



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2011-0046839
(43) 공개일자 2011년05월06일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01) *H01L 51/50* (2006.01)

(21) 출원번호 10-2009-0103523

(22) 출원일자 2009년10월29일

심사청구일자 2009년10월29일

(71) 출원인

경상대학교산학협력단

경상남도 진주시 가좌동 900

(72) 발명자

김윤희

경상남도 진주시 평거동 들말홍한아파트 110동 1301호

오대환

경상남도 거창군 마리면 말흘리 425-1번지

권순기

경상남도 진주시 평거동 들말홍한아파트 110-1301

(74) 대리인

박창희, 김종관, 권오식

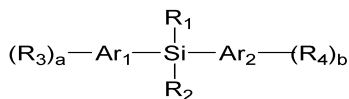
전체 청구항 수 : 총 6 항

(54) 청색 인광용 호스트 물질 및 이를 포함하는 유기 전기 발광 소자

(57) 요약

본 발명은 신규한 청색 인광용 호스트 물질 및 이를 포함하는 유기 전기 발광 소자에 관한 것으로, 보다 상세하게 본 발명에 따른 청색 인광용 호스트 물질은 하기 화학식 1로 표시되는 것을 특징으로 한다.

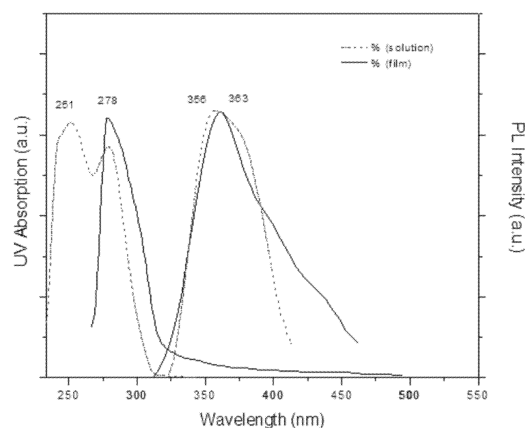
[화학식 1]



[상기 화학식 1에서, R₁, R₂, R₃, R₄, Ar₁, Ar₂, a 및 b는 각각 발명의 상세한 설명에서 정의한 바와 같다.]

본 발명에 따른 청색 인광용 호스트 물질은 유기 전기 발광 소자에 포함되어 수명과 효율을 크게 향상시키고, 저전압 구동 및 소자의 안정성을 향상시킬 수 있으므로, 유기 전기 발광 소자의 발광 호스트 물질로서 유용하게 활용될 수 있다. 또한, 상기 청색 인광용 호스트 물질은 기존 알려진 재료들에 비해 전자전달 특성을 부여하므로써 고전압에서의 롤 오프(roll off) 특성을 개선시켜 조명재료 등에 사용될 수 있다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2008-A15-006/2009-0068352/모름

부처명 지식경제부, 한국산업기술부/교육과학기술부, 과학재단/지식경제부

연구관리전문기관

연구사업명 전략기술인력양성사업/신진연구/전략기술사업

연구과제명 OLED 재료 기술개발 인력양성 사업/새로운 limb형 청색 발광 재료 개발/Soluble 저분자
blue 인광 host 개발

기여율

주관기관 경상대학교/경상대학교/SFC(썬파인캠)

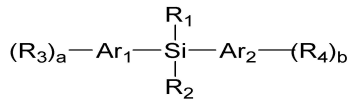
연구기간 2008년09월~2009년10월/2009년05월~2009년10월/2009 년10월~2009년10월

특허청구의 범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 화합물.

[화학식 1]



[상기 화학식 1에서,

R_1 및 R_2 는 서로 독립적으로 (C1-C20)알킬 또는 (C6-C20)아릴이고, 상기 아릴은 (C3-C20)헤테로아릴로 더 치환될 수 있고;

Ar_1 및 Ar_2 는 서로 독립적으로 (C6-C20)아릴렌이고;

R_3 및 R_4 는 서로 독립적으로 (C3-C20)헤테로아릴 또는 (C3-C20)헤테로아릴이 치환된 (C6-C20)아릴이고;

a 및 b 는 1 또는 2의 정수이고;

단, $R_1=R_2$ =(C1-C20)알킬 또는 (C6-C20)아릴이고, $Ar_1=Ar_2$ =페닐렌이고, $a=b=1$ 이면서 $R_3=R_4$ =피리디닐인 경우는 제외된다.]

청구항 2

제 1항에 있어서,

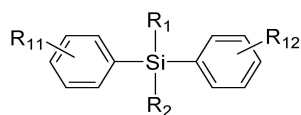
상기 Ar_1 및 Ar_2 는 서로 독립적으로 페닐렌, 바이페닐렌, 나프탈렌, 안트라세닐렌 또는 플루오레닐렌인 화합물.

청구항 3

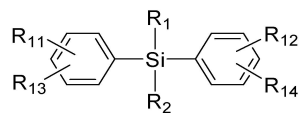
제 2항에 있어서,

하기 화학식 2 내지 화학식 4로부터 선택되는 화합물.

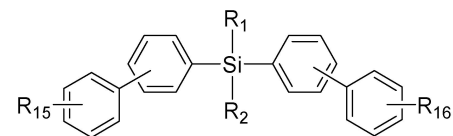
[화학식 2]



[화학식 3]



[화학식 4]

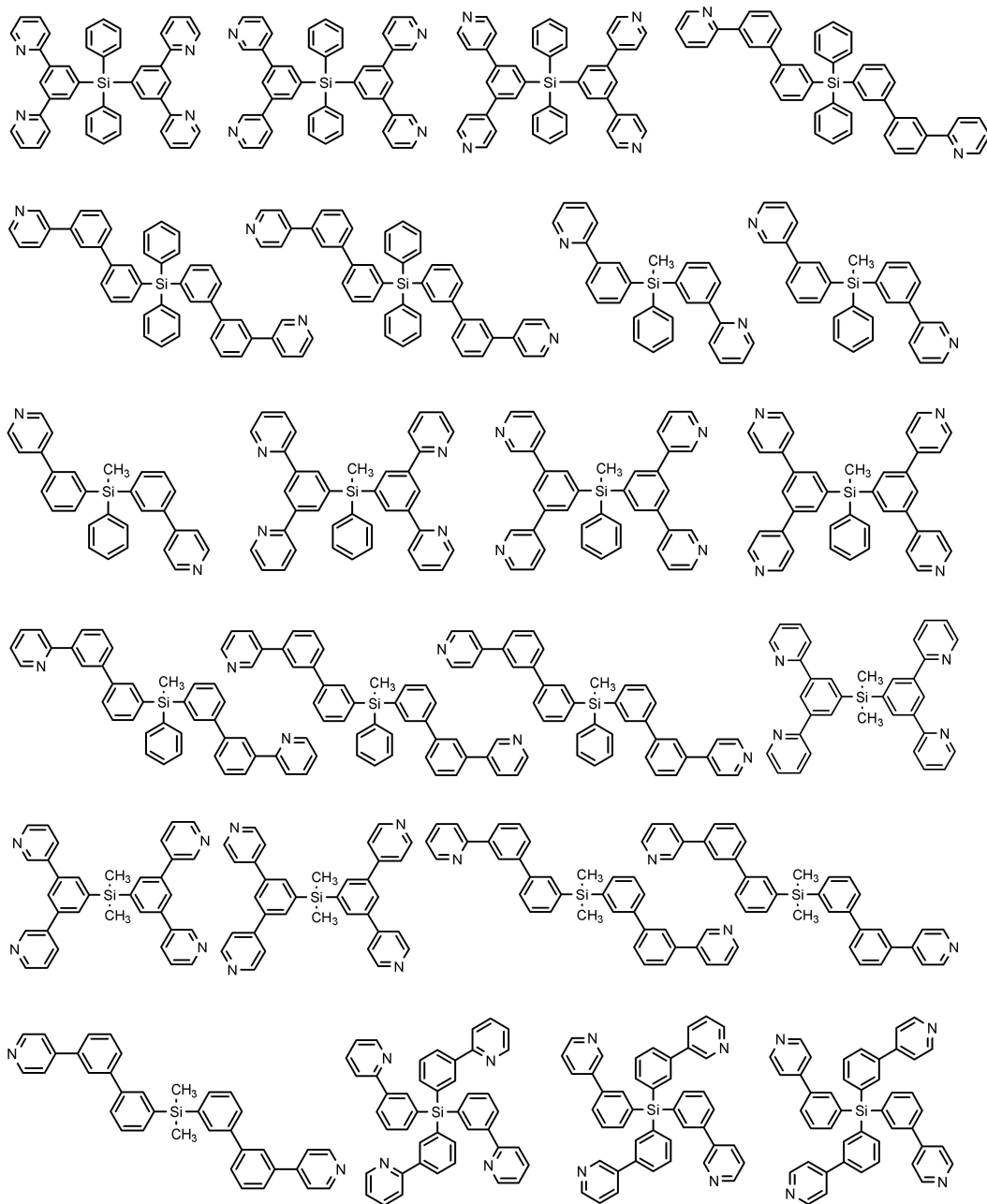


[상기 식에서, R_1 및 R_2 는 서로 독립적으로 메틸, 에틸, n-프로필, i-프로필, n-부틸, i-부틸, t-부틸, 펜틸, 헥실, 헵틸, 옥틸, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트릴 또는 피리디닐페닐이고; R_{11} 내지 R_{16} 은 서로 독립적으로 피리디닐이다.]

청구항 4

제 3항에 있어서,

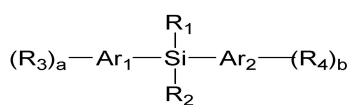
하기 화합물로부터 선택되는 화합물.



청구항 5

양극, 음극 및 양 전극 사이의 발광층을 포함하는 유기 전기 인광 소자에 있어서, 하기 화학식 1의 화합물을 청색 인광 발광용 호스트 물질로 발광층에 포함하는 유기 전기 발광 소자.

[화학식 1]



[상기 화학식 1에서,

R_1 및 R_2 는 서로 독립적으로 (C1-C20)알킬 또는 (C6-C20)아릴이고, 상기 아릴은 (C3-C20)헤테로아릴로 더 치환될 수 있고;

Ar_1 및 Ar_2 는 서로 독립적으로 (C6-C20)아릴렌이고;

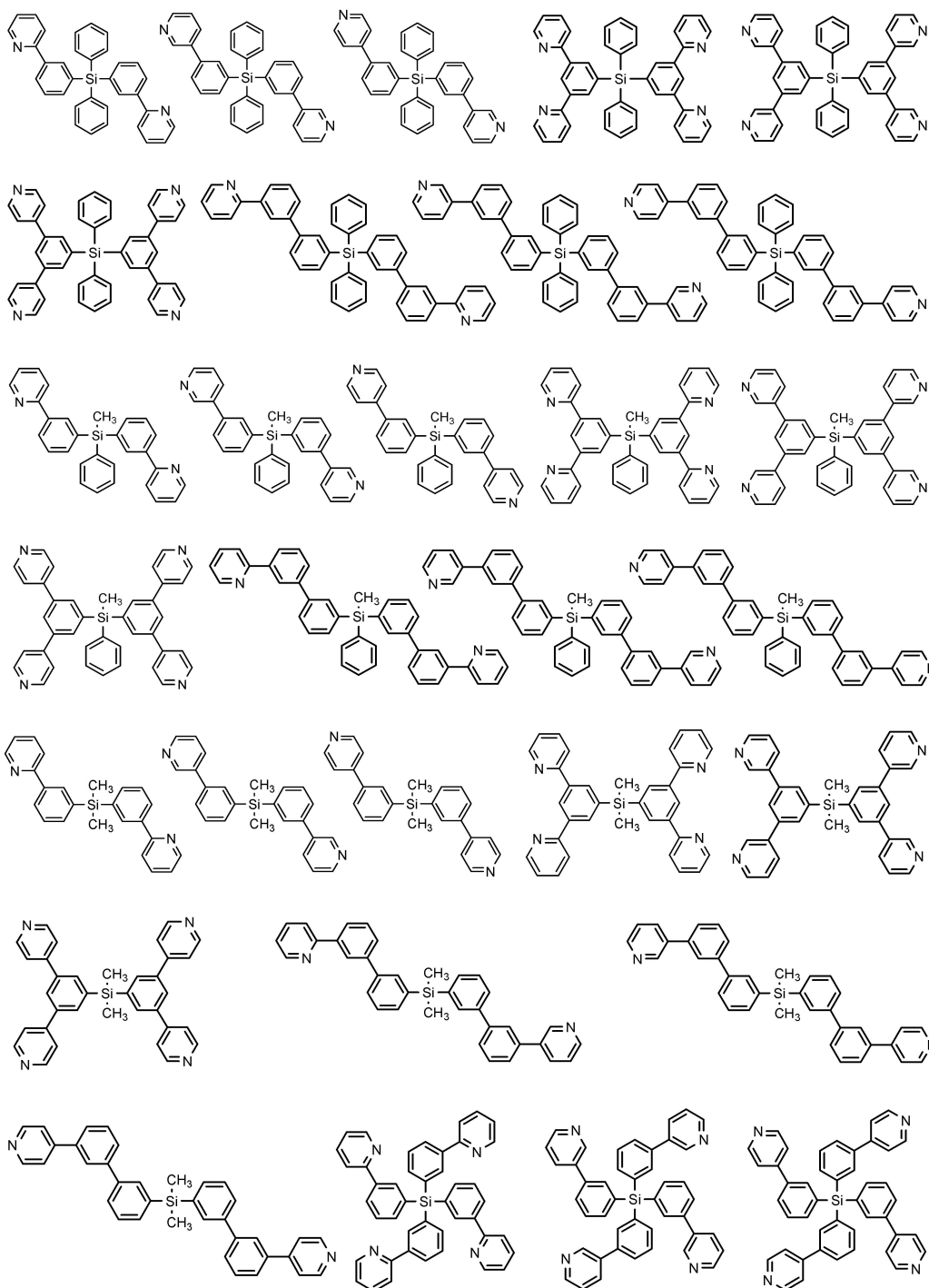
R_3 및 R_4 는 서로 독립적으로 (C3-C20)헤테로아릴 또는 (C3-C20)헤테로아릴이 치환된 (C6-C20)아릴이고;

a 및 b는 1 또는 2의 정수이다.]

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 청색 인광 발광용 호스트 물질은 하기 화합물로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 전기 발광 소자.



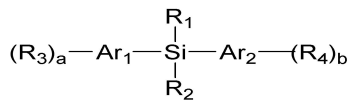
명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 신규한 청색 인광용 호스트 물질 및 이를 포함하는 유기 전기 발광 소자에 관한 것으로, 보다 상세하게 본 발명에 따른 청색 인광용 호스트 물질은 하기 화학식 1로 표시되는 것을 특징으로 한다.

[0002] [화학식 1]



[0003]

배경 기술

[0004] 평판 표시소자는 최근들어 급성장세를 보이고 있는 인터넷을 중심으로 고도의 영상 정보화 사회를 지탱하는 매우 중요한 역할을 수행하고 있다. 특히, 자체 발광형으로 저전압 구동이 가능한 유기전기발광소자(유기EL소자)는, 평판 표시소자의 주류인 액정디스플레이(liquid crystal display, LCD)에 비해 시야각 및 대조비 등이 우수하고, 백라이트가 불필요하여 경량 및 박형이 가능하며, 소비전력 측면에서도 유리한 장점을 가진다. 또한, 응답속도가 빠르며, 색 재현 범위가 넓어 차세대 표시소자로서 주목을 받고 있다.

[0005] 일반적으로, 유기EL소자는 투명전극으로 이루어진 양극(anode), 발광영역을 포함하는 유기박막 및 금속전극(cathode)의 순으로 유리기판 위에 형성된다. 이때, 유기박막은 발광층(emitting layer, EML) 외에 정공 주입층(hole injection layer, HIL), 정공 수송층(hole transport layer, HTL), 전자 수송층(electron transport layer, ETL) 또는 전자 주입층(electron injection layer, EIL)을 포함할 수 있으며, 발광층의 발광특성상 전자 차단층(electron blocking layer, EBL) 또는 정공차단층(hole blocking layer, HBL)을 추가로 포함할 수 있다.

[0006] 이러한 구조의 유기EL소자에 전기장이 가해지면 양극으로부터 정공이 주입되고 음극으로부터 전자가 주입되며, 주입된 정공과 전자는 각각 정공 수송층과 전자 수송층을 거쳐 발광층에서 재조합(recombination)하여 발광여기자(excitons)를 형성한다. 형성된 발광여기자는 바닥상태(ground states)로 전이하면서 빛을 방출하는데, 이때, 발광 상태의 효율과 안정성을 증가시키기 위해 발광 색소(게스트)를 발광층(호스트)에 도핑하기도 한다.

[0007] 최근에는, 형광 발광물질 뿐 아니라 인광 발광물질도 유기EL소자의 발광물질로 사용될 수 있음이 알려졌으며, 이러한 인광 발광은 바닥상태에서 여기상태로 전자가 전이한 후, 계간 전이(intersystem crossing)를 통해 단일항 여기자가 삼중항 여기자로 비발광전이된 다음, 삼중항 여기자가 바닥상태로 전이하면서 발광하는 메카니즘으로 이루어진다. 이때, 삼중항 여기자의 전이 시 직접 바닥상태로 전이할 수 없어(spin forbidden) 전자 스핀의 뒤바뀜(flipping)이 진행된 이후에 바닥상태로 전이되는 과정을 거치기 때문에 형광보다 수명(발광시간)(lifetime)이 길어지는 특성을 갖는다. 즉, 형광 발광의 발광 지속기간(emission duration)은 수 나노초(several nano seconds)에 불과하지만, 인광 발광의 경우는 상대적으로 긴 시간인 수 마이크로초(several micro seconds)에 해당한다.

[0008] 전기인광소자의 경우, 인광 발광 호스트 물질의 선정이 발광효율에 직접적인 영향을 미친다. 인광물질의 발광은 삼중항으로부터 일어나므로, 호스트의 삼중항 에너지가 게스트의 삼중항 에너지보다 클수록 호스트 물질로부터 게스트 물질로의 삼중항 에너지 전이가 효과적으로 일어날 수 있다. 또한, 일반적으로 삼중항 에너지는 일중항 에너지에 비하여 1eV 정도 낮기 때문에 형광물질에 비해 HOMO(highest occupied molecular orbital)-LUMO(lowest unoccupied molecular orbital) 간의 간격이 큰 물질이 호스트 물질로 바람직하다. 즉, 호스트의 삼중항이 게스트 인광 물질의 삼중항 에너지보다 낮으면 흡열 에너지 전이를 이용하므로 외부 발광효율이 낮아지게 되고, 호스트의 삼중항이 게스트의 삼중항 에너지보다 높으면 발열 에너지 전이를 이용하므로 높은 발광효율을 나타내게 된다.

발명의 내용

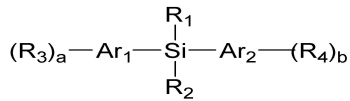
해결 하고자하는 과제

[0009] 따라서, 본 발명의 목적은 높은 발광 효율의 특성을 갖는 청색 인광 발광용 호스트 물질 및 이를 포함하는 유기 전기 발광 소자를 제공하는 것이다.

과제 해결수단

[0010] 본 발명은 신규한 청색 인광용 호스트 물질 및 이를 포함하는 유기 전기 발광 소자에 관한 것으로, 보다 상세하게 본 발명에 따른 청색 인광용 호스트 물질은 하기 화학식 1로 표시되는 것을 특징으로 한다.

[0011] [화학식 1]



[0012]

[0013] [상기 화학식 1에서,

[0014] R_1 및 R_2 는 서로 독립적으로 (C1-C20)알킬 또는 (C6-C20)아릴이고, 상기 아릴은 (C3-C20)헤테로아릴로 더 치환될 수 있고;

[0015] Ar_1 및 Ar_2 는 서로 독립적으로 (C6-C20)아릴렌이고;

[0016] R_3 및 R_4 는 서로 독립적으로 (C3-C20)헤테로아릴 또는 (C3-C20)헤테로아릴이 치환된 (C6-C20)아릴이고;

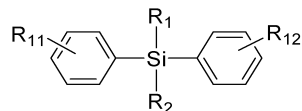
[0017] a 및 b 는 서로 독립적으로 1 또는 2의 정수이고;

[0018] 단, $R_1=R_2=(C1-C20)$ 알킬 또는 (C6-C20)아릴이고, $Ar_1=Ar_2=$ 페닐렌이고, $a=b=1$ 이면서 $R_3=R_4=$ 피리디닐인 경우는 제외된다.]

[0019] 본 발명의 화학식 1의 화합물은 상기 화학식 1에서 Ar_1 및 Ar_2 는 서로 독립적으로 페닐렌, 바이페닐렌, 나프탈렌, 안트라세닐렌 또는 플루오레닐렌인 것이 바람직하다.

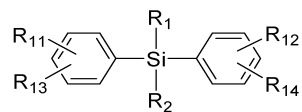
[0020] 본 발명의 화학식 1의 화합물은 하기 화학식 2 내지 화학식 4로부터 선택된다.

[0021] [화학식 2]



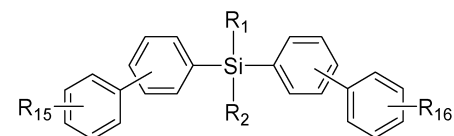
[0022]

[0023] [화학식 3]



[0024]

[0025] [화학식 4]



[0026]

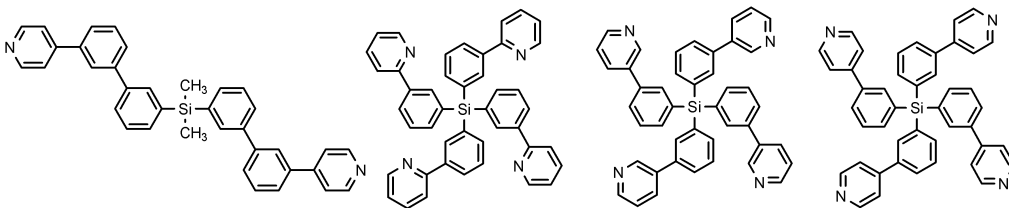
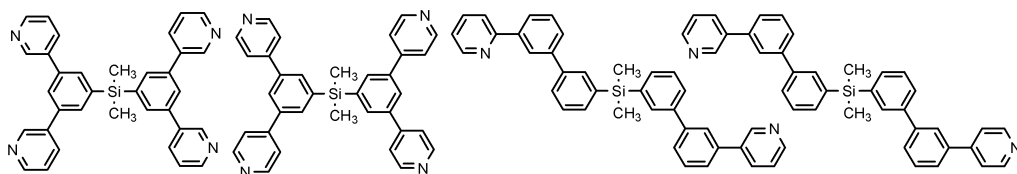
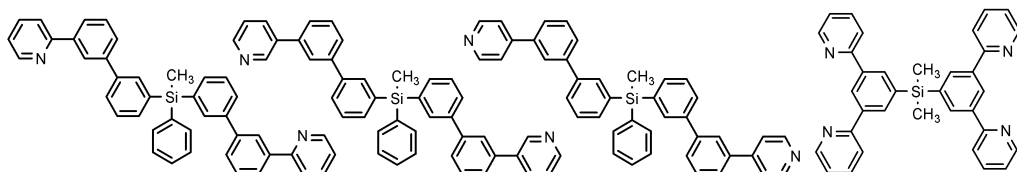
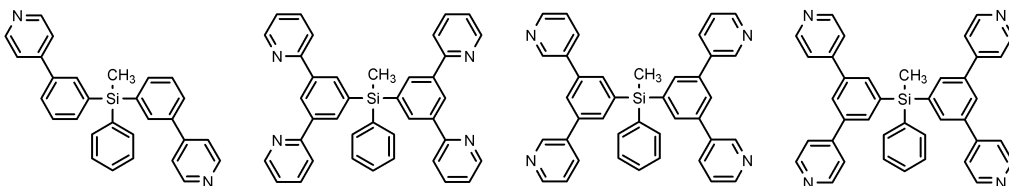
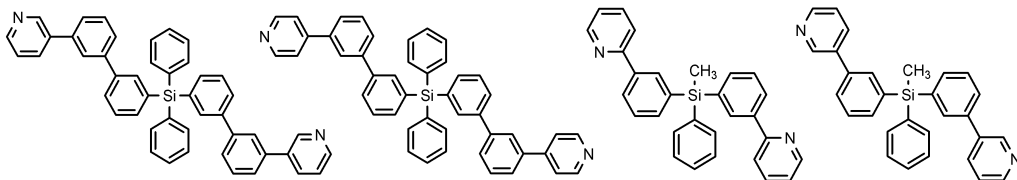
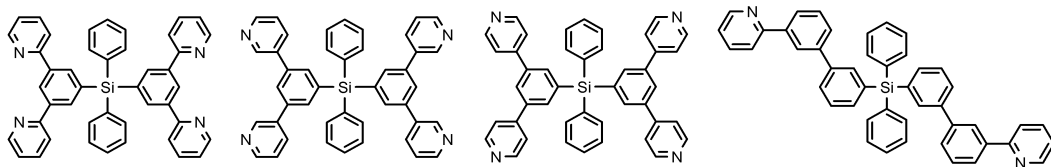
[0027] [상기 식에서,

[0028] R_1 및 R_2 는 서로 독립적으로 메틸, 에틸, n-프로필, i-프로필, n-부틸, i-부틸, t-부틸, 펜틸, 헥실, 헵틸, 옥틸, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트릴 또는 피리디닐페닐이고;

[0029] R_{11} 내지 R_{16} 은 서로 독립적으로 피리디닐이다.]

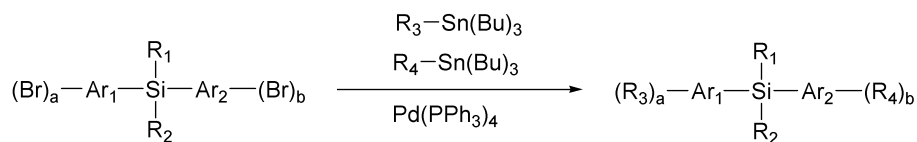
[0030] 본 발명의 화학식 1의 화합물은 구체적으로 하기의 화합물로서 예시될 수 있으나, 하기 화합물이 본 발명을 한

정하는 것은 아니다.



본 발명에 따른 청색 인광용 호스트 물질은 하기 반응식 1에 나타난 바와 같이, 제조될 수 있다.

[반응식 1]

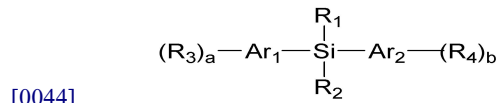


[상기 반응식 1에서, R₁, R₂, R₃, R₄, Ar₁, Ar₂, a 및 b는 상기 화학식 1에서의 정의와 동일하다.]

본 발명에 따른 상기 화학식 1의 청색 인광용 호스트 물질을 이용하여, 전기적 안정성 및 발광효율이 우수하며, 고휘도 발광 및 높은 색순도 구현이 가능한 청색 발광의 유기 전기 발광 소자를 제작할 수 있다. 또한, 상기 청색 인광용 호스트 물질은 고전압에서의 롤 오프(roll off)를 현저하게 감소시켜 조명재료 등에 사용될 수 있다.

[0042] 본 발명은 유기 전기 발광 소자를 제공하며, 본 발명에 따른 유기 전기 발광 소자는 양극, 음극 및 양 전극 사이의 발광층을 포함하는 유기 전기 발광 소자에 있어서, 하기 화학식 1의 화합물을 청색 인광 발광용 호스트 물질로 발광층에 포함하는 유기 전기 발광 소자이다.

[0043] [화학식 1]



[0045] [상기 화학식 1에서,

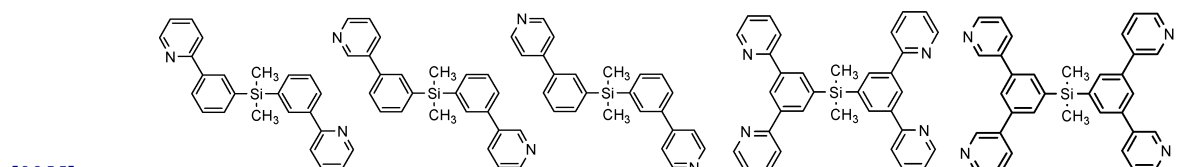
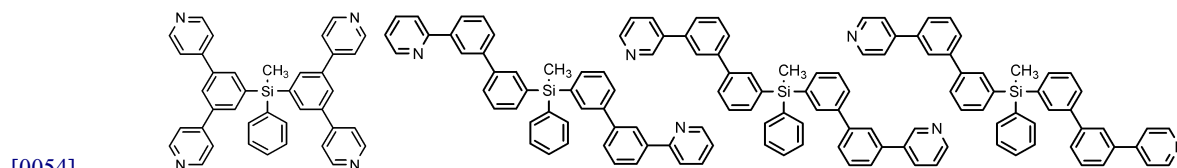
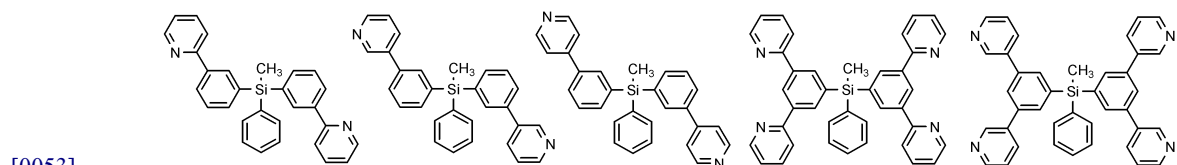
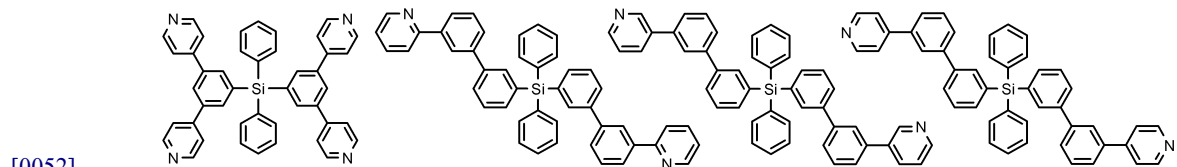
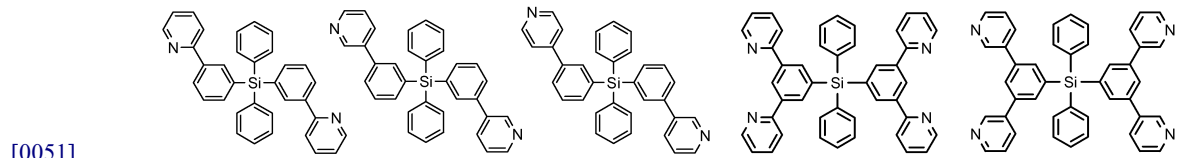
[0046] R_1 및 R_2 는 서로 독립적으로 (C1-C20)알킬 또는 (C6-C20)아릴이고, 상기 아릴은 (C3-C20)헤테로아릴로 더 치환될 수 있고;

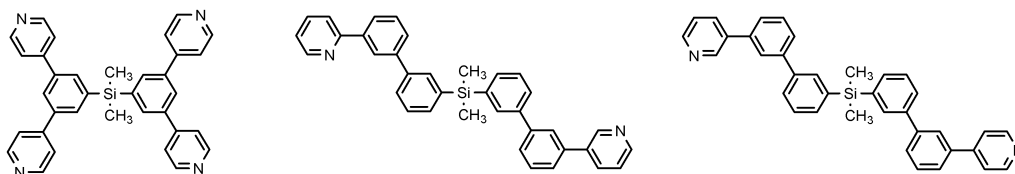
[0047] Ar_1 및 Ar_2 는 서로 독립적으로 (C6-C20)아릴렌이고;

[0048] R_3 및 R_4 는 서로 독립적으로 (C3-C20)헤테로아릴 또는 (C3-C20)헤테로아릴이 치환된 (C6-C20)아릴이고;

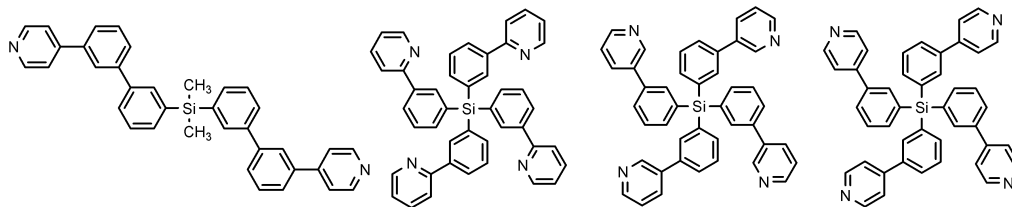
[0049] a 및 b는 1 또는 2의 정수이다.]

[0050] 본 발명의 유기 전기 발광 소자의 발광층에 포함되는 청색 인광 발광용 호스트 물질은 하기 화합물로부터 선택된다.





[0056]



[0057]

효과

[0058]

본 발명에 따른 청색 인광용 호스트 물질은 유기 전기 발광 소자에 있어서, 전기적 안정성 및 발광효율이 향상시키고, 고휘도 발광 및 높은 색순도 구현이 가능한 청색 발광의 유기 전기 발광 소자를 제작할 수 있다. 또한, 상기 청색 인광용 호스트 물질은 고전압에서의 롤 오프(roll off)를 현저하게 감소시켜 조명재료 등에 사용될 수 있다.

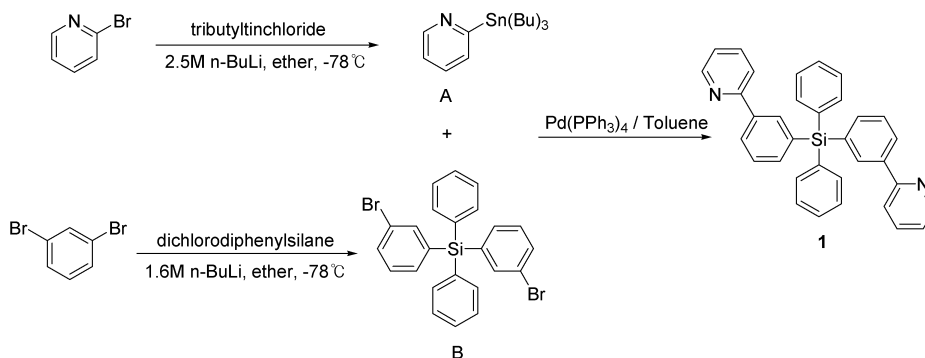
발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0059]

이하에서, 본 발명의 상세한 이해를 위하여 본 발명의 대표 화합물을 들어 본 발명에 따른 청색 인광용 호스트 물질, 이의 제조방법 및 소자의 발광특성을 설명하나, 이는 단지 그 실시 양태를 예시하기 위한 것일 뿐, 본 발명의 범위를 한정하는 것은 아니다.

[0060]

[제조예 1] 화합물 1의 제조



[0061]

화합물 A의 제조

[0063]

질소기류 하, 에터용액(260mL)에 2-브로모피리딘(30g, 189.87mmol)을 넣고 -78℃까지 냉각시킨 후, 이것에 n-부틸리튬의 헥산용액(2.5M, 91.14mL)를 적하시켰다. 적하 후 온도를 유지시키며 한 시간 동안 교반하였다. 그리고 계속해서 -78℃를 유지하면서 트리부틸틴 클로라이드(61.81g, 189.87mmol)를 첨가한 후 천천히 실온으로 맞추고 12시간 교반하였다. 반응용액에 물을 가하여 반응을 완결시킨 후 에터로 추출하고, 추출용매를 증류 제거한 후 진공 분별증류로 정제하여 화합물 A(투명한 액체, 51.2g, 73%)를 얻었다.

[0064]

$^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 8.75(d, 1H), 7.49(t, 1H), 7.42(d, 1H), 7.14(t, 1H), 1.55(m, 3H), 1.13(m, 6H), 0.92(m, 3H); MS (FAB) (calcd for $\text{C}_{17}\text{H}_{31}\text{NSn}$, 369.15 ; found, 370.2) m/e: 370.2, 369.2, 368.2, 367.2, 366.2.

[0065]

화합물 B의 제조

[0066] 질소기류 하, 에터용액(60mL)에 1,3-다이브로모벤젠(5g, 21.20mmol)을 넣고 -78℃까지 냉각시킨 후, 이것에 n-부틸리튬의 헥산용액(1.6M, 14.57mL)를 적하시켰다. 적하 후 온도를 유지시키며 한 시간 동안 교반하였다. 그리고 계속해서 -78℃를 유지하면서 다이클로로다이페닐실란(2.15g, 8.478mmol)을 첨가한 후 천천히 가열하여 12시간 환류 시켰다. 반응용액에 물을 가하여 반응을 완결시킨 후 에터로 추출하고, 추출용매를 증류 제거한 후 헥산을 가하여 흰색 고체를 생기면 헥산으로 씻어 불순물을 제거하여 화합물 B(흰색 고체, 3.16g, 30%)를 얻었다.

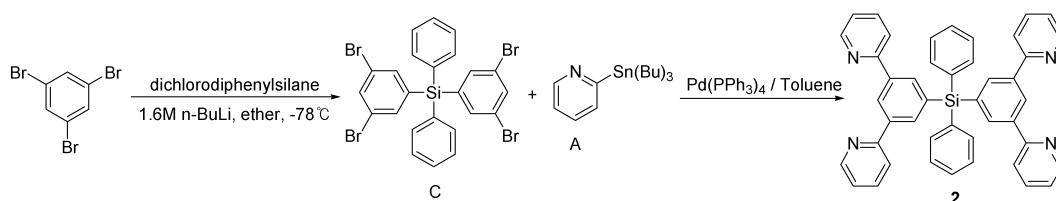
[0067] $^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 7.62-7.63(m, 4H), 7.53(t, 2H), 7.36-7.46(m, 12H)

[0068] 화합물 1의 제조

[0069] 질소기류 하, 톨루엔용액(16mL)에 화합물 A(1.63g, 4.45mmol), 화합물 B(1.00g, 2.02mmol)를 넣은 후 30분간 질소 버블링하였다. 그리고 50℃로 가열 후 팔라듐(0)촉매(0.14g, 3mol%)를 넣고 95℃에서 이틀 동안 환류시켰다. 반응용액에 2N 염산을 넣고 한 시간가량 교반 후 클로로폼으로 추출하고, 탄산나트륨으로 염기처리 하였다. 추출용매를 증류 제거한 후 컬럼크로마토그래피로 정제하여 화합물 1(0.73g, 73%)을 얻었다.

[0070] $^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 8.67(d, 1H), 8.20(s, 1H), 8.13(s, 1H), 7.70-7.41(m, 7H), 7.26(d, 1H); $^{13}\text{C-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 157.5, 149.5, 138.7, 137.1, 136.8, 136.4, 134.7, 134.5, 133.9, 129.7, 128.6, 128.4, 127.9, 122.1, 120.8; MS (EI+) (calcd for $\text{C}_{34}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{Si}$, 490.7 ; found, 490.0) m/e: 489.0, 413.0, 412.0, 334.0, 336.0.

[0071] [제조예 2] 화합물 2의 제조



[0072]

[0073] 화합물 C의 제조

[0074] 질소기류 하, 에터용액(260mL)에 1,3,5-트라이브로모벤젠(10g, 31.77mmol)을 넣고 -78℃까지 냉각시킨 후, 이것에 n-부틸리튬의 헥산용액(1.6M, 19.85mL)를 적하시켰다. 적하 후 온도를 유지시키며 한 시간 동안 교반하였다. 그리고 계속해서 -78℃를 유지하면서 다이클로로다이페닐실란(4.02g, 15.88mmol)을 첨가한 후 천천히 가열하여 12시간 환류 시켰다. 반응용액에 물을 가하여 반응을 완결시킨 후 에터로 추출하고, 추출용매를 증류 제거한 후 실리카겔 컬럼크로마토그래피로 정제하여 화합물 C(흰색 고체, 6.84g, 33%)를 얻었다.

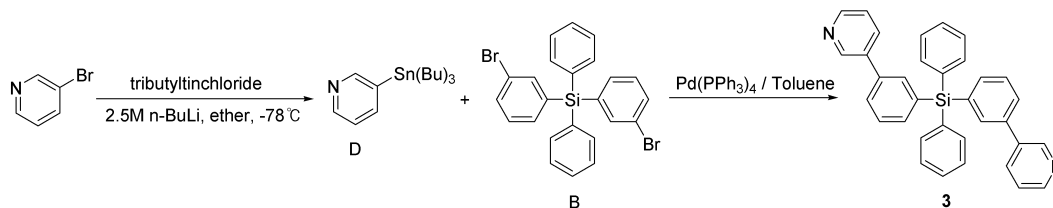
[0075] $^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 7.71(s, 2H), 7.45-7.36(m, 14H); $^{13}\text{C-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 138.6, 137.1, 136.2, 135.7, 130.7, 128.5, 123.6.

[0076] 화합물 2의 제조

[0077] 질소기류 하, 톨루엔용액(20mL)에 화합물 C(1.5g, 2.30mmol), 화합물 A(5.08g, 13.8mmol)를 넣은 후 30분간 질소 버블링하였다. 그리고 50℃로 가열 후 팔라듐(0)촉매(0.16g, 6mol%)를 넣고 95℃에서 이틀 동안 환류시켰다. 반응용액에 2N 염산을 넣고 한 시간가량 교반 후 클로로폼으로 추출하고, 탄산나트륨으로 염기처리 하였다. 추출용매를 증류 제거한 후 컬럼크로마토그래피로 정제하여 화합물 2(1.1g, 74.2%)을 얻었다.

[0078] $^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 8.81(s, 1H), 8.68(d, 2H), 8.34(s, 2H), 7.43-7.77(m, 9H), 7.21(t, 2H); MS (EI+) (calcd for $\text{C}_{44}\text{H}_{32}\text{N}_2\text{Si}$, 644.24 ; found, 565) m/e: 643, 554, 488, 411.

[0079] [제조예 3] 화합물 3의 제조



[0080]

[0081] **화합물 D의 제조**

[0082] 질소기류 하, 에터용액(260mL)에 3-브로모피리딘(30g, 189.87mmol)을 넣고 -78℃까지 냉각시킨 후, 이것에 n-부틸리튬의 헥산용액(2.5M, 91.14mL)를 적하시켰다. 적하 후 온도를 유지시키며 한 시간 동안 교반하였다. 그리고 계속해서 -78℃를 유지하면서 트라이부틸틴 클로라이드(61.81g, 189.87mmol)를 첨가한 후 천천히 실온으로 맞추고 12시간 교반하였다. 반응용액에 물을 가하여 반응을 완결시킨 후 에터로 추출하고, 추출용매를 증류 제거한 후 진공 분별증류로 정제하여 화합물 D(노란색 액체, 48.6g, 69.5%)를 얻었다.

[0083] $^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 8.83(s, 1H), 8.51(d, 1H), 8.10(d, 1H), 7.38(t, 1H), 1.78(t, 3H), 1.32-1.28(m, 6H), 0.93(d, 3H)

[0084] **화합물 3의 제조**

[0085] 질소기류 하, 톨루엔용액(20mL)에 화합물 B(1g, 2.02mmol), 화합물 D(1.71g, 4.65mmol)를 넣은 후 30분간 질소 버블링하였다. 그리고 50℃로 가열 후 팔라듐(0)촉매(0.12g, 5mol%)를 넣고 95℃에서 이를 동안 환류시켰다. 반응용액에 2N 염산을 넣고 한 시간가량 교반 후 클로로폼으로 추출하고, 탄산나트륨으로 염기처리 하였다. 추출용매를 증류 제거한 후 컬럼크로마토그래피로 정제하여 화합물 3(0.4g, 40%)을 얻었다.

[0086] $^1\text{H-NMR}$ (300MHz, CDCl_3) δ : 8.80(s, 1H), 8.58(s, 1H), 7.81(d, 2H), 7.66-7.60(m, 9H), 7.52-7.39(m, 13H)

[0087] [실시예 1] 본 발명의 청색 인광용 호스트 물질을 이용한 유기 전기 발광 소자의 제작

[0088] 우선, OLED용 글래스로부터 얻어진 투명전극 ITO 박막(15 $\Omega/\square$)을, 트리클로로에틸렌, 아세톤, 에탄올, 증류수를 순차적으로 사용하여 초음파 세척을 실시한 후, 이소프로판올에 넣어 보관한 후 사용하였다. 이 ITO 박막 위에 4,4',4"-트리스(N,N-(2-나프틸)-페닐아미노)트리페닐아민 (2-TNATA)을 증착하여 30 nm의 정공 주입층을 형성한 후, 그 위에 1,1'-비스[(4-톨릴아미노)페닐]사이클로hex산 (TAPC)을 증착하여 60 nm의 정공전달층을 형성하였으며, 이어서, 이리듐(III)비스[4,6-디-플루오로페닐-피리디네이트 N,C2] 피콜리네이트(Firpic) 8중량%가 도핑된 N,N'-디카바졸릴-3,5-벤젠(mCP)을 상기 정공전달층 위에 증착하여 20 nm의 제1발광층을 형성하였다. 상기 제1발광층 위에 이리듐(III)비스[4,6-디-플루오로페닐-피리디네이트 N,C2] 피콜리네이트(Firpic) 15중량%가 도핑된 본 발명의 화합물 1(GSH-1)을 증착하여 10 nm의 제2발광층을 형성하였다. 이어서 상기 제2발광층 위에 정공차단층으로 비스(2-메틸-8-퀴놀리네이트)(p-페닐페놀레이트)알루미늄(III) (BALq)을 40 nm의 두께로 증착시킨 다음, 전자주입층으로 하기 구조의 화합물 리튬 퀴놀레이트(Liq)를 1 nm 두께로 증착하고, 상기 전자주입층 위에 Al을 증착하여 100nm의 음극을 형성함으로써 본 발명에 따른 유기 전기 발광 소자를 제조하였다.

[0089] 제조된 유기 전기 발광 소자는 [ITO / 2-TNATA (30 nm) / TAPC (60 nm) / mCP : 8% Firpic (20 nm) / GSH-1 (or UGH2) : 15% Firpic (10 nm) / BALq (40 nm) / LiF (1 nm) / Al (100 nm)]가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다.

[0090] [실시예 2] 본 발명의 청색 인광용 호스트 물질을 이용한 유기 전기 발광 소자의 제작

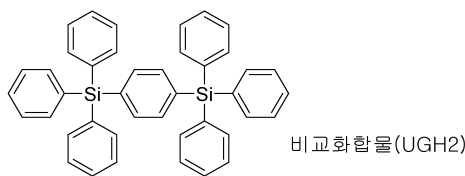
[0091] 정공차단층인 BALq를 50 nm 두께로 증착시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 소자를 제작하였다. 제조된 유기 전기 발광 소자는 [ITO / 2-TNATA (30 nm) / TAPC (60 nm) / mCP : 8% Firpic (20 nm) / GSH-1 (or UGH2) : 15% Firpic (10 nm) / BALq (50 nm) / LiF (1 nm) / Al (100 nm)]가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다.

[0092] [실시예 3] 본 발명의 청색 인광용 호스트 물질을 이용한 유기 전기 발광 소자의 제작

[0093] 정공차단층인 BAlq를 60 nm 두께로 증착시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 소자를 제작하였다. 제조된 유기 전기 발광 소자는 [ITO / 2-TNATA (30 nm) / TAPC (60 nm) / mCP : 8% FIrpic (20 nm) / GSH-1 (or UGH2) : 15% FIrpic (10 nm) / BAlq (60 nm) / LiF (1 nm) / Al (100 nm)]가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다.

[0094] [비교예 1]

[0095] 제2발광층에서 화합물 1 대신에 하기 구조의 비교화합물(UGH2)을 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 소자를 제작하였다. 제조된 유기 전기 발광 소자는 [ITO / 2-TNATA (30 nm) / TAPC (60 nm) / mCP : 8% FIrpic (20 nm) / UGH2 : 15% FIrpic (10 nm) / BAlq (40 nm) / LiF (1 nm) / Al (100 nm)]가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다.



[0096]

[0097] [비교예 2]

[0098] 제2발광층에서 화합물 1 대신에 하기 구조의 비교화합물(UGH2)을 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법으로 소자를 제작하였다. [ITO / 2-TNATA (30 nm) / TAPC (60 nm) / mCP : 8% FIrpic (20 nm) / UGH2 : 15% FIrpic (10 nm) / BAlq (50 nm) / LiF (1 nm) / Al (100 nm)]가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다.

[0099] [비교예 3]

[0100] 제2발광층에서 화합물 1 대신에 하기 구조의 비교화합물(UGH2)을 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 3과 동일한 방법으로 소자를 제작하였다. 제조된 유기 전기 발광 소자는 [ITO / 2-TNATA (30 nm) / TAPC (60 nm) / mCP : 8% FIrpic (20 nm) / UGH2 : 15% FIrpic (10 nm) / BAlq (60 nm) / LiF (1 nm) / Al (100 nm)]가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다.

[0101] 상기 실시예 1 내지 실시예 3에서 제작된 소자와 비교예 1 내지 3에서 제작된 소자의 I-V-L 특성[도 9 및 도 10], 휘도 효율-전류밀도 특성[도 11 및 도 12], 양자 효율-전류밀도 특성[도 13 및 도 14]을 측정하였고, 각 소자들의 EL 세기를 측정하였다[도 15 및 도 16]. 하기 표 1에 BAlq 정공차단층의 두께를 변화시킴에 따른 최대 EQE(external quantum efficiency), PE(power efficiency) 및 LE(luminanceefficiency)를 각각 기재하였다.

[0102] [표 1] 기존 호스트 재료와 상기 합성한 호스트 재료의 BAlq의 두께에 따른 최대 효율 비교

		Max. EQE	Max. PE	Max. LE
실시예 1	BAlq 40 nm	19.3%	23.6 lm/W	36.1 cd/A
실시예 2	BAlq 50 nm	17.2%	21.5 lm/W	34.8 cd/A
실시예 3	BAlq 60 nm	14.9%	20.0 lm/W	32.5 cd/A
비교예 1	BAlq 40 nm	20.6%	24.3 lm/W	40.8 cd/A
비교예 2	BAlq 50 nm	17.7%	21.3 lm/W	36.6 cd/A
비교예 3	BAlq 60 nm	17.5%	22.2 lm/W	38.1 cd/A

[0103]

[0104] 상기 표 1은 최대 기존의 재료와 같이 소자를 구성하여 정공차단재료의 두께를 달리하면서 최대 효율 특성만 비교한 것으로, 실시예 1 내지 3과 비교예 1 내지 3이 유사한 것으로 나타나나, 도 11 및 도 12를 비교해 보면

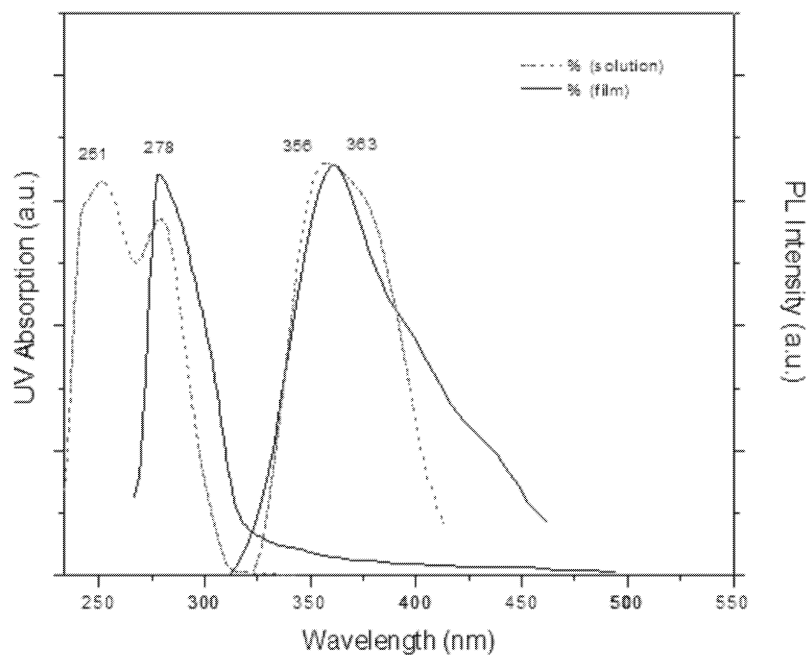
높은 전류밀도에서 특성이 본 발명의 청색 인광용 호스트 물질이 더 우수함을 알 수 있다(roll-off 감소효과).

도면의 간단한 설명

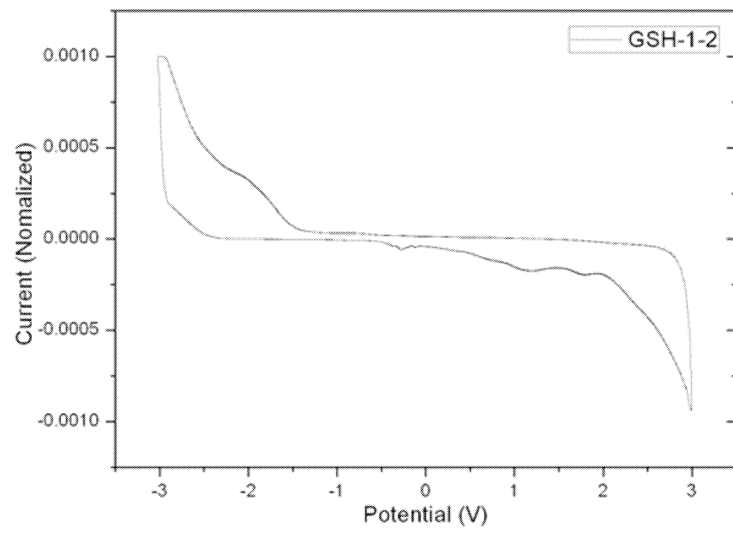
- [0105] 도 1 - 화합물 1의 UV 흡광도 및 PL 세기 스펙트럼
- [0106] 도 2 - 화합물 1의 전류-전압 특성
- [0107] 도 3 - 화합물 1의 TGA(5% 무게손실 314℃)
- [0108] 도 4 - 화합물 1의 DSC
- [0109] 도 5 - 화합물 2의 UV 흡광도 및 PL 세기 스펙트럼
- [0110] 도 6 - 화합물 2의 전류-전압 특성
- [0111] 도 7 - 화합물 2의 TGA(5% 무게손실 393℃)
- [0112] 도 8 - 화합물 2의 DSC
- [0113] 도 9 - 실시예 1 내지 3의 소자의 I-V-L 특성을 나타내는 그래프
- [0114] 도 10 - 비교예 1 내지 3의 소자의 I-V-L 특성을 나타내는 그래프
- [0115] 도 11 - 실시예 1 내지 3의 소자의 휘도 효율-전류밀도 특성을 나타내는 그래프
- [0116] 도 12 - 비교예 1 내지 3의 소자의 휘도 효율-전류밀도 특성을 나타내는 그래프
- [0117] 도 13 - 실시예 1 내지 3의 소자의 양자 효율-전류밀도 특성을 나타내는 그래프
- [0118] 도 14 - 비교예 1 내지 3의 소자의 양자 효율-전류밀도 특성을 나타내는 그래프
- [0119] 도 15 - 실시예 1 내지 3의 소자의 EL 스펙트럼
- [0120] 도 16 - 비교예 1 내지 3의 소자의 EL 스펙트럼

도면

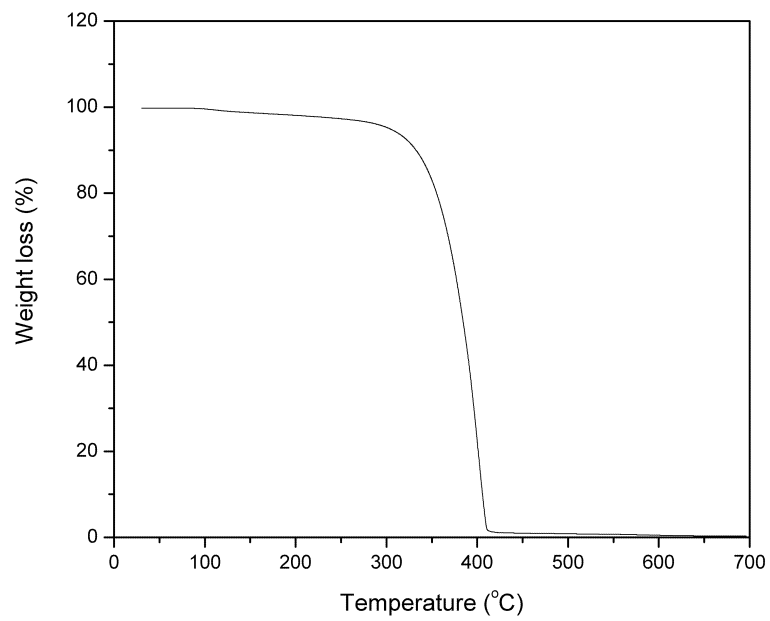
도면1



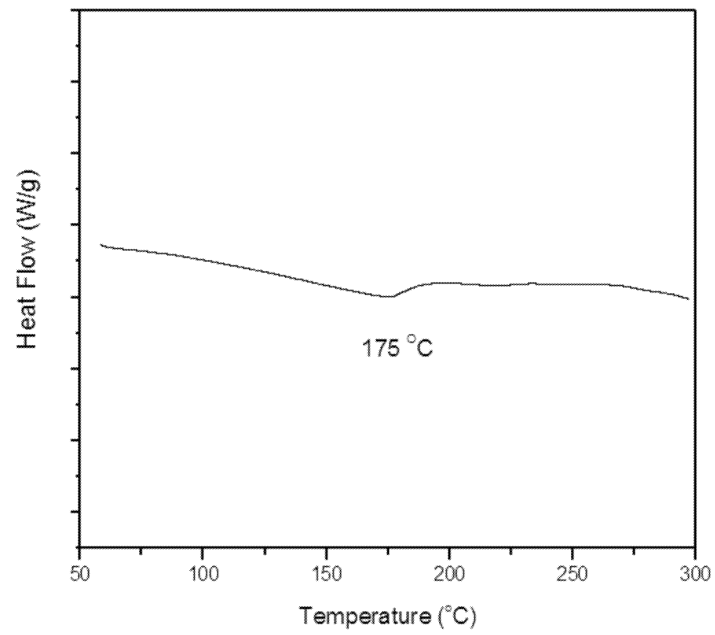
도면2



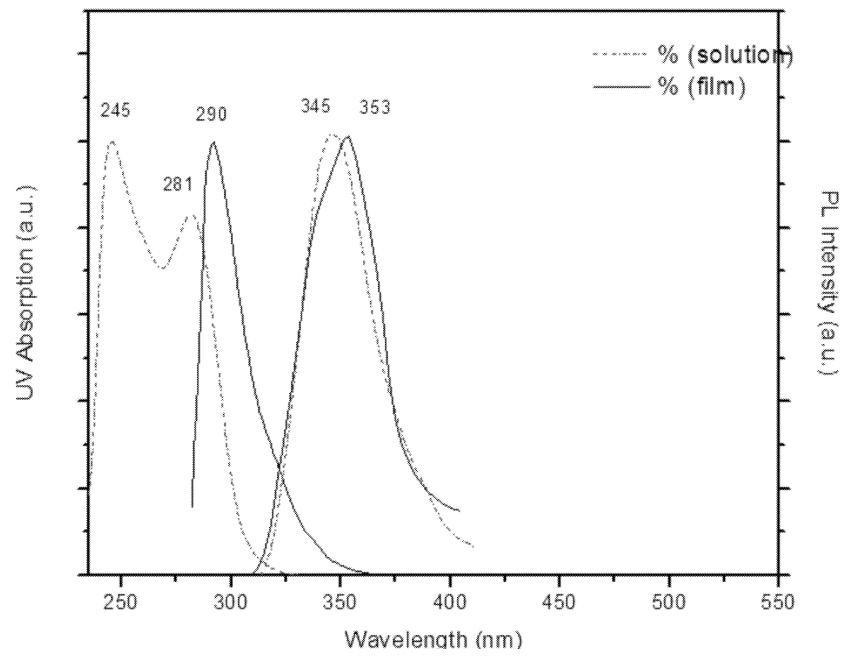
도면3



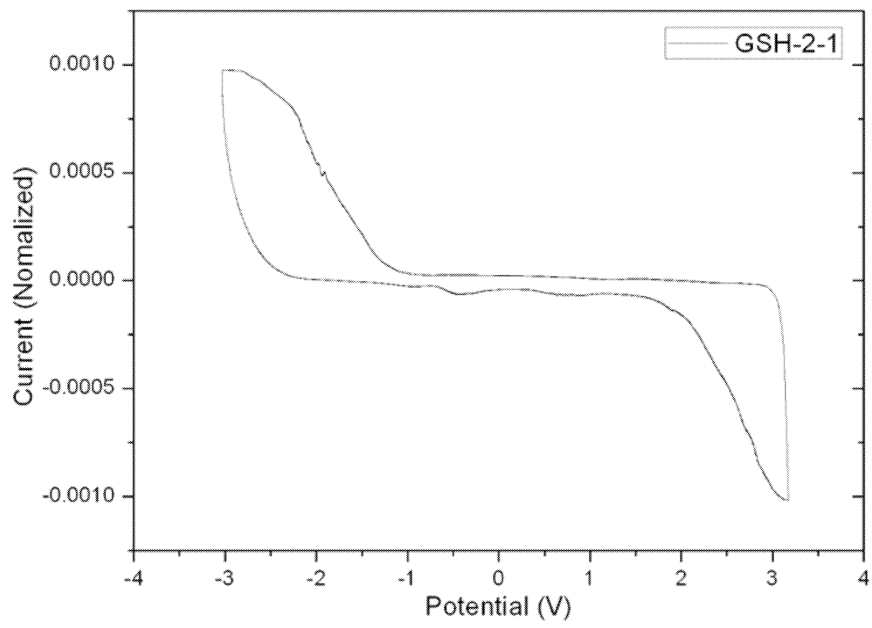
도면4



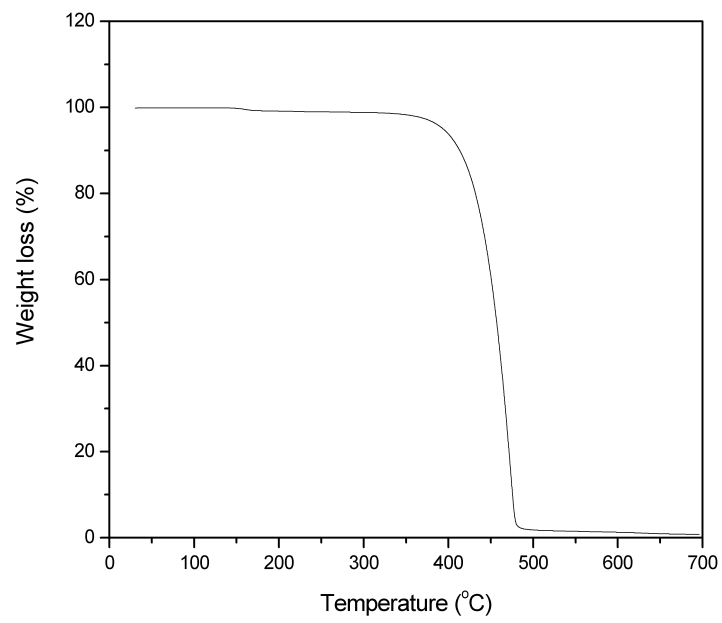
도면5



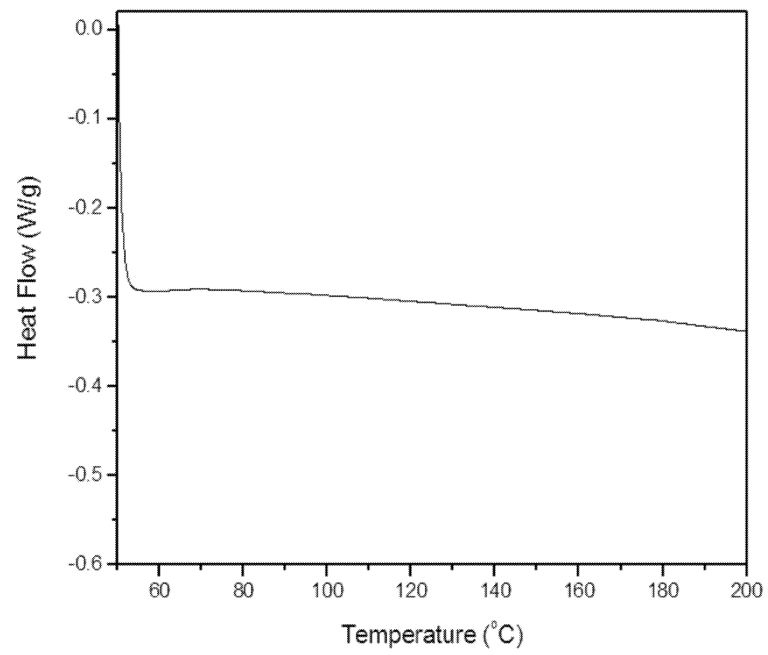
도면6



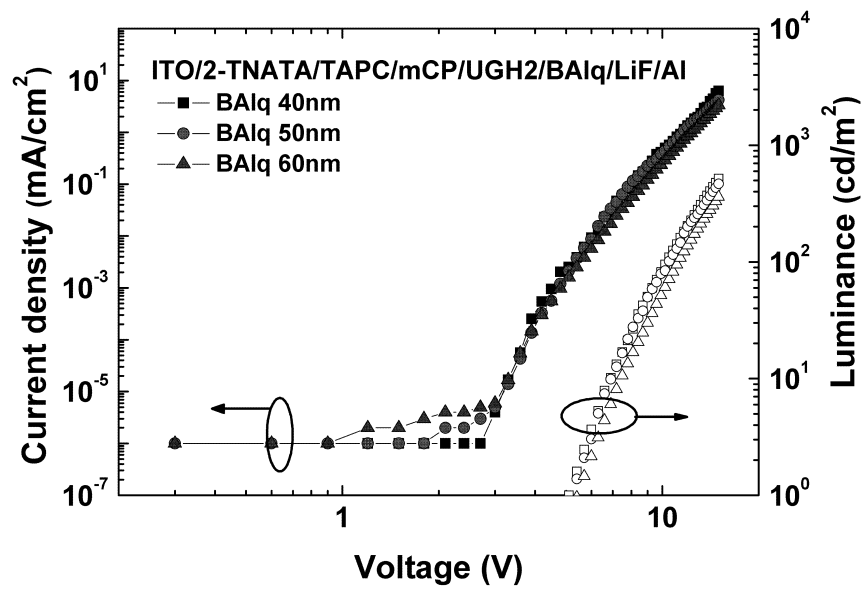
도면7



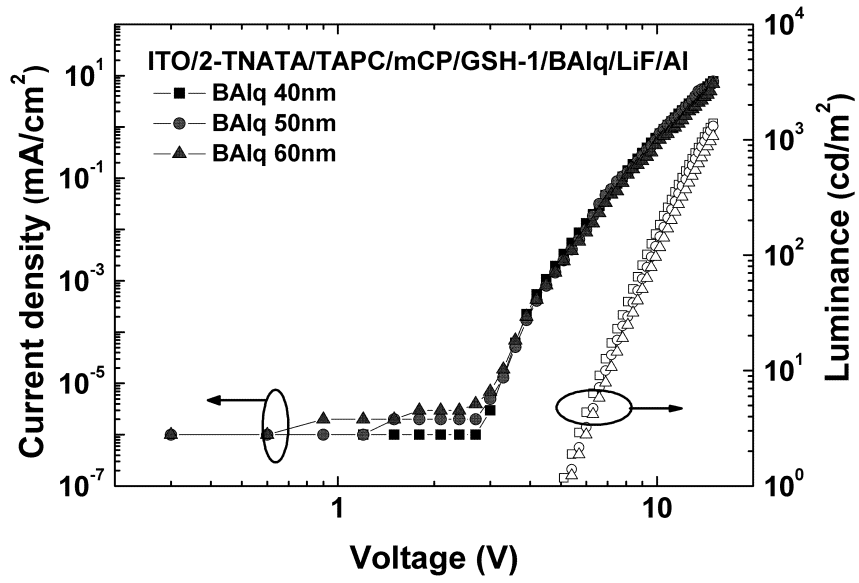
도면8



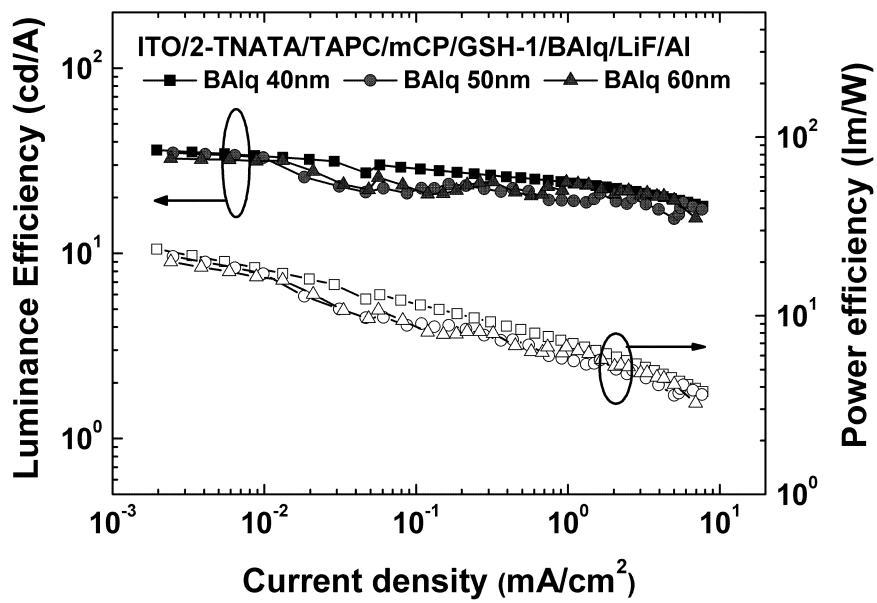
도면9



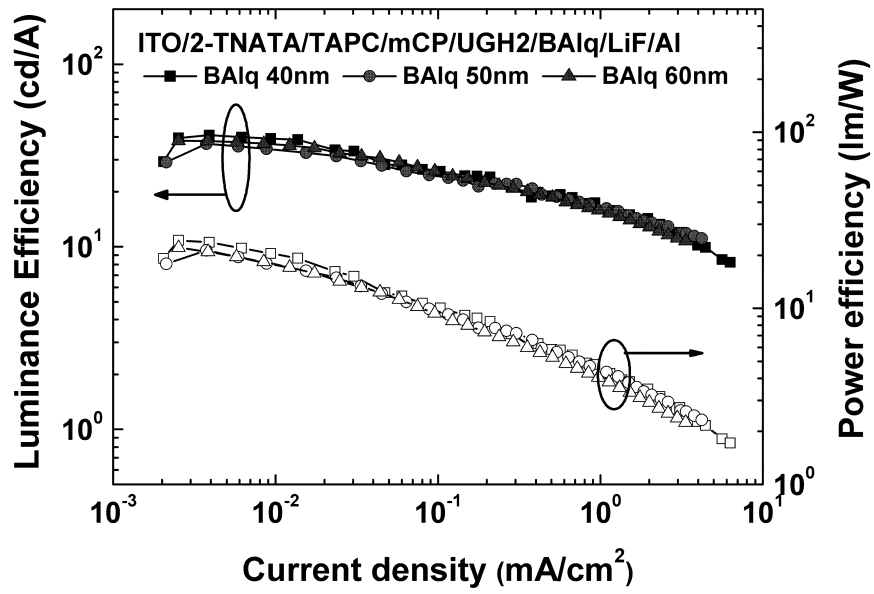
도면10



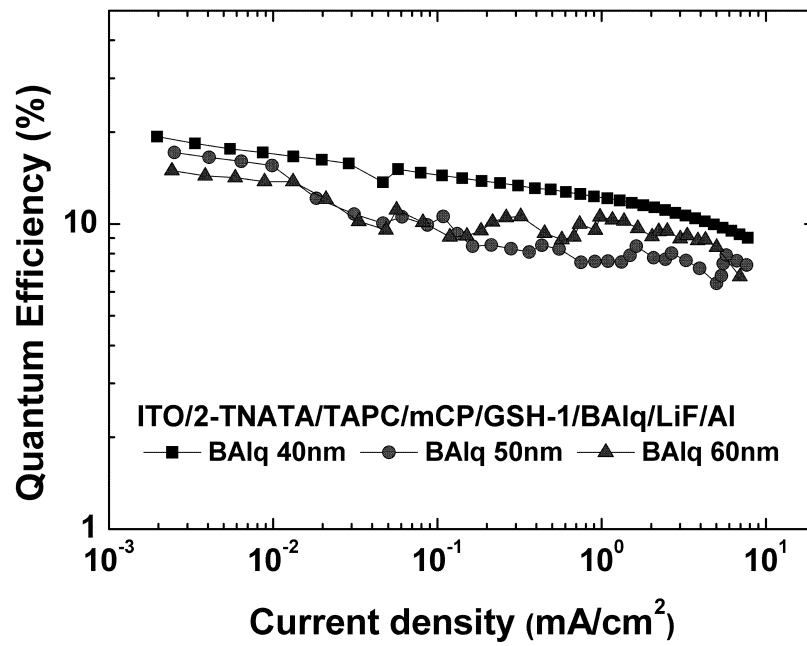
도면11



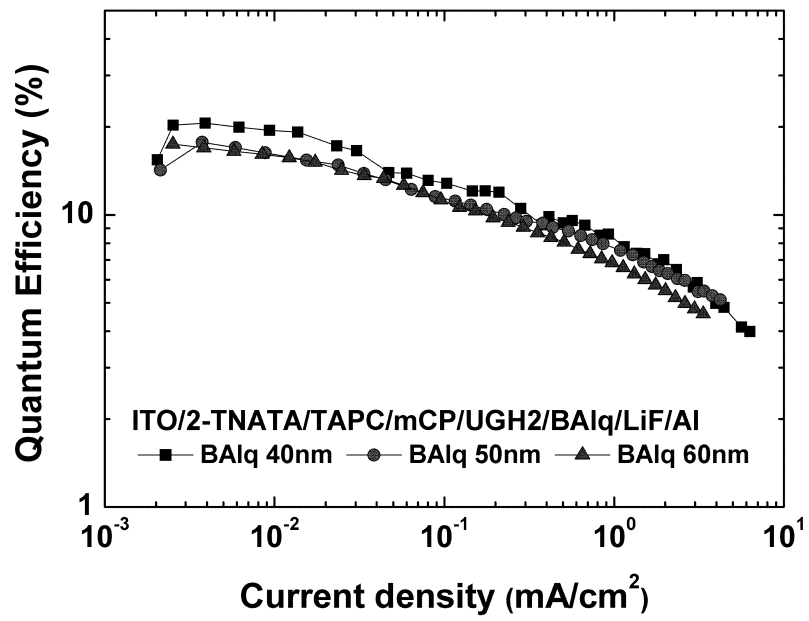
도면12



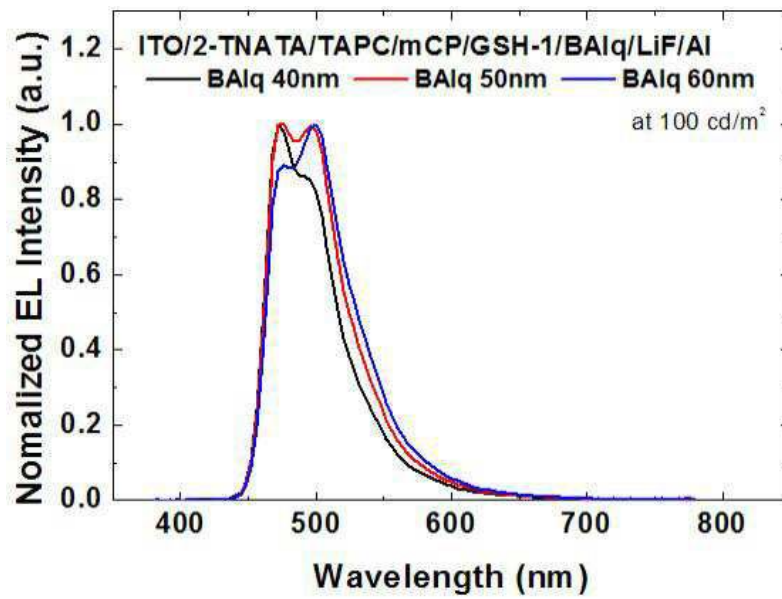
도면13



도면14



도면15



도면16

