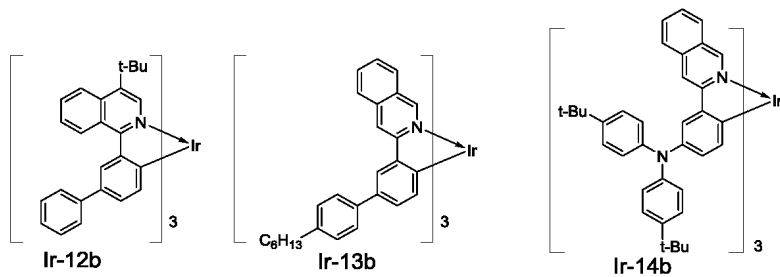
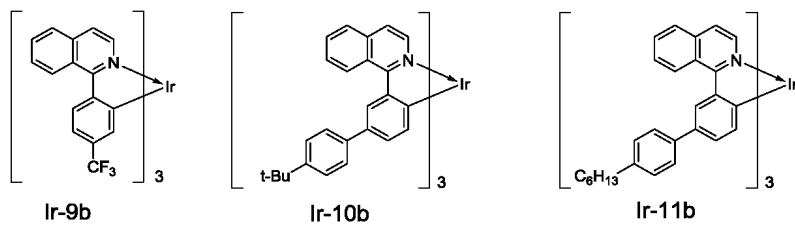
[0145]

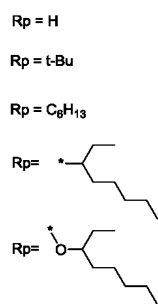
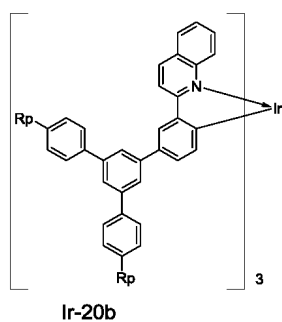


[0146]

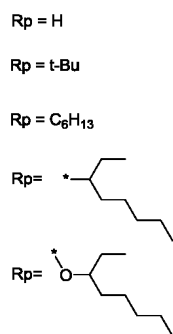
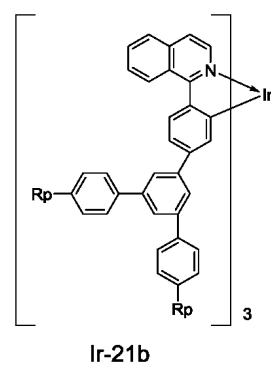


[0147]

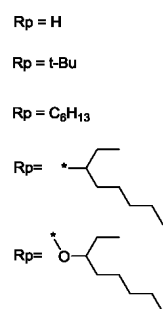
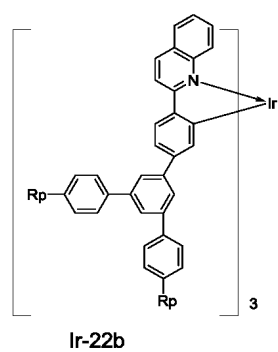




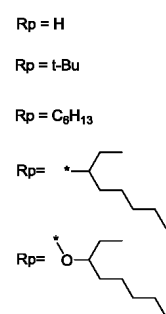
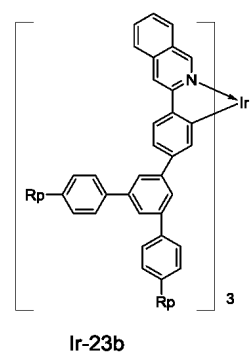
[0153]



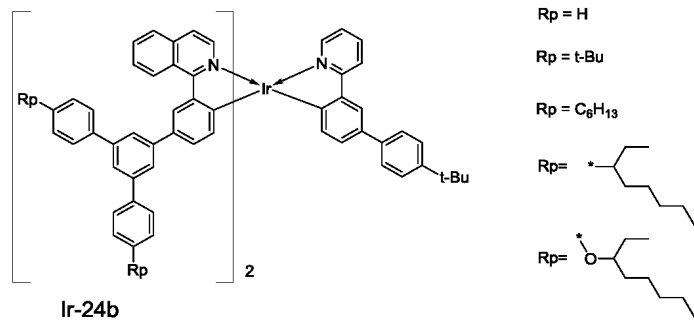
[0154]



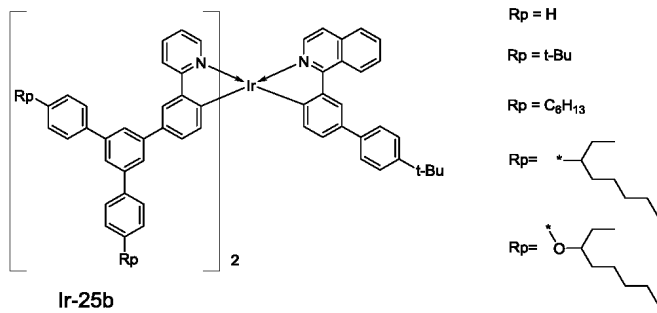
[0155]



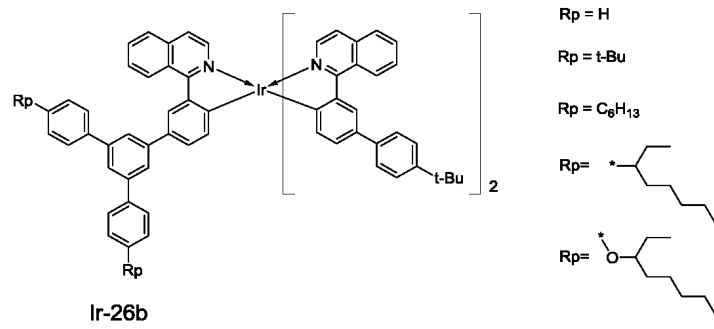
[0156]



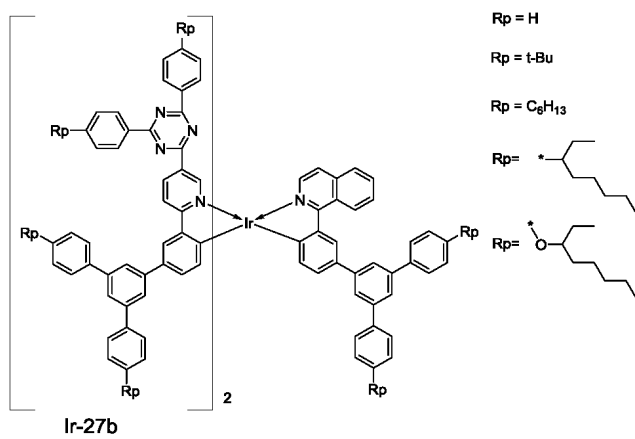
[0157]



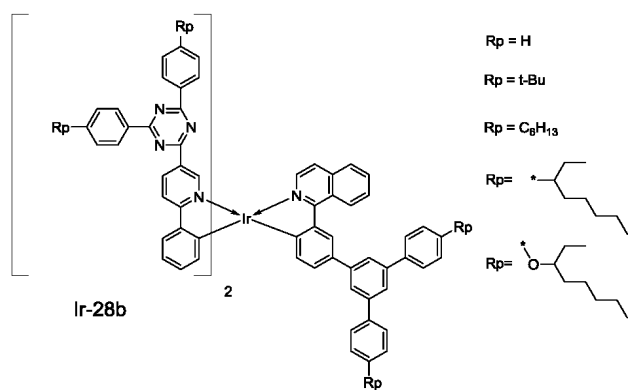
[0158]



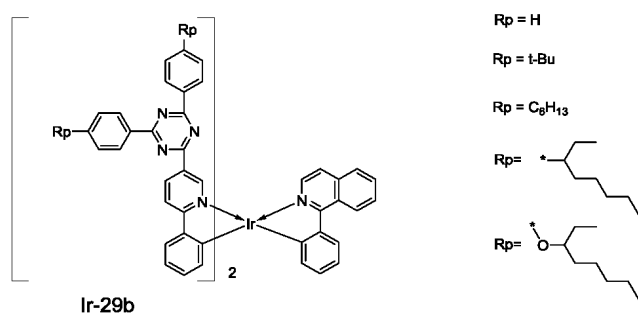
[0159]



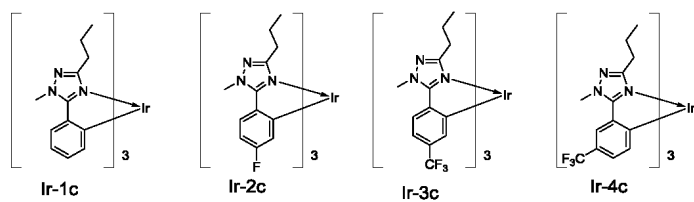
[0160]



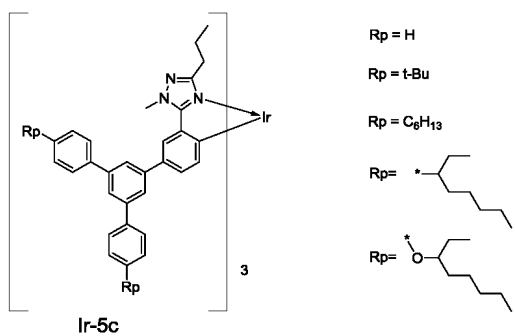
[0161]



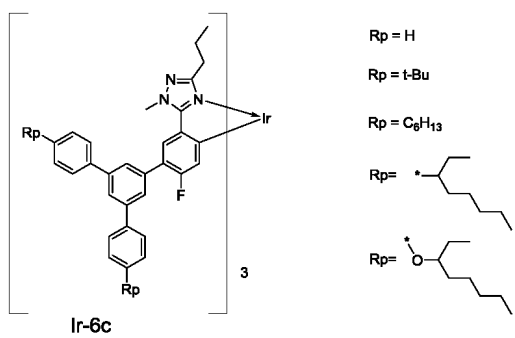
[0162]



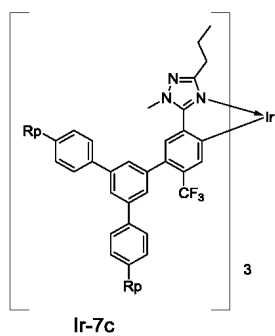
[0163]



[0164]



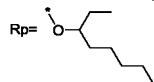
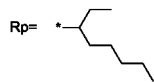
[0165]



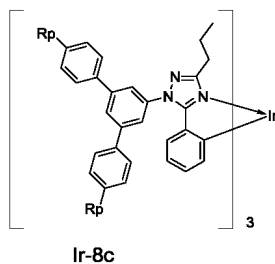
Rp = H

Rp = t-Bu

Rp = C₆H₁₃



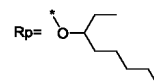
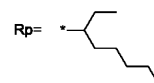
[0166]



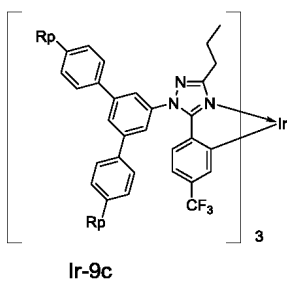
Rp = H

Rp = t-Bu

Rp = C₆H₁₃



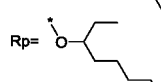
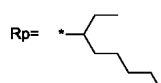
[0167]



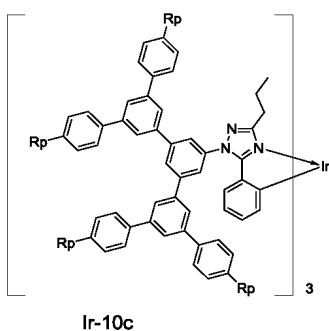
Rp = H

Rp = t-Bu

Rp = C₆H₁₃



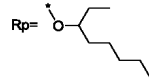
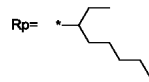
[0168]



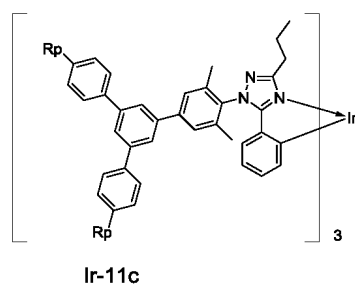
Rp = H

Rp = t-Bu

Rp = C₆H₁₃



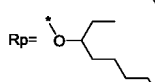
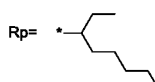
[0169]



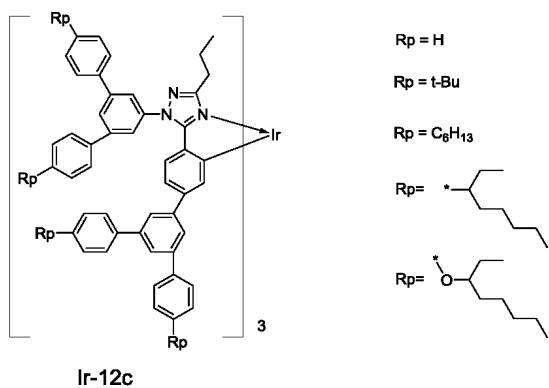
Rp = H

Rp = t-Bu

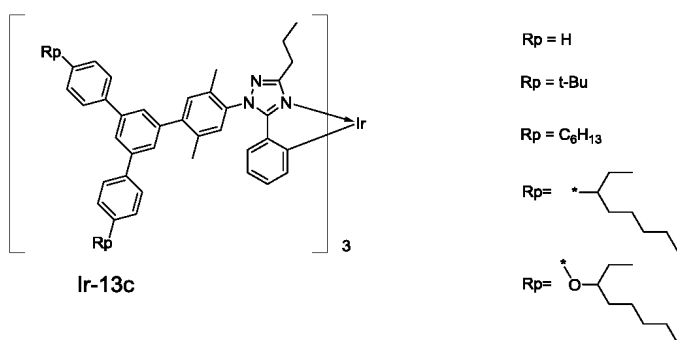
Rp = C₆H₁₃



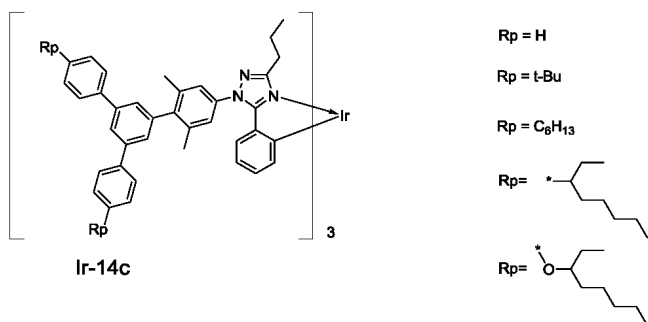
[0170]



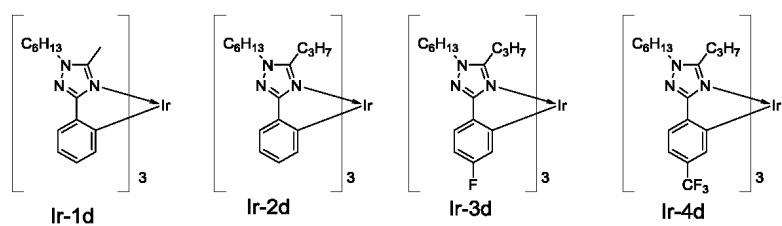
[0171]



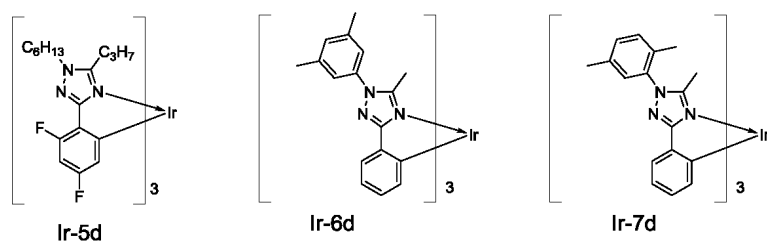
[0172]



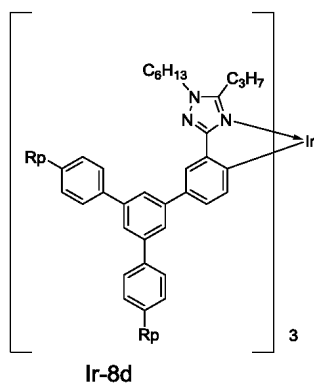
[0173]



[0174]



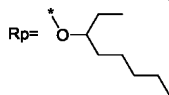
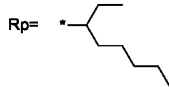
[0175]



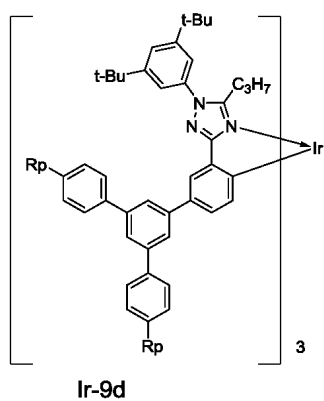
Rp = H

Rp = t-Bu

Rp = C₆H₁₃



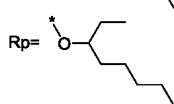
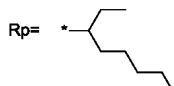
[0176]



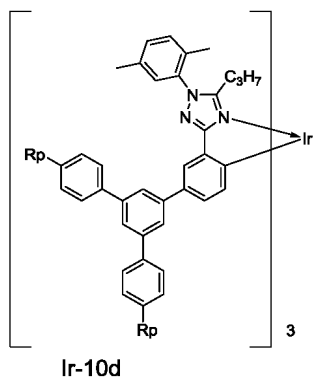
Rp = H

Rp = t-Bu

Rp = C₆H₁₃



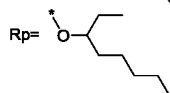
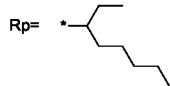
[0177]



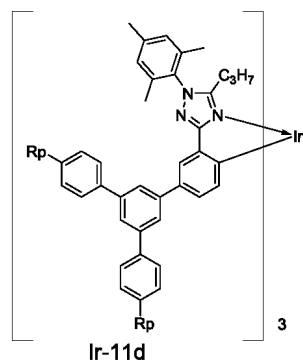
Rp = H

Rp = t-Bu

Rp = C₆H₁₃



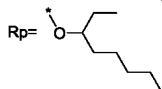
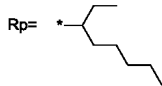
[0178]



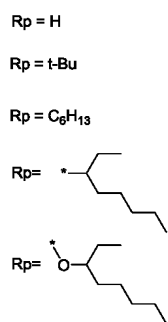
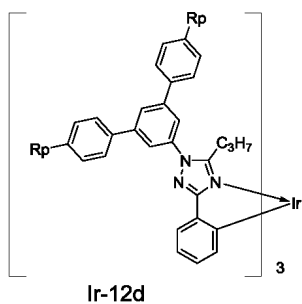
Rp = H

Rp = t-Bu

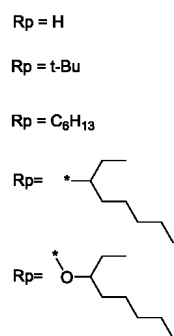
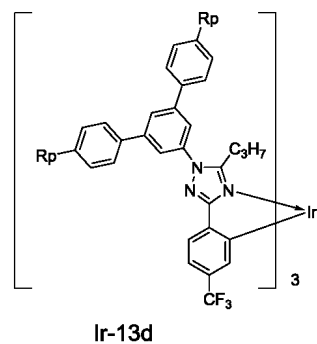
Rp = C₆H₁₃



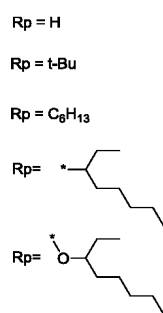
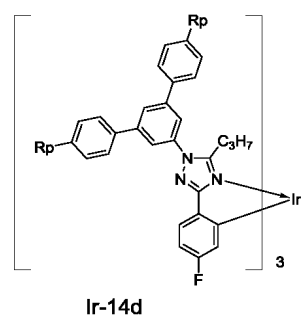
[0179]



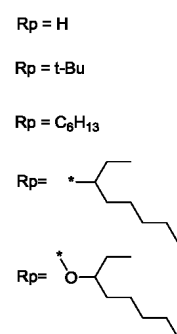
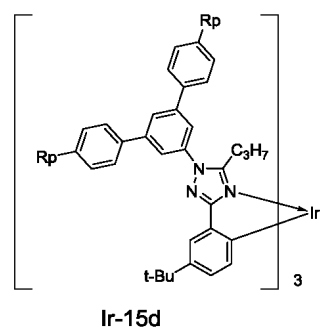
[0180]



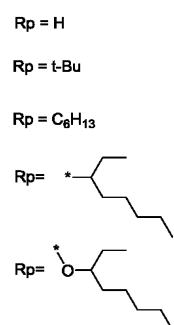
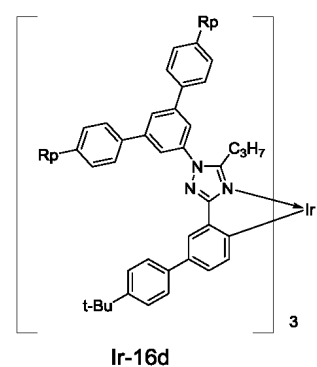
[0181]



[0182]



[0183]



[0184]

Ir-29b, 식 Ir-1c 내지 식 Ir-14c 및 식 Ir-1d 내지 식 Ir-19d로 표시되는 인광 발광성 화합물이 바람직하고, 식 Ir-10a 내지 식 Ir-13a, 식 Ir-17a 내지 식 Ir-24a, 식 Ir-10b 내지 식 Ir-13b, 식 Ir-18b 내지 식 Ir-29b, 식 Ir-1c, 식 Ir-5c, 식 Ir-8c, 식 Ir-10c 내지 식 Ir-14c, 식 Ir-1d 내지 식 Ir-2d, 식 Ir-6d 내지 식 Ir-12d 및 식 Ir-15d 내지 식 Ir-19d로 표시되는 인광 발광성 화합물이 보다 바람직하다.

[0192] 본 발명의 액상 조성물에 포함되는 인광 착체 화합물은 인광 착체 구조를 포함하는 고분자 화합물일 수도 있다. 여기서, 고분자 화합물이란, 폴리스티렌 환산의 분자량이 1000 이상이고, 분자량에 분포를 갖는 화합물이다. 인광 착체 구조를 포함하는 고분자 화합물은, 후술하는 제2 발광층용 재료에 사용되는 고분자 화합물이 갖는 반복 단위를 함유하는 것이 바람직하고, 식 (8)로 표시되는 구조를 포함하는 것이 보다 바람직하다. 상기 고분자 화합물은, 인광 착체 화합물로부터 수소 원자 1개 또는 2개를 제거한 기가 고분자 화합물의 주쇄 또는 측쇄와 직접 또는 스페이서가 되는 2가의 기를 통해 결합할 수도 있다. 스페이서가 되는 2가의 기로서는, 예를 들어 치환되어 있을 수도 있는 알킬렌기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴렌기 및 치환되어 있을 수도 있는 2가의 복소환기를 들 수 있고, 치환되어 있을 수도 있는 알킬렌기 및 치환되어 있을 수도 있는 아릴렌기가 바람직하다. 알킬렌기, 아릴렌기 및 2가의 복소환기가 갖고 있을 수도 있는 치환기로서는, 예를 들어 알킬기, 알콕시기, 아릴기, 아릴옥시기, 아릴알킬기, 아릴알콕시기, 아릴알케닐기, 아릴알킬닐기, 아릴아미노기 및 1가의 복소환기를 들 수 있고, 알킬기, 알콕시기, 아릴기 및 아릴옥시기가 바람직하다.

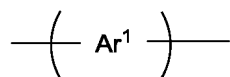
[0193] 본 발명의 액상 조성물에 포함되는 인광 발광 재료의 농도는, 액상 조성물의 중량에 대해 통상 0.01 내지 5중량%, 바람직하게는 0.05 내지 3중량%, 더욱 바람직하게는 0.1 내지 2중량%이다.

[0194] <제2 발광층용 재료>

[0195] 본 발명의 액상 화합물은 25℃ 및 1기압에서 고체인 유기 화합물(이하, 「제2 발광층용 재료」라고 하는 경우도 있음)을 더 포함하고 있을 수도 있다. 제2 발광층용 재료는 호스트 재료가 바람직하다. 호스트 재료란, 여기 상태에서부터의 에너지 이동에 의해 인광 발광 재료를 발광시키는 재료이고, 저분자 화합물일 수도, 고분자 화합물일 수도, 또한 그들의 혼합물일 수도 있다. 호스트 재료로서는, 전하 수송성 고분자 화합물이 바람직하다.

[0196] 호스트 재료인 저분자 화합물의 구체예로서는 카르바졸 유도체, 트리아졸 유도체, 옥사졸 유도체, 옥사디아졸 유도체, 이미다졸 유도체, 폴리아릴알칸 유도체, 피라졸린 유도체, 피라졸론 유도체, 페닐렌디아민 유도체, 아릴아민 유도체, 아미노 치환 알칸 유도체, 스티릴안트라센 유도체, 플루오레논 유도체, 히드라존 유도체, 스티벤 유도체, 실라잔 유도체, 방향족 제3 아민 화합물, 스티릴아민 화합물, 방향족 디메틸리덴 화합물, 포르피린 화합물, 안트라퀴노디메탄 유도체, 안트론 유도체, 디페닐퀴논 유도체, 티오피란디옥시드 유도체, 카르보디이미드 유도체, 티오피란옥시드 유도체, 카르보디이미드 유도체, 플루오레닐리덴메탄 유도체, 디스티릴피라진 유도체, 나프탈렌, 페릴렌 등의 복소환 테트라카르복실산 무수물, 프탈로시아닌 유도체, 8-퀴놀리놀 유도체의 금속 착체, 메탈프탈로시아닌, 벤조옥사졸이나 벤조티아졸 등을 배위자로 하는 금속 착체 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 카르바졸 유도체, 이미다졸 유도체, 페닐렌디아민 유도체, 아릴아민 유도체 및 방향족 제3 아민 화합물이 바람직하다.

[0197] 호스트 재료인 전하 수송성 고분자 화합물로서는, 전하 주입성 및 전하 수송성의 관점에서, 식 (8)로 표시되는 구성 단위를 포함하는 고분자 화합물이 바람직하다. 식 (8)로 표시되는 구성 단위를 포함하는 고분자 화합물은 식 (9)로 표시되는 구성 단위를 더 포함하고 있을 수도 있다.



(8)

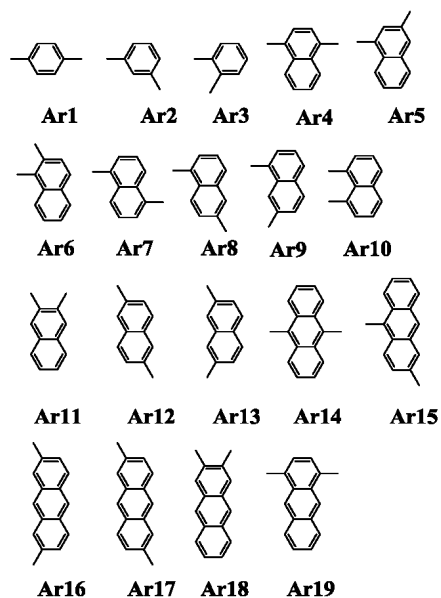
[0198]

[0199] [식 중, Ar¹은 치환되어 있을 수도 있는 아릴렌기, 치환되어 있을 수도 있는 2가의 방향족 복소환기, 또는 상기 아릴렌기 및 상기 2가의 방향족 복소환기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 동일 또는 다른 2개 이상의 기가 직접 결합한 2가의 기를 나타냄]

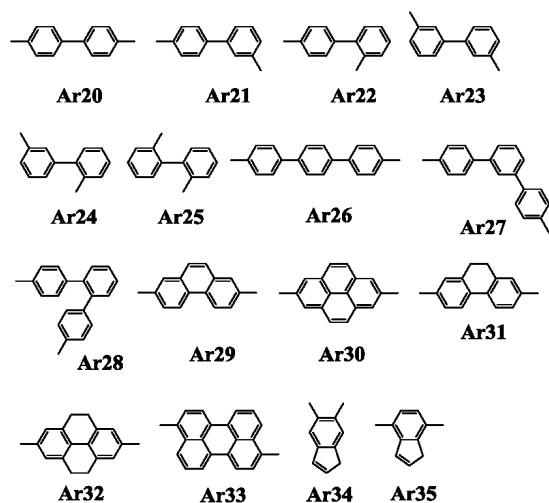
[0200]

식 (8)에 있어서의 아릴렌기로서는 페닐렌기(식 Ar1 내지 Ar3), 나프탈렌디일기(식 Ar4 내지 Ar13), 안트라센디일기(식 Ar14 내지 Ar19), 비페닐디일기(식 Ar20 내지 Ar25), 터페닐디일기(식 Ar26 내지 Ar28), 축합환 화합물기(식 Ar29 내지 Ar35), 플루오렌디일기(식 Ar36 내지 Ar68) 및 벤조플루오렌디일기(식 Ar69 내지 Ar88)를 들 수 있다. 본 발명의 액상 조성물을 사용하여 제조한 유기 EL 소자의 발광 특성의 관점에서는, 아릴렌기는 페닐

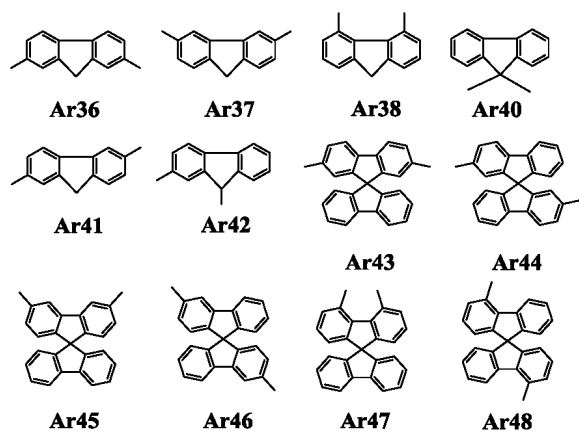
렌기, 비페닐디일기, 터페닐디일기 및 플루오렌디일기가 바람직하고, 페닐렌기 및 플루오렌디일기가 보다 바람직하고, 플루오렌디일기가 특히 바람직하다. Ar1 내지 Ar88로 표시되는 기는 치환기를 갖고 있을 수도 있다.



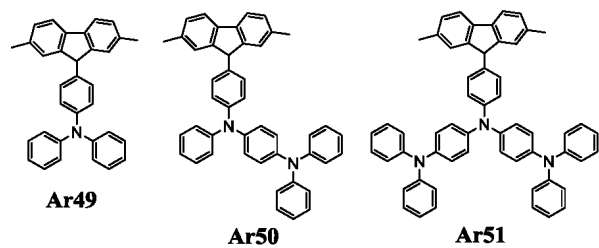
[0201]



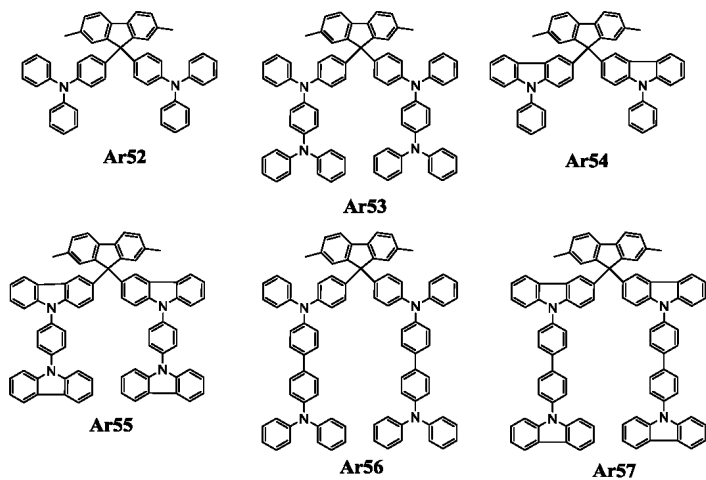
[0202]



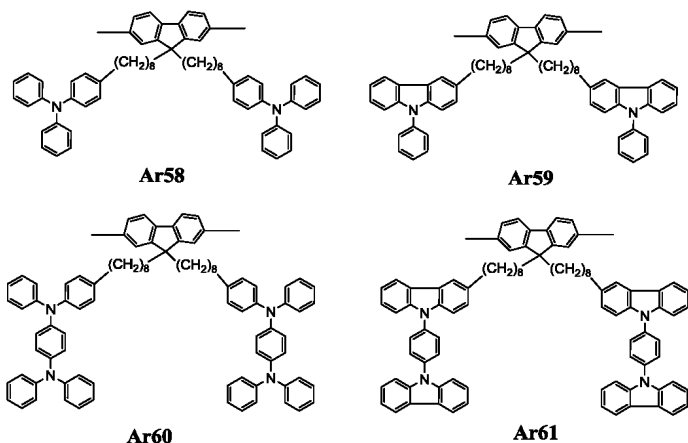
[0203]



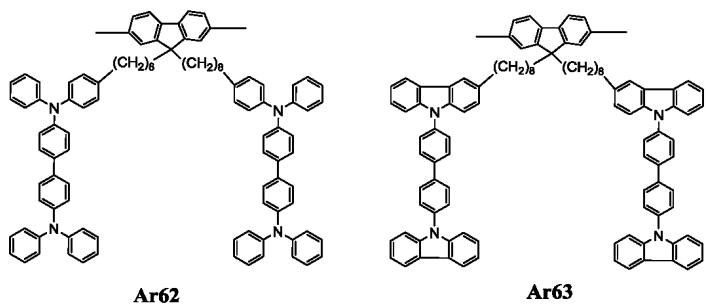
[0204]



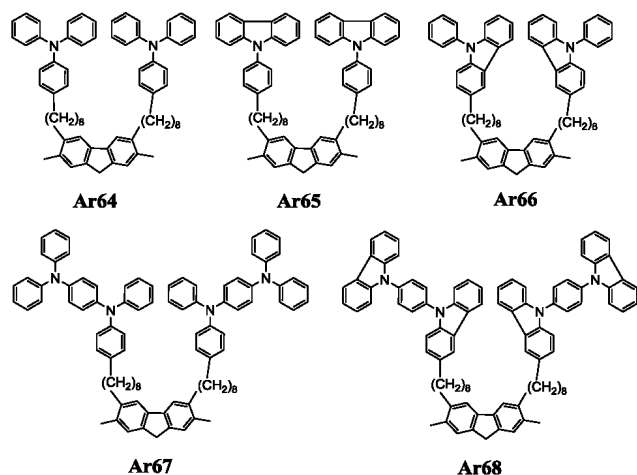
[0205]



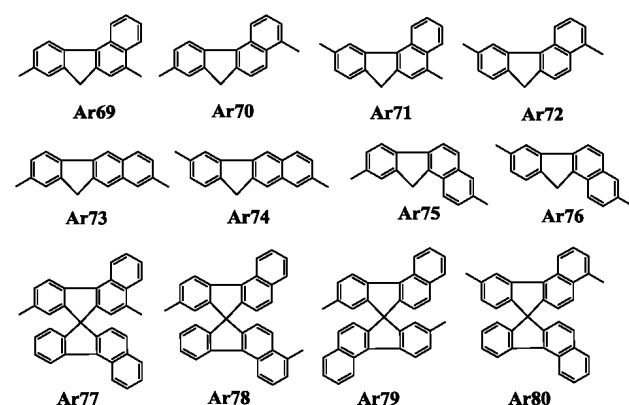
[0206]



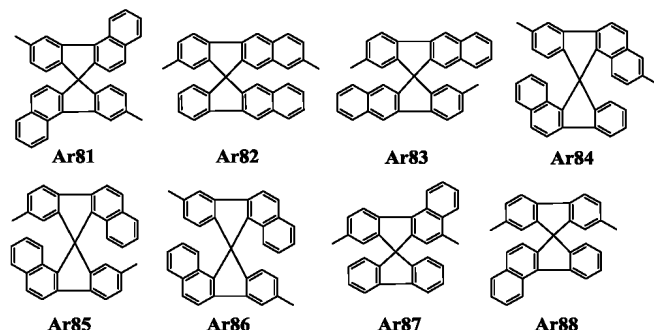
[0207]



[0208]



[0209]



[0210]

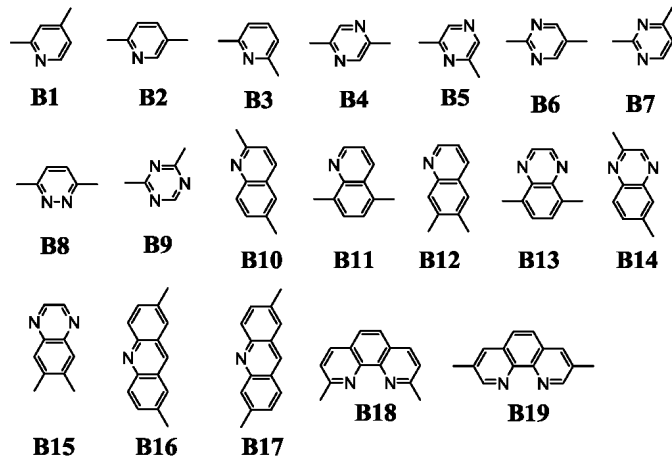
[0211]

식 (8)에 있어서의 2가의 복소환기란, 비치환의 복소환식 화합물로부터 2개의 수소 원자를 제거한 나머지의 원자단을 의미한다. 2가의 복소환기는, 2가의 방향족 복소환기가 바람직하다. 2가의 방향족 복소환기란, 비치환의 방향족 복소환식 화합물로부터 2개의 수소 원자를 제거한 나머지의 원자단을 의미한다. 방향족 복소환식 화합물이란, 옥사디아졸, 티아디아졸, 티아졸, 옥사졸, 티오펜, 피롤, 포스폴, 푸란, 피리딘, 피라진, 피리미딘, 트리아진, 피리다진, 퀴놀린, 이소퀴놀린, 카르바졸, 디벤조포스폴 등의 헤테로 원자를 포함하는 복소환식 화합물이고, 상기 복소환 자체가 방향족성을 나타내는 화합물 및 페녹사진, 페노티아진, 디벤조보롤, 디벤조실롤, 벤조피란 등의 헤테로 원자를 포함하는 복소환 그 자체는 방향족성을 나타내지 않아도, 상기 복소환에 방향환이 축환되어 있는 화합물을 의미한다. 2가의 복소환기는 치환기를 갖고 있을 수도 있고, 상기 치환기로서는, 예를 들어 알킬기, 알케닐기, 알킬닐기, 알콕시기, 아릴기, 아릴옥시기, 할로젠 원자 및 시아노기를 들 수 있다.

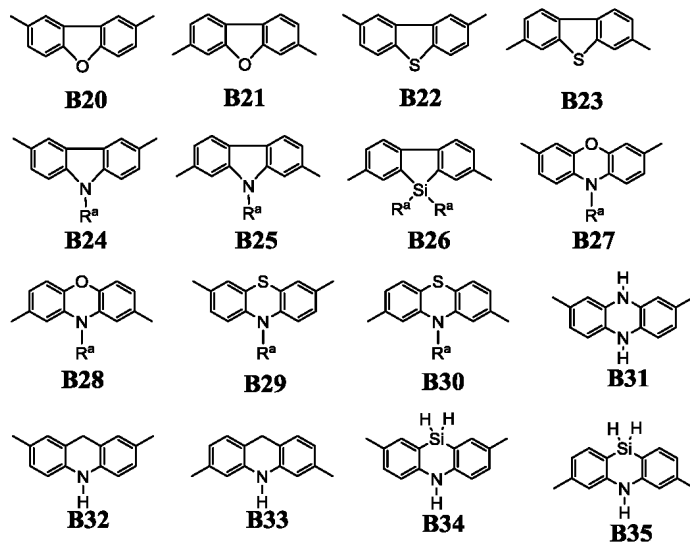
[0212]

2가의 방향족 복소환기로서는, 예를 들어 피리딘디일기(식 B1 내지 B3); 디아자페닐렌기(식 B4 내지 B8); 트리아진디일기(식 B9); 퀴놀린-디일기(식 B10 내지 B12); 퀴놀살린-디일기(식 B13 내지 B15); 아크리딘디일기(식 B16, B17); 페난트롤린디일기(식 B18, B19); 헤테로 원자를 포함하는 환 구조에 벤조 축환한 구조를 갖는 기(식 B20 내지 B26); 페녹사진디일기(식 B27, B28); 페노티아진디일기(식 B29, B30); 질소 함유 결합 다환계 디일기(식 B31 내지 B35); 헤테로 원자로서 산소 원자, 황 원자, 질소 원자, 규소 원자 등을 포함하는 5원환기(식 B36

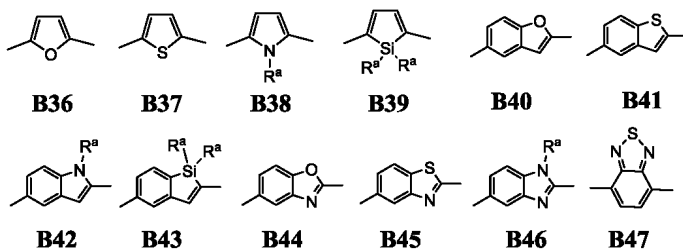
내지 B39); 헤테로 원자로서 산소 원자, 황 원자, 질소 원자, 규소 원자 등을 포함하는 5원환 축합기(식 B40 내지 B47)를 들 수 있다. B1 내지 B47로 표시되는 2가의 방향족 복소환기에 있어서의 수소 원자는 알킬기, 아릴기, 1가의 방향족 복소환기, 알콕시기, 아릴옥시기, 아르알킬기, 아릴알콕시기, 치환 아미노기, 치환 카르보닐기, 치환 카르복실기, 불소 원자 또는 시아노기로 치환되어 있을 수도 있다.



[0213]

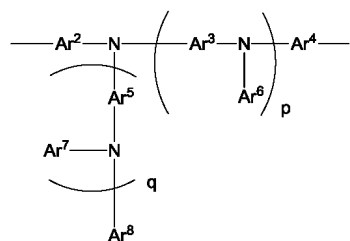


[0214]



[0215]

[0216] [식 중, Ra는 상술한 것과 동일한 의미를 나타냄]



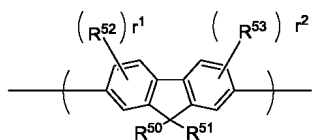
(9)

[0217]

[0218] [식 중, Ar², Ar³, Ar⁴ 및 Ar⁵는 각각 독립적으로 치환되어 있을 수도 있는 아릴렌기, 치환되어 있을 수도 있는 2가의 방향족 복소환기, 또는 상기 아릴렌기 및 상기 2가의 방향족 복소환기로 이루어지는 군으로부터 선택되는 동일 또는 다른 2개 이상의 기가 직접 결합한 2가의 기를 나타내고, Ar⁶, Ar⁷ 및 Ar⁸은 각각 독립적으로 치환되어 있을 수도 있는 아릴기 또는 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기를 나타내고, p 및 q는 각각 독립적으로 0 또는 1을 나타내고, Ar⁵, Ar⁶, Ar⁷ 및 Ar⁸로 표시되는 기에 포함되는 탄소 원자는 각각 상기 기가 결합하는 질소 원자와 결합하고 있는 Ar², Ar³, Ar⁴, Ar⁵, Ar⁶, Ar⁷ 및 Ar⁸로 표시되는 기에 포함되는 탄소 원자와 직접 결합하거나, 또는 -O-, -S-, -C(=O)-, -C(=O)-O-, -N(R^A)-, -C(=O)-N(R^A)- 또는 -C(R^A)₂-를 통해 결합하여, 5 내지 7원환을 형성하고 있을 수도 있고, R^A는 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기 또는 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기를 나타냄]

[0219] 호스트 재료인 전하 수송성 고분자 화합물로서는, 식 (8)로 표시되는 구성 단위와 식 (9)로 표시되는 구성 단위를 포함하고, 식 (8)로 표시되는 구성 단위의 몰 비율이 80% 이상이며, 상기 식 (9)로 표시되는 구성 단위의 몰 비율이 20% 미만인 고분자 화합물이 바람직하고, 식 (8)로 표시되는 구성 단위의 몰 비율이 90% 이상이며, 식 (9)로 표시되는 구성 단위의 몰 비율이 10% 미만인 고분자 화합물이 특히 바람직하다.

[0220] 식 (8)로 표시되는 구성 단위는, 전하 주입성 및 전하 수송성의 관점에서는 식 (10)으로 표시되는 구성 단위 및 식 (11)로 표시되는 구성 단위가 바람직하다.



(10)

[0221]

[0222] [식 중, R⁵⁰ 및 R⁵¹은 각각 독립적으로 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기 또는 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기를 나타내거나, R⁵⁰과 R⁵¹이 결합하여 환상 구조를 형성하고, R⁵² 및 R⁵³은 각각 독립적으로 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기, 치환되어 있을 수도 있는 알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴옥시기, 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴알콕시기, 치환 아미노기, 치환 카르보닐기, 치환 카르복실기, 불소 원자 또는 시아노기를 나타내고, r¹ 및 r²는 각각 독립적으로, 0 내지 3의 정수를 나타내고, R⁵²가 복수인 경우 그들은 동일할 수도, 다를 수도 있고, R⁵³이 복수인 경우 그들은 동일할 수도, 다를 수도 있음]



(1 1)

[0223]

[0224]

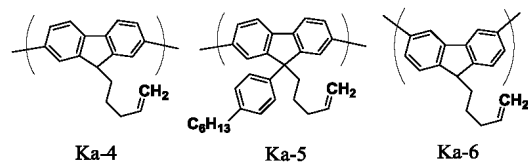
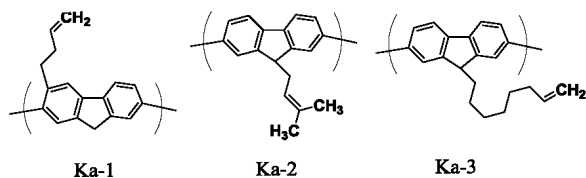
[식 중, R^{54} 및 R^{57} 은 각각 독립적으로 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기, 치환되어 있을 수도 있는 알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴옥시기, 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴알콕시기, 치환 아미노기, 치환 카르보닐기, 치환 카르복실기 또는 시아노기를 나타내고, R^{55} 및 R^{56} 은 각각 독립적으로 수소 원자, 치환되어 있을 수도 있는 알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴기, 치환되어 있을 수도 있는 1가의 방향족 복소환기, 치환되어 있을 수도 있는 알콕시기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴옥시기, 치환되어 있을 수도 있는 아르알킬기, 치환되어 있을 수도 있는 아릴알콕시기, 치환 아미노기, 치환 카르보닐기, 치환 카르복실기, 불소 원자 또는 시아노기를 나타냄]

[0225]

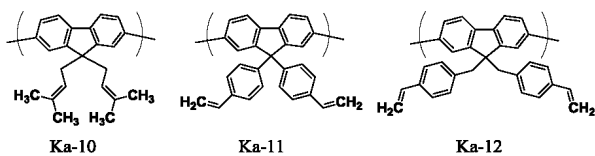
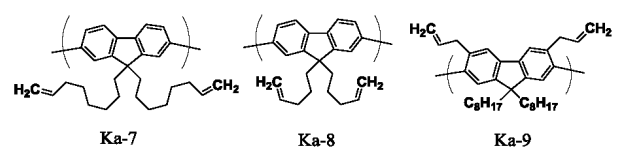
본 발명의 액상 조성물을 사용하여 제조한 유기 EL 소자의 구동 전압을 낮추는 관점에서는, 호스트 재료인 전하 수송성 고분자 화합물이, 식 (8)로 표시되는 구성 단위로서 식 (10)으로 표시되는 구성 단위 및/또는 식 (11)로 표시되는 구성 단위를 포함하는 것이 바람직하다.

[0226]

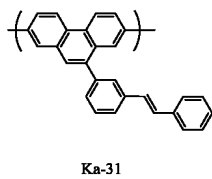
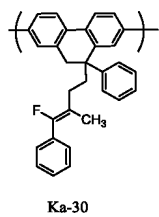
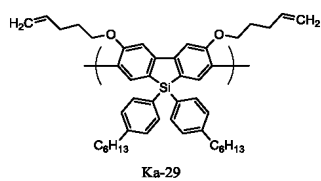
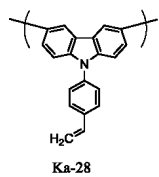
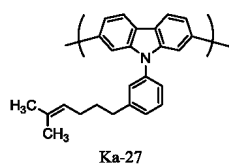
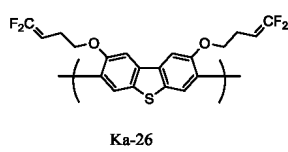
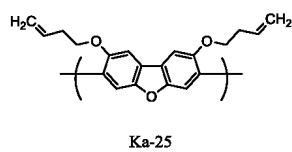
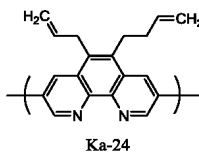
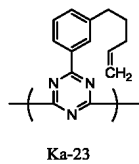
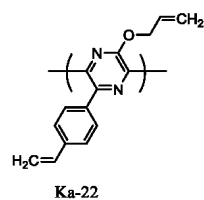
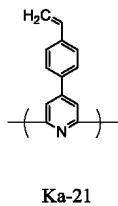
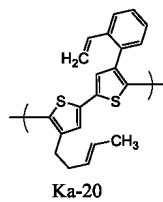
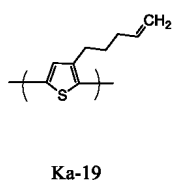
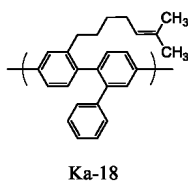
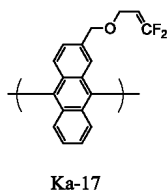
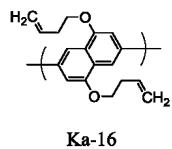
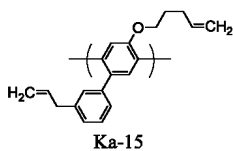
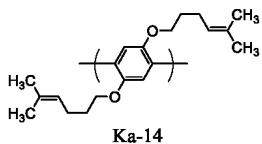
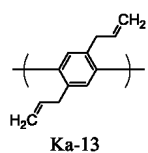
식 (8)로 표시되는 구성 단위로서는, 예를 들어 이하의 식 Ka-1 내지 Ka-52로 표시되는 구성 단위를 들 수 있다.

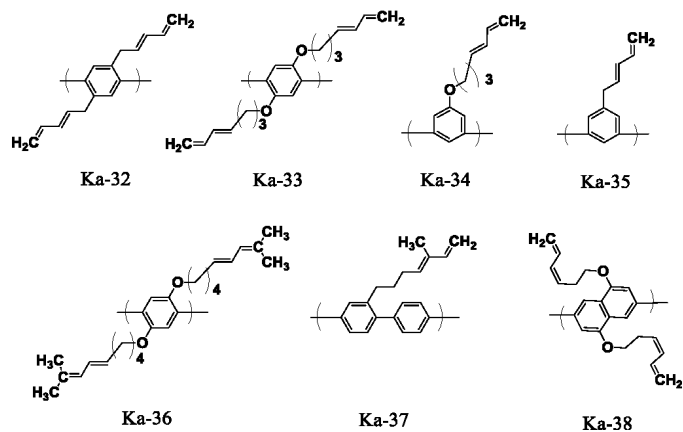


[0227]

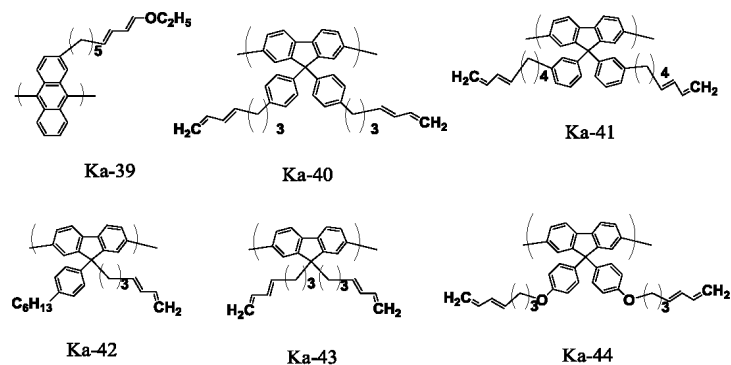


[0228]

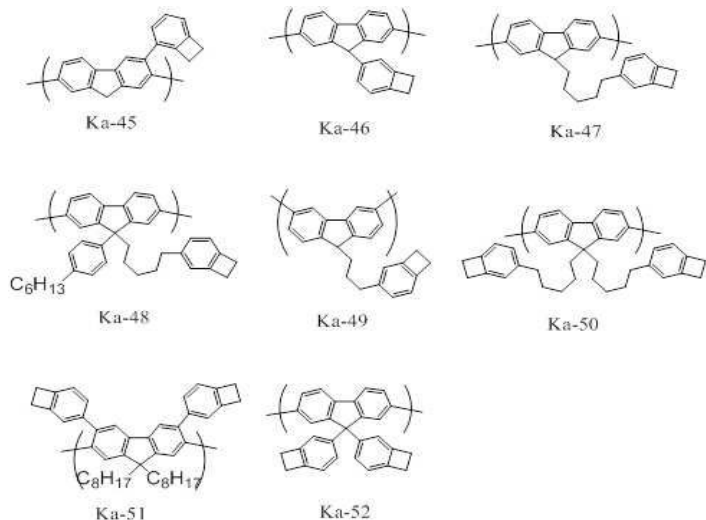




[0234]



[0235]



[0236]

[0237]

식 (9) 중, Ar^6 , Ar^7 및 Ar^8 로 표시되는 아릴기는, 탄소 원자수가 바람직하게는 6 내지 48이고, 보다 바람직하게는 6 내지 20이다. 상기 탄소 원자수에는 치환기의 탄소 원자수는 포함하지 않는다. Ar^6 , Ar^7 및 Ar^8 로 표시되는 아릴기로서는 페닐기, 1-나프틸기, 2-나프틸기, 1-안트릴기, 2-안트릴기, 9-안트릴기, 1-피레닐기, 2-피레닐기, 4-피레닐기, 1-페난트릴기, 2-페난트릴기, 3-페난트릴기, 4-페난트릴기, 9-페난트릴기, 2-플루오레닐기, 3-플루오레닐기, 9-플루오레닐기, 2-페릴레닐기, 3-페릴레닐기 및 4-비페닐릴기가 예시된다. 상기 아릴기는 치환기를 갖고 있을 수도 있다.

[0238]

Ar^6 , Ar^7 및 Ar^8 로 표시되는 치환되어 있을 수도 있는 아릴기로서는, 치환 또는 비치환의 페닐기 및 치환 또는 비치환의 4-비페닐릴기가 바람직하다. 이들 페닐기 및 4-비페닐릴기가 갖는 치환기로서는 알킬기, 1가의 방향족 복소환기, 알콕시기 및 아릴옥시기이 바람직하고, 알킬기가 보다 바람직하다.

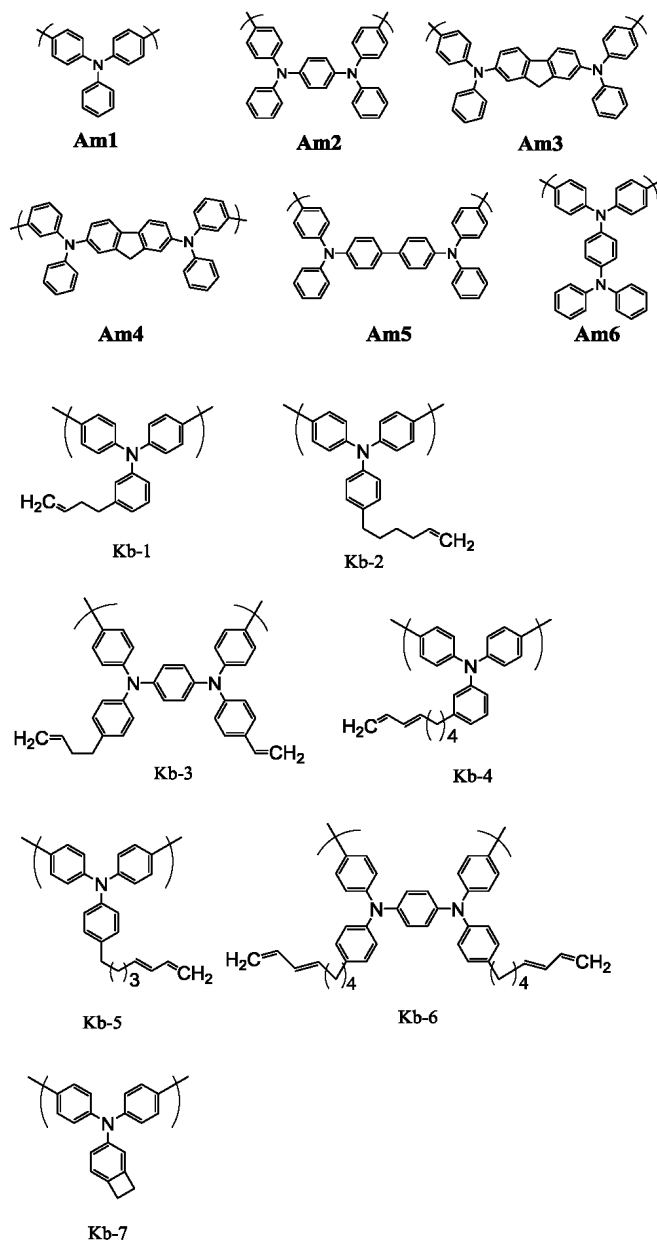
[0239]

식 (9) 중, Ar^6 , Ar^7 및 Ar^8 로 표시되는 1가의 방향족 복소환기는, 탄소 원자수가 통상 3 내지 60이고, 바람직하

계는 3 내지 20이다. 상기 탄소 원자수에는 치환기의 탄소수는 포함하지 않는다. Ar^6 , Ar^7 및 Ar^8 로 표시되는 1가의 방향족 복소환기로서는 2-옥사디아졸기, 2-티아디아졸기, 2-티아졸기, 2-옥사졸기, 2-티에닐기, 2-피롤릴기, 2-푸릴기, 2-피리딜기, 3-피리딜기, 4-피리딜기, 2-피라질기, 2-피리미딜기, 2-트리아질기, 3-피리다질기, 3-카르바졸릴기, 2-페녹사디닐기, 3-페녹사디닐기, 2-페노티아디닐기 및 3-페노티아디닐기가 예시되고, 2-피리딜기, 3-피리딜기, 4-피리딜기, 2-피라질기, 2-피리미딜기, 2-트리아질기 및 3-피리다질기가 바람직하다. Ar^6 , Ar^7 및 Ar^8 로 표시되는 1가의 방향족 복소환기는 치환기를 갖고 있을 수도 있다. 상기 치환기로서는 알킬기, 아릴기 및 1가의 방향족 복소환기가 바람직하다.

[0240] 식 (9) 중, p 및 q는 각각 독립적으로 0 또는 1을 나타낸다. p 및 q 중 적어도 한쪽이 1인 것이 바람직하다.

[0241] 식 (9)로 표시되는 구성 단위로서는, 예를 들어 이하의 식 Am1 내지 Am6 및 Kb-1 내지 Kb-7로 표시되는 구성 단위를 들 수 있다. 본 발명의 액상 조성물을 사용하여 제조한 유기 EL 소자의 정공 수송성 및 발광 특성의 관점에서, 식 Am2 내지 Am5로 표시되는 구성 단위가 바람직하다. 또한, 이들 구성 단위는 치환기를 갖고 있을 수도 있다.



[0243] 상기 전하 수송성 고분자 화합물은 유기 EL 소자 중에서 가교시켜 사용할 수도 있다.

[0244] 상기 전하 수송성 고분자 화합물의 폴리스티렌 환산의 중량 평균 분자량은, 통상 1×10^3 내지 1×10^8 이고, 바람

직하계는 5×10^4 내지 5×10^6 이다. 상기 전하 수송성 고분자 화합물의 폴리스티렌 환산의 수평균 분자량은, 통상 1×10^3 내지 1×10^8 이고, 바람직하게는 1×10^4 내지 1×10^5 이다.

[0246] 상기 전하 수송성 고분자 화합물로서는, 이하의 화합물 EP-1 내지 EP-4를 들 수 있다.

표 1

화합물	구성 단위와 그의 몰 비율				
	식 Ar1~ Ar35	식 Ar36~ Ar88	식 B1~ B47	식 Am1~ Am6	기타
	v	w	x	y	z
EP-1	0.001~ 0.999	0.001~ 0.999	0	0	0~0.3
EP-2	0.001~ 0.998	0.001~ 0.998	0.001~ 0.998	0	0~0.3
EP-3	0.001~ 0.998	0.001~ 0.998	0	0.001~ 0.998	0~0.3
EP-4	0.001~ 0.997	0.001~ 0.997	0.001~ 0.997	0.001~ 0.997	0~0.3

[0247]

표 1 중, v, w, x, y 및 z는 몰 비율을 나타내는 수이다. 이들 중, 상기 식 (8)로 표시되는 구성 단위의 몰 비율이 v, w 및 x의 합계값이고, 상기 식 (9)로 표시되는 구성 단위의 몰 비율이 y이고, 그 밖의 구성 단위의 몰 비율이 z이다. 또한, v, w, x, y 및 z는 $v+w+x+y+z=1$ 이며, $1 \geq v+w+x+y \geq 0.7$ 을 만족시킨다.

[0248]

여기서, 상기 식 Ar1 내지 Ar35, 식 Ar36 내지 Ar88, 식 B1 내지 B47 및 식 Am1 내지 Am6은 상기 식과 동일한 의미를 갖는다. 또한, 「기타」는 상기 식 Ar1 내지 Ar35, 식 Ar36 내지 Ar88, 식 B1 내지 B47 및 식 Am1 내지 Am6으로 표시되는 구성 단위 이외의 구성 단위(이하, 그 밖의 구성 단위라고 하는 경우가 있음)를 나타낸다.

[0249]

본 발명의 액상 조성물에 포함되는 전하 수송성 고분자 화합물은 1종 단독일 수도, 2종 이상일 수도 있다. 2종 이상의 전하 수송성 고분자 화합물을 포함하는 경우, 표 1에 있어서, 상기 2종 이상의 전하 수송성 고분자 화합물이 갖는 식 Ar1 내지 Ar35로 표시되는 구성 단위의 몰 비율의 상가 평균값, 즉 각각의 전하 수송성 고분자 화합물의 몰 비율에 각각의 전하 수송성 고분자 화합물의 중량 조성비를 곱한 것을 합계한 값을 v로 간주하고, 상기 2종 이상의 전하 수송성 고분자 화합물이 갖는 식 Ar36 내지 Ar67로 표시되는 구성 단위의 몰 비율의 상가 평균값을 w로 간주하고, 상기 2종 이상의 전하 수송성 고분자 화합물이 갖는 식 B1 내지 B42로 표시되는 구성 단위의 몰 비율의 상가 평균값을 x로 간주하고, 상기 2종 이상의 전하 수송성 고분자 화합물이 갖는 식 Am1 내지 Am6으로 표시되는 구성 단위의 몰 비율의 상가 평균값을 y로 간주하고, 상기 2종 이상의 전하 수송성 고분자 화합물이 갖는 그 밖의 구성 단위의 몰 비율의 상가 평균값을 z로 간주하고, v, w, x, y 및 z가, 화합물 EP-1 내지 EP-4가 갖는 v, w, x, y 및 z의 범위가 되는 것이 바람직하다.

[0250]

본 발명의 액상 조성물을 사용하여 제조한 유기 EL 소자에 있어서, 발광층은 인광 발광 재료 및 제2 발광층용 재료와, 그들 이외의 성분을 포함하고 있을 수도 있다.

[0251]

<용매>

[0252]

본 발명의 액상 조성물에 포함되는 25℃ 및 1기압에서 액체인 용매는 상기 인광 발광 재료 등을 용해시키고, 인광 발광 재료 등과 반응하지 않는 것이면 특별히 한정되지 않지만, 방향족 탄화수소, 방향족 에테르, 지방족 탄화수소, 지방족 에테르, 알코올, 케톤, 아미드, 에스테르, 카르보네이트 등을 들 수 있다.

[0253]

방향족 탄화수소로서는, 1분자 중의 탄소수가 8 내지 20, 바람직하게는 8 내지 14의 범위에 있고, 1 내지 3개의 치환기를 갖는 벤젠이 바람직하다. 치환기로서는, 탄소수 1 내지 14의 알킬기, 메틸기로 치환되어 있을 수도 있는 시클로펜틸기, 메틸기로 치환되어 있을 수도 있는 시클로헥실기, 메틸기로 치환되어 있을 수도 있는 시클로헵틸기가 바람직하다. 알킬기끼리가 결합하여 환을 형성하고 있을 수도 있다. 이와 같은 화합물은 비점이 바람직한 범위에 있고, 인광 발광 재료의 용해성이 비교적 양호하고, 25℃ 및 1기압에서 고체인 유기 화합물이 식 (8)로 표시되는 구조를 적어도 1개 구성 단위로서 포함하는 고분자 화합물에 대한 용해성이 양호하다.

[0254]

바람직한 방향족 탄화수소의 구체예로서는 톨루엔, o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌, 에틸벤젠, 1,2,3-트리메틸벤젠, 1,2,4-트리메틸벤젠, 1,3,5-트리메틸벤젠, 1,2,3,4-테트라메틸벤젠, 1,2,3,5-테트라메틸벤젠, 1,2,4,5-테트라메틸벤젠, n-프로필벤젠, 쿠멘, n-부틸벤젠, tert-부틸벤젠, n-펜틸벤젠, 시클로펜틸벤젠, 2-메틸시클로펜

[0255]

틸벤젠, 3-메틸시클로펜틸벤젠, n-헥실벤젠, 시클로헥실벤젠, 2-메틸시클로헥실벤젠, 3-메틸시클로헥실벤젠, 4-메틸시클로헥실벤젠, n-헵틸벤젠, 시클로헵틸벤젠, 2-메틸시클로헵틸벤젠, 3-메틸시클로헵틸벤젠, 4-메틸시클로헵틸벤젠, n-옥틸벤젠, 노닐벤젠, 데실벤젠, 운데실벤젠, 도데실벤젠, 트리데실벤젠, 테트라데실벤젠, 테트라린 등을 들 수 있고, 방향족 탄화수소 중에서도 톨루엔, o-크실렌, m-크실렌, p-크실렌, 에틸벤젠, 1,2,4-트리메틸벤젠, 1,3,5-트리메틸벤젠, 테트라메틸벤젠, n-프로필벤젠, 쿠벤, n-부틸벤젠, n-펜틸벤젠, 시클로펜틸벤젠, n-헥실벤젠, 시클로헥실벤젠, n-헵틸벤젠, n-옥틸벤젠, 노닐벤젠, 데실벤젠, 운데실벤젠, 도데실벤젠, 테트라린 등의 방향족 탄소환 및 방향족 탄소환에 직접 결합한 탄소 원자를 포함하고, 상기 탄소 원자에 수소 원자가 결합한 화합물이 바람직하다.

[0256] 방향족 에테르로서는, 1분자 중의 탄소수가 7 내지 18, 바람직하게는 7 내지 12의 범위에 있고, 탄소수 4 이하의 알킬기로 치환되어 있을 수도 있는 페닐기와 탄소수 4 이하의 알킬기가 에테르 결합을 통해 결합한 에테르, 1분자 중의 탄소수가 11 내지 18의 범위에 있고, 탄소수 4 이하의 알킬기로 치환되어 있을 수도 있는 나프틸기와 탄소수 4 이하의 알킬기가 에테르 결합을 통해 결합한 에테르, 1분자 중의 탄소수가 11 내지 18의 범위에 있고, 탄소수 4 이하의 알킬기로 치환되어 있을 수도 있는 페닐기끼리가 에테르 결합을 통해 결합한 에테르(여기서, 에테르 결합으로 결합한 2개의 페닐기는 동일한 페닐기일 수도 있고, 다른 페닐기일 수도 있음)가 바람직하다. 이와 같은 화합물은 비점이 바람직한 범위에 있고, 인광 발광 재료의 용해성이 우수하다. 바람직한 방향족 에테르의 구체예로서는 아니솔, 에톡시벤젠, 1-프로폭시벤젠, 2-프로폭시벤젠, 1-부톡시벤젠, 2-부톡시벤젠, (2-메틸)프로폭시벤젠, tert-부톡시벤젠, 2-메톡시톨루엔, 3-메톡시톨루엔, 4-메톡시톨루엔, 2-에톡시톨루엔, 3-에톡시톨루엔, 4-에톡시톨루엔, 1-메톡시나프탈렌, 1-에톡시나프탈렌, 3-페녹시톨루엔, 4-페녹시톨루엔을 들 수 있고, 특히 바람직한 방향족 에테르의 구체예로서는 아니솔, 에톡시벤젠, 2-프로폭시벤젠, tert-부톡시벤젠, 2-메톡시톨루엔, 3-메톡시톨루엔, 4-메톡시톨루엔, 1-메톡시나프탈렌, 1-에톡시나프탈렌, 3-페녹시톨루엔, 4-페녹시톨루엔을 들 수 있다.

[0257] 지방족 탄화수소로서는, 1분자 중의 탄소수가 5 내지 20의 범위에 있는 것이 바람직하다. 그 중에서도 직쇄, 분지, 환상 포화 탄화수소가 특히 바람직하고, 헥산, 헵탄, 옥탄, 노난, 데칸, 시클로펜탄, 메틸시클로펜탄, 시클로헥산, 메틸시클로헥산, 비시클로헥실을 들 수 있다.

[0258] 지방족 에테르로서는, 1분자 중의 탄소수가 5 내지 12, 산소수가 1 내지 4의 범위에 있는 에테르가 바람직하고, 직쇄, 분지, 환상 포화 지방족 에테르가 특히 바람직하고, 예를 들어 디이소프로필에테르, 메틸-tert-부틸에테르, 디-n-부틸에테르, 테트라히드로푸란, 디옥산, 에틸렌글리콜디메틸에테르, 에틸렌글리콜디에틸에테르, 디에틸렌글리콜디메틸에테르, 트리에틸렌글리콜디메틸에테르를 들 수 있다.

[0259] 알코올로서는, 1분자 중의 탄소수가 2 내지 15의 범위에 있는 것이 바람직하다. 예를 들어, 에탄올, 프로판올, 부탄올, 펜탄올, 시클로펜탄올, 헥산올, 시클로헥산올, 헵탄올, 옥탄올, 벤질알코올, 페닐에탄올, 에틸렌글리콜, 프로필렌글리콜, 디에틸렌글리콜모노메틸에테르, 프로판디올, 글리세린 등을 들 수 있다.

[0260] 케톤으로서, 1분자 중의 탄소수가 3 내지 12인 케톤이 바람직하고, 알켄 또는 알킨 부위를 갖지 않는 케톤이 특히 바람직하고, 예를 들어 아세톤, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤, 디이소부틸케톤, 시클로헥사논, 메틸시클로헥사논, 1-헥사논, 2-헥사논, 1-옥타논, 2-옥타논, 1-노나논, 2-노나논, 페닐아세톤, 아세틸아세톤, 아세토닐아세톤, 아세토펜, 메틸나프틸케톤, 이소포톤을 들 수 있다.

[0261] 아미드로서는, 바람직한 것으로서 1-메틸-2-피롤리돈, 1-에틸-2-피롤리돈, N,N-디메틸아세트아미드, N,N-디메틸포름아미드, 1,3-디메틸-2-이미다졸리디논을 들 수 있다.

[0262] 에스테르로서는, 1분자 중의 탄소수가 4 내지 12인 에스테르가 바람직하고, 예를 들어 아세트산부틸, 아세트산에틸, 아세트산이소프로필, 아세트산펜틸, 아세트산이소펜틸, 아세트산아밀, 프로피온산에틸, 부티르산에틸, 프로필렌글리콜모노메틸에테르아세테이트, 에틸렌글리콜모노에틸에테르아세테이트, 디에틸렌글리콜모노부틸에테르아세테이트, 디에틸렌글리콜모노에틸에테르아세테이트, 에틸-3-에톡시피로피오네이트, 3-메톡시부틸아세테이트, 3-메틸-3-메톡시부틸아세테이트, 포름산프로필, 락트산프로필, 페닐아세트산에틸, 벤조산에틸, β-프로피오락톤, γ-부티로락톤, δ-발레로락톤을 들 수 있다.

[0263] 카르보네이트로서는 디메틸카르보네이트, 디에틸카르보네이트, 에틸렌카르보네이트, 프로필렌카르보네이트가 바람직하다.

[0264] 용매는 상기의 용매를 단독으로 사용할 수도 있고, 2종류 이상의 용매를 혼합하여 사용할 수도 있다. 단독 용매로서 1기압에 있어서의 비점이 60 내지 300℃, 바람직하게는 80 내지 280℃인 것을 사용한다. 용매의 1기압

에 있어서의 비점이 60℃ 미만이면 보존 중에 건조되기 쉬워지고, 300℃를 초과하면 발광층 중에 잔존하기 쉬워진다. 용매로서는 방향족 탄화수소, 방향족 에테르 및 방향족 탄화수소와 방향족 에테르의 혼합 용매가 바람직하다.

[0265] 또한, 상기 용매를 적어도 10중량% 이상의 비율로 혼합 용매의 제1 용매로서 사용함으로써, 혼합 용매로서 25℃ 1기압에서 액체이면, 25℃ 1기압에서 고체인 것도 혼합 용매의 형태로 사용할 수 있다.

[0266] 바람직한 구체예로서 열거한 상기 방향족 탄화수소, 방향족 에테르, 지방족 탄화수소, 지방족 에테르는 라디칼 연쇄 반응으로 산소와 반응하여 과산화물이나, 산화 생성물을 생성되기 쉽다. 그로 인해, 첨가제 (A)를 첨가하여 라디칼 연쇄를 방지, 또는 과산화물의 분해를 하여 과산화물이나 산화 생성물의 발생 또는 축적을 방지하는 것은, 액상 조성물이 이들 방향족 탄화수소, 방향족 에테르, 지방족 탄화수소, 지방족 에테르를 함유하는 경우, 보존 안정성을 향상시키므로 특히 유효하다.

[0267] 상기 용매는, 액상 조성물을 제조하기 전에 정제 처리를 실시하는 것이 바람직하다. 정제 처리에 의해 용매 중에 포함되는 산화물을 제거하거나, 용매의 제조 공정에서 첨가되어 있거나, 또는 예기치 않게 혼입되어 버린 유기 EL 소자에 바람직하지 않은 산화 방지제, 광 안정제 및 그 밖의 첨가제를 제거할 수 있다. 정제 방법으로서 는 증류에 의한 정제, 실리카겔, 알루미늄, 이온 교환 수지, 활성탄 등을 사용한, 칼럼에 의한 정제 또는 흡착 처리가 바람직하다. 정제한 용매는 첨가제를 포함하지 않는 수지 용기, 불소계 수지 용기, 유리 용기 또는 금속 용기 등에 보관하는 것이 바람직하다. 정제한 용매의 보관 시의 산화 열화를 방지하기 위해, 용매 보관 용기의 기상 부분을 불활성 가스로 치환할 수도 있고, 20℃ 이하로 온도를 유지하여 보관할 수도 있다. 또한, 정제 처리가 종료된 직후에 첨가제 (A)를 첨가할 수도 있고, 이때 첨가제 (A)의 첨가량은 용매의 중량에 대해 0.1 내지 10000ppm이 바람직하다. 용매의 보관에 있어서, 질소 치환, 저온 보관 및 첨가제 (A)의 첨가는 각각 단독으로 실시할 수도 있고, 조합하여 실시할 수도 있다.

[0268] <액상 조성물의 제조 방법>

[0269] 본 발명의 액상 조성물은 용매에, 인광 발광 재료, 첨가제 (A), 필요에 따라서 제2 발광층용 재료를 용해시켜 액상 조성물을 제조한다. 용해 공정에 있어서의 용매, 인광 발광 재료, 첨가제 (A), 제2 발광층용 재료의 투입 순서는 특별히 한정되지 않는다. 첨가제 (A)에 대해서는, 액상 조성물을 보관 용기에 충전할 때에 액상 조성물 중에 존재하고 있으면 되고, 본 발명의 액상 조성물의 제조에 사용되는 용매 중에 첨가제 (A)가 첨가되어 있을 수도 있고, 인광 발광 재료 중에 첨가제 (A)가 첨가되어 있을 수도 있고, 제2 발광층용 재료 중에 첨가제 (A)가 첨가되어 있을 수도 있고, 용매에 인광 발광 재료나 제2 발광층용 재료를 용해시킬 때에 첨가제 (A)를 첨가할 수도 있다. 또한, 첨가제 (A)를 용매에 용해시킨 용액을 나중에 첨가할 수도 있다. 첨가제 (A)의 첨가 방법에 관계 없이, 본 발명의 액상 조성물 중의 첨가제 (A)의 농도는, 액상 조성물의 중량에 대해 통상 0.1 내지 10000ppm, 바람직하게는 1ppm 내지 1000ppm이다. 첨가제 (A)는 1종 단독으로 사용할 수도 있고, 2종 이상을 병용할 수도 있다. 첨가제 (A)의 함유량이 0.1ppm 이상이면 보존 안정성의 관점에서 바람직하고, 10000ppm 이하이면, 발광 소자의 발광 수명의 관점에서 바람직하다.

[0270] 인광 발광 재료 등의 용매로의 용해는 대기 하에서 실시할 수도 있지만, 체적 분율로 산소 농도가 5% 이하인 불활성 가스 분위기 하에서 용해시키는 것이 바람직하고, 산소 농도가 0.5% 이하인 불활성 가스 분위기 하에서 용해시키는 것이 더욱 바람직하다. 교반 날개, 교반자, 진탕기, 호모게나이저, 초음파 발생기 등을 사용하여 인광 발광 재료 등의 용매로의 용해를 촉진시킬 수도 있고, 교반 날개를 교반시키면서 인광 발광 재료 등을 용매에 용해시키는 것이 바람직하다. 용해 온도는, 통상 -20℃로부터 용매의 비점까지이지만, 0℃ 내지 80℃가 바람직하고, 20 내지 60℃가 보다 바람직하다. 용해 시간은, 통상 5분 내지 1주일이고, 30분 내지 3일이 바람직하다.

[0271] 인광 발광 재료 등의 용매로의 용해를 확인한 후, 필요에 따라서 본 발명의 액상 조성물을 사용하여 제작한 유기 EL 소자의 특성이 불량인 되는 원인이 될 수 있는 파티클을 제거하기 위한 여과를 행하여, 액상 조성물 보관 용기에 충전한다. 여과로서는, 자연 여과, 감압 여과 및 가압 여과를 들 수 있고, 가압 여과가 바람직하다. 여과재로서는 여과지, 여과포, 소결 금속 필터 및 멤브레인 필터를 들 수 있고, 멤브레인 필터가 바람직하고, PTFE(폴리테트라플루오로에틸렌)제의 멤브레인 필터가 보다 바람직하다. 멤브레인 필터를 사용하는 경우의 여과기로서는, 평막 필터, 캡슐 필터, 카트리지 필터 모두 사용 가능하다. 여과재의 눈금으로서, 통상 구멍 직경 2μm 이하의 여과재를 사용하고, 구멍 직경 0.5μm 이하의 여과재를 사용하는 것이 바람직하고, 구멍 직경 0.2μm 이하의 여과재를 사용하는 것이 보다 바람직하다.

- [0272] <액상 조성물의 보관 방법>
- [0273] 본 발명의 액상 조성물의 보관 용기는 본 발명의 액상 조성물에 대해 안정적이고, 첨가제 (A) 이외의 첨가제가 사용되어 있지 않은 보관 용기가 바람직하다. 보관 용기로서는, 예를 들어 갈색 유리병, 불소 수지로 코팅된 병, 불소 수지의 내부 주머니를 갖는 용기 및 스테인리스 용기를 들 수 있다. 보관 용기는, 400nm 이하의 파장의 광을 투과시키지 않는 용기가 바람직하다.
- [0274] 본 발명의 액상 조성물을 보관 용기에 충전시킬 때, 보관 용기 내의 공기를 질소나 아르곤 등의 불활성 가스로 치환하여 보관할 수도 있다. 보관 온도는, 통상 -10℃ 내지 50℃이고, -5℃ 내지 30℃가 바람직하다.
- [0275] 본 발명의 액상 조성물은 점도급을 조절하기 위한 고분자량의 화합물을 더 포함하고 있을 수도 있다. 고분자량의 화합물로서는, 발광이나 전하 수송을 저해하지 않는 화합물이면 되고, 통상 본 발명의 액상 조성물의 구성 요소의 하나인 용매에 가용성인 화합물이다. 고분자량의 화합물로서는, 예를 들어 고분자량의 폴리스티렌, 고분자량의 폴리메틸메타크릴레이트를 들 수 있다. 상기 고분자량의 화합물 폴리스티렌 환산의 중량 평균 분자량은 50만 이상이 바람직하고, 100만 이상이 보다 바람직하다.
- [0276] <유기 전계 발광 소자>
- [0277] 다음에, 본 발명의 유기 전계 발광 소자에 대해 설명한다. 도 1은, 본 발명의 유기 전계 발광 소자의 구조의 한 형태를 모식적으로 도시하는 단면도이다. 이 유기 전계 발광 소자(1)는 기판(2) 상에 제1 전극(3), 제2 전극(7) 및 상기 제1 전극 및 상기 제2 전극 사이에 설치된 발광층(6)을 갖고 있다. 이하, 도 1에 도시하는 유기 전계 발광 소자(1)를 예로 들어, 발광층(6)의 형성 공정에 대해 설명하고, 유기 전계 발광 소자(1)의 그 밖의 구성 요소의 상세에 대해서는 후술한다.
- [0278] <발광층(6)의 형성 공정>
- [0279] 발광층(6)의 형성 공정은, 통상 제1 전극(3) 상에 본 발명의 액상 조성물을 도포하는 도포 공정 및 액상 조성물을 제1 전극(3) 상에 도포하여 형성한 유기막을 가열하는 가열 공정을 갖는다.
- [0280] <발광층(6)을 형성하기 위한 도포 공정>
- [0281] 본 발명의 액상 조성물을 제1 전극(3) 상에 도포하는 도포법으로서는, 예를 들어 스핀 코트법, 캐스팅법, 마이크로 그라비아 코트법, 그라비아 코트법, 바 코트법, 롤 코트법, 와이어 바 코트법, 딥 코트법, 스프레이 코트법, 스크린 인쇄법, 플렉소 인쇄법, 오프셋 인쇄법, 그라비아 인쇄법 및 잉크젯 프린트법을 들 수 있다.
- [0282] 본 발명의 액상 조성물의 제1 전극(3) 상으로의 도포는, 통상 대기압 하에서 실시한다.
- [0283] 본 발명의 액상 조성물의 제1 전극(3) 상으로의 도포는, 분위기 중의 불활성 기체의 농도가 대기 분위기 중에 포함되는 불활성 기체의 농도 이상인 분위기 하에서 실시되는 것이 바람직하다. 불활성 기체로서는, 예를 들어 헬륨 가스, 아르곤 가스, 질소 가스 및 이들 기체의 혼합 가스를 들 수 있고, 유기 전계 발광 소자 제작의 용이함의 관점에서는, 질소 가스가 바람직하다.
- [0284] 본 발명의 액상 조성물의 제1 전극(3) 상으로의 도포는, 유기 전계 발광 소자의 수명 특성의 관점에서는 산소 농도가 체적비로 1000ppm 이하 및/또는 수분 농도가 체적비로 1000ppm 이하의 분위기 하에서 실시되는 것이 바람직하고, 산소 농도가 체적비로 10ppm 이하 및/또는 수분 농도가 체적비로 10ppm 이하의 분위기 하에서 실시되는 것이 보다 바람직하다. 또한, 산소 분압이 100Pa 이하 및/또는 수분 분압이 100Pa 이하인 분위기 하에서 실시되는 것이 바람직하고, 산소 분압이 1Pa 이하 및/또는 수분 분압이 1Pa 이하인 분위기 하에서 실시되는 것이 보다 바람직하다.
- [0285] <발광층(6)을 형성하기 위한 가열 공정>
- [0286] 발광층(6)을 형성하기 위한 가열 공정은, 분위기 중의 산소 농도 및 수분 농도를 체적비로 각각 1000ppm 이하로 유지한 상태에서 유기막을 가열하는 것이 바람직하다. 또한, 분위기 중의 산소 분압 및 수분 분압을, 각각 100Pa 이하로 유지한 상태에서 유기막을 가열하는 것이 바람직하다. 상기 유기막의 가열은, 통상 도포 공정에 이어서 행한다. 상기 가열에 의해, 유기막에 포함되는 용매가 제거되어, 발광층(6)이 형성된다. 가열은, 유기 전계 발광 소자의 발광 특성 및 수명 특성의 관점에서 통상 30℃ 내지 250℃의 범위 내의 온도에서 행해지고, 바람직하게는 80℃ 내지 200℃, 더욱 바람직하게는 100℃ 내지 180℃이다. 가열 시간은 발광층(6)에 포함되는 유기 화합물의 성분에 의해 적절히 선택되어, 예를 들어 통상 5분 내지 2시간 정도이다.

- [0287] 발광층(6)을 형성하기 위한 가열 공정은, 유기 전계 발광 소자의 장수명화의 관점에서는, 불활성 기체를 함유하는 분위기 하에서 행하는 것이 바람직하다. 불활성 기체로서는, 예를 들어 헬륨 가스, 아르곤 가스, 질소 가스 및 이들 기체의 혼합 가스를 들 수 있고, 유기 전계 발광 소자 제작의 용이함으로부터 질소 가스가 바람직하다. 불활성 기체는 유기 전계 발광 소자 전구체를 수용하는 수용 장치 내에 도입된다. 분위기 중의 불활성 기체의 농도는, 체적비로 통상 99% 이상이고, 바람직하게는 99.5% 이상이다.
- [0288] 또한, 발광층(6)을 형성하기 위한 가열 공정은, 유기 전계 발광 소자의 발광 특성 및 수명 특성의 관점에서는, 분위기 중의 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 600ppm 이하로 유지된 상태에서 행해지는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 300ppm 이하이고, 더욱 바람직하게는 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 100ppm 이하이고, 특히 바람직하게는 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 10ppm 이하이다. 또한, 분위기 중의 산소 분압 및 수분 분압이 각각 60Pa 이하로 유지된 상태에서 행해지는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 산소 분압 및 수분 분압이 각각 30Pa 이하이고, 더욱 바람직하게는 산소 분압 및 수분 분압이 각각 10Pa 이하이고, 특히 바람직하게는 산소 분압 및 수분 분압이 각각 1Pa 이하이다.
- [0289] 또한, 발광층(6)을 형성하기 위한 가열 공정은, 유기 전계 발광 소자의 장수명화의 관점에서는 100Pa 이하의 분위기 하에서 행해지는 것이 바람직하고, 10Pa 이하의 분위기 하에서 행해지는 것이 보다 바람직하다. 발광층(6)을 형성하기 위한 가열 공정은, 불활성 기체가 도입된과 함께 감압된 수용 장치 내에서 행해지는 것이 바람직하다. 감압된 분위기 하에서 가열을 행하면, 대기압 하에서의 가열에 비해, 발광층(6)에 포함되는 용매를 더 제거할 수 있다.
- [0290] 발광층(6)을 형성하기 위한 가열 공정은, 다른 가열 조건을 사용하여 2단계 이상에 걸쳐서 실시할 수도 있다.
- [0291] 발광층(6)을 형성한 후에, 제2 전극(7)을 발광층(6) 상에 형성함으로써, 유기 전계 발광 소자(1)가 제조된다.
- [0292] 본 발명의 바람직한 한 실시 형태에서는, 유기 전계 발광 소자(1)에 있어서의 제1 전극(3)은 양극이고, 제2 전극(7)은 음극이다.
- [0293] 도 2는, 본 발명의 유기 전계 발광 소자의 구조의 다른 형태를 모식적으로 도시하는 단면도이다. 이 유기 전계 발광 소자(1')는 기관(2) 상에, 제1 전극(3)과, 제2 전극(7)과, 상기 제1 전극(3) 및 상기 제2 전극(7) 사이에 설치된 제1 유기층(4), 제2 유기층(5) 및 제3 유기층(6')을 갖고 있다.
- [0294] 본 발명의 바람직한 한 실시 형태에서는, 유기 전계 발광 소자(1')에 있어서의 제1 전극(3)은 양극이고, 제2 전극(7)은 음극이다. 이 경우, 유기층의 구성은, 음극과 인접하고 있는 제3 유기층(6')이 발광층이다. 그리고, 제3 유기층과 제1 전극 사이에 위치하는 제1 유기층(4)은 정공 주입층이고, 제2 유기층(5)은 정공 수송층이다.
- [0295] 이하, 도 2에 도시하는 유기 전계 발광 소자를 예로 들어, 상기 제1 내지 제3 유기층의 형성 공정에 대해 설명하고, 유기 전계 발광 소자의 다른 구성 요소의 상세에 대해서는 후술한다.
- [0296] 제1 유기층은, 제1 전극의 표면 상에 제1 유기층을 형성하기 위한 액상 조성물을 도포하여 형성된다. 제2 유기층은, 제1 유기층의 표면 상에 제2 유기층을 형성하기 위한 액상 조성물을 도포하여 형성된다. 제3 유기층은, 제2 유기층의 표면 상에 제3 유기층을 형성하기 위한 액상 조성물을 도포하여 형성된다.
- [0297] 제3 유기층(6')이 발광층인 경우, 제3 유기층(6')의 형성 공정은 상술한 유기 전계 발광 소자(1) 중의 발광층(6)의 형성 공정과 마찬가지로이다.
- [0298] 제3 유기층(6')이 발광층인 경우, 제2 유기층(5)은 발광층에 인접하고 있고, 전하를 수송하는 층(전하 수송층)으로서 기능한다.
- [0299] 이하, 제2 유기층(5)이 정공 수송층으로서 기능하는 경우를 예로 들어, 제2 유기층의 형성 방법에 대해 설명한다. 이 경우, 제1 유기층(4)은 정공 주입층으로서 기능한다.
- [0300] 우선, 제1 전극(3) 및 제1 유기층(4)을 기관(2) 상에 형성한다. 그 후, 제1 유기층(4) 상에, 제2 유기층을 형성하기 위한 액상 조성물을 도포하여 유기막(이하, 정공 수송층(5)용 유기막이라고도 함)을 형성하고, 필요하면 상기 유기막을 가열하여 제2 유기층(정공 수송층)(5)을 형성한다.
- [0301] 정공 수송층(5)용 유기막의 형성은, 유기 전계 발광 소자를 용이하게 제조한다는 점에서 대기압 하, 불활성 기체를 함유하는 분위기 하에서 형성하는 것이 바람직하다. 불활성 기체로서는, 예를 들어 헬륨 가스, 아르곤 가스, 질소 가스 및 이들 기체의 혼합 가스를 들 수 있고, 유기 전계 발광 소자 제작의 용이함으로부터 질소 가스

가 바람직하다.

- [0302] 정공 수송층(5)용 유기막은 대기 분위기 하에서 형성될 수도 있고, 분위기 중의 불활성 기체의 농도가 체적비로 통상 99% 이상인 분위기 하에서 형성될 수도 있다. 소자 수명의 장수명화의 관점에서는, 불활성 기체의 농도가 99.5% 이상인 분위기 하에서 형성되는 것이 바람직하다.
- [0303] 정공 수송층(5)용 유기막은, 유기 전계 발광 소자의 발광 특성 및 수명 특성의 관점에서는 산소 농도가 체적비로 1000ppm 이하 및/또는 수분 농도가 체적비로 1000ppm 이하인 분위기 하에서 형성되는 것이 바람직하고, 산소 농도가 체적비로 10ppm 이하 및/또는 수분 농도가 체적비로 10ppm 이하인 분위기 하에서 형성되는 것이 더욱 바람직하다. 또한, 산소 분압이 100Pa 이하 및/또는 수분 분압이 100Pa 이하인 분위기 하에서 형성되는 것이 바람직하고, 산소 분압이 1Pa 이하 및/또는 수분 분압이 1Pa 이하인 분위기 하에서 형성되는 것이 더욱 바람직하다.
- [0304] 정공 수송층(5)용 유기막을 형성한 후, 분위기 중의 산소 농도 및 수분 농도를 체적비로 각각 1000ppm 이하로 유지한 상태에서 정공 수송층(5)용 유기막을 가열하는 것이 바람직하다. 또한, 분위기 중의 산소 분압 및 수분 분압을 각각 100Pa 이하로 유지한 상태에서 정공 수송층(5)용 유기막을 가열하는 것이 바람직하다.
- [0305] 이 가열에 의해, 정공 수송층(5)용 유기막에 포함되는 용매가 제거된다.
- [0306] 가열은, 유기 전계 발광 소자의 발광 특성 및 수명 특성의 관점에서는, 30℃ 내지 250℃의 범위 내의 온도에서 행하는 것이 바람직하다. 가열 시간은 정공 수송층(5)에 포함되는 유기 화합물의 성분에 의해 적절히 선택되고, 통상 5분 내지 2시간 정도이다.
- [0307] 정공 수송층(5)용 유기막의 가열은, 유기 전계 발광 소자의 장수명화의 관점에서는, 불활성 기체를 함유하는 분위기 하에서 행하는 것이 바람직하다. 불활성 기체로서는, 예를 들어 헬륨 가스, 아르곤 가스, 질소 가스 및 이들 기체의 혼합 가스를 들 수 있고, 유기 전계 발광 소자 제작의 용이함으로부터 질소 가스가 바람직하다. 불활성 기체는 소자 전구체를 수용하는 수용 장치 내에 도입된다. 분위기 중의 불활성 기체의 농도는 체적비로 통상 99% 이상이고, 바람직하게는 99.5% 이상이다.
- [0308] 또한, 정공 수송층(5)용 유기막의 가열은, 유기 전계 발광 소자의 장수명화의 관점에서는, 100Pa 이하의 분위기 하에서 행해지는 것이 바람직하고, 10Pa 이하의 분위기 하에서 행해지는 것이 보다 바람직하다. 정공 수송층(5)의 가열은, 불활성 기체가 도입됨과 함께 감압된 수용 장치 내에서 행해지는 것이 바람직하다.
- [0309] 또한, 정공 수송층(5)용 유기막의 형성 및 상기 정공 수송층의 가열은, 유기 전계 발광 소자의 발광 특성 및 수명 특성의 관점에서는, 분위기 중의 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 600ppm 이하로 유지된 상태에서 행해지는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 300ppm 이하이고, 더욱 바람직하게는 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 100ppm 이하이고, 특히 바람직하게는 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 10ppm 이하이다. 또한, 분위기 중의 산소 분압 및 수분 분압이 각각 60Pa 이하인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 산소 분압 및 수분 분압이 각각 30Pa 이하이고, 더욱 바람직하게는 산소 분압 및 수분 분압이 각각 10Pa 이하이고, 특히 바람직하게는 산소 분압 및 수분 분압이 각각 1Pa 이하이다.
- [0310] 정공 수송층(5)을 형성한 후에, 정공 수송층(5) 상에, 상기의 방법에 의해 발광층으로서의 제3 유기층(6')을 형성하고, 또한 그 위에 제2 음극(7)을 형성함으로써, 유기 전계 발광 소자(1')가 제조된다.
- [0311] 이하, 유기 전계 발광 소자의 소자 구성 및 각 구성 요소에 대해 더욱 상세하게 설명한다. 본 발명의 유기 전계 발광 소자는 제1 전극과, 제2 전극과, 제1 전극 및 제2 전극 사이에 배치되는 발광층(6)을 필수 구성 요건으로서 갖고 있다. 또한, 제1 전극(예를 들어, 양극)과 제2 전극(예를 들어, 음극) 사이에는, 예를 들어 소자 특성을 향상시키기 위해, 상술한 발광층(6)에 더하여, 추가 기능층이 설치되는 경우가 있다.
- [0312] 음극과 발광층 사이에 설치되는 기능층으로서, 전자 주입층, 전자 수송층, 정공 블록층 등을 들 수 있다. 음극과 발광층 사이에 전자 주입과 전자 수송의 양쪽 기능을 갖는 층이 복수 설치되는 경우, 음극에 접하는 층을 전자 주입층이라고 하고, 전자 주입층을 제외한 층을 전자 수송층이라고 하는 경우가 있다.
- [0313] 전자 주입층은, 음극으로부터의 전자 주입 효율을 개선하는 기능을 갖는 층이다. 전자 수송층은 음극, 전자 주입층 또는 음극에 더 가까운 전자 수송층으로부터의 전자 주입을 개선하는 기능을 갖는 층이다. 정공 블록층은, 정공의 수송을 막는 기능을 갖는 층이다. 또한, 전자 주입층 및/또는 전자 수송층이 정공의 수송을 막는 기능을 갖는 경우에는, 이들 층이 정공 블록층을 겸하는 경우가 있다.

- [0314] 정공 블록층이 정공의 수송을 막는 기능을 갖는 것은, 예를 들어 홀 전류만을 흘리는 소자를 제작함으로써 확인할 수 있다. 예를 들어, 정공 블록층을 구비하지 않고, 홀 전류만을 흘리는 소자와, 상기 소자에 정공 블록층을 삽입한 구성의 소자를 제작하여, 정공 블록층을 구비하는 소자의 전류값의 감소로, 정공 블록층이 정공의 수송을 막는 기능을 나타내는 것을 확인할 수 있다.
- [0315] 양극과 발광층 사이에 설치되는 층으로서, 정공 주입층, 정공 수송층, 전자 블록층 등을 들 수 있다. 양극과 발광층 사이에, 정공 주입과 정공 수송의 양쪽 기능을 갖는 층이 복수 설치되는 경우, 양극에 접하는 층을 정공 주입층이라고 하고, 정공 주입층을 제외한 층을 정공 수송층이라고 하는 경우가 있다.
- [0316] 정공 주입층은, 양극으로부터의 정공 주입 효율을 개선하는 기능을 갖는 층이다. 정공 수송층은 양극, 정공 주입층 또는 양극에 더 가까운 정공 수송층으로부터의 정공 주입을 개선하는 기능을 갖는 층이다. 전자 블록층은, 전자의 수송을 막는 기능을 갖는 층이다. 또한, 정공 주입층 및/또는 정공 수송층이 전자의 수송을 막는 기능을 갖는 경우에는, 이들 층이 전자 블록층을 겸하는 경우가 있다.
- [0317] 전자 블록층이 전자의 수송을 막는 기능을 갖는 것은, 예를 들어 전자 전류만을 흘리는 소자를 제작함으로써 확인할 수 있다. 예를 들어, 전자 블록층을 구비하지 않고, 전자 전류만을 흘리는 소자와, 상기 소자에 전자 블록층을 삽입한 구성의 소자를 제작하여, 전자 블록층을 구비하는 소자의 전류값의 감소로, 전자 블록층이 전자의 수송을 막는 기능을 나타내는 것을 확인할 수 있다.
- [0318] 본 실시 형태의 유기 전계 발광 소자가 취할 수 있는 소자 구성의 일례를 이하에 나타낸다.
- [0319] a) 양극/정공 주입층/발광층/음극
- [0320] b) 양극/정공 주입층/발광층/전자 주입층/음극
- [0321] c) 양극/정공 주입층/발광층/전자 수송층/음극
- [0322] e) 양극/정공 주입층/발광층/전자 수송층/전자 주입층/음극
- [0323] f) 양극/정공 수송층/발광층/음극
- [0324] d) 양극/정공 수송층/발광층/전자 주입층/음극
- [0325] e) 양극/정공 수송층/발광층/전자 수송층/음극
- [0326] f) 양극/정공 수송층/발광층/전자 수송층/전자 주입층/음극
- [0327] g) 양극/정공 주입층/정공 수송층/발광층/음극
- [0328] h) 양극/정공 주입층/정공 수송층/발광층/전자 주입층/음극
- [0329] i) 양극/정공 주입층/정공 수송층/발광층/전자 수송층/음극
- [0330] j) 양극/정공 주입층/정공 수송층/발광층/전자 수송층/전자 주입층/음극
- [0331] k) 양극/발광층/전자 주입층/음극
- [0332] l) 양극/발광층/전자 수송층/음극
- [0333] m) 양극/발광층/전자 수송층/전자 주입층/음극
- [0334] n) 양극/발광층/음극
- [0335] (여기서, 기호 「/」는 기호 「/」를 사이에 두는 각 층이 인접하여 적층되어 있는 것을 나타내고, 이하 동일함)
- [0336] 유기 전계 발광 소자는 2층 이상의 발광층을 갖고 있을 수도 있다. a) 내지 n)에 나타내는 각 구성에 있어서, 양극과 음극 사이에 설치되는 층을 각각 「반복 단위 A」로 하면, 2층의 발광층을 갖는 유기 전계 발광 소자로서는, 이하의 o)에 나타내는 소자 구성을 들 수 있다.
- [0337] o) 양극/(반복 단위 A)/전하 발생층/(반복 단위 A)/음극
- [0338] 또한, 「(반복 단위 A)/전하 발생층」을 「반복 단위 B」로 하면, 3층 이상의 발광층을 갖는 유기 전계 발광 소자로서는, 구체적으로는 이하의 p)에 나타내는 소자 구성을 들 수 있다.

- [0339] p) 양극/(반복 단위 B)x/(반복 단위 A)/음극
- [0340] 여기서, 기호 「x」는 2 이상의 정수를 나타내고, 「(반복 단위 B)x」는 (반복 단위 B)를 「x」단 적층한 구성을 나타낸다. 전하 발생층이란, 전계를 인가함으로써 정공과 전자가 발생하는 층이다. 전하 발생층으로서, 예를 들어 산화바나듐, 인듐주석 산화물(Indium Tin Oxide:약칭 ITO), 산화몰리브덴 등을 포함하는 박막을 들 수 있다.
- [0341] 유기 전계 발광 소자는, 또한 밀봉을 위한 밀봉막 또는 밀봉판 등의 밀봉 부재로 덮여 있을 수도 있다. 유기 전계 발광 소자를 기판 상에 설치하는 경우는, 통상 기판측에 양극이 배치되지만, 기판측에 음극을 배치하도록 할 수도 있다.
- [0342] 본 실시 형태의 유기 전계 발광 소자는, 내부에서 발생한 광을 밖으로 취출하기 위해, 통상 발광층을 기준으로 하여 광이 취출되는 측에 배치되는 모든 층을 투명한 층으로 한다. 광이 취출되는 측의 유기 전계 발광 소자의 최표면과, 발광층 사이의 가시광 투과율이 40% 이상인 것이 바람직하다. 자외 영역 또는 적외 영역의 발광이 구해지는 유기 전계 발광 소자의 경우에는, 광이 취출되는 측의 유기 전계 발광 소자의 최표면과 발광층 사이에서 해당 자외 또는 적외 영역에 있어서 40% 이상의 광투과율을 나타내는 층이 바람직하다.
- [0343] 본 실시 형태의 유기 전계 발광 소자는, 또한 전극과의 밀착성 향상이나 전극으로부터의 전하 주입성의 개선을 위해, 전극에 인접하여 막 두께 2nm 이하의 절연층을 설치할 수도 있다. 또한, 계면에서의 밀착성 향상이나 혼합의 방지 등을 위해, 상술한 각 층 사이에 얇은 버퍼층을 삽입할 수도 있다. 적층하는 층의 순서, 층수 및 각 층의 두께에 대해서는, 유기 전계 발광 소자의 발광 효율이나 소자 수명을 감안하여 적절히 설정할 수 있다. 다음에, 유기 전계 발광 소자를 구성하는 각 층의 재료 및 형성 방법에 대해, 보다 구체적으로 설명한다.
- [0344] <기판>
- [0345] 기판은, 유기 전계 발광 소자를 제조하는 공정에 있어서 화학적으로 변화되지 않는 재료가 적절하게 사용되어, 예를 들어 유리, 플라스틱, 고분자 필름 및 실리콘 기판 및 이들을 적층한 것 등이 사용된다. 상기 기판으로서, 시판되는 것이 사용 가능하고, 또한 공지된 방법에 의해 제조할 수 있다.
- [0346] <양극>
- [0347] 양극은, 양극을 통해 발광층으로부터의 광을 취출하는 구성의 유기 전계 발광 소자의 경우, 투명 또는 반투명의 전극이 사용된다. 투명 전극 또는 반투명 전극으로서, 전기 전도도가 높은 금속 산화물, 금속 황화물 및 금속 등의 박막을 사용할 수 있고, 광투과율이 높은 것이 적절하게 사용된다. 구체적으로는, 산화인듐, 산화아연, 산화주석, ITO, 인듐 아연 산화물(Indium Zinc Oxide:약칭 IZO), 금, 백금, 은 및 구리 등을 포함하는 박막이 사용되고, 이들 중에서도 ITO, IZO, 또는 산화주석을 포함하는 박막이 적절하게 사용된다.
- [0348] 양극의 제작 방법으로서, 진공 증착법, 스퍼터링법, 이온 플레이팅법, 도금법 등을 들 수 있다. 또한, 상기 양극으로서, 폴리아닐린 또는 그의 유도체, 폴리티오펜 또는 그의 유도체 등의 유기체의 투명 도전막을 사용할 수도 있다.
- [0349] 양극에는, 광을 반사하는 재료를 사용할 수도 있고, 상기 재료로서는 일함수 3.0eV 이상의 금속, 금속 산화물, 금속 황화물이 바람직하다.
- [0350] 양극의 막 두께는, 광의 투과성과 전기 전도도를 고려하여 적절히 선택할 수 있고, 예를 들어 10nm 내지 10 μ m이고, 바람직하게는 20nm 내지 1 μ m이고, 더욱 바람직하게는 50nm 내지 500nm이다.
- [0351] <정공 주입층>
- [0352] 정공 주입층을 구성하는 정공 주입 재료로서는, 산화바나듐, 산화몰리브덴, 산화텅스텐, 산화루테튬 및 산화 알루미늄 등의 산화물이나, 페닐아민계 화합물, 스타버스트형 아민계 화합물, 프탈로시아닌계 화합물, 아몰퍼스 카본, 폴리아닐린 및 폴리티오펜 유도체 등을 들 수 있다.
- [0353] 정공 주입층의 성막 방법으로서, 예를 들어 정공 주입 재료를 포함하는 용액으로부터의 성막을 들 수 있다. 용액으로부터의 성막에 사용되는 용매로서는, 정공 주입 재료를 용해시키는 것이면 특별히 제한은 없고, 상술한 유기 용매 등을 사용할 수도 있다.
- [0354] 용액으로부터의 성막 방법으로서, 스핀 코팅법, 캐스팅법, 노즐 코팅법, 마이크로 그라비아 코팅법, 그라비아 코팅법, 바 코팅법, 롤 코팅법, 와이어 바 코팅법, 딥 코팅법, 스프레이 코팅법, 스크린 인쇄법, 플렉소

인쇄법, 오프셋 인쇄법 및 잉크젯 프린트법 등의 도포법을 들 수 있다.

[0355] 정공 주입층의 막 두께는 사용하는 재료에 따라서 최적값이 다르고, 구동 전압과 발광 효율이 적당한 값이 되도록 적절히 설정되어, 적어도 핀 홀이 발생하지 않는 두께가 필요하고, 지나치게 두꺼우면 소자의 구동 전압이 높아지므로 바람직하지 않다. 따라서 정공 주입층의 막 두께는, 예를 들어 1nm 내지 1 μ m이고, 바람직하게는 2nm 내지 500nm이고, 더욱 바람직하게는 5nm 내지 200nm이다.

[0356] <정공 수송층>

[0357] 정공 수송층을 구성하는 정공 수송 재료로서는, 폴리비닐카르바졸 또는 그의 유도체, 폴리실란 또는 그의 유도체, 측쇄 또는 주쇄에 방향족 아민을 갖는 폴리실록산 유도체, 피라졸린 유도체, 아릴아민 유도체, 스티벤 유도체, 트리페닐디아민 유도체, 폴리아닐린 또는 그의 유도체, 폴리티오펜 또는 그의 유도체, 폴리아릴아민 또는 그의 유도체, 폴리피롤 또는 그의 유도체, 폴리(p-페닐렌비닐렌) 또는 그의 유도체, 또는 폴리(2,5-티에닐렌비닐렌) 또는 그의 유도체, 폴리플루오렌 유도체, 방향족 아민 잔기를 갖는 고분자 화합물 등을 들 수 있다.

[0358] 이들 중에서 정공 수송 재료로서는, 폴리비닐카르바졸 또는 그의 유도체, 폴리실란 또는 그의 유도체, 측쇄 또는 주쇄에 방향족 아민 잔기를 갖는 폴리실록산 유도체, 폴리아닐린 또는 그의 유도체, 폴리티오펜 또는 그의 유도체, 폴리아릴아민 또는 그의 유도체, 폴리(p-페닐렌비닐렌) 또는 그의 유도체, 또는 폴리(2,5-티에닐렌비닐렌) 또는 그의 유도체, 폴리플루오렌 유도체, 방향족 아민 잔기를 갖는 고분자 화합물이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 폴리비닐카르바졸 또는 그의 유도체, 폴리플루오렌 유도체, 방향족 아민 잔기를 갖는 고분자 화합물이다. 저분자의 정공 수송 재료의 경우에는, 고분자 바인더에 분산시켜 사용하는 것이 바람직하다.

[0359] 정공 수송층의 성막 방법으로서 특별히 제한은 없지만, 저분자의 정공 수송 재료에서는, 고분자 바인더와 정공 수송 재료를 포함하는 혼합액으로부터의 성막을 들 수 있고, 고분자의 정공 수송 재료에서는, 정공 수송 재료를 포함하는 용액으로부터의 성막을 들 수 있다. 용액으로부터의 성막에 사용되는 용매로서는, 정공 수송 재료를 용해시키는 것이라면 특별히 제한은 없고, 상술한 유기 용매 등을 사용할 수도 있다.

[0360] 용액으로부터의 성막 방법으로서, 상술한 정공 주입층의 성막법과 동일한 도포법을 들 수 있고, 장수명화의 관점에서는, 상술한 유기층 형성 공정과 동일한 분위기 중에서 성막하는 것이 바람직하다.

[0361] 혼합하는 고분자 바인더로서는, 전하 수송을 극도로 저해하지 않는 것이 바람직하고, 또한 가시광에 대한 흡수가 약한 것이 적절하게 사용되고, 예를 들어 폴리카르보네이트, 폴리아크릴레이트, 폴리메틸아크릴레이트, 폴리메틸메타크릴레이트, 폴리스티렌, 폴리염화비닐, 폴리실록산 등을 들 수 있다.

[0362] 정공 수송층의 막 두께로서는, 사용하는 재료에 따라서 최적값이 다르고, 구동 전압과 발광 효율이 적당한 값이 되도록 적절히 설정되어, 적어도 핀 홀이 발생하지 않는 두께가 필요하고, 지나치게 두꺼우면 소자의 구동 전압이 높아져 바람직하지 않다. 따라서, 상기 정공 수송층의 막 두께는, 예를 들어 1nm 내지 1 μ m이고, 바람직하게는 2nm 내지 500nm이고, 더욱 바람직하게는 5nm 내지 200nm이다.

[0363] <발광층>

[0364] 발광층에 포함되는 재료로서는, 예를 들어 인광 발광 재료 및 제2 발광층용 재료를 들 수 있다.

[0365] 인광 발광 재료를 포함하는 발광층의 두께는, 통상 약 2nm 내지 200nm, 바람직하게는 50 내지 150nm이다.

[0366] <전자 수송층>

[0367] 전자 수송층을 구성하는 전자 수송 재료로서는, 공지된 것을 사용할 수 있고, 옥사디아졸 유도체, 안트라퀴노디메탄 또는 그의 유도체, 벤조퀴논 또는 그의 유도체, 나프토퀴논 또는 그의 유도체, 안트라퀴논 또는 그의 유도체, 테트라시아노안트라퀴노디메탄 또는 그의 유도체, 플루오레논 유도체, 디페닐디시아노에틸렌 또는 그의 유도체, 디페노퀴논 유도체, 또는 8-히드록시퀴놀린 또는 그의 유도체의 금속 착체, 폴리퀴놀린 또는 그의 유도체, 폴리퀴녹살린 또는 그의 유도체, 폴리플루오렌 또는 그의 유도체 등을 들 수 있다.

[0368] 이들 중, 전자 수송 재료로서는 옥사디아졸 유도체, 벤조퀴논 또는 그의 유도체, 안트라퀴논 또는 그의 유도체, 또는 8-히드록시퀴놀린 또는 그의 유도체의 금속 착체, 폴리퀴놀린 또는 그의 유도체, 폴리퀴녹살린 또는 그의 유도체, 폴리플루오렌 또는 그의 유도체가 바람직하고, 2-(4-비페닐)-5-(4-tert-부틸페닐)-1,3,4-옥사디아졸, 벤조퀴논, 안트라퀴논, 트리스(8-퀴놀리놀)알루미늄, 폴리퀴놀린이 더욱 바람직하다.

[0369] 전자 수송층의 성막법으로서 특별히 제한은 없지만, 저분자의 전자 수송 재료에서는, 분말로부터의 진공 증착

법, 또는 용액 또는 용융 상태에서부터의 성막을 들 수 있고, 고분자의 전자 수송 재료에서는 용액 또는 용융 상태에서부터의 성막을 들 수 있다. 또한, 용액 또는 용융 상태에서부터의 성막을 하는 경우에는, 고분자 바인더를 병용할 수도 있다. 용액으로부터 전자 수송층을 성막하는 방법으로서, 상술한 용액으로부터 정공 수송층을 성막하는 방법과 동일한 성막법을 들 수 있고, 상술한 인접층 형성 공정과 동일한 분위기 중에서 성막하는 것이 바람직하다.

[0370] 전자 수송층의 막 두께는 사용하는 재료에 따라서 최적값이 다르고, 구동 전압과 발광 효율이 적당한 값이 되도록 적절히 설정되어, 적어도 핀 홀이 발생하지 않는 두께가 필요하고, 지나치게 두꺼우면 소자의 구동 전압이 높아져 바람직하지 않다. 따라서 상기 전자 수송층의 막 두께로서는, 예를 들어 1nm 내지 1 μ m이고, 바람직하게는 2nm 내지 500nm이고, 더욱 바람직하게는 5nm 내지 200nm이다.

[0371] <전자 주입층>

[0372] 전자 주입층을 구성하는 재료로서는, 발광층의 종류에 따라서 최적의 재료가 적절히 선택되어, 알칼리 금속, 알칼리토류 금속, 알칼리 금속 및 알칼리토류 금속 중 1종류 이상 포함하는 합금, 알칼리 금속 또는 알칼리토류 금속의 산화물, 할로겐화물, 탄산화물, 또는 이들 물질의 혼합물 등을 들 수 있다. 알칼리 금속, 알칼리 금속의 산화물, 할로겐화물 및 탄산화물의 예로서는 리튬, 나트륨, 칼륨, 루비듐, 세슘, 산화리튬, 불화리튬, 산화나트륨, 불화나트륨, 산화칼륨, 불화칼륨, 산화루비듐, 불화루비듐, 산화세슘, 불화세슘, 탄산리튬 등을 들 수 있다. 또한, 알칼리토류 금속, 알칼리토류 금속의 산화물, 할로겐화물, 탄산화물의 예로서는 마그네슘, 칼슘, 바륨, 스트론튬, 산화마그네슘, 불화마그네슘, 산화칼슘, 불화칼슘, 산화바륨, 불화바륨, 산화스트론튬, 불화스트론튬, 탄산마그네슘 등을 들 수 있다. 전자 주입층은 2층 이상을 적층한 적층체로 구성될 수도 있고, 예를 들어 LiF/Ca 등을 들 수 있다. 전자 주입층은 증착법, 스퍼터링법, 인쇄법 등에 의해 형성된다.

[0373] 전자 주입층의 막 두께로서는, 1nm 내지 1 μ m 정도가 바람직하다.

[0374] <음극>

[0375] 음극의 재료로서는, 일함수가 작고, 발광층으로의 전자 주입이 용이하고, 전기 전도도가 높은 재료가 바람직하다. 양극층으로부터 광을 취출하는 유기 전계 발광 소자에서는, 발광층으로부터의 광을 음극에서 양극층으로 반사시키는 관점에서, 음극의 재료는 가시광 반사율이 높은 재료가 바람직하다.

[0376] 음극에는, 예를 들어 알칼리 금속, 알칼리토류 금속, 전이 금속 및 III-B족 금속을 사용할 수 있다. 음극의 재료로서는, 예를 들어 리튬, 나트륨, 칼륨, 루비듐, 세슘, 베릴륨, 마그네슘, 칼슘, 스트론튬, 바륨, 알루미늄, 스칸듐, 바나듐, 아연, 이트륨, 인듐, 세륨, 사마륨, 유로퓸, 테르븀, 이테르븀 등의 금속, 상기 금속 중 2종 이상의 금속의 합금, 상기 금속 중 1종 이상의 금속과 금, 은, 백금, 구리, 망간, 티타늄, 코발트, 니켈, 텅스텐, 주석 중 1종 이상의 금속의 합금, 그래파이트 및 그래파이트 층간 화합물을 들 수 있다. 합금으로서, 예를 들어 마그네슘-은 합금, 마그네슘-인듐 합금, 마그네슘-알루미늄 합금, 인듐-은 합금, 리튬-알루미늄 합금, 리튬-마그네슘 합금, 리튬-인듐 합금 및 칼슘-알루미늄 합금을 들 수 있다. 또한, 도전성 금속 산화물이나 도전성 유기물 등을 포함하는 투명 도전성 전극을 음극에 사용할 수도 있다.

[0377] 도전성 금속 산화물로서는, 예를 들어 산화인듐, 산화아연, 산화주석, ITO 및 IZO를 들 수 있다. 도전성 유기물로서는, 예를 들어 폴리아닐린, 폴리아닐린 유도체, 폴리티오펜 및 폴리티오펜 유도체를 들 수 있다. 음극은, 2층 이상의 층이 적층된 적층체일 수도 있다. 또한, 전자 주입층이 적층체인 음극의 1층으로서 사용되는 경우도 있다.

[0378] 음극의 막 두께는 전기 전도도나 내구성을 고려하여 적절히 설정되어, 예를 들어 10nm 내지 10 μ m이고, 바람직하게는 20nm 내지 1 μ m이고, 더욱 바람직하게는 50nm 내지 500nm이다.

[0379] 음극의 제작 방법으로서, 예를 들어 진공 증착법, 스퍼터링법 및 금속 박막을 열 압착시키는 라미네이트법을 들 수 있다.

[0380] [실시예]

[0381] 이하, 실시예에 의해 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하지만, 본 발명은 이하의 실시예로 한정되는 것은 아니다.

[0382] 합성예 1

[0383] (고분자 화합물 1의 합성)

[0384] 교반 날개, 배플, 냉각관 및 온도계를 설치한 1L 세퍼러블 플라스크에 2,2'-(9,9-비스(3-헥실페닐)-9H-플루오렌-2,7-디일)-비스(4,4,5,5-테트라메틸-[1.3.2]-디옥사보로란)을 15.24g, 2,7-비스[N-(4-브로모페닐)-N-(4-메틸페닐)아미노]-9,9-디옥틸플루오렌을 15.97g, 2,7-디브로모-9,9-비스(비시클로[4,2,0]옥타-1,3,5-트리엔-3-일)플루오렌을 1.33g 및 톨루엔을 495g 투입하여, 플라스크 내의 공기를 질소로 치환하였다. 상기 플라스크를 오일 배스에 침지하여, 내온이 90℃로 될 때까지 승온하고, 아세트산팔라듐을 0.005g, 트리(o-메톡시페닐)포스핀을 0.03g 투입한 후, 20중량%의 수산화테트라에틸암모늄수(73g)를 1시간에 걸쳐서 적하하였다. 오일 배스의 온도를 100℃로 하여 5시간 교반한 후, 페닐붕산을 0.25g 및 디클로로비스트리페닐포스핀을 0.015g 가하고, 또한 오일 배스의 온도를 100℃로 하여 15시간 교반하였다. 반응액을 실온까지 냉각한 후, 톨루엔으로 희석하였다. 그 후, 15중량%의 N,N-디에틸디티오카르바미드산나트륨 수용액으로 세정하고, 계속해서 이온 교환수로 세정하였다. 용액 중의 물을 공비 탈수에 의해 제거한 후, 석출한 결정을 여과하여 제거하였다. 여과액을 10중량% 염산, 3중량% 암모니아수 및 이온 교환수로 세정한 후, 여과액을 실리카겔/알루미나 혼합 칼럼(알루미나의 중량에 대한 실리카겔의 중량비가 1)에 통과시켰다. 칼럼을 통액한 액을 메탄올에 적하하고, 생성된 중합체를 여과하였다. 얻어진 중합체를 메탄올로 세정한 후, 건조시켜 21g의 고분자 화합물 1을 얻었다. 고분자 화합물 1을 GPC로 분석한 바, 폴리스티렌 환산의 수평균 분자량은 4.5×10^4 이고, 폴리스티렌 환산의 중량 평균 분자량은 2.1×10^5 였다.

[0385] 합성예 2

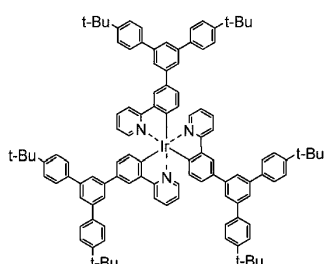
[0386] (고분자 화합물 2의 합성)

[0387] 교반 날개, 배플, 냉각관 및 온도계를 설치한 1L 세퍼러블 플라스크에, 2,2'-(2,5-디헥실-1,4-페닐렌)-비스(4,4,5,5-테트라메틸-[1.3.2]-디옥사보로란)을 16.44g, 9,9'-비스(4-헥실페닐)-2,7-디브로모-9H-플루오렌을 17.01g, 2,4-비스(4-브로모페닐)-6-(4-n-도데실페닐)-1,3,5-트리아진을 4.19g 및 톨루엔을 446g 투입하여, 플라스크 내의 공기를 질소로 치환하였다. 상기 플라스크를 오일 배스에 침지하여, 내온이 90℃로 될 때까지 승온하고, 아세트산팔라듐을 0.007g 및 트리(o-메톡시페닐)포스핀을 0.05g 투입한 후, 20중량%의 수산화테트라에틸암모늄수 117g를 1시간에 걸쳐서 적하하였다. 오일 배스의 온도를 100℃로 하여 5시간 교반한 후, 페닐붕산을 0.40g, 디클로로비스트리페닐포스핀을 0.023g 및 20중량%의 수산화테트라에틸암모늄수를 117g 가하고, 또한 오일 배스의 온도를 100℃로 하여 15시간 교반하였다. 반응액을 실온까지 냉각한 후, 톨루엔으로 희석하였다. 그 후, 15중량%의 N,N-디에틸디티오카르바미드산나트륨 수용액으로 세정하고, 계속해서 이온 교환수로 세정하였다. 용액 중의 물을 공비 탈수에 의해 제거한 후, 석출한 결정을 여과하여 제거하였다. 여과액을 10중량% 염산, 3중량% 암모니아수 및 이온 교환수로 세정한 후, 여과액을 실리카겔/알루미나 혼합 칼럼(알루미나의 중량에 대한 실리카겔의 중량의 비가 1)에 통과시켰다. 칼럼을 통액한 액을 메탄올에 적하하여, 생성된 중합체를 여과하였다. 얻어진 중합체를 메탄올로 세정한 후, 건조시켜, 20g의 고분자 화합물 2를 얻었다. 고분자 화합물 2를 GPC로 분석한 바, 폴리스티렌 환산의 수평균 분자량은 9.7×10^4 이고, 폴리스티렌 환산의 중량 평균 분자량은 2.3×10^5 였다.

[0388] 합성예 3

[0389] (인광 발광 재료 1의 합성)

[0390] 인광 발광 재료 1은 국제 공개 제2002/066552호에 기재된 합성법에 따라서 합성하였다.



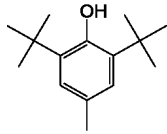
인광 발광 재료 1

[0391]

[0392] 실시예 1

[0393] (액상 조성물 1의 제조)

[0394] 고분자 화합물 2를 70중량부, 인광 발광 재료 1을 30중량부, 2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀을 1중량부 및 시클로헥실벤젠을 9899중량부 가하고, 대기 분위기 하, 실온에서 용해시켜, 액상 조성물 1을 얻었다.



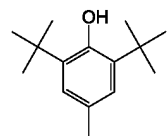
[0395]

[0396] 2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀

[0397] 실시예 2

[0398] (액상 조성물 2의 제조)

[0399] 고분자 화합물 2를 70중량부, 인광 발광 재료 1을 30중량부, 2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀을 0.1중량부 및 시클로헥실벤젠을 9899.9중량부 가하고, 대기 분위기 하, 실온에서 용해시켜, 액상 조성물 2를 얻었다.



[0400]

[0401] 2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀

[0402] 비교예 1

[0403] (액상 조성물 3의 제조)

[0404] 고분자 화합물 2를 70중량부, 인광 발광 재료 1을 30중량부 및 시클로헥실벤젠을 9900중량부 가하고, 대기 분위기 하, 실온에서 용해시켜, 액상 조성물 3을 얻었다.

[0405] 실시예 3

[0406] (액상 조성물 1을 사용한 유기 전계 발광 소자 D1의 제작)

[0407] 스퍼터법에 의해 45nm의 두께로 IT0막을 붙인 유리 기관에, 폴리티오펜술폰산의 에틸렌글리콜모노부틸에테르와 물을 (물의 체적):(폴리티오펜술폰산의 에틸렌글리콜모노부틸에테르의 체적)=3:2가 되도록 혼합시킨 혼합 용액 (시그마 알드리치사, 상품명:플렉스코어(Plexcore) OC 1200)을 사용하여 스핀 코팅법에 의해 65nm의 두께가 되도록 박막을 성막하고, 핫 플레이트 상에서 170℃에서 15분간 가열함으로써 박막을 형성하여, 정공 주입층을 얻었다. 또한 정공 주입층의 형성에 있어서, 박막의 성막 공정 및 가열 공정은 대기 분위기 하에서 행하였다.

[0408] 다음에, 정공 수송 재료인 고분자 화합물 1을 크실렌에 용해시켜 크실렌 용액을 제조하였다. 상기 크실렌 용액에 있어서의 고분자 화합물 1의 농도를 0.7중량%로 하였다. 상기 크실렌 용액을 정공 주입층 상에 스핀 코팅함으로써, 막 두께가 20nm인 정공 수송층용 박막을 형성하고, 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 10ppm 이하로 제어된 질소 분위기 하에서 190℃, 1시간 가열함으로써 박막을 형성하여, 정공 수송층을 얻었다.

[0409] 다음에, 제조 후 60℃의 항온조 내에서 2주간 보관한 액상 조성물 1을, 대기 분위기 하에서, 스핀 코팅법에 의해 정공 수송층 상에 도포하였다. 그 후, 100Pa 이하의 감압 환경 하에서 건조하여, 막 두께가 75nm인 발광층용 박막을 성막하였다. 또한, 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 10ppm 이하로 제어된 분위기 하에서 150℃, 10분간 가열함으로써 박막을 형성하여, 발광층을 얻었다. 또한 정공 수송층 및 발광층의 형성에 있어서, 박막의 도포 공정 및 가열 공정에 있어서의 압력은 대기압으로 하였다.

[0410] 다음에, 1.0×10^{-4} Pa 이하까지 감압한 후, 음극으로 하고, 불화나트륨을 5nm의 두께로 증착하고, 계속해서 알루미늄을 100nm의 두께로 증착하였다. 증착 후, 유리 기관을 사용하여 밀봉을 행함으로써, 유기 전계 발광 소자 D1을 제작하였다.

[0411] 제작한 유기 전계 발광 소자 D1은 녹색 발광하고, 최대 전류 효율은 40cd/A였다. 또한, 초기 휘도 24,000cd/m²

로 정전류 구동했을 때에, 휘도가 초기 휘도의 60%로 될 때까지의 시간(T60)은 51시간이었다.

- [0412] 실시예 4
- [0413] (액상 조성물 2를 사용한 유기 전계 발광 소자 D2의 제작)
- [0414] 실시예 3에 있어서의 액상 조성물 1 대신에, 액상 조성물 2를 사용한 것 이외는, 실시예 3과 마찬가지로 하여 유기 전계 발광 소자 D2를 제작하였다.
- [0415] 제작한 유기 전계 발광 소자 D2는 녹색 발광하고, 최대 전류 효율은 38cd/A였다. 또한, 초기 휘도 24,000cd/m²로 정전류 구동했을 때에, 휘도가 초기 휘도의 60%로 될 때까지의 시간(T60)은 46시간이었다.
- [0416] 비교예 2
- [0417] (액상 조성물 3을 사용한 유기 전계 발광 소자 CD1의 제작)
- [0418] 실시예 3에 있어서의 액상 조성물 1 대신에, 액상 조성물 3을 사용한 것 이외는, 실시예 3과 마찬가지로 하여 유기 전계 발광 소자 CD1을 제작하였다.
- [0419] 제작한 유기 전계 발광 소자 CD1은 녹색 발광하고, 최대 전류 효율은 41cd/A였다. 또한, 초기 휘도 24,000cd/m²로 정전류 구동했을 때에, 휘도가 초기 휘도의 60%로 될 때까지의 시간(T60)은 13시간이었다.
- [0420] 합성예 4
- [0421] (고분자 화합물 3의 합성)
- [0422] 불활성 가스 분위기 하에서, 9,9-비스(3,5-디-n-헥실페닐)-2,7-비스(4,4,5,5-테트라메틸-1,3,2-디옥사보로란-2-일)-9H-플루오렌(18.88g), N,N'-비스(4-브로모페닐)-N,N'-비스(2,6-디메틸-4-n-부틸페닐)-1,4-페닐렌디아민(9.227g), 9,9-디옥틸-2,7-디브로모플루오렌(2.855g), 9,9-비스(벤조시클로부텐-4-일)-2,7-디브로모플루오렌(1.650g) 및 톨루엔(493g)을 혼합하고, 가열하면서 교반하였다. 반응액에, 아세트산팔라듐(4.7mg) 및 트리스(2-메톡시페닐)포스핀(29mg)을 가하고, 100℃로 가열한 후, 20중량% 테트라에틸암모늄히드록시드 수용액(73.6g)을 적하하고, 11시간 가열하면서 환류시켰다.
- [0423] 다음에, 반응액에 페닐붕산(0.25g), 아세트산팔라듐(4.7mg), 트리스(2-메톡시페닐)포스핀(29mg) 및 20중량% 테트라에틸암모늄히드록시드 수용액(73.6g)을 가하고, 철야 가열하면서 환류시켰다.
- [0424] 반응액으로부터 수층을 제거한 후, N,N-디에틸디티오카르바미드산나트륨 3수화물(11.7g) 및 이온 교환수(120g)를 가하고, 40℃에서 3시간 교반하였다. 유기층을 수층과 분리한 후, 유기층을 이온 교환수로 세정하였다. 얻어진 유기층을 압력 40kPa로 농축하여 탈수한 후, 톨루엔을 가하여 액 중량이 1920g이 되도록 희석한 후, 실리카겔 126g 알루미늄 42g을 혼합한 칼럼에 통액하였다.
- [0425] 얻어진 용액을 10% 염산, 3% 암모니아수, 이온 교환수로 세정한 후, 유기층을 실리카겔 288g, 알루미늄 288g을 혼합한 칼럼에 통액하였다.
- [0426] 얻어진 용액을 전자 재료용 메탄올 7200g에 적하하여, 생성된 고체를 여과, 전자 재료용 메탄올로 세정한 후, 건조시켜 고분자 화합물 20g을 얻었다. 폴리스티렌 환산의 수평균 분자량 및 중량 평균 분자량은 각각 $M_n=6.9 \times 10^4$, $M_w=2.3 \times 10^5$ 였다.
- [0427] 실시예 5 내지 실시예 8
- [0428] (액상 조성물 4 내지 7의 제조)
- [0429] 인광 발광 재료 1, 고분자 화합물 2, 라디칼 연쇄 금지제 및 용매를 하기 표와 같이 대기 분위기 하, 실온에서 용해시켜, 액상 조성물 4 내지 7을 얻었다.

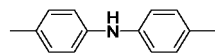
표 2

번호	제조한 액상 조성물	인광 발광 재료	고체 유기 화합물	라디칼 연쇄 금지제	용매
실시예 1	액상 조성물 1	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀 (1중량부)	시클로헥실벤젠 (9899중량부)
실시예 2	액상 조성물 2	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀 (0.1중량부)	시클로헥실벤젠 (9899.9중량부)
실시예 5	액상 조성물 4	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	디-(p-톨루일)아민 (0.1중량부)	시클로헥실벤젠 (9899.9중량부)
실시예 6	액상 조성물 5	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	6-tert-부틸-m-크레졸 (0.1중량부)	시클로헥실벤젠 (9899.9중량부)
실시예 7	액상 조성물 6	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	2,2'-메틸렌비스 (6-tert-부틸-4-메틸페놀) (0.1중량부)	시클로헥실벤젠 (9899.9중량부)
실시예 8	액상 조성물 7	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	2,6-디-tert-부틸-4-메틸페놀 (0.1중량부)	시클로헥실벤젠 (4949.95중량부) 4-메톡시톨루엔 (4949.95중량부)

[0430]

[0431]

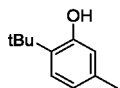
액상 조성물 4 내지 6의 제조에 사용한 라디칼 연쇄 금지제의 화학 구조를 이하에 나타낸다.



[0432]

[0433]

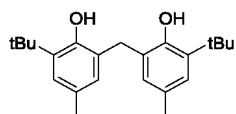
디-(p-톨루일)아민



[0434]

[0435]

6-tert-부틸-m-크레졸



[0436]

[0437]

2,2'-메틸렌비스(6-tert-부틸-4-메틸페놀)

[0438]

비교예 3 내지 비교예 6

[0439]

(액상 조성물 8 내지 11의 제조)

[0440]

인광 발광 재료 1, 고분자 화합물 2, 과산화물 분해제 및 용매를 하기 표와 같이 대기 분위기 하, 실온에서 용해시켜, 액상 조성물 8 내지 11을 얻었다.

표 3

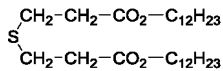
번호	제조한 액상 조성물	인광 발광 재료	고체 유기 화합물	과산화물 분해제	용매
비교예 1	액상 조성물 3	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	없음	시클로헥실벤젠 (9899.9중량부)
비교예 3	액상 조성물 8	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	3,3-티오디프로피온 산디도데실 (0.1중량부)	시클로헥실벤젠 (9899.9중량부)
비교예 4	액상 조성물 9	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	아인산트리페닐 (0.1중량부)	시클로헥실벤젠 (9899.9중량부)
비교예 5	액상 조성물 10	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	트리페닐포스핀 (0.1중량부)	시클로헥실벤젠 (9899.9중량부)
비교예 6	액상 조성물 11	인광 발광 재료 1 (30중량부)	고분자 화합물 2 (70중량부)	없음	시클로헥실벤젠 (4949.95중량부) 4-메톡시톨루엔 (4949.95중량부)

[0441]

[0442]

액상 조성물 8 내지 10의 제조에 사용한 과산화물 분해제의 화학 구조를 이하에 나타낸다.

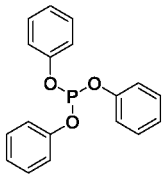
[0443]



[0444]

3,3-티오디프로피온산디도데실

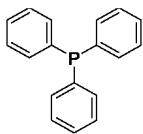
[0445]



[0446]

아인산트리페닐

[0447]



[0448]

트리페닐포스핀

[0449]

실시예 9

[0450]

(액상 조성물 1을 사용한 유기 전계 발광 소자 D3의 제작)

[0451]

스퍼터법에 의해 45nm의 두께로 ITO막을 붙인 유리 기판에, 폴리티오펜술폰산의 에틸렌글리콜모노부틸에테르와 물을 (물의 체적):(폴리티오펜술폰산의 에틸렌글리콜모노부틸에테르의 체적)=3:2가 되도록 혼합시킨 혼합 용액 (시그마 알드리치사, 상품명:플렉스코어 OC 1200)을 사용하여 스핀 코팅법에 의해 50nm의 두께가 되도록 박막을 성막하고, 핫 플레이트 상에서 170℃에서 15분간 가열함으로써 박막을 형성하여, 정공 주입층을 얻었다. 또한 정공 주입층의 형성에 있어서, 박막의 성막 공정 및 가열 공정은 대기 분위기 하에서 행하였다.

[0452]

다음에, 정공 수송 재료인 고분자 화합물 3을 크실렌에 용해시켜 크실렌 용액을 제조하였다. 상기 크실렌 용액에 있어서의 고분자 화합물 3의 농도를 0.7중량%로 하였다. 상기 크실렌 용액을 정공 주입층 상에 스핀 코팅함으로써, 막 두께가 20nm인 정공 수송층용 박막을 형성하고, 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 10ppm 이하로 제어된 질소 분위기 하에서 190℃, 1시간 가열함으로써 박막을 형성하여, 정공 수송층을 얻었다.

- [0453] 다음에, 액상 조성물 1을 제조 후 즉시, 대기 분위기 하에서, 스핀 코팅법에 의해 정공 수송층 상에 도포하였다. 그 후, 100Pa 이하의 감압 환경 하에서 건조시켜, 막 두께가 75nm인 발광층용 박막을 성막하였다. 또한, 산소 농도 및 수분 농도가 체적비로 각각 10ppm 이하로 제어된 분위기 하에서 150℃, 10분간 가열함으로써 박막을 형성하여, 발광층을 얻었다. 또한 정공 수송층 및 발광층의 형성에 있어서, 박막의 도포 공정 및 가열 공정에 있어서의 압력은 대기압으로 하였다.
- [0454] 다음에, 1.0×10^{-4} Pa 이하까지 감압한 후, 음극으로서, 불화나트륨을 5nm의 두께로 증착하고, 계속해서 알루미늄을 100nm의 두께로 증착하였다. 증착 후, 유리 기판을 사용하여 밀봉을 행함으로써, 유기 전계 발광 소자 D3을 제작하였다.
- [0455] 제작한 유기 전계 발광 소자 D3은 녹색 발광하고, 최대 전류 효율은 20cd/A였다. 또한, 초기 휘도 12,000cd/m²로 정전류 구동했을 때에, 휘도가 초기 휘도의 75%로 될 때까지의 시간(T75)은 23시간이었다.
- [0456] 실시예 10
- [0457] (60℃에서 1개월 보관한 액상 조성물 1을 사용한 유기 전계 발광 소자 D4의 제작)
- [0458] 실시예 9에 있어서, 제조 직후의 액상 조성물 1 대신에, 갈색 유리병 중, 60℃의 보관고에서 1개월 보관한 액상 조성물 1을 사용한 것 이외는, 실시예 9와 마찬가지로 하여 유기 전계 발광 소자 D4를 제작하였다.
- [0459] 제작한 유기 전계 발광 소자 D4는 녹색 발광하고, 최대 전류 효율은 21cd/A였다. 또한, 초기 휘도 12,000cd/m²로 정전류 구동했을 때에, 휘도가 초기 휘도의 75%로 될 때까지의 시간(T75)은 22시간이었다.
- [0460] 실시예 11 내지 15, 비교예 7 내지 11
- [0461] 실시예 10에 있어서, 액상 조성물 1 대신에, 하기 표의 액상 조성물을 사용한 것 이외는 실시예 10과 마찬가지로 하여, 유기 전계 발광 소자 D5 내지 D9, CD2 내지 CD6을 작성하였다.
- [0462] 작성한 유기 전계 발광 소자의 발광색, 최대 전류 효율, 초기 휘도 12,000cd/m²로 정전류 구동했을 때에, 휘도가 초기 휘도의 75%로 될 때까지의 시간(T75)은 하기 표와 같았다.

표 4

번호	액상 조성물	액상 조성물의 보관 조건	정공 수송 재료	유기 전계 발광 소자	발광색	최대 전류 효율 (cd/A)	T75 (hr)
실시예 9	액상 조성물 1	제조 후 즉시 사용	고분자 화합물 3	D3	녹색	20	23
실시예 10	액상 조성물 1	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	D4	녹색	21	22
실시예 11	액상 조성물 2	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	D5	녹색	20	19
실시예 12	액상 조성물 4	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	D6	녹색	19	20
실시예 13	액상 조성물 5	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	D7	녹색	21	22
실시예 14	액상 조성물 6	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	D8	녹색	17	18
실시예 15	액상 조성물 7	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	D9	녹색	18	19
비교예 7	액상 조성물 3	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	CD2	녹색	20	1
비교예 8	액상 조성물 8	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	CD3	녹색	15	1
비교예 9	액상 조성물 9	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	CD4	녹색	16	1
비교예 10	액상 조성물 10	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	CD5	녹색	15	2
비교예 11	액상 조성물 11	60℃ 1개월 보관	고분자 화합물 3	CD6	녹색	20	3

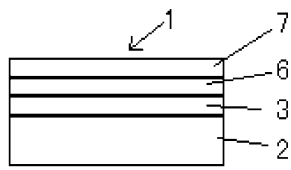
[0463]

부호의 설명

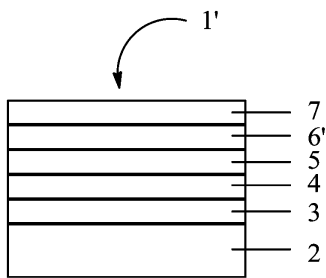
- [0464]
- 1, 1' 유기 전계 발광 소자
 - 2 기판
 - 3 제1 전극
 - 4 제1 유기층
 - 5 제2 유기층
 - 6 발광층
 - 6' 제3 유기층
 - 7 제2 전극

도면

도면1



도면2



专利名称(译)	含有磷光材料的液体组合物		
公开(公告)号	KR101672093B1	公开(公告)日	2016-11-02
申请号	KR1020140111279	申请日	2014-08-26
[标]申请(专利权)人(译)	住友化学有限公司 另一位家长住友化学有限公司是分租		
申请(专利权)人(译)	住友化学 (株) 制		
当前申请(专利权)人(译)	住友化学 (株) 制		
[标]发明人	KOMATSU MASASHI 고마츠마사시 KAKIMOTO HIDENOBU 가키토히데노부 SAITO HIROYUKI 사이토히로유키 YOSHIDA SADAMU 요시다사다무		
发明人	고마츠, 마사시 가키토, 히데노부 사이토, 히로유키 요시다, 사다무		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50		
CPC分类号	C09K11/06 H01L51/50 H05B33/14 C07D307/78 C07D471/04		
代理人(译)	Jangsugil Yiseokjae		
优先权	2013176602 2013-08-28 JP		
其他公开文献	KR1020150026880A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明的主题是提供含有磷光发光材料的有机电致发光元件用液体组合物，其具有优异的储存稳定性。一种液体组合物，含有至少一种选自磷光发光材料，在25°C和1atm下为液体的溶剂，以及自由基链抑制剂和过氧化物分解剂的添加剂 (A)。

