



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0021752
(43) 공개일자 2024년02월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07D 498/04 (2006.01) H10K 50/844 (2023.01)
H10K 50/858 (2023.01) H10K 85/60 (2023.01)
(52) CPC특허분류
C07D 498/04 (2013.01)
H10K 50/844 (2023.02)
(21) 출원번호 10-2023-7037039
(22) 출원일자(국제) 2022년06월13일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2023년10월26일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2022/023676
(87) 국제공개번호 WO 2022/264974
국제공개일자 2022년12월22일
(30) 우선권주장
JP-P-2021-099695 2021년06월15일 일본(JP)

(71) 출원인
호도가야 가가쿠 고교 가부시키키가이샤
일본국 도쿄도 미나토쿠 히가시신바시 1초메 9반 2고
(72) 발명자
가세 고우키
일본국 도쿄도 미나토쿠 히가시신바시 1초메 9반 2고 호도가야 가가쿠 고교 가부시키키가이샤 나이 지바 에리코
일본국 도쿄도 미나토쿠 히가시신바시 1초메 9반 2고 호도가야 가가쿠 고교 가부시키키가이샤 나이 (뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인코리아나

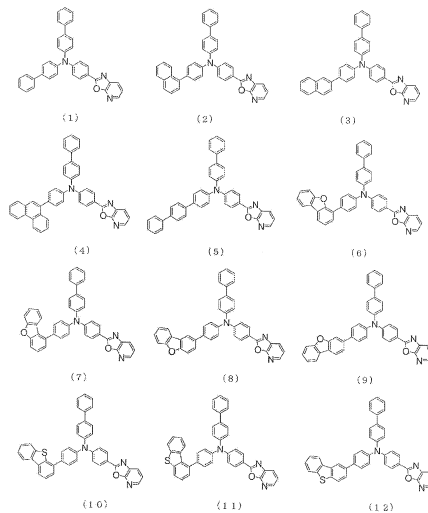
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 발명의 명칭 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물 및 그것을 사용한 유기 일렉트로 루미네선스 소자

(57) 요약

본 발명의 목적은, 유기 EL 소자의 소자 내부의 열화를 방지하고, 광 추출 효율을 대폭 개선시키기 위해서, 태양 광의 파장 400 nm 내지 410 nm 의 광을 흡광하여 소자 내부의 재료에 영향을 주지 않고, 파장 450 nm 내지 750 nm 에 있어서의 범위의 굴절률이 높은 화합물을 제공하는 것에 있다. 본 발명은, 굴절률이 높은 특정한 벤조아졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물이다. 적어도 양극 전극, 정공 수송층, 발광층, 전자 수송층, 음극 전극 및 캡핑층을 이 순으로 갖는 유기 EL 소자에 있어서, 상기 캡핑층이, 본 발명의 특정한 벤조아졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 함유하는 것이 바람직하다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

- H10K 50/858 (2023.02)
- H10K 85/615 (2023.02)
- H10K 85/633 (2023.02)
- H10K 85/636 (2023.02)
- H10K 85/657 (2023.02)
- H10K 85/6572 (2023.02)
- H10K 85/6574 (2023.02)
- H10K 85/6576 (2023.02)

(72) 발명자

양 병선

일본국 도쿄도 미나토쿠 히가시신바시 1쵸메 9반
2고 호도가야 가가쿠 고교 가부시키키가이샤 나이

황 문찬

일본국 도쿄도 미나토쿠 히가시신바시 1쵸메 9반
2고 호도가야 가가쿠 고교 가부시키키가이샤 나이

히라야마 유타

일본국 도쿄도 미나토쿠 히가시신바시 1쵸메 9반
2고 호도가야 가가쿠 고교 가부시키키가이샤 나이

하야시 슈이치

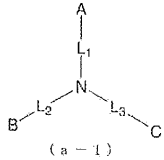
일본국 도쿄도 미나토쿠 히가시신바시 1쵸메 9반
2고 호도가야 가가쿠 고교 가부시키키가이샤 나이

명세서

청구범위

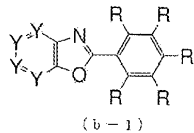
청구항 1

하기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.



식 중, A, B 및 C 는, 각각, 서로 동일해도 되고 상이해도 되며, 하기 일반식 (b-1) 로 나타내는 기, 치환 혹은 무치환의 방향족 탄화수소기, 치환 혹은 무치환의 방향족 복소 고리기, 또는 치환 혹은 무치환의 축합 다고리 방향족기를 나타내고, 단, A, B 및 C 중, 적어도 1 개는 하기 일반식 (b-1) 로 나타내는 기이다.

L₁, L₂ 및 L₃ 은, 각각, 서로 동일해도 되고 상이해도 되며, 단결합, 치환 혹은 무치환의 2 개의 방향족 탄화수소기, 치환 혹은 무치환의 2 개의 방향족 복소 고리기, 또는 치환 혹은 무치환의 2 개의 축합 다고리 방향족기를 나타낸다.



식 중, R 은, 각각, 서로 동일해도 되고 상이해도 되며, 상기 일반식 (a-1) 중의 L₁, L₂ 또는 L₃ 과의 결합 부위, 수소 원자, 중수소 원자, 염소 원자, 시아노기, 니트로기, 트리메틸실릴기, 트리페닐실릴기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 2 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알케닐기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬옥시기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬옥시기, 치환 혹은 무치환의 아릴옥시기, 치환 혹은 무치환의 방향족 탄화수소기, 치환 혹은 무치환의 방향족 복소 고리기, 또는 치환 혹은 무치환의 축합 다고리 방향족기를 나타내고, 1 개의 R 은 상기 일반식 (a-1) 중의 L₁, L₂ 또는 L₃ 과의 결합 부위를 나타낸다.

Y 는, 각각, 서로 동일해도 되고 상이해도 되며, R 이 치환된 탄소 원자 또는 질소 원자를 나타낸다. 단, Y 중, 적어도 1 개는 R 이 치환된 질소 원자이다.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

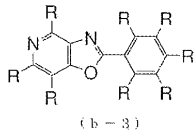
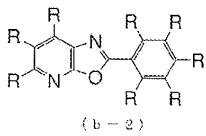
상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 A, B 및 C 중, 상기 일반식 (b-1) 로 나타내는 기 이외의 기가, 치환 혹은 무치환의 페닐기, 치환 혹은 무치환의 비페닐기, 치환 혹은 무치환의 나프틸기, 치환 혹은 무치환의 페난트레닐기, 치환 혹은 무치환의 카르바졸릴기, 치환 혹은 무치환의 벤조푸라닐기, 치환 혹은 무치환의 벤조티오펜릴기, 치환 혹은 무치환의 인돌릴기, 치환 혹은 무치환의 벤조이미다졸릴기, 치환 혹은 무치환의 이미다조피리딜기, 치환 혹은 무치환의 벤조옥사졸릴기, 치환 혹은 무치환의 벤조티아졸릴기, 치환 혹은 무치환의 디벤조푸라닐기, 또는 치환 혹은 무치환의 디벤조티오펜기인, 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 일반식 (b-1) 로 나타내는 기가, 하기 일반식 (b-2) 또는 (b-3) 으로 나타내는 기인, 아자벤조옥사졸 고리

구조를 갖는 아민 화합물.

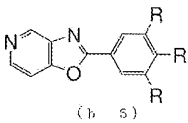
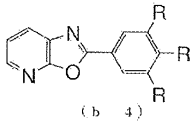


식 중, R 은 상기 일반식 (b-1) 중의 R 과 동일한 정의이다.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 일반식 (b-2) 로 나타내는 기가, 하기 일반식 (b-4) 로 나타내는 기이고, 상기 일반식 (b-3) 으로 나타내는 기가 하기 일반식 (b-5) 로 나타내는 기인, 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.



식 중, R 은 상기 일반식 (b-1) 중의 R 과 동일한 정의이다.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 L₁, L₂ 및 L₃ 이, 단결합, 치환 혹은 무치환의 페닐렌기, 치환 혹은 무치환의 비페닐렌기, 치환 혹은 무치환의 나프틸렌기, 치환 혹은 무치환의 디벤조푸라닐렌기, 또는 치환 혹은 무치환의 디벤조티오펜렌기인, 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.

청구항 6

제 4 항에 있어서,

상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 A, B 및 C 중, 1 개만이 상기 일반식 (b-4) 또는 (b-5) 로 나타내는 기인, 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.

청구항 7

제 4 항에 있어서,

상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 A, B 및 C 중, 2 개가 상기 일반식 (b-4) 또는 (b-5) 로 나타내는 기인, 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.

청구항 8

제 4 항에 있어서,

상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 A, B 및 C 의 모두가 상기 일반식 (b-4) 또는 (b-5) 로 나타내는 기인, 아자벤 조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.

청구항 9

적어도 양극 전극, 정공 수송층, 발광층, 전자 수송층, 음극 전극 및 캡핑층을 이 순으로 갖는 유기 EL 소자에 있어서, 상기 캡핑층이, 제 1 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 함유하는 유기 EL 소자.

청구항 10

제 9 항에 있어서,

캡핑층의 소외 계수가 400 nm 내지 410 nm 의 파장 범위에서 0.2 이상이며, 또한, 농도 10^{-5} mol/L 의 흡수 스펙트럼에 있어서의 흡광도가 400 nm 내지 410 nm 의 파장 범위에서 0.2 이상인, 유기 EL 소자.

청구항 11

제 9 항에 있어서,

캡핑층의 굴절률이, 450 nm ~ 750 nm 의 파장 범위에서 1.85 이상인, 유기 EL 소자.

청구항 12

제 9 항에 있어서,

캡핑층이, 상기 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 함유하는 2 종류 이상의 화합물로 이루어지는 혼합층 또는 이들 2 종류 이상의 화합물을 각각 단독으로 함유하는 층으로 이루어지는 적층인, 유기 EL 소자.

청구항 13

1 쌍의 전극과 그 사이에 끼워진 유기층을 갖는 전자 소자에 있어서, 상기 유기층이 제 1 항 내지 제 8 항 중 어느 한 항에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 함유하는 전자 소자.

청구항 14

제 13 항에 기재된 전자 소자를 사용한 전자 기기.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 각종 표시 장치에 바람직한 자발광 전자 소자에 적합한 화합물, 특히 유기 일렉트로 루미네선스 소자 (이하, 유기 EL 소자로 약칭한다) 에 적합한 화합물, 및 그 화합물을 사용한 유기 EL 소자, 전자 기기 또는 전자 소자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기 EL 소자는 자기 발광성 소자이기 때문에, 액정 소자에 비해서 밝고 시인성이 우수하며, 선명한 표시가 가능한 점에서 활발한 연구가 이루어져 왔다.

[0003] 1987년에 이스트만·코닥사의 C. W. Tang 들은, 각종 역할을 각 재료에 분담시킨 적층 구조 소자를 개발함으로써, 유기 재료를 사용한 유기 EL 소자를 실용적인 것으로 하였다. 그들은 전자를 수송할 수 있는 형광체와, 정공을 수송할 수 있는 유기물을 적층하고, 양방의 전하를 형광체의 층 속에 주입하여 발광시킴으로써, 10 V 이하의 전압으로 1000 cd/m² 이상의 고휘도를 얻었다 (예를 들어, 특허문헌 1 및 특허문헌 2 참조).

[0004] 현재까지, 유기 EL 소자의 실용화를 위해서 많은 개량이 이루어지고, 적층 구조의 각종 역할을 더욱 세분화하여, 기관 상에 순차적으로, 양극, 정공 주입층, 정공 수송층, 발광층, 전자 수송층, 전자 주입층, 음극을 형성한 전계 발광 소자로함으로써, 바닥부로부터 발광하는 보텀 이미션 구조의 발광 소자에 있어서 고효율과 내구성이 달성되게 되었다 (예를 들어, 비특허문헌 1 참조).

- [0005] 최근, 높은 일 함수를 갖는 금속을 양극에 사용하여, 상부로부터 발광하는 톱 이미션 구조의 발광 소자가 사용되게 되었다. 화소 회로를 갖는 바닥부로부터 광을 취출하는 보텀 이미션 구조에서는, 발광부의 면적이 제한되어 버리는 것에 비해서, 톱 이미션 구조의 발광 소자에서는, 상부로부터 광을 취출하기 때문에 화소 회로에 차단되지 않아, 발광부를 넓게 취할 수 있는 이점이 있다. 톱 이미션 구조의 발광 소자에서는, 음극에 LiF/Al/Ag (예를 들어, 비특허문헌 2 참조), Ca/Mg (예를 들어, 비특허문헌 3 참조), LiF/MgAg 등의 반투명 전극이 사용된다.
- [0006] 이와 같은 발광 소자에서는, 발광층에서 발광한 광이 다른 막에 입사하는 경우에, 어느 각도 이상으로 입사하는 광은, 발광층과 다른 막의 계면에서 전반사되어 버린다. 이 때문에, 발광한 광의 일부밖에 이용할 수 없었다. 최근, 광의 취출 효율을 향상시키기 위해서, 굴절률이 낮은 반투명 전극의 외측에, 굴절률이 높은 「캡핑층」을 형성한 발광 소자가 제안되어 있다 (예를 들어, 비특허문헌 2 및 3 참조).
- [0007] 톱 이미션 구조의 발광 소자에 있어서의 캡핑층의 효과는, Ir(ppy)₃ 을 발광 재료에 사용한 발광 소자에 있어서, 캡핑층이 없는 경우에는 전류 효율이 38 cd/A 인 것에 비해서, 캡핑층으로서 막두께 60 nm 의 ZnSe 층을 형성함으로써 전류 효율이 64 cd/A 로 되어, 약 1.7 배의 효율 향상이 확인되었다. 또, 반투명 전극과 캡핑층의 투과율의 극대점과 효율의 극대점이 반드시 일치하지 않는 것이 개시되어 있고, 광의 취출 효율의 최대점은 간접 효과에 따라서 결정되는 것이 개시되어 있다 (예를 들어, 비특허문헌 3 참조).
- [0008] 종래, 캡핑층의 형성에는, 정세도가 높은 메탈 마스크를 사용할 것이 제안되어 있지만, 고온 조건 하에서의 사용에서는 메탈 마스크가 열에 의해서 변형됨으로써 위치 맞춤 정밀도가 저하되는 문제점이 있었다. 따라서, 융점이 1100 ℃ 이상으로 높은 ZnSe 는 (예를 들어, 비특허문헌 3 참조), 정세도가 높은 메탈 마스크에서는 정확한 위치에 증착할 수 없어, 발광 소자 그 자체에도 영향을 줄 가능성이 있다. 또한, 스퍼터법에 의한 성막에서도, 발광 소자에 영향을 주는 점에서, 무기물을 구성 재료로 하는 캡핑층은 사용하기에 적합하지 않다.
- [0009] 그 밖에, 굴절률을 조정하는 캡핑층으로서, 트리스(8-하이드록시퀴놀린) 알루미늄 (이하, Alq₃ 으로 약기한다) 을 사용할 경우 (예를 들어, 비특허문헌 2 참조), Alq₃ 은 녹색 발광 재료 또는 전자 수송 재료로서 일반적으로 사용되는 유기 EL 재료로서 알려져 있고, 청색 발광 재료에 사용되는 450 nm 부근에 약한 흡수를 갖기 때문에, 청색 발광 소자의 경우, 색 순도의 저하 및 광의 취출 효율이 저하되는 문제점도 있었다.
- [0010] 또, 종래의 캡핑층에서 제조한 소자에서는 태양광의 파장 400 nm 내지 410 nm 의 광이 통광하여, 소자 내부의 재료에 영향을 주어, 색 순도의 저하 및 광의 취출 효율이 저하되는 문제점도 있었다.
- [0011] 유기 EL 소자의 소자 특성을 개선시키기 위해서, 특히, 태양광의 파장 400 nm 내지 410 nm 의 광을 흡수하고, 소자 내부의 재료에 영향을 주지 않도록, 또 광의 취출 효율을 대폭 개선시키기 위해서, 캡핑층의 재료로서 흡광 계수가 높고, 굴절률이 높으며, 박막의 안정성이나 내구성이 우수한 재료가 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0012] (특허문헌 0001) (특허 문헌 1) US5792557 A
- (특허문헌 0002) (특허 문헌 2) US5639914 A
- (특허문헌 0003) (특허 문헌 3) 국제 공개 제2014/009310호
- (특허문헌 0004) (특허 문헌 4) US2014/0225100 A1

비특허문헌

- [0013] (비특허문헌 0001) (비특허 문헌 1) 응용 물리학회 제9회 강습회 예고집 55 ~ 61 페이지 (2001)
- (비특허문헌 0002) (비특허 문헌 2) Appl. Phys. Let., 78, 544 (2001)
- (비특허문헌 0003) (비특허 문헌 3) Appl. Phys. Let., 82, 466 (2003)
- (비특허문헌 0004) (비특허 문헌 4) SYNLETT., 7, 1172 (2009)

- (비특허문헌 0005) (비특허 문헌 5) J. Org. Chem., 60, 7508 (1995)
 (비특허문헌 0006) (비특허 문헌 6) Synth. Commun., 11, 513 (1981)
 (비특허문헌 0007) (비특허 문헌 7) Appl. Phys. Lett., 98, 083302 (2011)

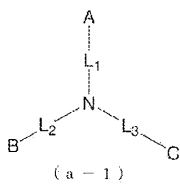
발명의 내용

해결하려는 과제

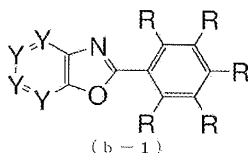
- [0014] 본 발명의 목적은, 유기 EL 소자의 소자 특성을 개선시키기 위해서, 특히, 태양광의 파장 400 nm 내지 410 nm 의 광을 흡광하여 소자 내부의 재료에 영향을 주지 않고, 파장 450 nm 내지 750 nm 에 있어서의 범위의 굴절률이 높은 화합물을 제공하는 것에 있다. 또, 동 화합물을 캡핑층의 구성 재료로서 사용함으로써, 소자 내부의 열화가 억제되어, 광 추출 효율이 대폭 개선된 유기 EL 소자를 제공하는 것에 있다.
- [0015] 유기 EL 소자에 적절한 캡핑층의 재료에 있어서의 물리적인 특성으로는, (1) 흡광 계수가 높은 것, (2) 굴절률이 높은 것, (3) 증착이 가능한 것, (4) 박막 상태가 안정적인 것, (5) 유리 전이 온도가 높은 것을 들 수 있다. 또, 본 발명의 제공하는 유기 EL 소자의 물리적인 특성으로는, (1) 파장 400 nm 내지 410 nm 의 광을 흡수하는 것, (2) 광의 추출 효율이 높은 것, (3) 색 순도의 저하가 없는 것, (4) 시간 경과적 변화하지 않고 광을 투과하는 것, (5) 장수명인 것을 들 수 있다.
- [0016] 그래서 본 발명자들은 상기한 목적을 달성하기 위해서, 아릴아민계 재료가 박막의 안정성이나 내구성이 우수한 것에 주목하여, 굴절률이 높은 특정한 벤조아졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물로부터, 농도 10^{-5} mol/L 의 흡수 스펙트럼에 있어서 파장 400 nm 내지 410 nm 에 있어서의 흡광도가 높은 재료를 선별하고, 캡핑층을 구성하는 재료로서 사용한 유기 EL 소자를 제조하여, 소자의 특성 평가를 예의 행한 결과, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

과제의 해결 수단

- [0017] 즉, 본 발명은 이하의 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물 및 그것을 사용한 유기 EL 소자를 제공하는 것이다. 또, 상기 아민 화합물을 함유하는 유기층을 갖는 전자 소자 및 그 전자 소자를 사용한 전자 기기를 제공하는 것이다.
- [0018] 1) 하기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.



- [0019]
- [0020] 상기 일반식 (a-1) 중, A, B 및 C 는, 각각, 서로 동일해도 되고 상이해도 되며, 하기 일반식 (b-1) 로 나타내는 기, 치환 혹은 무치환의 방향족 탄화수소기, 치환 혹은 무치환의 방향족 복소 고리기, 또는 치환 혹은 무치환의 축합 다고리 방향족기를 나타내고, 단, A, B 및 C 중, 적어도 1 개는 하기 일반식 (b-1) 로 나타내는 기이다.
- [0021] L_1 , L_2 및 L_3 은, 각각, 서로 동일해도 되고 상이해도 되며, 단결합, 치환 혹은 무치환의 2 개의 방향족 탄화수소기, 치환 혹은 무치환의 2 개의 방향족 복소 고리기, 또는 치환 혹은 무치환의 2 개의 축합 다고리 방향족기를 나타낸다.



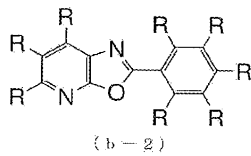
[0022]

[0023] 식 중, R 은, 각각, 서로 동일해도 되고 상이해도 되며, 상기 일반식 (a-1) 중의 L₁, L₂ 또는 L₃ 과의 결합 부위, 수소 원자, 중수소 원자, 염소 원자, 시아노기, 니트로기, 트리메틸실릴기, 트리페닐실릴기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 2 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알케닐기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬옥시기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬옥시기, 치환 혹은 무치환의 아릴옥시기, 치환 혹은 무치환의 방향족 탄화수소기, 치환 혹은 무치환의 방향족 복소 고리기, 또는 치환 혹은 무치환의 축합 다고리 방향족기를 나타내고, 1 개의 R 은 상기 일반식 (a-1) 중의 L₁, L₂ 또는 L₃ 과의 결합 부위를 나타낸다.

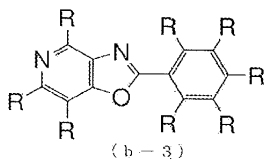
[0024] Y 는, 각각, 서로 동일해도 되고 상이해도 되며, R 이 치환된 탄소 원자 또는 질소 원자를 나타낸다. 단, Y 중, 적어도 1 개는 R 이 치환된 질소 원자이다.

[0025] 2) 상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 A, B 및 C 중, 상기 일반식 (b-1) 로 나타내는 기 이외의 기가, 치환 혹은 무치환의 페닐기, 치환 혹은 무치환의 비페닐기, 치환 혹은 무치환의 나프틸기, 치환 혹은 무치환의 페난트레닐기, 치환 혹은 무치환의 카르바졸릴기, 치환 혹은 무치환의 벤조푸라닐기, 치환 혹은 무치환의 벤조티오펜기, 치환 혹은 무치환의 인돌릴기, 치환 혹은 무치환의 벤조이미다졸릴기, 치환 혹은 무치환의 이미다조피리딜기, 치환 혹은 무치환의 벤조옥사졸릴기, 치환 혹은 무치환의 벤조티아졸릴기, 치환 혹은 무치환의 디벤조푸라닐기, 또는 치환 혹은 무치환의 디벤조티오펜기인, 상기 1) 에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.

[0026] 3) 상기 일반식 (b-1) 로 나타내는 기가, 하기 일반식 (b-2) 또는 (b-3) 으로 나타내는 기인, 상기 2) 에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.



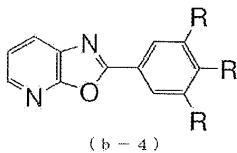
[0027]



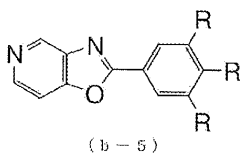
[0028]

[0029] 상기 일반식 (b-2) 및 일반식 (b-3) 의 R 은 상기 일반식 (b-1) 중의 R 과 동일한 정의이다.

[0030] 4) 상기 일반식 (b-2) 로 나타내는 기가, 하기 일반식 (b-4) 로 나타내는 기이고, 상기 일반식 (b-3) 으로 나타내는 기가 하기 일반식 (b-5) 로 나타내는 기인, 상기 3) 에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.



[0031]



[0032]

[0033] 상기 일반식 (b-4) 및 일반식 (b-5) 의 R 은 상기 일반식 (b-1) 중의 R 과 동일한 정의이다.

[0034] 5) 상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 L₁, L₂ 및 L₃ 이, 단결합, 치환 혹은 무치환의 페닐렌기, 치환 혹은 무치환의

비페닐렌기, 치환 혹은 무치환의 나프틸렌기, 치환 혹은 무치환의 디벤조푸라닐렌기, 또는 치환 혹은 무치환의 디벤조티오펜일렌기인, 상기 1) 에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.

- [0035] 6) 상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 A, B 및 C 중, 1 개만이 상기 일반식 (b-4) 또는 (b-5) 로 나타내는 기인, 상기 4) 에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.
- [0036] 7) 상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 A, B 및 C 중, 2 개가 상기 일반식 (b-4) 또는 (b-5) 로 나타내는 기인, 상기 4) 에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.
- [0037] 8) 상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 A, B 및 C 의 모두가 상기 일반식 (b-4) 또는 (b-5) 로 나타내는 기인, 상기 4) 에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물.
- [0038] 9) 적어도 양극 전극, 정공 수송층, 발광층, 전자 수송층, 음극 전극 및 캡핑층을 이 순으로 갖는 유기 EL 소자에 있어서, 상기 캡핑층이 상기 1) ~ 8) 중 어느 한 항에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 함유하는 유기 EL 소자.
- [0039] 10) 캡핑층의 소외 계수가 400 nm 내지 410 nm 의 파장 범위에서 0.2 이상이며, 또한, 농도 10^{-5} mol/L 의 흡수 스펙트럼에 있어서의 흡광도가 400 nm 내지 410 nm 의 파장 범위에서 0.2 이상인, 상기 9) 에 기재된 유기 EL 소자.
- [0040] 11) 캡핑층의 굴절률이, 450 nm ~ 750 nm 의 파장 범위에서 1.85 이상인, 상기 9) 에 기재된 유기 EL 소자.
- [0041] 12) 캡핑층이, 상기 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 함유하는 2 종류 이상의 화합물로 이루어지는 혼합층 또는 이들 2 종류의 이상의 화합물을 각각 단독으로 함유하는 층으로 이루어지는 적층인, 상기 9) 에 기재된 유기 EL 소자.
- [0042] 13) 1 쌍의 전극과 그 사이에 끼워진 유기층을 갖는 전자 소자에 있어서, 상기 유기층에 상기 1) ~ 8) 중 어느 한 항에 기재된 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 함유하는 전자 소자.
- [0043] 14) 상기 13) 에 기재된 전자 소자를 사용한 전자 기기.
- [0044] 일반식 (a-1) 및 일반식 (b-1) 중의 A, B, C, L₁, L₂, L₃ 및 R 로 나타내는 「치환 혹은 무치환의 방향족 탄화수소기」, 「치환 혹은 무치환의 방향족 복소 고리기」, 또는 「치환 혹은 무치환의 축합 다고리 방향족기」에 있어서의 「방향족 탄화수소기」, 「방향족 복소 고리기」 또는 「축합 다고리 방향족기」로는, 구체적으로, 페닐기, 비페닐기, 테르페닐기, 나프틸기, 안트라세닐기, 페난트레닐기, 플루오레닐기, 스피로비플루오레닐기, 인데닐기, 피레닐기, 페릴레닐기, 플루오란테닐기, 트리페닐레닐기, 피리딜기, 피리미디닐기, 트리아지닐기, 푸릴기, 피롤릴기, 티에닐기, 퀴놀릴기, 이소퀴놀릴기, 벤조푸라닐기, 벤조티에닐기, 인돌릴기, 카르바졸릴기, 이미다조피리딜기, 벤조옥사졸릴기, 벤조티아졸릴기, 퀴놀살리닐기, 벤조이미다졸릴기, 피라졸릴기, 디벤조푸라닐기, 디벤조티에닐기, 나프티리디닐기, 페난트롤리닐기, 아크리디닐기, 및 카르볼리닐기 등이 들 수 있고, 그 밖에, 탄소수 6 ~ 30 으로 이루어지는 아릴기, 또는 탄소수 2 ~ 20 으로 이루어지는 헤테로아릴기에서 선택되는 기를 들 수 있다.
- [0045] 일반식 (b-1) 중의 R 로 나타내는 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬기」, 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬기」, 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 2 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알케닐기」, 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬옥시기」, 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬옥시기」, 또는 「치환 혹은 무치환의 아릴옥시기」에 있어서의 「탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬기」, 「탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬기」, 「탄소 원자수 2 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알케닐기」, 「탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬옥시기」, 「탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬옥시기」, 또는 「아릴옥시기」로는, 구체적으로, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 이소프로필기, n-부틸기, 이소부틸기, tert-부틸기, n-펜틸기, 이소펜틸기, 네오펜틸기, n-헥실기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 1-아다만틸기, 2-아다만틸기, 비닐기, 알릴기, 이소프로페닐기, 2-부테닐기, 메틸옥시기, 에틸옥시기, n-프로필옥시기, 시클로펜틸옥시기, 시클로헥실옥시기, 1-아다만틸옥시기, 페닐옥시기, 톨릴옥시기, 및 비페닐옥시기 등을 들 수 있다.
- [0046] 일반식 (a-1) 및 일반식 (b-1) 중의 A, B, C, L₁, L₂, L₃ 및 R 로 나타내는 「치환 방향족 탄화수소기」, 「치환 방향족 복소 고리기」, 「치환 축합 다고리 방향족기」, 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직

사슬형 혹은 분기형의 알킬기», 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬기», 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 2 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알케닐기», 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬옥시기», 「치환기를 갖고 있어도 되는 탄소 원자수 5 ~ 10 의 시클로알킬옥시기», 또는 「치환 아릴옥시기」에 있어서의 「치환기」로는, 구체적으로, 중수소 원자, 시아노기, 니트로기 ; 불소 원자, 염소 원자, 브롬 원자, 요오드 원자 등의 할로겐 원자 ; 트리메틸실릴기, 트리페닐실릴기 등의 실릴기 ; 메틸기, 에틸기, 프로필기 등의 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬기 ; 메틸옥시기, 에틸옥시기, 프로필옥시기 등의 탄소 원자수 1 ~ 6 의 직사슬형 혹은 분기형의 알킬옥시기 ; 비닐기, 알릴기 등의 알케닐기 ; 페닐옥시기, 톨릴옥시기 등의 아릴옥시기 ; 벤질옥시기, 페네틸옥시기 등의 아릴알킬옥시기 ; 페닐기, 비페닐릴기, 터페닐릴기, 나프틸기, 안트라세닐기, 페난트레닐기, 플루오레닐기, 스피로비플루오레닐기, 인데닐기, 피레닐기, 페릴레닐기, 플루오란테닐기, 트리페닐레닐기 등의 방향족 탄화수소기 혹은 축합 다고리 방향족기 ; 피리딜기, 티에닐기, 푸릴기, 피롤릴기, 퀴놀릴기, 이소퀴놀릴기, 벤조푸라닐기, 벤조티에닐기, 인돌릴기, 카르바졸릴기, 이미다조피리딜기, 벤조옥사졸릴기, 벤조티아졸릴기, 퀴놀살리닐기, 벤조이미다졸릴기, 피라졸릴기, 디벤조푸라닐기, 디벤조티에닐기, 카르볼리닐기 등의 그 밖에, 탄소수 6 ~ 30 으로 이루어지는 아릴기, 또는 탄소수 2 ~ 20 으로 이루어지는 헤테로아릴기 등을 들 수 있고, 이것들의 치환기는 또한 상기 예시한 치환기가 치환되어 있어도 된다. 또, 이것들의 치환기와 치환된 벤젠 고리 또는 동일한 벤젠 고리에 복수 치환된 치환기끼리가 단결합, 치환 혹은 무치환의 메틸렌기, 산소 원자 또는 황 원자를 개재하여 서로 결합하여 고리를 형성하고 있어도 된다.

- [0047] 본 발명의 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물에 있어서, 상기 일반식 (a-1) 에 있어서의 L_1 , L_2 및 L_3 은, 단결합, 치환 혹은 무치환의 페닐렌기, 또는 치환 혹은 무치환의 나프틸렌기인 것이, 흡광 계수 및 굴절률의 관점에서 바람직하고, 단결합, 무치환의 페닐렌기, 또는 무치환의 나프틸렌기인 것이 보다 바람직하다.
- [0048] 본 발명의 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물에 있어서, 상기 일반식 (b-4) 및 (b-5) 중의 R 중, 각각 1 개의 R 이 상기 일반식 (a-1) 중의 L_1 , L_2 또는 L_3 과의 결합 부위이고, 그 밖의 2 개는 수소 원자인 것이, 흡광 계수 및 굴절률의 관점에서 바람직하다.
- [0049] 본 발명의 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물은, 박막으로 했을 때의 안정성의 관점에서, 유리 전이 온도가 100 °C 이상인 것이 바람직하다.
- [0050] 본 발명의 유기 EL 소자에 있어서, 상기 캡핑층의 두께는, 30 nm 내지 120 nm 의 범위인 것이, 광의 추출 효율의 관점에서 바람직하고, 40 nm 내지 80 nm 의 범위인 것이 보다 바람직하다.
- [0051] 본 발명의 유기 EL 소자에 있어서, 상기 캡핑층의 소외 계수가 400 nm 내지 410 nm 의 파장 범위에서 0.2 이상이며, 또한, 농도 10^{-5} mol/L 의 흡수 스펙트럼에 있어서의 흡광도가 400 nm 내지 410 nm 의 파장 범위에서 0.2 이상인 것이, 소자 내부의 열화를 억제하는 관점에서 바람직하다. 상기 소외 계수는, 0.5 이상인 것이 보다 바람직하고, 상기 흡광도는, 0.3 이상인 것이 보다 바람직하다.
- [0052] 본 발명의 유기 EL 소자에 있어서, 상기 캡핑층의 굴절률이, 450 nm ~ 750 nm 의 파장 범위에서 1.85 이상인 것이, 광의 추출 효율의 관점에서 바람직하고, 1.90 이상인 것이 보다 바람직하다.
- [0053] 본 발명의 유기 EL 소자에 있어서, 상기 캡핑층을 2 종류 이상의 상이한 화합물로 이루어지는 혼합층 또는 이것들의 화합물을 각각 단독으로 함유하는 층으로 이루어지는 적층으로 함으로써 제조해도 된다. 단, 그 중 적어도 1 종류의 화합물은 상기 본 발명의 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물이다.
- [0054] 본 발명의 상기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물의 특징으로서, (1) 흡광 계수가 높은 것, (2) 파장 450 nm ~ 750 nm 의 범위의 굴절률이 높은 것, (3) 증착이 가능한 것, (4) 박막 상태가 안정적인 것, (5) 내열성이 높은 것을 들 수 있다. 본 발명의 상기 화합물은, 유기 EL 소자의 투명 또는 반투명 전극의 외층에 형성하는, 반투명 전극보다 굴절률이 높은 캡핑층의 재료로서 사용함으로써, 광의 추출 효율을 대폭 향상시킬 수 있으며, 또한, 소자 내부의 재료 열화가 억제된 유기 EL 소자를 얻는 것이 가능해진다.

도면의 간단한 설명

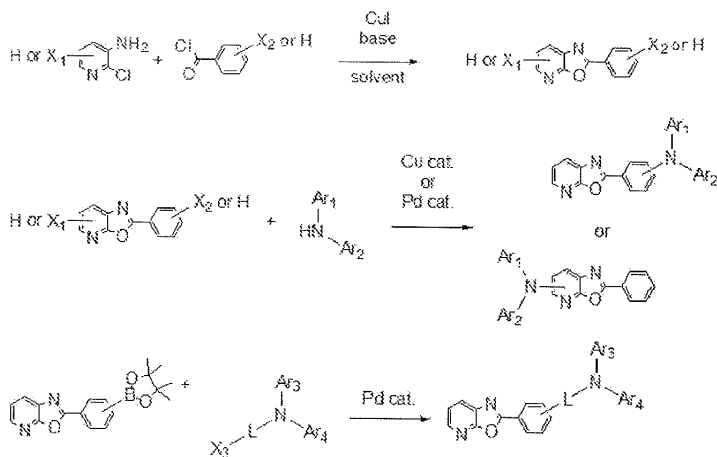
- [0055] 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (1) ~ (12) 의 구조를 나타내는 도면이다.

- 도 2 는, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (13) ~ (27) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 3 은, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (28) ~ (42) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 4 은, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (43) ~ (54) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 5 는, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (55) ~ (66) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 6 은, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (67) ~ (81) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 7 은, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (82) ~ (96) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 8 은, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (97) ~ (111) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 9 는, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (112) ~ (126) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 10 은, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (127) ~ (138) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 11 은, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (139) ~ (153) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 12 는, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (154) ~ (165) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 13 은, 본 발명의 화합물의 예시로서, 화합물 (166) ~ (173) 의 구조를 나타내는 도면이다.
 도 14 는, 본 발명의 실시예와 비교예의 유기 EL 소자 구성을 나타내는 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0056]

본 발명의 상기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물은 신규 화합물이고, 이들 화합물의 주골격인 아자벤조옥사졸 유도체는, 이하와 같이, 그 자체 공지된 수법에 의해서 합성할 수 있다 (예를 들어, 비특허문헌 4 참조). 또한, 합성된 할로겐화아자벤조옥사졸 유도체와 아릴아민을 사용하여, 구리 촉매나 팔라듐 촉매 등에 의한 커플링 반응을 행함으로써, 본 발명의 상기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 합성할 수 있다. 그 밖에, 할로겐화아자벤조옥사졸 유도체를 보론산에스테르 유도체로 한 후에, 할로겐화아릴아민과 커플링 반응시킴으로써, 동일하게 본 발명의 상기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 합성할 수 있다 (예를 들어, 비특허문헌 5, 6 참조).



[0057]

[0058]

본 발명의 유기 EL 소자에 바람직하게 사용되는, 상기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물 중에서, 바람직한 화합물의 구체예를 도 1 ~ 도 13 에 나타내지만, 이들 화합물에 한정되는 것은 아니다.

[0059]

상기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조옥사졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물의 정제는, 특별히 한정되지 않고, 칼럼 크로마토그래프에 의한 정제, 실리카 겔, 활성탄, 활성 백토 등에 의한 흡착 정제, 용매에 의한 재결정 정제법이나 정석 정제법, 승화 정제법 등, 유기 화합물의 정제에 사용되는 공지된 방법으로 행할 수 있다. 화합물의 동정은 NMR 분석으로 행할 수 있다. 물성치로서, 용점, 유리 전이점 (Tg) 과 굴절률의 측정을 행하는 것이 바람직하다. 용점은 증착성의 지표가 되는 것이고, 유리 전이점 (Tg) 은 박막 상태의 안정성의

지표가 되며, 굴절률은 광의 추출 효율의 향상에 관한 지표가 되는 것이다.

- [0060] 용점과 유리 전이점 (Tg) 은, 분체를 사용하여 고감도 시차 주사 열량계 (브루커·에이엑스에스 제조, DSC3100SA) 에 의해서 측정할 수 있다.
- [0061] 굴절률과 소외 계수는, 실리콘 기판 상에 80 nm 의 박막을 제조하고, 분광 측정 장치 (필 메트릭스사 제조, F10-RT-UV) 를 사용하여 측정할 수 있다.
- [0062] 흡광도는, 톨루엔 용매로 농도 10^{-5} mol/L 로 조절된 용액을 사용하고, 또 흡광 계수는, 톨루엔 용액으로 농도 5.0×10^{-6} mol/L, 1.0×10^{-5} mol/L, 1.5×10^{-5} mol/L 및 2.0×10^{-5} mol/L 의 4 종류의 농도로 조절된 용액을 사용하여, 자외 가시 근적외 분광 광도계 (니혼 분광 제조, V-650) 를 사용하여 측정할 수 있다.
- [0063] 본 발명의 유기 EL 소자의 구조로는, 예를 들어, 톱 이미지선 구조의 발광 소자의 경우, 유리 기판 상에 순차적으로, 양극, 정공 수송층, 발광층, 전자 수송층, 음극 및 캡핑층으로 이루어지는 것, 또, 양극과 정공 수송층 사이에 정공 주입층을 갖는 것, 정공 수송층과 발광층 사이에 전자 저지층을 갖는 것, 발광층과 전자 수송층 사이에 정공 저지층을 갖는 것, 전자 수송층과 음극 사이에 전자 주입층을 갖는 것을 들 수 있다. 이들 다층 구조에 있어서는 1 개의 유기층이 여러 층의 역할을 겸하는 것이 가능하고, 예를 들어 정공 주입층과 정공 수송층을 겸한 구성, 정공 수송층과 전자 저지층을 겸한 구성, 정공 저지층과 전자 수송층을 겸한 구성, 전자 수송층과 전자 주입층을 겸한 구성으로 하는 것 등도 가능하다. 또, 동일한 기능을 갖는 유기층을 2 층 이상 적층한 구성으로 하는 것도 가능하고, 정공 수송층을 2 층 적층한 구성, 발광층을 2 층 적층한 구성, 전자 수송층을 2 층 적층한 구성, 캡핑층을 2 층 적층한 구성 등도 가능하다.
- [0064] 유기 EL 소자의 각층의 막두께의 합계는, 200 nm ~ 750 nm 정도가 바람직하고, 350 nm ~ 600 nm 정도가 보다 바람직하다. 또, 캡핑층의 막두께는, 예를 들어, 30 nm ~ 120 nm 가 바람직하고, 40 nm ~ 80 nm 가 보다 바람직하다. 이 경우, 양호한 광의 추출 효율이 얻어진다. 또한, 캡핑층의 막두께는, 발광 소자에게 사용하는 발광 재료의 종류, 캡핑층 이외의 유기 EL 소자의 두께 등에 따라서, 적절히 변경할 수 있다.
- [0065] 본 발명의 유기 EL 소자의 양극으로는, ITO 나 금과 같은 일 함수가 큰 전극 재료가 사용된다.
- [0066] 본 발명의 유기 EL 소자의 정공 주입층으로서, 분자 중에 트리페닐아민 구조를 3 개 이상 갖고, 이것들을 단결합 또는 헤테로 원자를 함유하지 않는 2 가 기로 연결된 구조를 갖는 아릴아민 화합물, 예를 들어, 스타 버스트형의 트리페닐아민 유도체, 여러 가지의 트리페닐아민 사량체 등의 재료를 사용할 수 있다. 또, 구리프탈로시아닌으로 대표되는 포르피린 화합물, 헥사시아노아자트리페닐렌과 같은 억셉터성의 복소 고리 화합물, 및 도포형의 고분자 재료도 사용할 수 있다. 이것들은, 단독으로 성막해도 되지만, 타재료와 함께 혼합하여 성막한 단층으로서 사용해도 되고, 단독으로 성막한 층끼리, 혼합하여 성막한 층끼리, 또는 단독으로 성막한 층과 혼합하여 성막한 층의 적층 구조로 해도 된다. 이들 재료는 증착법 외에, 스핀 코트법이나 잉크젯법 등의 공지된 방법에 의해서 박막 형성을 행할 수 있다.
- [0067] 본 발명의 유기 EL 소자의 정공 수송층으로서, N,N'-디페닐-N,N'-디(m-톨릴)벤지딘 (이후, TPD 로 약칭한다), N,N'-디페닐-N,N'-디(α-나프틸)벤지딘 (이후, NPD 로 약칭한다), N,N,N',N'-테트라비페닐릴벤지딘 등의 벤지딘 유도체 ; 1,1-비스[4-(디-4-톨릴아미노)페닐]시클로hex산 (이후, TAPC 로 약칭한다) 등을 사용할 수 있다. 특히 분자 중에 트리페닐아민 구조를 2 개 갖고, 이것들을 단결합 또는 헤테로 원자를 함유하지 않는 2 가 기로 연결된 구조를 갖는 아릴아민 화합물, 예를 들어, N,N,N',N'-테트라비페닐릴벤지딘 등을 사용하는 것이 바람직하다. 또, 분자 중에 트리페닐아민 구조를 3 개 이상 갖고, 이것들을 단결합, 또는 헤테로 원자를 함유하지 않는 2 가 기로 연결된 구조를 갖는 아릴아민 화합물, 예를 들어, 여러 가지의 트리페닐아민 삼량체 및 사량체 등을 사용하는 것도 바람직하다. 이것들은, 단독으로 성막해도 되지만, 다른 재료와 함께 혼합하여 성막한 단층으로서 사용해도 되고, 단독으로 성막한 층끼리, 혼합하여 성막한 층끼리, 또는 단독으로 성막한 층과 혼합하여 성막한 층의 적층 구조로 해도 된다. 또, 정공의 주입·수송층으로서, 폴리(3,4-에틸렌디옥시티오펜) (이후, PEDOT 로 약칭한다) 및 폴리(스티렌술포네이트) (이후, PSS 로 약칭한다) 등의 도포형의 고분자 재료를 사용할 수 있다. 이들 재료는 증착법 외에, 스핀 코트법이나 잉크젯법 등의 공지된 방법에 의해서 박막 형성을 행할 수 있다.
- [0068] 또, 정공 주입층 혹은 정공 수송층에 있어서, 그 층에 통상적으로 사용되는 재료에 대해서, 추가로 트리스브로모페닐아민헥사클로르안티몬, 라디알렌 유도체 (예를 들어, 특허문헌 3 참조) 등을 P 도핑한 것이나, TPD 등의 벤지딘 유도체의 구조를 그 부분 구조에 갖는 고분자 화합물 등을 사용할 수 있다.

- [0069] 본 발명의 유기 EL 소자의 전자 저지층으로서, 4,4',4''-트리(N-카르바졸릴)트리페닐아민 (이후, TCTA 로 약칭한다), 9,9-비스[4-카르바졸-9-일]페닐플루오렌, 1,3-비스(카르바졸-9-일)벤젠 (이후, mCP 로 약칭한다), 2,2-비스(4-카르바졸-9-일-페닐)아다만탄 (이후, Ad-Cz 로 약칭한다) 등의 카르바졸 유도체 ; 9-[4-(카르바졸-9-일)페닐]-9-[4-(트리페닐실릴)페닐]-9H-플루오렌으로 대표되는 트리페닐실릴기와 트리아릴아민 구조를 갖는 화합물 등의 전자 저지 작용을 갖는 화합물을 사용할 수 있다. 이것들은, 단독으로 성막해도 되지만, 다른 재료와 함께 혼합하여 성막한 단층으로서 사용해도 되고, 단독으로 성막한 층끼리, 혼합하여 성막한 층끼리, 또는 단독으로 성막한 층과 혼합하여 성막한 층의 적층 구조로 해도 된다. 이들 재료는 증착법 외에, 스핀 코트법이나 잉크젯법 등의 공지된 방법에 의해서 박막 형성을 행할 수 있다.
- [0070] 본 발명의 유기 EL 소자의 발광층으로서, Alq₃ 을 비롯한 퀴놀리놀 유도체의 금속 착물, 그 밖의 각종 금속 착물, 안트라센 유도체, 비스스티릴벤젠 유도체, 피렌 유도체, 옥사졸 유도체, 폴리파라페닐렌비닐렌 유도체 등을 사용할 수 있다. 또, 발광층을 호스트 재료와 도펀트 재료로 구성해도 된다. 호스트 재료로서, 안트라센 유도체가 바람직하게 사용되지만, 그 밖에, 상기 발광 재료에 더하여, 인돌 고리를 축합 고리의 부분 구조로서 갖는 복소 고리 화합물, 카르바졸 고리를 축합 고리의 부분 구조로서 갖는 복소 고리 화합물, 카르바졸 유도체, 티아졸 유도체, 벤즈이미다졸 유도체, 폴리디알킬플루오렌 유도체 등을 사용할 수 있다. 또 도펀트 재료로는, 퀴나크리돈, 쿠마린, 루브렌, 페릴렌 및 그것들의 유도체, 벤조피란 유도체, 로다민 유도체, 아미노스티릴 유도체 등을 사용할 수 있다. 이것들은, 단독으로 성막해도 되지만, 다른 재료와 함께 혼합하여 성막한 단층으로서 사용해도 되고, 단독으로 성막한 층끼리, 혼합하여 성막한 층끼리, 또는 단독으로 성막한 층과 혼합하여 성막한 층의 적층 구조로 해도 된다.
- [0071] 또, 발광 재료로서 인광 발광체를 사용할 수도 있다. 인광 발광체로는, 이리듐이나 백금 등의 금속 착물의 인광 발광체를 사용할 수 있고, Ir(ppy)₃ 등의 녹색의 인광 발광체, FIrpic, FIr6 등의 청색의 인광 발광체, Btp₂Ir(acac) 등의 적색의 인광 발광체 등을 사용할 수 있다. 이 때의 호스트 재료로는 정공 주입·수송성의 호스트 재료로서 4,4'-디(N-카르바졸릴)비페닐 (이후, CBP 로 약칭한다) 이나 TCTA, mCP 등의 카르바졸 유도체를 사용할 수 있다. 전자 수송성의 호스트 재료로는, p-비스(트리페닐실릴)벤젠 (이후, UGH2 로 약칭한다) 이나 2,2',2''-(1,3,5-페닐렌)-트리스(1-페닐-1H-벤즈이미다졸) (이후, TPBI 로 약칭한다) 등을 사용할 수 있고, 고성능의 유기 EL 소자를 제조할 수 있다.
- [0072] 인광성의 발광 재료의 호스트 재료에 대한 도프는 농도 소광을 피하기 위해서, 발광층 전체에 대해서 1 ~ 30 중량퍼센트의 범위에서, 공중착에 의해서 도프하는 것이 바람직하다.
- [0073] 또, 발광 재료로서, PIC-TRZ, CC2TA, PXZ-TRZ, 4CzIPN 등의 CDCB 유도체 등의 지연 형광을 방사하는 재료를 사용하는 것도 가능하다 (예를 들어, 비특허문헌 7 참조). 이들 재료는 증착법 외에, 스핀 코트법이나 잉크젯법 등의 공지된 방법에 의해서 박막 형성을 행할 수 있다.
- [0074] 본 발명의 유기 EL 소자의 정공 저지층으로서, 바소쿠프로인 (이후, BCP 로 약칭한다) 등의 페난트롤린 유도체나, 알루미늄(III)비스(2-메틸-8-퀴놀리나토)-4-페닐페놀레이트 (이후, BA1q 로 약칭한다) 등의 퀴놀리놀 유도체의 금속 착물, 각종 희토류 착물, 트리아졸 유도체, 트리아진 유도체, 피리미딘 유도체, 옥사디아졸 유도체, 벤조아졸 유도체 등, 정공 저지 작용을 갖는 화합물을 사용할 수 있다. 이들 재료는 전자 수송층의 재료를 겹해도 된다. 이것들은, 단독으로 성막해도 되지만, 다른 재료와 함께 혼합하여 성막한 단층으로서 사용해도 되고, 단독으로 성막한 층끼리, 혼합하여 성막한 층끼리, 또는 단독으로 성막한 층과 혼합하여 성막한 층의 적층 구조로 해도 된다. 이들 재료는 증착법 외에, 스핀 코트법이나 잉크젯법 등의 공지된 방법에 의해서 박막 형성을 행할 수 있다.
- [0075] 본 발명의 유기 EL 소자의 전자 수송층으로서, Alq₃, BA1q 를 비롯한 퀴놀리놀 유도체의 금속 착물, 그 밖의 각종 금속 착물, 트리아졸 유도체, 트리아진 유도체, 피리미딘 유도체, 옥사디아졸 유도체, 피리딘 유도체, 벤즈이미다졸 유도체, 벤조아졸 유도체, 티아디아졸 유도체, 안트라센 유도체, 카르보디이미드 유도체, 퀴녹살린 유도체, 피리도인돌 유도체, 페난트롤린 유도체, 실롤 유도체 등을 사용할 수 있다. 이것들은, 단독으로 성막해도 되지만, 다른 재료와 함께 혼합하여 성막한 단층으로서 사용해도 되고, 단독으로 성막한 층끼리, 혼합하여 성막한 층끼리, 또는 단독으로 성막한 층과 혼합하여 성막한 층의 적층 구조로 해도 된다. 이들 재료는 증착법 외에, 스핀 코트법이나 잉크젯법 등의 공지된 방법에 의해서 박막 형성을 행할 수 있다.
- [0076] 본 발명의 유기 EL 소자의 전자 주입층으로서, 불화리튬, 불화세슘 등의 알칼리 금속염, 불화마그네슘 등의 알칼리 토금속염, 리튬퀴놀리놀 등의 퀴놀리놀 유도체의 금속 착물, 산화알루미늄 등의 금속 산화물, 혹은 이테르

븀 (Yb), 사마륨 (Sm), 칼슘 (Ca), 스트론튬 (Sr), 세슘 (Cs) 등의 금속 등을 사용할 수 있지만, 전자 수송층과 음극의 바람직한 선택에 의해서 이것을 생략할 수 있다.

[0077] 또한, 전자 주입층 혹은 전자 수송층에 있어서, 그 층에 통상적으로 사용되는 재료에 대해서, 추가로 세슘 등의 금속을 N 도핑한 것을 사용할 수 있다.

[0078] 본 발명의 유기 EL 소자의 음극으로서, 알루미늄과 같은 일 함수가 낮은 전극 재료나, 마그네슘은 합금, 마그네슘칼슘 합금, 마그네슘인듐 합금, 알루미늄마그네슘 합금과 같은, 보다 일 함수가 낮은 합금이나 ITO, IZO 등이 전극 재료로서 사용된다.

[0079] 본 발명의 유기 EL 소자의 캡핑층으로서, 상기 일반식 (a-1) 로 나타내는 아자벤조아졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물을 사용한다. 이것들은, 단독으로 성막해도 되지만, 다른 재료와 함께 혼합하여 성막한 단층으로서 사용해도 되고, 단독으로 성막한 층끼리, 혼합하여 성막한 층끼리, 또는 단독으로 성막한 층과 혼합하여 성막한 층의 적층 구조로 해도 된다. 이들 재료는 증착법 외에, 스핀 코트법이나 잉크젯법 등의 공지된 방법에 의해서 박막 형성을 행할 수 있다.

[0080] 또한, 상기에서는, 톱 이미션 구조의 유기 EL 소자에 대해서 설명했지만, 본 발명은 이것에 한정되는 것이 아니고, 보텀 이미션 구조의 유기 EL 소자나, 상부 및 바닥부의 양방으로부터 발광하는 듀얼 이미션 구조의 유기 EL 소자에 대해서도, 동일하게 적용할 수 있다. 이것들의 경우, 광이 발광 소자로부터 외부로 추출되는 방향에 있는 전극은, 투명 또는 반투명일 필요가 있다.

[0081] 캡핑층을 구성하는 재료의 굴절률은, 인접하는 전극의 굴절률보다 큰 것이 바람직하다. 즉, 캡핑층에 의해서, 유기 EL 소자에 있어서의 광의 추출 효율은 향상되지만, 그 효과는 캡핑층과 캡핑층에 접하고 있는 재료와의 계면에서의 반사율이 큰 편이, 광 간섭의 효과가 크기 때문에 유효하다. 그 때문에, 캡핑층을 구성하는 재료의 굴절률은, 인접하는 전극의 굴절률보다 큰 편이 바람직하고, 굴절률이 1.70 이상이면 되지만, 1.80 이상인 것이 보다 바람직하며, 1.85 이상인 것이 특히 바람직하다.

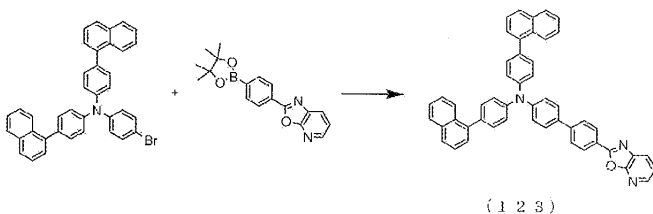
[0082] 실시예

[0083] 이하, 본 발명의 실시형태에 대해서, 실시예에 의해서 구체적에서 설명하지만, 본 발명은 그 요지를 넘지 않는 한, 이하의 실시예에 한정되는 것은 아니다.

[0084] [실시예 1]

[0085] <비스(4-나프탈렌-1-일-페닐)4'-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-비페닐-4-일-아민 : 화합물 (123) 의 합성>

[0086] 질소 치환된 반응 용기에, 비스(4-나프탈렌-1-일-페닐)-4-브로모페닐-아민 : 5.0 g, 2-{4-(4,4,5,5-테트라메틸 [1,3,2]디옥사볼로란-2-일)-페닐}-7-아자벤조옥사졸 : 3.1 g, 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (0) : 0.5 g, 탄산칼륨 : 1.8 g 을 투입하고, 톨루엔/EtOH/H₂O 혼합 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계내에 메탄올/H₂O 를 첨가하고, 여과하여 고체를 추출하여 조(粗)생성물을 얻었다. 얻어진 조생성물을 모노클로로벤젠/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 비스(4-나프탈렌-1-일-페닐)4'-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-비페닐-4-일-아민 : 화합물 (123) 의 황색 분체 4.0 g (수율 66.7 %) 을 얻었다.



[0087]

[0088] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0089] $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) 으로 이하의 33 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

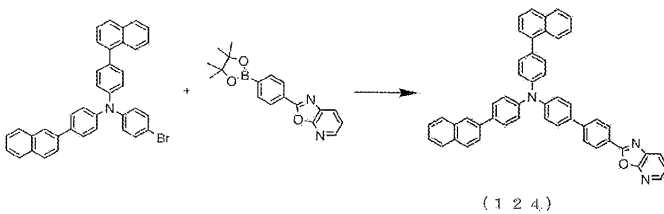
δ (ppm) = 8.36 (3H), 8.06 (3H), 7.92 (2H),
7.86 (2H), 7.81 (2H), 7.66 (2H), 7.57-7.
45 (12H), 7.41-7.33 (7H).

[0090]

[실시예 2]

[0092] <4'-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-비페닐-4-일-(4-나프탈렌-1-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 화합물 (124) 의 합성>

[0093] 질소 치환된 반응 용기에, 4-브로모페닐-(4-나프탈렌-1-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 5.0 g, 2-(4-(4,4,5,5-테트라메틸[1,3,2]디옥사볼로란-2-일)-페닐)-7-아자벤조옥사졸 : 3.1 g, 테트라키스(트리페닐포스핀) 팔라듐 (0) : 0.5 g, 탄산칼륨 : 1.8 g 을 투입하고, 톨루엔/EtOH/ H_2O 혼합 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올/ H_2O 를 첨가하고, 여과하여 고체를 취출하여 조생성물을 얻었다. 얻어진 조생성물을 모노클로로벤젠/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 4'-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-비페닐-4-일-(4-나프탈렌-1-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 화합물 (124) 의 황색 분체 4.4 g (수율 73.3 %) 을 얻었다.



[0094]

[0095] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0096] $^1\text{H-NMR}$ (CDCl_3) 으로 이하의 33 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

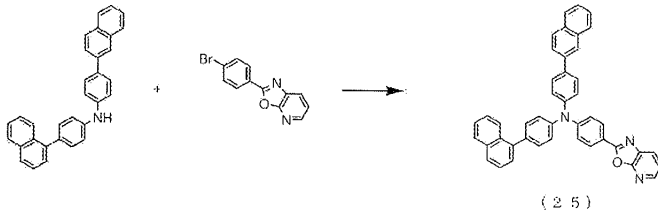
δ (ppm) = 8.35 (3H), 8.06 (3H), 7.91 (3H),
7.86 (2H), 7.80 (2H), 7.77 (1H), 7.71 (2H)
, 7.64 (2H), 7.56-7.43 (8H), 7.38-7.31
(7H).

[0097]

[실시예 3]

[0099] <4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-(4-나프탈렌-1-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 화합물 (25) 의 합성>

[0100] 질소 치환된 반응 용기에, (4-나프탈렌-1-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 7.0 g, 4-브로모-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-벤젠 : 5.0 g, 아세트산팔라듐 (II) : 0.1 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.2 g, t-부톡시나트륨 : 2.4 g 을 투입하고, 톨루엔 용매 하에서 5 시간 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올을 첨가하여 분산 세정을 실시하고, 여과하여 고체를 취출하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 모노클로로벤젠/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-(4-나프탈렌-1-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 화합물 (25) 의 황색 분체 7.1 g (수율 69.5 %) 을 얻었다.



[0101]

[0102] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0103] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 29 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

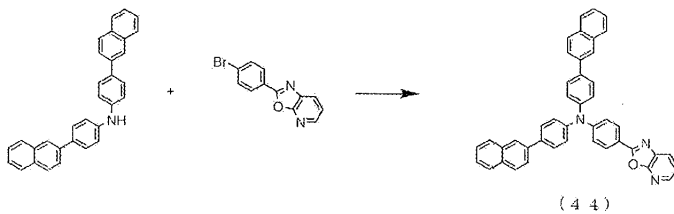
δ (p p m) = 8. 3 0 (1 H) , 8. 1 9 (2 H) , 8. 0 0 (1 H) ,
8. 0 5 - 8. 0 1 (2 H) , 7. 9 5 - 7. 8 7 (5 H) , 7. 7 9 - 7
. 7 4 (3 H) , 7. 5 7 - 7. 4 7 (8 H) , 7. 4 0 - 7. 3 0 (7 H
) .

[0104]

[0105] [실시에 4]

[0106] <비스(4-나프탈렌-2-일-페닐)-4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-아민 : 화합물 (44) 의 합성 >

[0107] 질소 치환된 반응 용기에, 비스(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 5.0 g, 4-브로모-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-벤젠 : 3.6 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.4 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.4 g, t-부톡시나트륨 : 1.7 g 을 투입하고, 자일렌 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올을 첨가하여 분산 세정을 실시하고, 여과하여 고체를 취출하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 모노클로로벤젠 용매에 의해서 재결정 정제를 행함으로써, 비스(4-나프탈렌-2-일-페닐)-4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-아민 : 화합물 (44) 의 황색 분체 3.2 g (수율 43.8 %) 을 얻었다.



[0108]

[0109] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0110] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 29 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

δ (p p m) = 8. 3 0 (1 H) , 8. 1 7 (2 H) , 8. 0 7 (2 H) ,
8. 0 2 (1 H) , 7. 9 5 - 7. 8 7 (6 H) , 7. 7 8 (2 H) , 7.
7 3 (4 H) , 7. 5 4 - 7. 4 7 (4 H) , 7. 3 7 - 7. 2 7 (7 H)

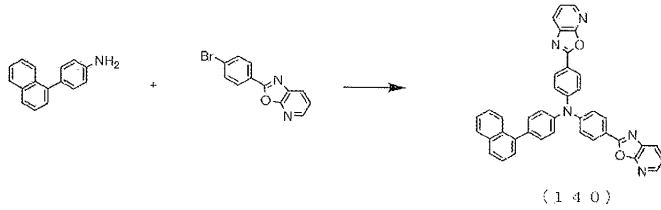
[0111]

[0112] [실시에 5]

[0113] <비스(4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐)-(4-나프탈렌-1-일-페닐)-아민 : 화합물 (140) 의 합성 >

[0114] 질소 치환된 반응 용기에, 4-(나프탈렌-1-일)-페닐-아민 : 1.9 g, 4-브로모-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-벤젠 : 5.2 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.2 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.2 g, t-부톡시나트륨 : 1.9 g 을 투입하고, 톨루엔 용매 하에서 8 시간 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올을 첨가하여 분산 세정을 실시하고, 여과하여 고체를 취출하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 모노클로로벤젠/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 비스(4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐)-(4-나프탈렌-1-일-페닐)-아민 :

화합물 (140) 의 황색 분체 3.8 g (수율 72.1 %) 을 얻었다.



[0115]

[0116] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0117] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 25 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

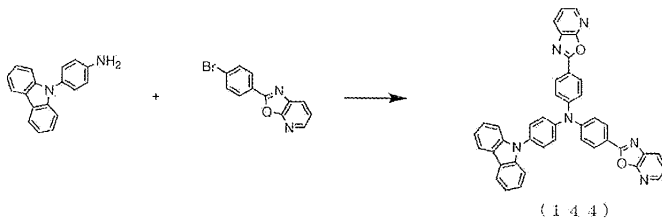
δ (p p m) = 8. 3 3 (2 H) , 8. 2 5 (4 H) , 8. 0 6 - 8. 0 1 (3 H) , 7. 9 5 - 7. 8 8 (2 H) , 7. 5 8 - 7. 4 9 (6 H) , 7 . 3 9 - 7. 3 4 (8 H) .

[0118]

[0119] [실시에 6]

[0120] <비스(4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐)-(4-카르바졸-9-일-페닐)-아민 : 화합물 (144) 의 합성 >

[0121] 질소 치환된 반응 용기에, 4-(카르바졸-9-일)-페닐-아민 : 2.3 g, 4-브로모-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-벤젠 : 5.1 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.2 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.2 g, t-부톡시나트륨 : 2.0 g 을 투입하고, 톨루엔 용매 하에서 6 시간 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올을 첨가하여 분산 세정을 실시하고, 여과하여 고체를 취출하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 모노클로로벤젠/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 비스(4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐)-(4-카르바졸-9-일-페닐)-아민 : 화합물 (144) 의 황색 분체 3.9 g (수율 67.7 %) 을 얻었다.



[0122]

[0123] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0124] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 26 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

δ (p p m) = 8. 3 4 (2 H) , 8. 2 7 (4 H) , 8. 1 7 (2 H) , 8. 0 6 (2 H) , 7. 6 0 (2 H) , 7. 5 2 (2 H) , 7. 4 6 (4 H) , 7. 4 0 - 7. 3 0 (8 H) .

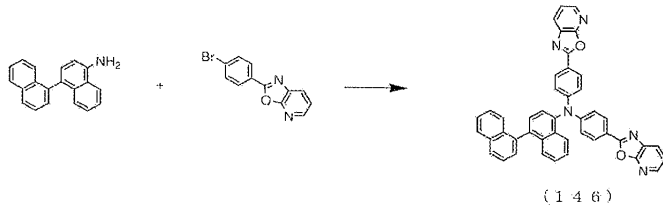
[0125]

[0126] [실시에 7]

[0127] <비스(4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐)-[1,1']비나프탈레닐-4-일-아민 : 화합물 (146) 의 합성 >

[0128] 질소 치환된 반응 용기에, [1,1']비나프탈레닐-4-일-아민 : 5.0 g, 4-브로모-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-벤젠 : 11.2 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.5 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.6 g, t-부톡시나트륨 : 5.4 g 을 투입하고, 톨루엔 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올을 첨가하여 분산 세정을 실시하고, 여과하여 고체를 취출하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 테트라하이드로푸란/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 비스(4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐)-[1,1']비나프탈레닐-4-일-아민

: 화합물 (146) 의 황색 분체 8.2 g (수율 67.2 %) 을 얻었다.



[0129]

[0130] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0131] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 27 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

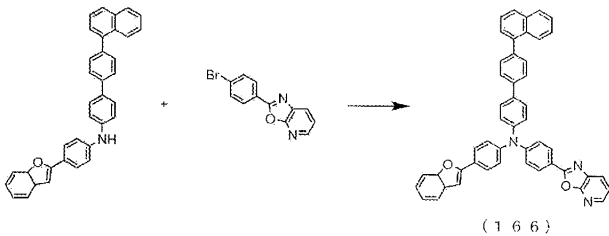
δ (p p m) = 8. 3 2 (2 H) , 8. 2 2 (4 H) , 8. 0 5 - 7. 9 8 (5 H) , 7. 6 4 (1 H) , 7. 6 0 - 7. 3 1 (1 5 H) .

[0132]

[0133] [실시예 8]

[0134] <4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-(4'-(나프탈렌-1-일)-비페닐-4-일)-(4-(벤조푸란-2-일)-페닐)-아민 : 화합물 (166) 의 합성 >

[0135] 질소 치환된 반응 용기에, (4'-(나프탈렌-1-일)-비페닐-4-일)-(4-(벤조푸란-2-일)-페닐)-아민 : 10.0 g, 4-브로모-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-벤젠 : 6.2 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.4 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.2 g, t-부톡시나트륨 : 3.0 g 을 투입하고, 톨루엔 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한 후, 여과하여 얻은 여과액을 농축하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 톨루엔/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-(4'-(나프탈렌-1-일)-비페닐-4-일)-(4-(벤조푸란-2-일)-페닐)-아민 : 화합물 (166) 의 황색 분체 8.6 g (수율 61.0 %) 을 얻었다.



[0136]

[0137] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0138] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 31 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

δ (p p m) = 8. 3 2 (1 H) , 8. 1 8 (2 H) , 8. 0 3 (1 H) , 7. 9 9 (1 H) , 7. 9 3 (1 H) , 7. 8 9 (1 H) , 7. 8 5 (2 H) , 7. 7 5 (2 H) , 7. 6 9 (2 H) , 7. 6 1 - 7. 5 8 (3 H) , 7. 5 6 - 7. 4 4 (5 H) , 7. 3 5 - 7. 2 2 (9 H) , 7. 0 0 (1 H) .

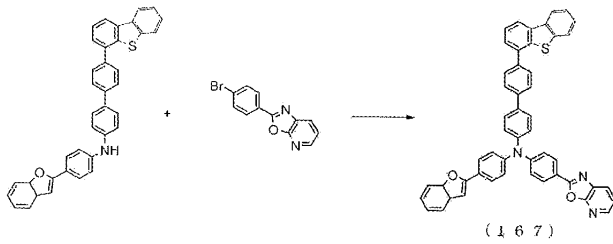
[0139]

[0140] [실시예 9]

[0141] <4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-(4'-(디벤조티오펜-4-일)-비페닐-4-일)-(4-(벤조푸란-2-일)-페닐)-아민 : 화합물 (167) 의 합성 >

[0142] 질소 치환된 반응 용기에, (4'-(디벤조티오펜-4-일)-비페닐-4-일)-(4-(벤조푸란-2-일)-페닐)-아민 : 12.0 g, 4-브로모-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-벤젠 : 6.7 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.6 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.5 g, t-부톡시나트륨 : 3.2 g 을 투입하고, 톨루엔 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한

후, 여과하여 얻은 여과액을 농축하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 톨루엔/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-(4'-(디벤조티오펜-4-일)-비페닐-4-일)-(4-(벤조푸란-2-일)-페닐)-아민 : 화합물 (167) 의 황색 분체 9.5 g (수율 58.0 %) 을 얻었다.



[0143]

[0144] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0145] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 31 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

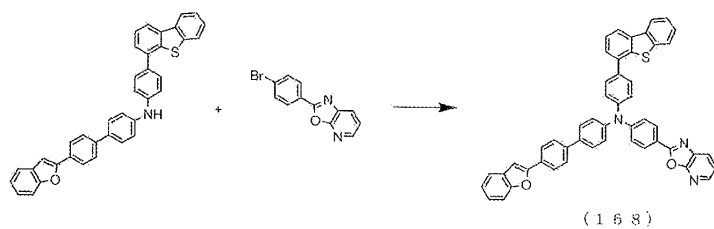
δ (p p m) = 8. 3 1 (1 H) , 8. 2 2 - 8. 1 6 (4 H) , 8. 0 2 (1 H) , 7. 8 5 (5 H) , 7. 7 7 (2 H) , 7. 6 8 (2 H) , 7. 6 0 - 7. 4 7 (6 H) , 7. 3 4 - 7. 2 2 (9 H) , 6. 9 9 (1 H)

[0146] .

[0147] [실시예 10]

[0148] <4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-(4-(디벤조티오펜-4-일)-페닐)-(4'-(벤조푸란-2-일)-비페닐-4-일)-아민 : 화합물 (168) 의 합성 >

[0149] 질소 치환된 반응 용기에, (4-(디벤조티오펜-4-일)-페닐)-(4'-(벤조푸란-2-일)-비페닐-4-일)-아민 : 7.0 g, 4-브로모-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-벤젠 : 4.4 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.4 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.3 g, t-부톡시나트륨 : 1.9 g 을 투입하고, 톨루엔 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올을 첨가하여 분산 세정을 실시하고, 여과하여 고체를 취출하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 모노클로로벤젠/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 4-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-페닐-(4-(디벤조티오펜-4-일)-페닐)-(4'-(벤조푸란-2-일)-비페닐-4-일)-아민 : 화합물 (168) 의 황색 분체 8.5 g (수율 89.8 %) 을 얻었다.



[0150]

[0151] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0152] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 31 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

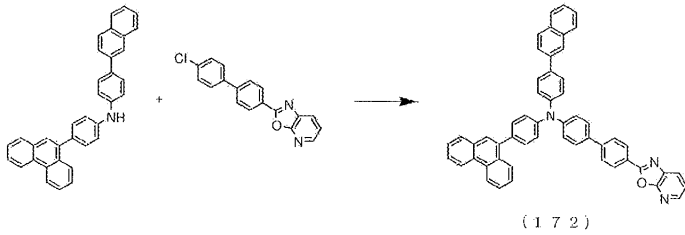
δ (p p m) = 8. 3 1 (1 H) , 8. 2 1 - 8. 1 6 (4 H) , 8. 0 3 (1 H) , 7. 9 6 (2 H) , 7. 8 6 (1 H) , 7. 7 6 - 7. 7 1 (4 H) , 7. 6 7 (2 H) , 7. 6 1 - 7. 5 2 (4 H) , 7. 4 8 (2 H) , 7. 3 8 - 7. 2 3 (9 H) , 7. 0 8 (1 H) .

[0153]

[0154] [실시예 11]

[0155] <4'-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-비페닐-4-일-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-(4-페난트렌-9-일-페닐)-아민 : 화합물 (172) 의 합성>

[0156] 질소 치환된 반응 용기에, (4-나프탈렌-2-일-페닐)-(4-페난트렌-9-일-페닐)아민 : 6.0 g, 2-(4'-클로로-비페닐-4-일)-7-아자벤조옥사졸 : 4.3 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.4 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.3 g, t-부톡시나트륨 : 1.8 g 을 투입하고, 톨루엔 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올을 첨가하여 분산 세정을 실시하고, 여과하여 고체를 추출하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 모노클로로벤젠/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 4'-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-비페닐-4-일-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-(4-페난트렌-9-일-페닐)-아민 : 화합물 (172) 의 황색 분체 5.1 g (수율 54.0 %) 을 얻었다.



[0157]

[0158] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0159] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 35 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

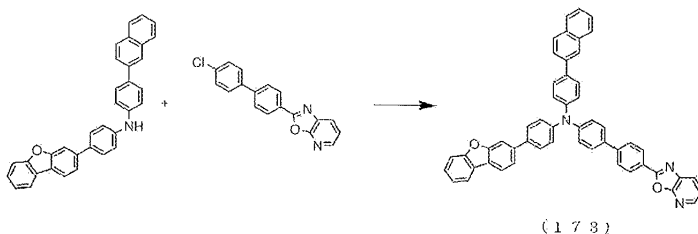
δ (ppm) = 8.80 (1H), 8.74 (1H), 8.38-8.36 (3H), 8.09-8.07 (3H), 7.94-7.86 (4H), 7.82-7.59 (12H), 7.53-7.46 (4H), 7.39-7.35 (7H).

[0160]

[0161] [실시에 12]

[0162] <4'-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-비페닐-4-일-(4-디벤조푸란-3-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 화합물 (173) 의 합성>

[0163] 질소 치환된 반응 용기에, (4-디벤조푸란-3-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)아민 : 6.0 g, 2-(4'-클로로-비페닐-4-일)-7-아자벤조옥사졸 : 4.4 g, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐 (0) : 0.4 g, 트리-t-부틸포스핀 : 0.3 g, t-부톡시나트륨 : 1.9 g 을 투입하고, 자일렌 용매 하에서 하룻밤 환류 교반하였다. 방랭한 후, 계 내에 메탄올을 첨가하여 분산 세정을 실시하고, 여과하여 고체를 추출하여 조생성물을 얻었다. 조생성물을 톨루엔/아세톤 혼합 용매에 의해서 정석 정제를 행함으로써, 4'-(7-아자벤조옥사졸-2-일)-비페닐-4-일-(4-디벤조푸란-3-일-페닐)-(4-나프탈렌-2-일-페닐)-아민 : 화합물 (173) 의 황색 분체 2.5 g (수율 26.3 %) 을 얻었다.



[0164]

[0165] 얻어진 황색 분체에 대해서 NMR 을 사용하여 구조를 동정하였다.

[0166] ¹H-NMR (CDCl₃) 으로 이하의 33 개의 수소의 시그널을 검출하였다.

δ (ppm) = 8.37–8.35 (3H), 8.09–8.06 (2H), 8.01–7.86 (5H), 7.81–7.76 (4H), 7.71–7.58 (8H), 7.53–7.45 (3H), 7.38–7.31 (8H).

[0167]

[0168] [실시예 13]

[0169] 상기 실시예에서 얻은 화합물에 대해서, 고감도 시차 주사 열량계 (브루커·에이엑스에스 제조, DSC3100SA) 에 의해서 용점과 유리 전이점을 측정하였다. 측정 결과를 표 1 에 정리하여 나타내었다.

표 1

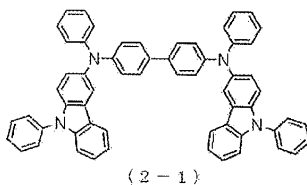
| | 용점 | 유리 전이점 |
|----------|---------|---------|
| 화합물(123) | — | 123.1°C |
| 화합물(124) | — | 120.4°C |
| 화합물(25) | 112.6°C | 108.8°C |
| 화합물(44) | 249.0°C | 105.1°C |
| 화합물(140) | 251.1°C | 124.8°C |
| 화합물(144) | 291.6°C | 144.0°C |
| 화합물(146) | 318.2°C | 159.1°C |
| 화합물(166) | — | 125.4°C |
| 화합물(167) | — | 138.6°C |
| 화합물(168) | — | 136.7°C |
| 화합물(172) | — | 138.0°C |
| 화합물(173) | — | 125.9°C |

[0170]

[0171] 상기 결과로부터, 실시예에서 얻은 화합물은 100 °C 이상의 유리 전이점을 갖고 있고, 박막 상태가 안정적인 것을 나타내는 것이다.

[0172] [실시예 14]

[0173] 상기 실시예에서 얻은 화합물을 사용하여, 실리콘 기판 상에 막두께 80 nm 의 증착막을 제조하고, 분광 측정 장치 (필 메트릭스사 제조, F10-RT-UV) 를 사용하여, 파장 400 nm, 410 nm 에 있어서의 굴절률 n 과 소쇠 계수 k 를 측정하였다. 비교를 위해서, 하기 구조식의 비교 화합물 (2-1) 및 Alq₃ 에 대해서도 측정하였다 (예를 들어, 특허문헌 4 참조). 측정 결과를 표 2 에 정리하여 나타내었다.



[0174]

표 2

| | 굴절률 n (λ : 450nm) | 굴절률 n (λ : 750nm) | 소쇠 계수 k (λ : 400nm) | 소쇠 계수 k (λ : 410nm) |
|-----------|----------------------|----------------------|------------------------|------------------------|
| 화합물 (123) | 2.29 | 1.89 | 0.60 | 0.53 |
| 화합물 (124) | 2.43 | 1.91 | 0.80 | 0.71 |
| 화합물 (25) | 2.34 | 1.89 | 0.85 | 0.70 |
| 화합물 (44) | 2.46 | 1.91 | 1.00 | 0.83 |
| 화합물 (140) | 2.52 | 1.91 | 1.00 | 0.98 |
| 화합물 (144) | 2.44 | 1.91 | 0.89 | 0.84 |
| 화합물 (146) | 2.40 | 1.89 | 1.02 | 0.85 |
| 화합물 (166) | 2.48 | 1.89 | 1.08 | 0.89 |
| 화합물 (167) | 2.45 | 1.92 | 0.98 | 0.80 |
| 화합물 (168) | 2.47 | 1.94 | 0.95 | 0.78 |
| 화합물 (172) | 2.45 | 1.94 | 0.76 | 0.67 |
| 화합물 (173) | 2.47 | 1.95 | 0.90 | 0.75 |
| Alq3 | 1.88 | 1.73 | 0.16 | 0.14 |
| 화합물 (2-1) | 1.93 | 1.78 | 0.15 | 0.06 |

[0175]

[0176]

표 2 에 나타낸 바와 같이, 비교 화합물 (2-1) 및 Alq₃ 의 파장 450 nm 에서의 굴절률은 1.88 내지 1.93 인 것에 비해서, 본 발명의 화합물의 상기 굴절률은 2.29 내지 2.52 였다. 또, 비교 화합물 (2-1) 및 Alq₃ 의 파장 750 nm 에서의 굴절률은 1.73 내지 1.78 인 것에 비해서, 본 발명의 화합물의 상기 굴절률은 1.89 내지 1.95 였다. 이것은 본 발명의 화합물을 사용함으로써, 유기 EL 소자에 있어서의 광의 추출 효율의 향상을 기대할 수 있는 것을 나타내는 것이다.

[0177]

비교 화합물 (2-1) 및 Alq₃ 의 파장 400 nm 내지 410 nm 에서의 소쇠 계수는 0.06 내지 0.16인 것에 비해서, 본 발명의 화합물의 상기 소쇠 계수는 0.53 내지 1.08 이었다. 이것은 태양광의 파장 400 nm 내지 410 nm 의 광을 잘 흡광하고, 캡핑층으로서 사용함으로써 소자 내부의 재료에 대한 영향을 억제할 수 있는 것을 나타내는 것이다.

[0178]

[실시예 15]

[0179]

본 발명의 화합물을 사용하여, 농도 10⁻⁵ mol/L 의 톨루엔 용액을 조제하여 파장 400 nm 및 410 nm 에 있어서의 흡광도를 자외 가시 근적외 분광 광도계 (니혼 분광 제조, V-650) 를 사용하여 측정하였다. 또, 농도 5 × 10⁻⁶ mol/L, 1 × 10⁻⁵ mol/L, 1.5 × 10⁻⁵ mol/L 및 2.0 × 10⁻⁵ mol/L 의 4 종류의 농도의 톨루엔 용액을 조제하고, 자외 가시 근적외 분광 광도계 (니혼 분광 제조, V-650) 를 사용하여 측정하여 얻어진 검량선으로부터 흡광 계수를 산출하였다. 비교를 위해서, 상기 구조식의 비교 화합물 (2-1) 및 Alq₃ 에 대해서도 동일하게 하여 흡광도를 측정하고, 흡광 계수를 산출하였다. 결과를 표 3 에 정리하여 나타내었다.

표 3

| | 피크 파장 (λ max) | 흡광도 (λ : 400nm) | 흡광도 (λ : 410nm) | 흡광 계수 |
|-----------|------------------|--------------------|--------------------|--------|
| 화합물 (123) | 379nm | 0.81 | 0.53 | 110026 |
| 화합물 (124) | 363nm | 0.98 | 0.67 | 133181 |
| 화합물 (25) | 382nm | 0.81 | 0.43 | 113106 |
| 화합물 (44) | 381nm | 0.59 | 0.36 | 73952 |
| 화합물 (140) | 397nm | 1.28 | 0.90 | 129622 |
| 화합물 (144) | 395nm | 1.12 | 0.71 | 116298 |
| 화합물 (146) | 392nm | 1.35 | 0.55 | 153646 |
| 화합물 (166) | 366nm | 0.83 | 0.56 | 105338 |
| 화합물 (167) | 369nm | 0.85 | 0.57 | 111874 |
| 화합물 (168) | 363nm | 0.72 | 0.43 | 101901 |
| 화합물 (172) | 362nm | 0.59 | 0.41 | 82905 |
| 화합물 (173) | 370nm | 0.82 | 0.58 | 127727 |
| Alq3 | 394nm | 0.07 | 0.06 | 7518 |
| 화합물 (2-1) | 358nm | 0.07 | 0.02 | 48856 |

[0180]

[0181]

표 3 에 나타낸 바와 같이, 파장 400 nm 내지 410 nm 에서의 흡광도가 비교 화합물 (2-1) 및 Alq₃ 의 파장 400 nm 내지 410 nm 의 흡광도는 0.02 내지 0.07 인 것에 비해서, 본 발명의 화합물의 상기 흡광도는 0.36 내지 1.35 로 큰 값이었다. 이것은, 본 발명의 화합물은 태양광의 파장 400 nm 내지 410 nm 의 광을 잘 흡광할 수 있는 것을 나타내는 것이고, 또, 흡광 계수에 관하여, 본 발명의 화합물은 70000 이상의 값을 갖고 있어, 비교 화합물의 흡광 계수와 비교해서 큰 수치이다. 즉, 본 발명의 화합물은, 동일한 농도 조건 하에서는 비교 화합물에 비해서 광을 잘 흡광하는 것을 나타낸다.

[0182]

[실시에 16]

[0183]

실시에 1 에서 얻어진 화합물 (123) 을 사용하여 유기 EL 소자를 제조하고, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0184]

유기 EL 소자는, 도 14 에 나타내는 바와 같이, 유리 기판 (1) 상에 투명 양극 (2) 으로서 반사 ITO 전극을 미리 형성한 것 위에, 정공 주입층 (3), 정공 수송층 (4), 발광층 (5), 전자 수송층 (6), 전자 주입층 (7), 음극 (8), 캡핑층 (9) 의 순으로 증착하여 제조하였다.

[0185]

구체적으로는, 막두께 50 nm 의 ITO, 막두께 100 nm 의 은 합금의 반사막, 막두께 5 nm 의 ITO 를 차례로 성막한 유리 기판 (1) 을 이소프로필알코올 중에서 초음파 세정을 20 분간 행한 후, 250 °C 로 가열한 핫 플레이트 상에서 10 분간 건조를 행하였다. 그 후, UV 오존 처리를 2 분간 행한 후, 이 ITO 형성 유리 기판을 진공 증착기 내에 장착하고, 0.001 Pa 이하까지 감압하였다. 계속해서, 투명 양극 (2) 을 덧붙여 정공 주입층 (3) 으로서, 하기 구조식의 전자 억셉터 (Acceptor-1) 와 하기 구조식의 화합물 (3-1) 을, 증착 속도비가 Acceptor-1 : 화합물 (3-1) = 3 : 97 이 되는 증착 속도로 2 원 증착을 행하여, 막두께 10 nm 가 되도록 형성하였다.

[0186]

이 정공 주입층 (3) 상에, 정공 수송층 (4) 으로서 하기 구조식의 화합물 (3-1) 을 막두께 140 nm 가 되도록 형성하였다.

[0187]

이 정공 수송층 (4) 상에, 발광층 (5) 으로서 하기 구조식의 화합물 (3-2) 와 하기 구조식의 화합물 (3-3) 을, 증착 속도비가 (3-2) : (3-3) = 5 : 95 가 되는 증착 속도로 2 원 증착을 행하여, 막두께 20 nm 가 되도록 형성하였다.

[0188]

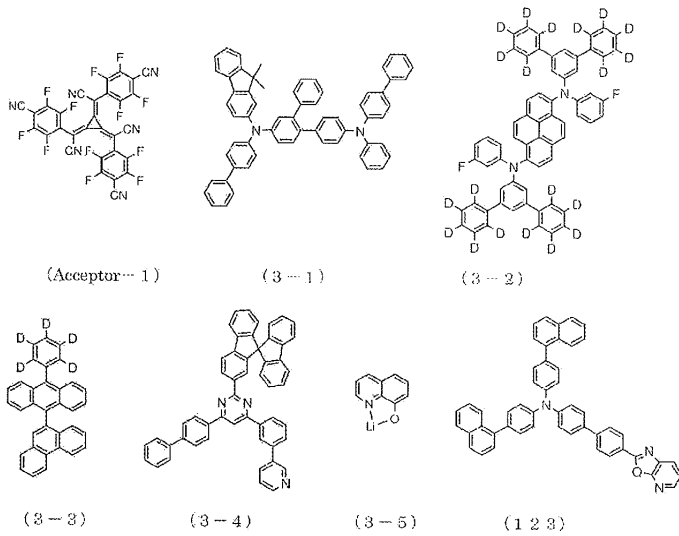
이 발광층 (5) 상에, 전자 수송층 (6) 으로서 하기 구조식의 화합물 (3-4) 와 하기 구조식의 화합물 (3-5) 를, 증착 속도비가 (3-4) : (3-5) = 50 : 50 이 되는 증착 속도로 2 원 증착을 행하여, 막두께 30 nm 가 되도록 형성하였다.

[0189]

이 전자 수송층 (6) 상에, 전자 주입층 (7) 으로서 불화리튬을 막두께 1 nm 가 되도록 형성하였다.

[0190] 이 전자 주입층 (7) 상에, 음극 (8) 으로서 마그네슘은 합금을 막두께 12 nm 가 되도록 형성하였다.

[0191] 마지막으로, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성하였다.



[0192]

[0193] [실시예 17]

[0194] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 2 의 화합물 (124) 를 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0195] [실시예 18]

[0196] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 3 의 화합물 (25) 를 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0197] [실시예 19]

[0198] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 4 의 화합물 (44) 를 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0199] [실시예 20]

[0200] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 5 의 화합물 (140) 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0201] [실시예 21]

[0202] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 6 의 화합물 (144) 를 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0203] [실시예 22]

[0204] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 7 의 화합물 (146) 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0205] [실시예 23]

[0206] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 8 의 화합물 (166) 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소

자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0207] [실시예 24]

[0208] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 9 의 화합물 (167) 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0209] [실시예 25]

[0210] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 10 의 화합물 (168) 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다. 제조된 유기 EL 소자에 직류 전압을 인가한 발광 특성의 측정 결과를 표 4 에 정리하여 나타내었다.

[0211] [실시예 26]

[0212] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 11 의 화합물 (172) 를 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0213] [실시예 27]

[0214] 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 실시예 12 의 화합물 (173) 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0215] [비교예 1]

[0216] 비교를 위해서, 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 Alq_3 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0217] [비교예 2]

[0218] 비교를 위해서, 실시예 16 에 있어서, 캡핑층 (9) 으로서 실시예 1 의 화합물 (123) 대신에 상기 구조식의 비교 화합물 (2-1) 을 막두께 60 nm 가 되도록 형성한 것 이외에는, 동일한 조건에서 유기 EL 소자를 제조하였다. 제조된 유기 EL 소자에 대해서, 대기 중, 상온에서 특성 측정을 행하였다.

[0219] 실시예 16 ~ 27 과 비교예 1 및 비교예 2 에서 제조된 유기 EL 소자를 사용하여, 전압, 휘도, 발광 효율, 전력 효율 및 소자 수명을 측정한 결과를 표 4 에 정리하여 나타내었다. 전압, 휘도, 발광 효율 및 전력 효율은 10 mA/cm² 의 정전류 구동을 행하여 측정하였다. 또, 소자 수명은, 10 mA/cm² 의 정전류 구동을 행하고, 초기 휘도를 100 % 로 했을 때, 초기 휘도의 95 % 로 감쇠할 때까지의 시간으로서 측정하였다.

표 4

| | 캡핑층 | 전압 (V) | 휘도 (cd/A) | 발광 효율 (cd/A) | 전력 효율 (lm/W) | 소자 수명 95% 감소 |
|--------|-----------|--------|-----------|--------------|--------------|--------------|
| 실시예 16 | 화합물 (123) | 3.66 | 824 | 8.24 | 7.07 | 166 시간 |
| 실시예 17 | 화합물 (124) | 3.67 | 838 | 8.37 | 7.16 | 157 시간 |
| 실시예 18 | 화합물 (25) | 3.66 | 826 | 8.26 | 7.10 | 168 시간 |
| 실시예 19 | 화합물 (44) | 3.66 | 839 | 8.39 | 7.21 | 158 시간 |
| 실시예 20 | 화합물 (140) | 3.67 | 852 | 8.52 | 7.30 | 140 시간 |
| 실시예 21 | 화합물 (144) | 3.65 | 842 | 8.42 | 7.26 | 160 시간 |
| 실시예 22 | 화합물 (146) | 3.67 | 833 | 8.33 | 7.13 | 151 시간 |
| 실시예 23 | 화합물 (166) | 3.63 | 848 | 8.48 | 7.34 | 158 시간 |
| 실시예 24 | 화합물 (167) | 3.64 | 843 | 8.43 | 7.28 | 147 시간 |
| 실시예 25 | 화합물 (168) | 3.66 | 846 | 8.46 | 7.26 | 146 시간 |
| 실시예 26 | 화합물 (172) | 3.65 | 844 | 8.44 | 7.27 | 150 시간 |
| 실시예 27 | 화합물 (173) | 3.67 | 845 | 8.45 | 7.23 | 146 시간 |
| 비교예 1 | Alq3 | 3.65 | 714 | 7.14 | 6.15 | 114 시간 |
| 비교예 2 | 화합물 (2-1) | 3.66 | 735 | 7.34 | 6.30 | 133 시간 |

[0220]

[0221]

표 4에 나타내는 바와 같이, 전류 밀도 10 mA/cm²에 있어서의 구동 전압은, 비교예 1 및 비교예 2의 소자와 실시예 16 ~ 27의 소자에서는 거의 동등한 것에 비해서, 휘도, 발광 효율, 전력 효율, 수명에 있어서는, 비교예 1 및 비교예 2의 소자에 비해서 실시예 16 ~ 27의 소자는 명확하게 향상되었다. 이것은, 캡핑층에 굴절률이 높은, 본 발명의 유기 EL 소자에 바람직하게 사용되는 재료를 포함함으로써, 광의 추출 효율을 대폭 개선시킬 수 있는 것을 나타낸다.

산업상 이용가능성

[0223]

본 발명의 일반식 (a-1)로 나타내는 아자벤조아졸 고리 구조를 갖는 아민 화합물은, 흡광 계수가 높고, 굴절률이 높으며, 광의 추출 효율을 대폭 개선시킬 수 있고, 박막 상태가 안정적이기 때문에, 유기 EL 소자에 바람직하게 사용되는 화합물로서 우수하다. 그 화합물을 사용하여 유기 EL 소자를 제조함으로써, 높은 효율을 얻을 수 있음과 함께, 태양광을 흡광하여 소자 내부의 재료에 영향을 주지 않기 때문에, 내구성이나 내광성을 개선시킬 수 있다. 또, 청, 녹 및 적 각각의 파장 영역에 있어서 흡수를 갖지 않는 그 화합물을 사용함으로써, 색 순도가 좋고 선명하며, 밝은 화상을 표시하고자 할 경우에 특히 바람직하다. 예를 들어, 가정 전화 제품이나 조명의 용도에 대한 전개가 가능해졌다.

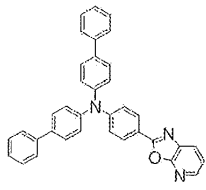
부호의 설명

[0224]

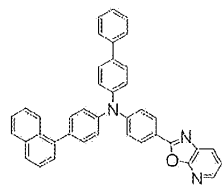
- 1 : 유리 기판
- 2 : 투명 양극
- 3 : 정공 주입층
- 4 : 정공 수송층
- 5 : 발광층
- 6 : 전자 수송층
- 7 : 전자 주입층
- 8 : 음극
- 9 : 캡핑층

도면

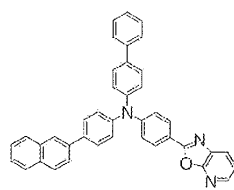
도면1



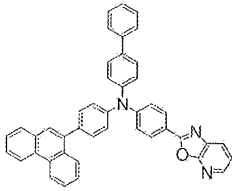
(1)



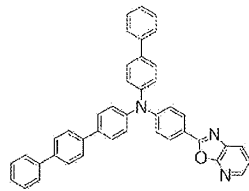
(2)



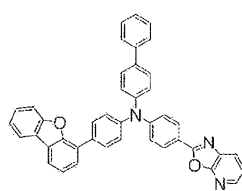
(3)



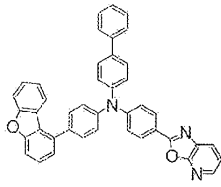
(4)



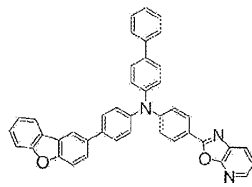
(5)



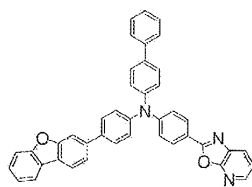
(6)



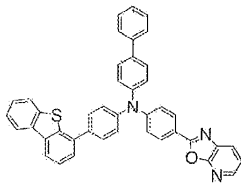
(7)



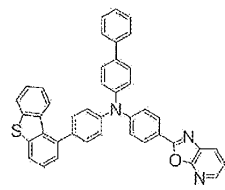
(8)



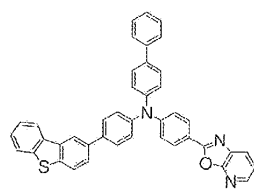
(9)



(10)

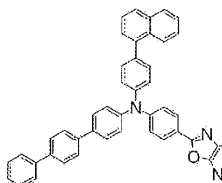
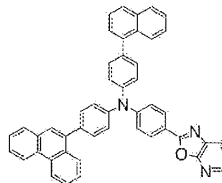
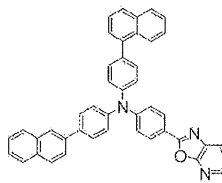
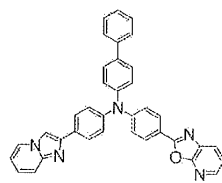
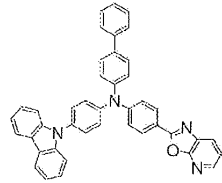
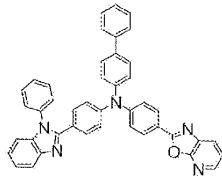
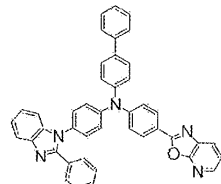
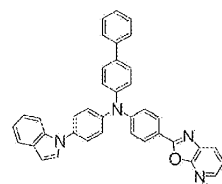
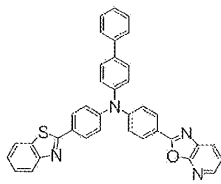
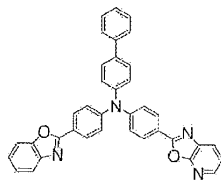
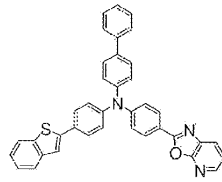
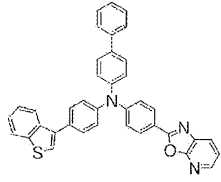
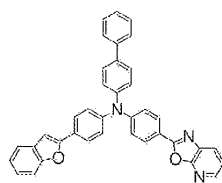
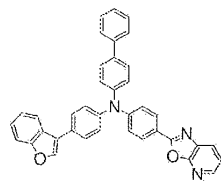
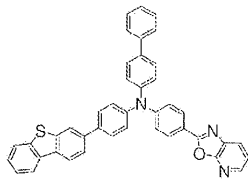


(11)

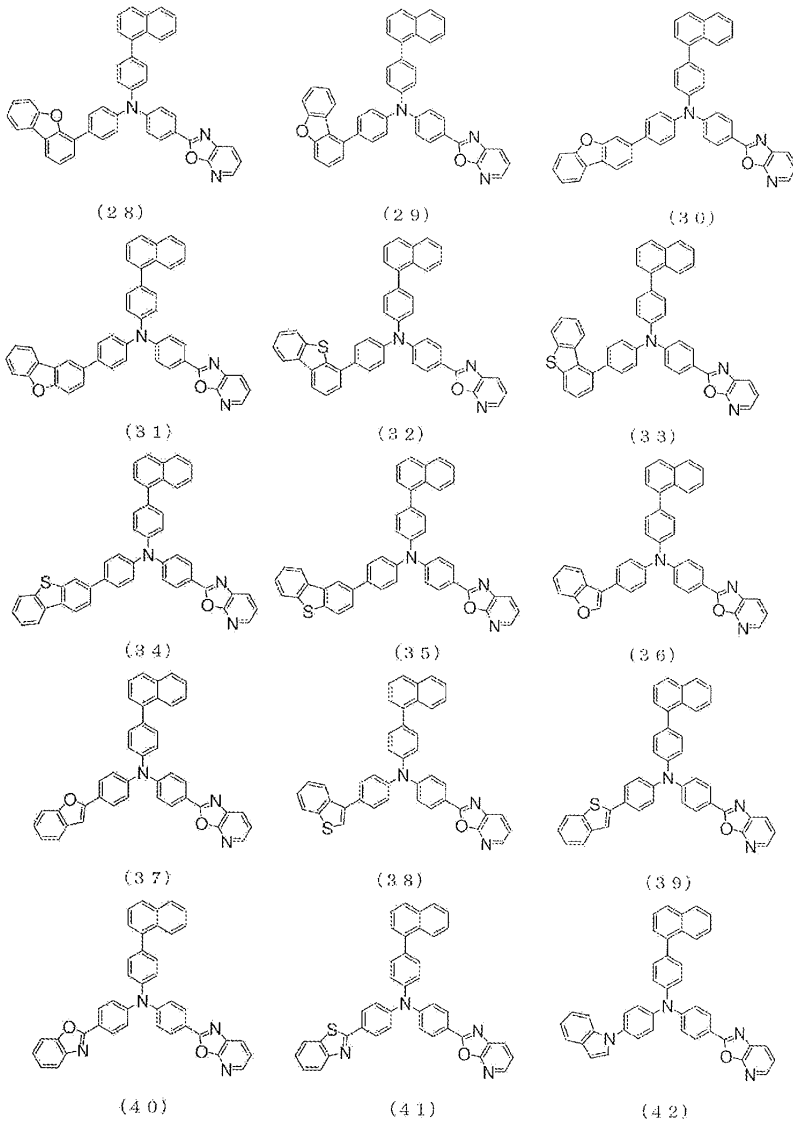


(12)

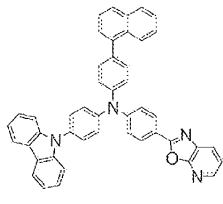
도면2



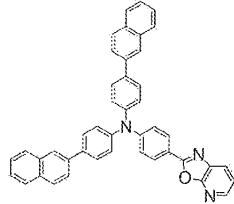
도면3



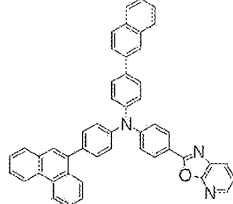
도면4



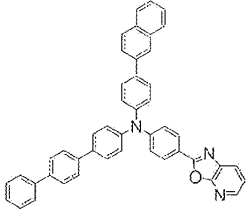
(43)



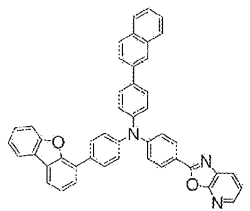
(44)



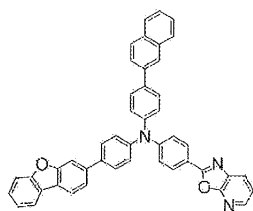
(45)



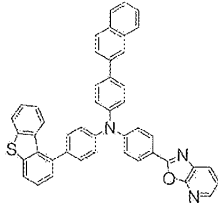
(46)



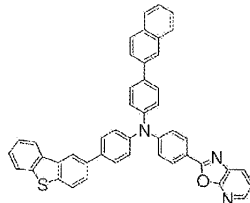
(47)



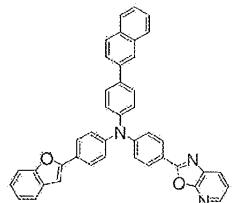
(48)



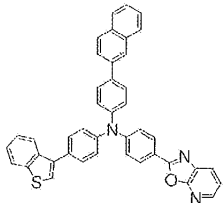
(49)



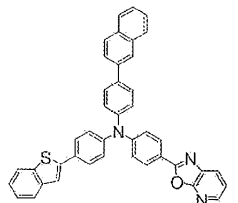
(50)



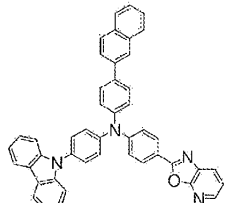
(51)



(52)

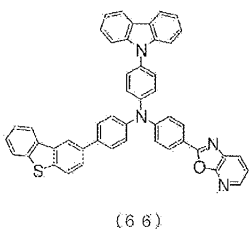
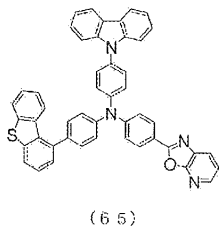
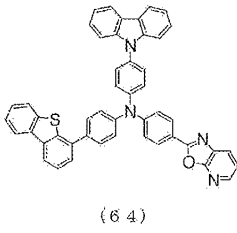
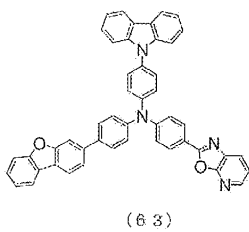
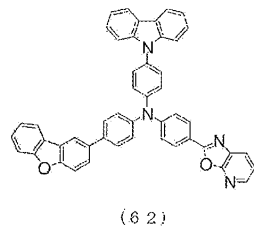
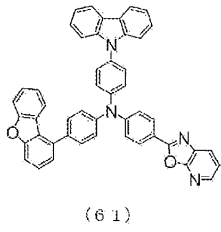
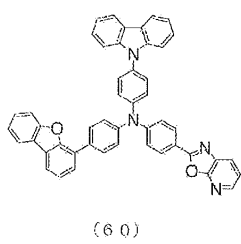
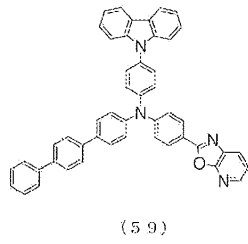
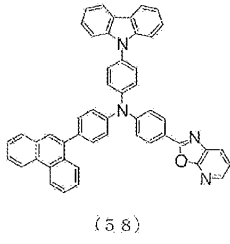
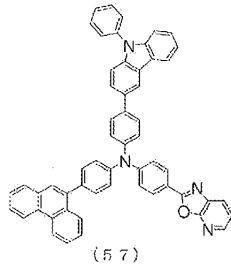
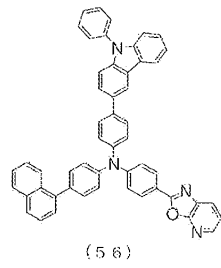
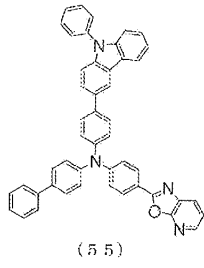


(53)

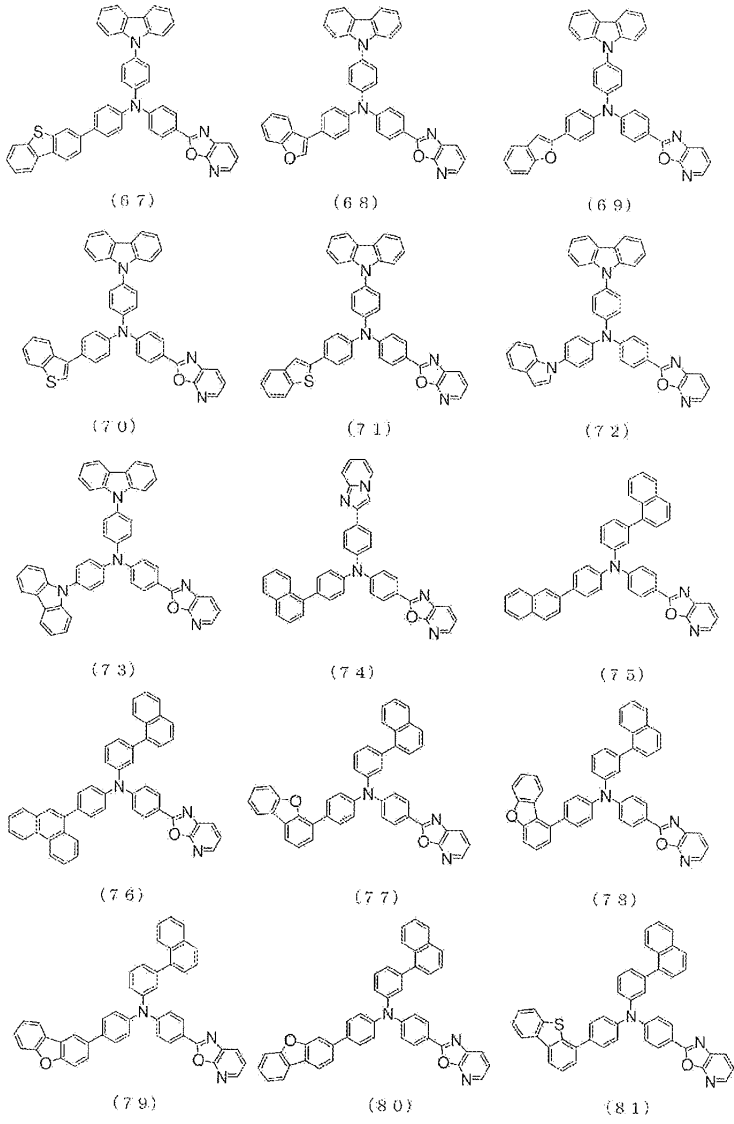


(54)

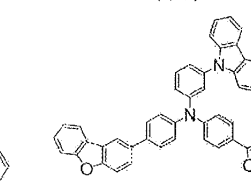
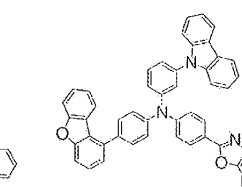
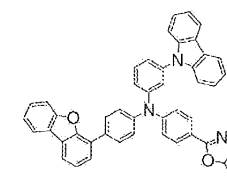
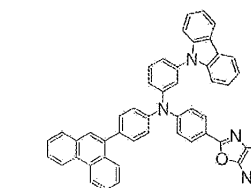
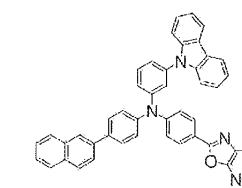
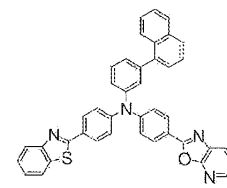
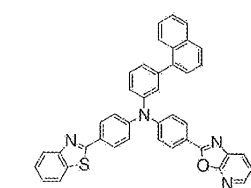
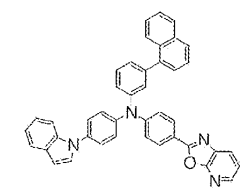
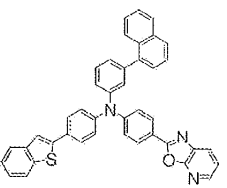
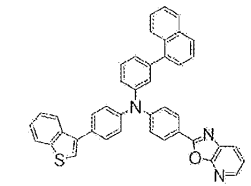
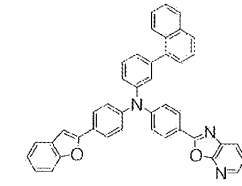
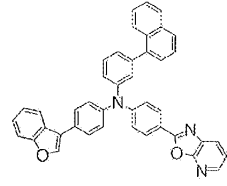
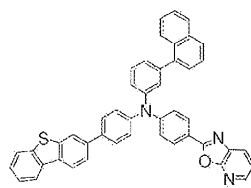
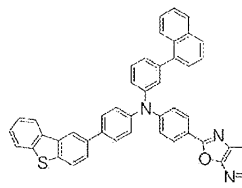
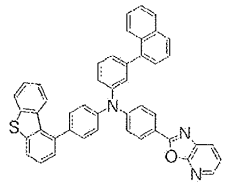
도면5



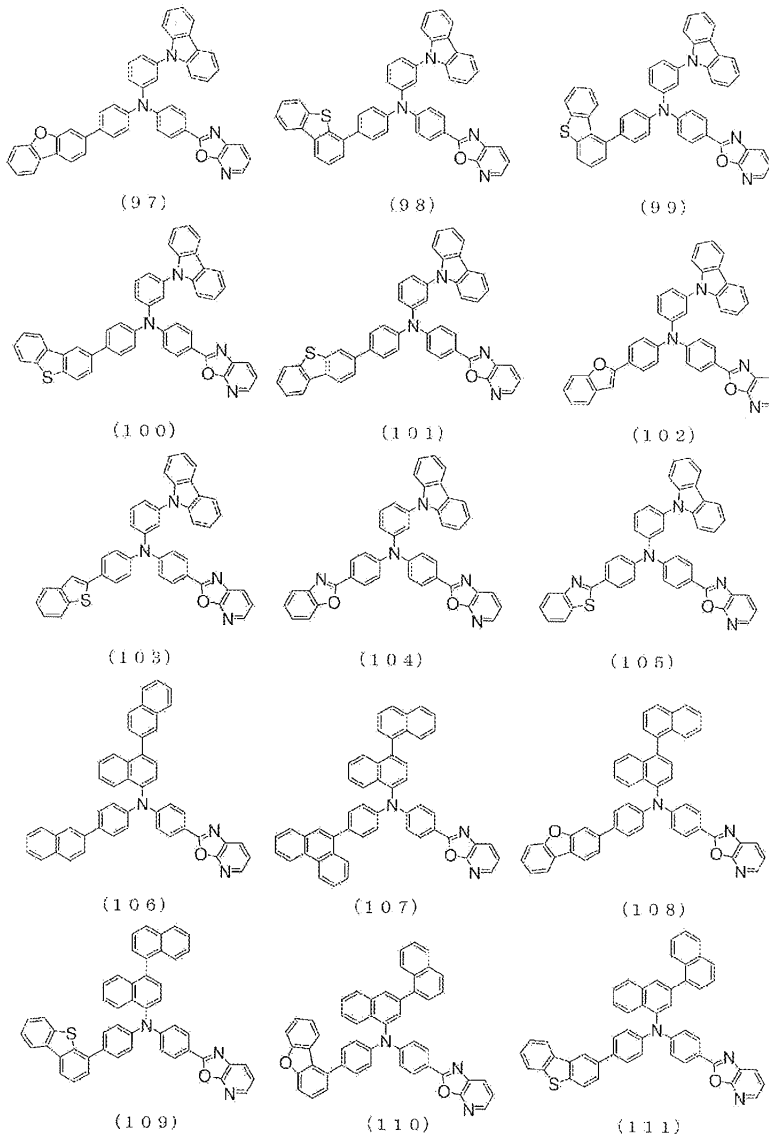
도면6



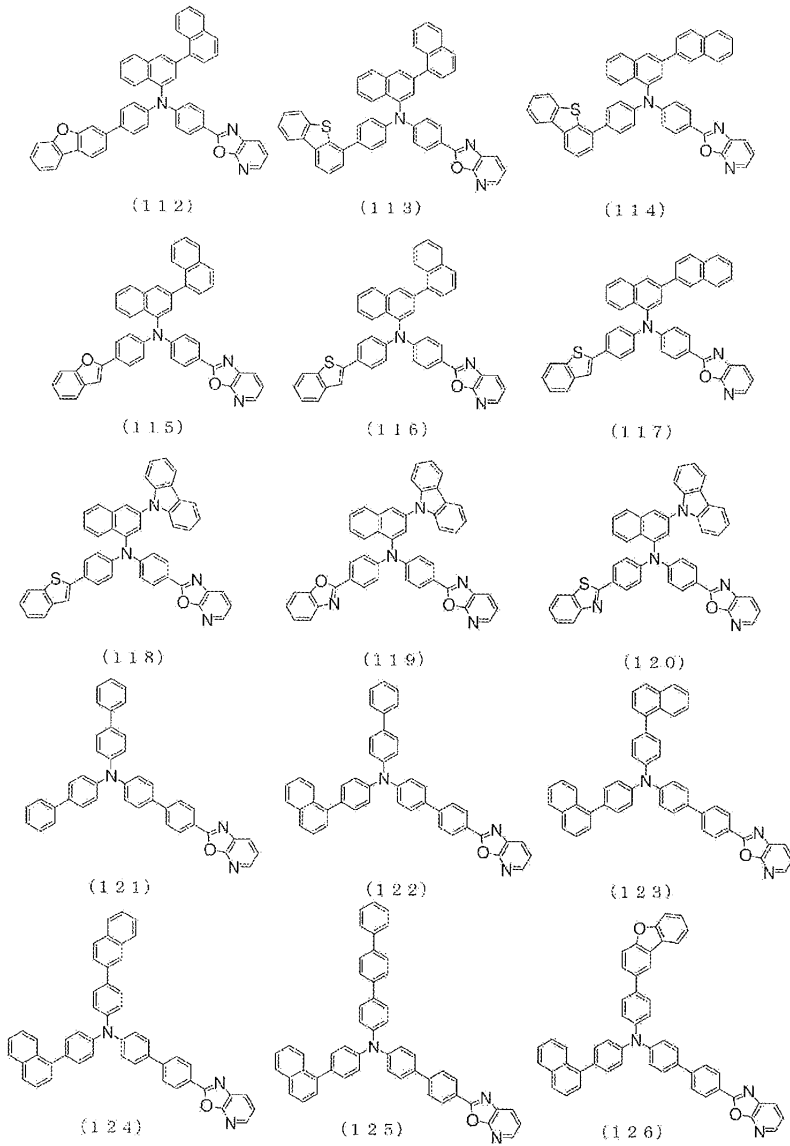
도면7



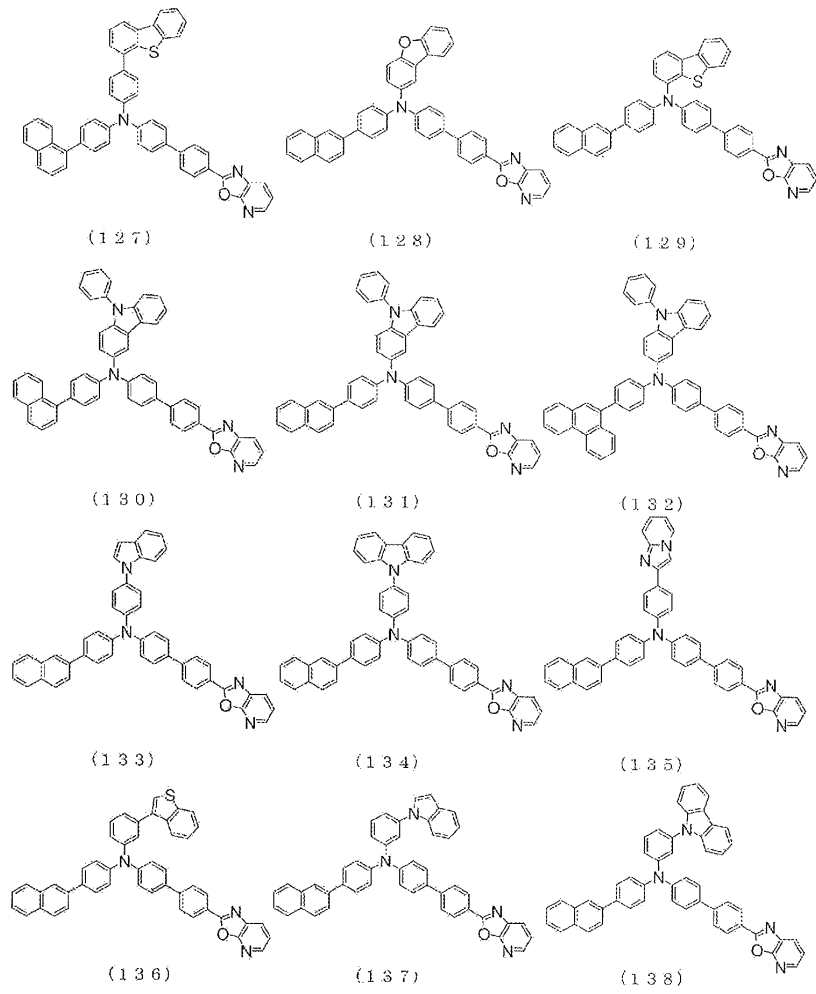
도면8



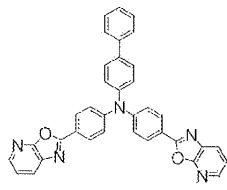
도면9



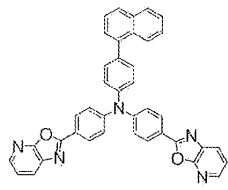
도면10



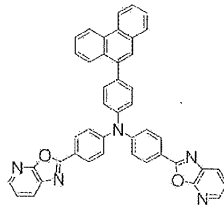
도면11



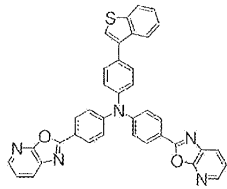
(139)



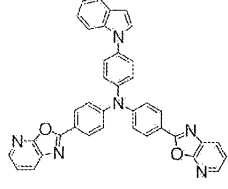
(140)



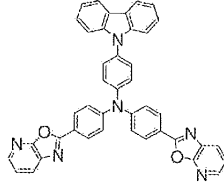
(141)



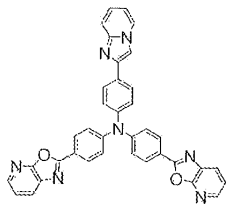
(142)



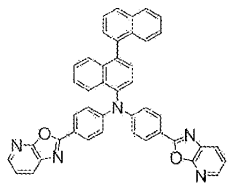
(143)



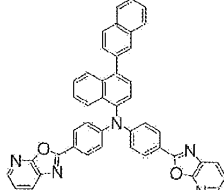
(144)



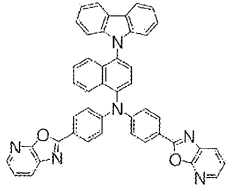
(145)



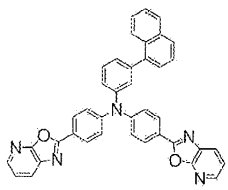
(146)



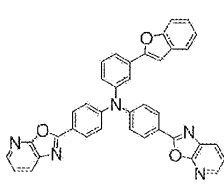
(147)



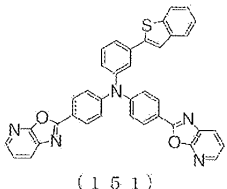
(148)



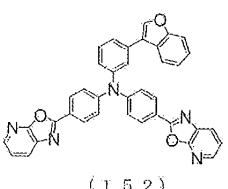
(149)



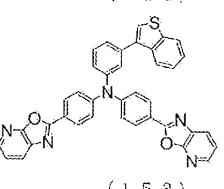
(150)



(151)

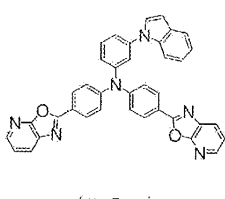


(152)

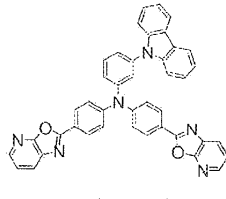


(153)

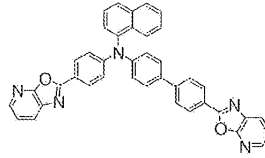
도면12



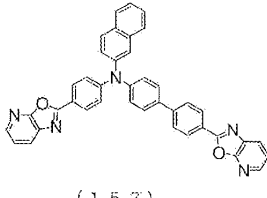
(154)



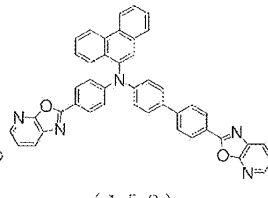
(155)



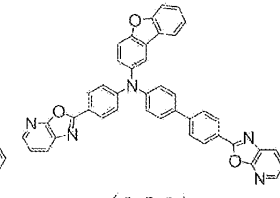
(156)



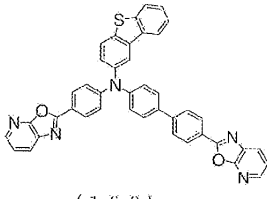
(157)



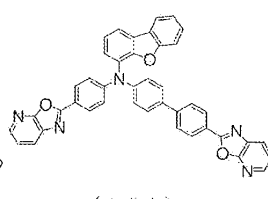
(158)



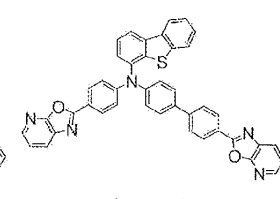
(159)



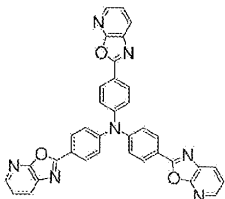
(160)



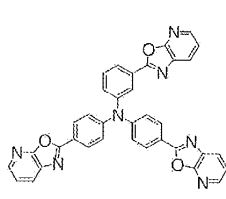
(161)



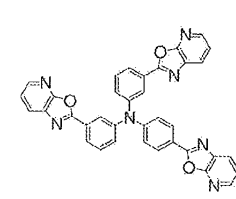
(162)



(163)

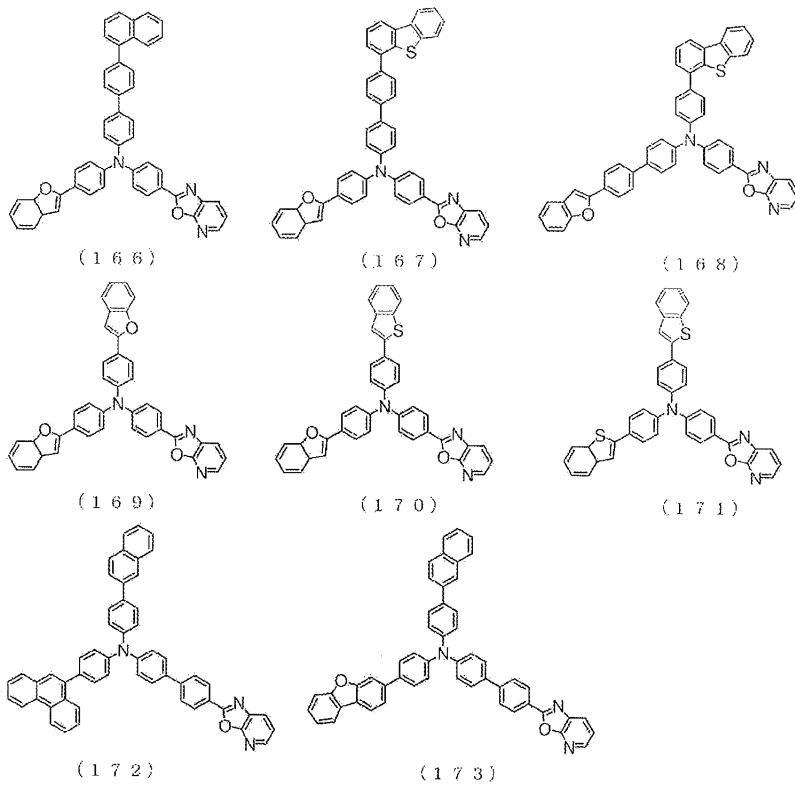


(164)



(165)

도면13



도면14

