



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0128094
(43) 공개일자 2018년11월30일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07D 403/14 (2006.01) C07D 209/86 (2006.01)
C07D 405/14 (2006.01) C09K 11/06 (2006.01)
H01L 51/00 (2006.01) H05B 33/10 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C07D 403/14 (2013.01)
C07D 209/86 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2018-7033905(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2010년08월26일
심사청구일자 2018년11월22일
- (62) 원출원 특허 10-2017-7025414
원출원일자(국제) 2010년08월26일
심사청구일자 2017년09월08일
- (85) 번역문제출일자 2018년11월22일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2010/064531
- (87) 국제공개번호 WO 2011/024922
국제공개일자 2011년03월03일
- (30) 우선권주장
JP-P-2009-196782 2009년08월27일 일본(JP)

- (71) 출원인
미쓰비시 케미컬 주식회사
일본 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 1초메 1방 1고
- (72) 발명자
바바 다츠시
일본 가나가와켄 요코하마시 아오바쿠 가모시다쵸 1000반치 가부시키가이샤 미쓰비시 가가꾸가가쿠 기슈즈켄큐센타 나이
- 이이다 고이치로
일본 가나가와켄 요코하마시 아오바쿠 가모시다쵸 1000반치 가부시키가이샤 미쓰비시 가가꾸가가쿠 기슈즈켄큐센타 나이
- (74) 대리인
특허법인코리아나

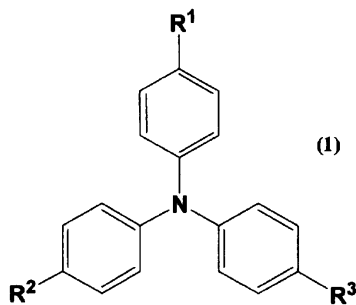
전체 청구항 수 : 총 1 항

(54) 발명의 명칭 **모노아민 화합물, 전하 수송 재료, 전하 수송막용 조성물, 유기 전계 발광 소자, 유기 EL 표시 장치 및 유기 EL 조명**

(57) 요약

하기 일반식 (1) 로 나타내는 것을 특징으로 하는 모노아민 화합물.

[화학식 1]



[일반식 (1) 중, R¹ ~ R³ 은 각각 독립적으로 o-위치 및 m-위치 중 적어도 일방에 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기를 나타내고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성해도 된다. 또한, R¹ ~ R³ 은 각각 서로 상이한 기이다]

(52) CPC특허분류

C07D 405/14 (2013.01)

C09K 11/06 (2013.01)

H01L 51/0032 (2013.01)

H01L 51/0059 (2013.01)

H01L 51/0072 (2013.01)

H01L 51/0073 (2013.01)

H01L 51/0085 (2013.01)

H05B 33/10 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

발명의 설명에 기재된 모든 발명.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 열적 및 전기 화학적으로 안정되고 다양한 용제에 가용인 모노아민 화합물, 그 모노아민 화합물을 함유하는 전하 수송 재료, 그 전하 수송 재료를 함유하는 전하 수송막용 조성물, 그 전하 수송 재료를 함유하는 층을 포함하고, 또한 발광 효율 및 구동 안정성이 높은 유기 전계 발광 소자, 그리고 그 소자를 구비하는 유기 EL 표시 장치 및 유기 EL 조명에 관한 것이다.

배경기술

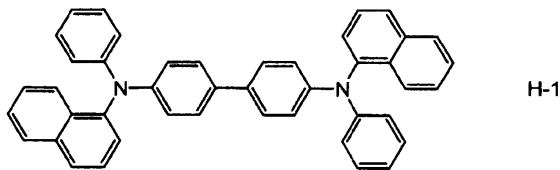
[0002] 최근, 유기 박막을 사용한 전계 발광 소자 (유기 전계 발광 소자) 의 개발이 이루어지고 있다. 유기 박막의 형성 방법으로는, 진공 증착법과 습식 막제조법을 들 수 있다. 이 중, 습식 막제조법은 진공 프로세스가 필요하지 않고, 대면적화가 용이하며, 1 개의 층 (도포액) 에 다양한 기능을 가진 복수의 재료를 혼합하여 넣는 것이 용이하다는 등의 이점이 있다.

[0003] 습식 막제조법에 의해 형성된 발광층의 재료로는, 폴리(p-페닐렌비닐렌) 유도체나 폴리플루오렌 유도체 등의 고분자 재료가 주로 사용되고 있는데, 고분자 재료에는, (1) 고분자 재료는 중합도나 분자량 분포를 제어하는 것이 곤란하고, (2) 연속 구동시에 말단 잔기에 의한 열화가 일어나고, (3) 재료 자체의 고순도화가 곤란하여, 불순물을 함유하는 등의 문제가 있다.

[0004] 상기 문제 때문에, 습식 막제조법에 의한 유기 전계 발광 소자는 진공 증착법에 의한 유기 전계 발광 소자에 비해 구동 안정성이 떨어져, 일부를 제외하고 실용 레벨에 이르지 못한 것이 현 상황이다.

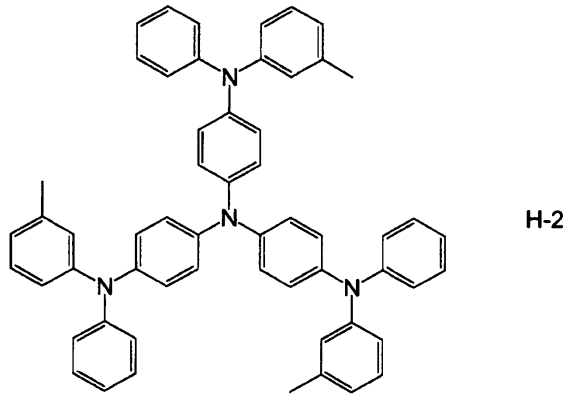
[0005] 이상과 같은 문제를 해결하는 시도로서, 특허문헌 1 에는 고분자 화합물이 아니라, 복수의 저분자 재료 (전하 수송 재료, 발광 재료) 를 혼합하여 습식 막제조법에 의해 형성한 유기 박막을 사용한 유기 전계 발광 소자가 기재되어 있고, 정공 수송성의 전하 수송 재료로는, 이하에 나타내는 화합물 H-1 및 H-2 가 사용되고 있다.

[0006] [화학식 1]



[0007]

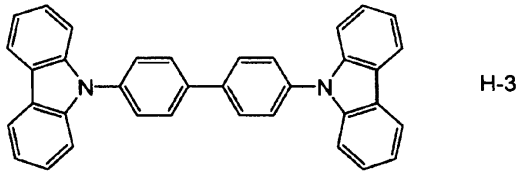
[0008] [화학식 2]



[0009]

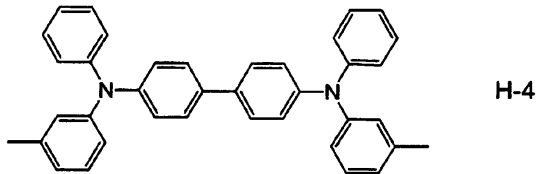
[0010] 또한, 습식 막제조법에 의해 형성된 복수의 저분자 재료를 함유하는 유기 박막을 사용한 유기 전계 발광 소자에 있어서, 비특허문헌 1, 특허문헌 2 에서는, 유기 전계 발광 소자의 발광 효율을 높이기 위해 인광 발광을 이용한 소자가 기재되어 있고, 전하 수송 재료에는, 이하에 나타내는 화합물 H-3, H-4 및 H-5 가 사용되고 있다.

[0011] [화학식 3]



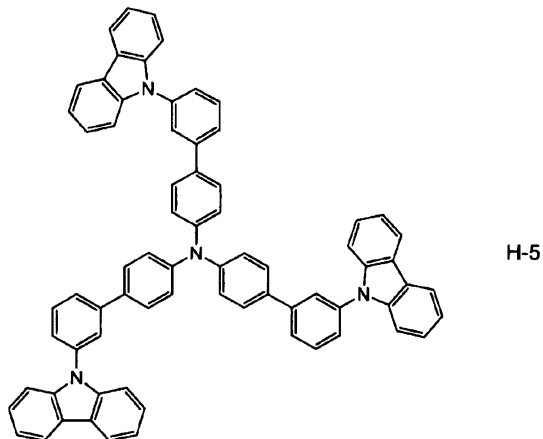
[0012]

[0013] [화학식 4]



[0014]

[0015] [화학식 5]



[0016]

선행기술문헌

특허문헌

[0017] (특허문헌 0001) 일본 공개특허공보 평11-273859호

(특허문헌 0002) 일본 공개특허공보 2007-110093호

비특허문헌

[0018] (비특허문헌 0001) Japanese Journal of Applied Physics Vol.44, No.1B, 2005, pp.626-629

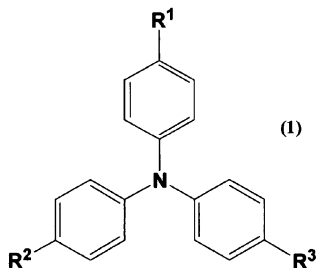
발명의 내용

해결하려는 과제

- [0019] 그러나, 상기 화합물 H-1, H-2, H-3, H-4 및 H-5 는 용제에 대한 용해성이 반드시 충분한 것은 아니다. 이 때문에, 클로로포름 등의 할로겐계 용제를 도포 용제에 사용할 필요가 있는데, 할로겐계 용제는 환경 부하가 크다. 또한, 할로겐계 용제 중에 함유되는 불순물에 의해 재료를 열화시킬 가능성이 있고, 또 할로겐계 용제를 사용한 습식 막제조법에 의한 유기 전계 발광 소자는 구동 안정성이 충분하지 않을 것으로 생각된다.
- [0020] 또, 상기 화합물 H-1, H-2, H-3 및 H-4 는 유리 전이 온도가 낮기 때문에, 특허문헌 1 및 비특허문헌 1 에 개시되어 있는 유기 전계 발광 소자는 내열성에 대해 개량의 여지가 있을 것으로 생각된다. 또한, 상기 화합물 H-1, H-2, H-3, H-4 및 H-5 는 매우 결정화되기 쉬워, 습식 막제조법에 의해 균일한 비정질막을 얻기가 용이하지 않다.
- [0021] 게다가 또한, 발광 재료로서 인광 발광 재료를 사용하는 경우, 화합물 H-1 은 3 중항 여기 준위가 낮기 때문에, 화합물 H-1 과 인광 발광 재료를 함유하는 조성물을 사용하여 형성된 유기 전계 발광 소자는 발광 효율이 낮을 것으로 생각된다.
- [0022] 따라서, 본 발명은 상기 종래의 실상을 감안하여 이루어진 것으로, 그 과제는 열적 및 전기 화학적으로 안정되고, 용제에 가용인 전하 수송 재료 및 그것을 함유하는 전하 수송막용 조성물을 제공하는 것에 있다.
- [0023] 본 발명은 또, 높은 발광 효율, 높은 구동 안정성을 갖는 유기 전계 발광 소자, 그리고 그것을 구비하는 유기 EL 표시 장치 및 유기 EL 조명을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0024] 본 발명자들은 예의 검토한 결과, 하기 일반식 (1) 로 나타내는 모노아민 화합물이, 용제에 대한 용해성이 우수하고, 높은 비정질성을 갖기 때문에, 습식 막제조법에 의한 박막 형성이 가능하며, 게다가 우수한 전하 수송성 및 전기적 산화 환원 내구성을 갖고, 높은 3 중항 여기 준위를 갖기 때문에, 유기 전계 발광 소자에 사용하면 높은 발광 효율 또한 높은 구동 안정성을 발현할 수 있는 것을 알아내어, 본 발명의 완성에 이르렀다.
- [0025] 즉, 본 발명의 요지는 하기 1 ~ 11 에 있다.
- [0026] 1. 하기 일반식 (1) 로 나타내는 것을 특징으로 하는 모노아민 화합물.
- [0027] [화학식 6]

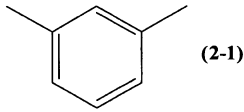


- [0028]
- [0029] [일반식 (1) 중, R¹ ~ R³ 은 각각 독립적으로 o-위치 및 m-위치 중 적어도 일방에 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기를 나타내고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성해도 된다. 또한, R¹ ~ R³ 은 각각 서로 상

이한 기이다]

[0030] 2. 상기 모노아민 화합물이 추가로 하기 구조식 (2-1) 로 나타내는 부분 구조를 포함하는 것을 특징으로 하는 전항 1 에 기재된 모노아민 화합물.

[0031] [화학식 7]



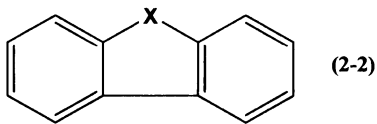
[0032]

[0033] [단, 구조식 (2-1) 중, 페닐기는 추가로 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성하고 있어도 된다]

[0034] 3. 상기 일반식 (1) 에 있어서, $R^1 \sim R^3$ 은 각각 독립적으로 m-위치에 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기인 것을 특징으로 하는 전항 1 또는 2 에 기재된 모노아민 화합물.

[0035] 4. 상기 일반식 (1) 에 있어서, $R^1 \sim R^3$ 중 적어도 하나는 하기 일반식 (2-2) 로 나타내는 부분 구조를 포함하는 기인 것을 특징으로 하는 전항 1 ~ 3 중 어느 1 항에 기재된 모노아민 화합물.

[0036] [화학식 8]

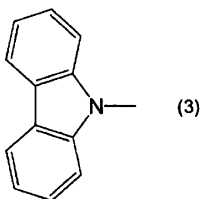


[0037]

[0038] [일반식 (2-2) 중에 있어서의 X 는 $-NR^4$ (R^4 는 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴기를 나타낸다), -O- 및 -S- 중 어느 하나를 나타낸다. 또, 일반식 (2-2) 중의 X 를 포함하는 축합 고리는 추가로 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성하고 있어도 된다]

[0039] 5. 상기 일반식 (2-2) 로 나타내는 부분 구조가 하기 구조식 (3) 으로 나타내는 부분 구조인 것을 특징으로 하는 전항 4 에 기재된 모노아민 화합물.

[0040] [화학식 9]

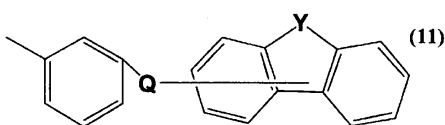


[0041]

[0042] [구조식 (3) 중에 있어서, N-카르바졸 고리는 추가로 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성하고 있어도 된다]

[0043] 6. 상기 일반식 (1) 에 있어서, $R^1 \sim R^3$ 중 적어도 하나는 하기 일반식 (11) 로 나타내는 기인 것을 특징으로 하는 전항 1 ~ 5 중 어느 1 항에 기재된 모노아민 화합물.

[0044] [화학식 10]



[0045]

[0046] [일반식 (11) 중, Q 는 직접 결합 또는 임의의 연결기를 나타낸다. Y 는 일반식 (2-2) 에 있어서의 X 와 동일한 의미이다. 또, 일반식 (11) 중의 Y 를 포함하는 축합 고리는 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기끼

리가 결합되어 고리 구조를 형성해도 된다]

- [0047] 7. 25 ℃, 대기압하에 있어서의 m-자일렌에 대한 용해도가 5 질량% 이상인 것을 특징으로 하는 전항 1 ~ 6 중 어느 1 항에 기재된 모노아민 화합물.
- [0048] 8. 전항 1 ~ 7 중 어느 1 항에 기재된 모노아민 화합물을 함유하는 것을 특징으로 하는 전하 수송 재료.
- [0049] 9. 전항 8 에 기재된 전하 수송 재료와 용제를 함유하는 것을 특징으로 하는 전하 수송막용 조성물.
- [0050] 10. 기관 상에 양극, 음극, 및 이들 양 극 사이에 형성된 발광층을 포함하는 유기 전계 발광 소자로서, 그 발광층이 전항 8 에 기재된 전하 수송 재료를 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.
- [0051] 11. 전항 10 에 기재된 유기 전계 발광 소자를 구비하는 것을 특징으로 하는 유기 EL 표시 장치.
- [0052] 12. 전항 10 에 기재된 유기 전계 발광 소자를 구비하는 것을 특징으로 하는 유기 EL 조명.

발명의 효과

- [0053] 본 발명의 모노아민 화합물, 그 모노아민 화합물을 함유하는 전하 수송 재료, 및 그 전하 수송 재료를 함유하는 전하 수송막용 조성물에 의하면, 열적 및 전기 화학적으로 안정되고, 높은 3 중항 여기 준위를 갖는 재료를 함유하는 유기 박막을 습식 막제조법에 의해 용이하게 형성할 수 있고, 유기 전계 발광 소자의 대면적화가 용이해진다.
- [0054] 또, 본 발명의 전하 수송 재료 및 그 전하 수송 재료를 함유하는 전하 수송막용 조성물을 사용한 유기 전계 발광 소자에 의하면, 고휘도·고효율로 발광시킬 수 있게 되고, 또한 소자의 안정성, 특히 구동 안정성이 향상된다.
- [0055] 또한, 본 발명의 전하 수송 재료는 우수한 막형성성, 전하 수송성, 발광 특성 및 내열성으로부터, 진공 증착법에 의한 막제조에도, 습식 막제조법에 의한 막제조에도 적용할 수 있다.
- [0056] 또, 본 발명의 전하 수송 재료 및 그 전하 수송 재료를 함유하는 전하 수송막용 조성물은 우수한 막형성성, 전하 수송성, 발광 특성 및 내열성으로부터, 소자의 층 구성에 맞춰, 정공 주입층, 정공 수송층, 발광층, 전자 주입층 및 전자 수송층 등의 유기층의 형성에도 적용할 수 있다.
- [0057] 따라서, 본 발명의 전하 수송 재료 및 그 전하 수송 재료를 함유하는 전하 수송막용 조성물을 사용한 유기 전계 발광 소자는 플랫폼 패널·디스플레이 (예를 들어, OA 컴퓨터용 및 벽걸이 TV), 차재 표시 소자, 휴대 전화 표시나 면 발광체로서의 특징을 살린 광원 (예를 들어, 복사기의 광원, 액정 디스플레이 및 계기류의 백라이트 광원), 표시판 및 표시등으로의 응용이 있을 수 있어, 그 기술적 가치가 큰 것이다.
- [0058] 또, 본 발명의 전하 수송 재료 및 그 전하 수송 재료를 함유하는 전하 수송막용 조성물은 본질적으로 우수한 산화 환원 안정성을 갖는 점에서, 유기 전계 발광 소자에 한정되지 않고, 그 밖에 전자 사진 감광체 등에도 유효하게 이용할 수 있다.

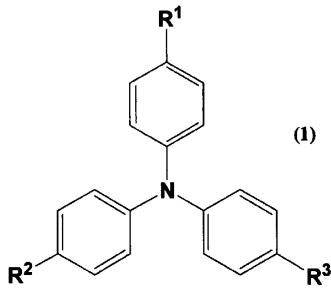
도면의 간단한 설명

- [0059] 도 1 은 본 발명의 유기 전계 발광 소자의 구조의 일례를 모식적으로 나타내는 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0060] 이하에 본 발명의 실시형태를 상세하게 설명하는데, 이하에 기재하는 구성 요건의 설명은 본 발명의 실시형태의 일례 (대표예) 이며, 본 발명은 그 요지를 넘지 않는 한, 이들 내용에 한정되지 않는다.
- [0061] <모노아민 화합물>
- [0062] 본 발명의 모노아민 화합물 (이하, 「화합물 (1)」 이라고도 한다) 은 하기 일반식 (1) 로 나타내는 것을 특징으로 한다.

[0063] [화학식 11]



[0064]

[0065] 일반식 (1) 중, $R^1 \sim R^3$ 은 각각 독립적으로 o-위치 및 m-위치 중 적어도 일방에 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기를 나타내고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성해도 된다. 또한, $R^1 \sim R^3$ 은 각각 서로 상이한 기이다.

[0066] [1. 구조상의 특징]

[0067] 화합물 (1) 은 트리페닐아민 구조를 갖기 때문에, 우수한 전하 (정공) 수송능을 갖고, 3 중항 여기 준위가 높으며, 높은 내열성을 갖는다.

[0068] 또, 화합물 (1) 은 $R^1 \sim R^3$, 즉 트리페닐아민 구조가 갖는 3 개의 치환기가 각각 상이하고, 분자 내에 대칭축을 갖지 않기 때문에, 비정질성이 매우 높고, 다양한 유기 용제에 대한 용해성이 우수하여, 용이하게는 결정화되지 않는 비정질 유기 박막을 형성할 수 있다.

[0069] 또한, 화합물 (1) 은 $R^1 \sim R^3$ 이 각각 독립적으로 o-위치 및 m-위치 중 적어도 일방에 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기 (이하, 「비 p-위치 치환의 부분 구조」라고 하는 경우가 있다) 임으로써, 비정질성이 더욱 향상되고, 보다 우수한 용해성을 갖는다.

[0070] 게다가, 상기 비 p-위치 치환의 부분 구조는 $R^1 \sim R^3$ 이 p-위치 치환기를 갖는 페닐기에 비해, 그다지 전자를 받지 않는다는 성질을 갖고 있기 때문에, 그 부분 구조를 포함하는 화합물 (1) 이 잘 붕괴되지 않아 (즉 전기 화학적으로 안정적이어서), 유기 전계 발광 소자의 구동 수명의 저하를 방지하는 것으로도 연결된다고 생각된다.

[0071] 또한, 용해성을 더욱 향상시키는 면에서, $R^1 \sim R^3$ 은 각각 독립적으로 m-위치에 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기인 것이 바람직하다.

[0072] [2. 분자량의 범위]

[0073] 화합물 (1) 의 분자량은 통상적으로 5000 이하가 바람직하고, 4000 이하가 보다 바람직하고, 3000 이하가 더욱 바람직하다. 또, 통상적으로 200 이상이 바람직하고, 300 이상이 보다 바람직하고, 400 이상이 더욱 바람직하다.

[0074] 분자량이 상기 범위 내이면, 정제가 용이하고, 유리 전이 온도, 용점 및 기화 온도 등이 높기 때문에, 내열성이 양호하다.

[0075] [3. 물성]

[0076] (1) 유리 전이 온도

[0077] 화합물 (1) 은 통상적으로 50 °C 이상의 유리 전이 온도를 갖는 것이 바람직하지만, 내열성의 관점에서 유리 전이 온도는 80 °C 이상인 것이 바람직하고, 110 °C 이상인 것이 더욱 바람직하다.

[0078] (2) 기화 온도

[0079] 화합물 (1) 은 통상적으로 300 °C 이상, 800 °C 이하의 기화 온도를 갖는 것이 바람직하다. 또한, 본 발명의 전하 수송 재료는 유리 전이 온도와 기화 온도 사이에 결정화 온도를 갖지 않는 것이 바람직하다.

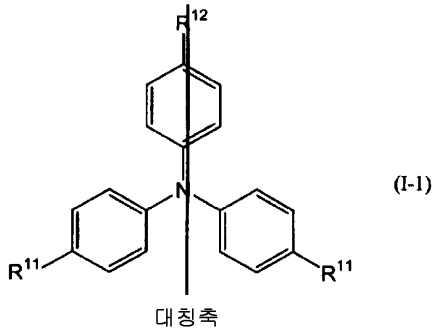
[0080] (3) 용해도

[0081] 화합물 (1) 로는, 25 °C, 대기압 조건하에서 m-자일렌에 대하여 5 질량% 이상 용해되는 것인 것이 용제 용해성을 확보하고, 습식 막제조법에 의한 막형성성을 얻기 위해 바람직하다. 당해 용해도는 10 질량% 이상이 바람직하고, 15 질량% 이상이 보다 바람직하다. 이 용해도의 상한에 대해서는 특별히 정하지 않지만 통상적으로 50 질량% 이하가 바람직하다.

[0082] [4] 대칭축

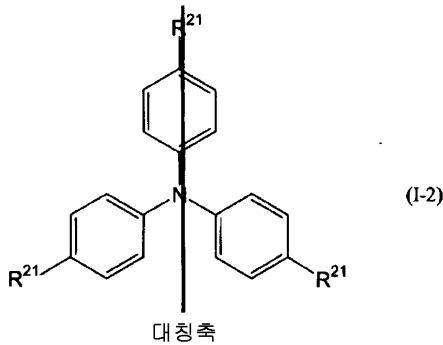
[0083] 트리페닐아민의 치환기 중 2 이상이 동일한 경우, 하기 일반식 (I-1) ~ (I-3) 으로 나타내는 화합물과 같이, 분자 내에 대칭축을 갖는다.

[0084] [화학식 12]



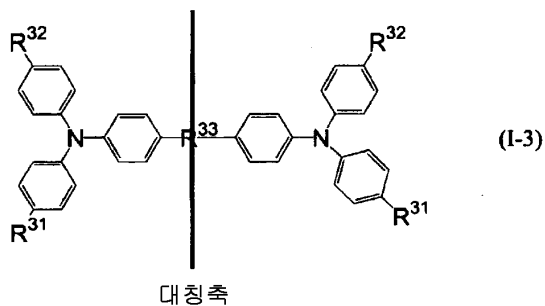
[0085]

[0086] [화학식 13]



[0087]

[0088] [화학식 14]



[0089]

[0090] 상기 일반식 (I-1) ~ (I-3) 중, R¹¹, R¹², R²¹, R³¹, R³² 및 R³³ 은 각각 독립적으로 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기를 나타내고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리를 형성하고 있어도 된다.

[0091] 이것에 대하여, 화합물 (1) 은 R¹ ~ R³ 이 전부 상이하기 때문에, 분자 내에 대칭축을 갖지 않는다. 이 때문에 본 발명의 전하 수송 재료는 비정질성이 높고, 용제에 대한 용해성이 높아진다.

- [0092] [5. $R^1 \sim R^3$]
- [0093] 식 (1) 중, $R^1 \sim R^3$ 은 각각 독립적으로 o-위치 및 m-위치 중 적어도 일방에 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기를 나타내고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성하고 있어도 되는데, R^1 , R^2 및 R^3 이 서로 동일한 경우가 되는 경우는 없다.
- [0094] $R^1 \sim R^3$ 의 페닐기가 갖는 치환기로는, 예를 들어, 치환기를 갖고 있어도 되는 알킬기, 치환기를 갖고 있어도 되는 알케닐기, 치환기를 갖고 있어도 되는 알키닐기, 치환기를 갖고 있어도 되는 아르알킬기, 치환기를 갖고 있어도 되는 아미노기, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소수 6 ~ 12 의 방향족 탄화수소기를 갖는 아릴아미노기, 치환기를 갖고 있어도 되는, 5 또는 6 원자 고리의 방향족 복소 고리를 갖는 헤테로아릴아미노기, 치환기를 갖고 있어도 되는, 탄소수 2 ~ 10 의 아실기를 갖는 아실아미노기, 치환기를 갖고 있어도 되는 알콕시기, 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴옥시기, 치환기를 갖고 있어도 되는 헤테로아릴옥시기, 치환기를 갖고 있어도 되는 아실기, 치환기를 갖고 있어도 되는 알콕시카르보닐기, 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴옥시카르보닐기, 치환기를 갖고 있어도 되는 알킬카르보닐옥시기, 할로젠 원자, 카르복시기, 시아노기, 수산기, 메르캅토기, 치환기를 갖고 있어도 되는 알킬티오기, 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴티오기, 치환기를 갖고 있어도 되는 술폰닐기, 치환기를 갖고 있어도 되는 실릴기, 치환기를 갖고 있어도 되는 보릴기, 치환기를 갖고 있어도 되는 포스포노기, 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 및 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기를 들 수 있다.
- [0095] 치환기를 갖고 있어도 되는 알킬기로는, 탄소수 1 ~ 8 의 직사슬 또는 분기의 알킬기가 바람직하다. 예를 들어, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 2-프로필기, n-부틸기, 이소부틸기 및 tert-부틸기 등을 들 수 있다.
- [0096] 치환기를 갖고 있어도 되는 알케닐기로는, 탄소수 2 ~ 9 의 알케닐기가 바람직하다. 예를 들어, 비닐기, 알릴기 및 1-부테닐기 등을 들 수 있다.
- [0097] 치환기를 갖고 있어도 되는 알키닐기로는, 탄소수 2 ~ 9 의 알키닐기가 바람직하다. 예를 들어, 에티닐기, 프로파르길기 등을 들 수 있다.
- [0098] 치환기를 갖고 있어도 되는 아르알킬기로는, 탄소수 7 ~ 15 의 아르알킬기가 바람직하다. 예를 들어, 벤질기 등을 들 수 있다.
- [0099] 치환기를 갖고 있어도 되는 아미노기로는, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소수 1 ~ 8 의 알킬기를 1 개 이상 갖는 알킬아미노기가 바람직하다. 예를 들어, 메틸아미노기, 디메틸아미노기, 디에틸아미노기 및 디벤질아미노기 등을 들 수 있다.
- [0100] 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소수 6 ~ 12 의 방향족 탄화수소기를 갖는 아릴아미노기로는, 예를 들어, 페닐아미노기, 디페닐아미노기, 디톨릴아미노기 등을 들 수 있다.
- [0101] 치환기를 갖고 있어도 되는, 5 또는 6 원자 고리의 방향족 복소 고리를 갖는 헤테로아릴아미노기로는, 예를 들어, 피리딜아미노기, 티에닐아미노기, 디티에닐아미노기 등을 들 수 있다.
- [0102] 치환기를 갖고 있어도 되는, 탄소수 2 ~ 10 의 아실기를 갖는 아실아미노기로는, 예를 들어, 아세틸아미노기 및 벤조일아미노기 등을 들 수 있다.
- [0103] 치환기를 갖고 있어도 되는 알콕시기로는, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소수 1 ~ 8 의 알콕시기가 바람직하다. 예를 들어, 메톡시기, 에톡시기 및 부톡시기 등을 들 수 있다.
- [0104] 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴옥시기로는, 탄소수 6 ~ 12 의 방향족 탄화수소기를 갖는 것이 바람직하다. 예를 들어, 페닐옥시기, 1-나프틸옥시기 및 2-나프틸옥시기 등을 들 수 있다.
- [0105] 치환기를 갖고 있어도 되는 헤테로아릴옥시기로는, 5 또는 6 원자 고리의 방향족 복소 고리기를 갖는 것이 바람직하다. 예를 들어, 피리딜옥시기 및 티에닐옥시기 등을 들 수 있다.
- [0106] 치환기를 갖고 있어도 되는 아실기로는, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소수 2 ~ 10 의 아실기가 바람직하다. 예를 들어, 포르밀기, 아세틸기 및 벤조일기 등을 들 수 있다.
- [0107] 치환기를 갖고 있어도 되는 알콕시카르보닐기로는, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소수 2 ~ 10 의 알콕시카르보닐기가 바람직하다. 예를 들어, 메톡시카르보닐기 및 에톡시카르보닐기 등을 들 수 있다.

- [0108] 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴옥시카르보닐기로는, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소수 7 ~ 13 의 아릴옥시카르보닐기가 바람직하다. 예를 들어, 페녹시카르보닐기 등을 들 수 있다.
- [0109] 치환기를 갖고 있어도 되는 알킬카르보닐옥시기로는, 치환기를 갖고 있어도 되는 탄소수 2 ~ 10 의 알킬카르보닐옥시기가 바람직하다. 예를 들어, 아세톡시기 등을 들 수 있다.
- [0110] 할로젠 원자로는, 불소 원자 및 염소 원자가 바람직하다.
- [0111] 치환기를 갖고 있어도 되는 알킬티오기 (바람직하게는, 탄소수 1 ~ 8 까지의 알킬티오기이며, 예를 들어 메틸티오기, 에틸티오기 등을 들 수 있다),
- [0112] 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴티오기로는, 탄소수 6 ~ 12 까지의 아릴티오기가 바람직하다. 예를 들어, 페닐티오기 및 1-나프틸티오기 등을 들 수 있다.
- [0113] 치환기를 갖고 있어도 되는 술폰닐기로는, 예를 들어, 메실기 및 토실기 등을 들 수 있다.
- [0114] 치환기를 갖고 있어도 되는 실릴기로는, 예를 들어, 트리메틸실릴기 및 트리페닐실릴기 등을 들 수 있다.
- [0115] 치환기를 갖고 있어도 되는 보릴기로는, 예를 들어, 디메시틸보릴기 등을 들 수 있다.
- [0116] 치환기를 갖고 있어도 되는 포스피노기로는, 예를 들어, 디페닐포스피노기 등을 들 수 있다.
- [0117] 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기로는, 예를 들어, 벤젠 고리, 나프탈렌 고리, 안트라센 고리, 페난트렌 고리, 페릴렌 고리, 테트라센 고리, 피렌 고리, 벤즈피렌 고리, 크리센 고리, 트리페닐렌 고리 및 플루오란텐 고리 등의, 5 또는 6 원자 고리의 단고리 또는 2 ~ 5 축합 고리 유래의 1 개의 기를 들 수 있다.
- [0118] 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기로는, 예를 들어, 푸란 고리, 벤조푸란 고리, 티오펜 고리, 벤조티오펜 고리, 피롤 고리, 피라졸 고리, 이미다졸 고리, 옥사디아졸 고리, 인돌 고리, 카르바졸 고리, 피롤로이미다졸 고리, 피롤로피라졸 고리, 피롤로피롤 고리, 티에노피롤 고리, 티에노티오펜 고리, 푸로피롤 고리, 푸로푸란 고리, 티에노푸란 고리, 벤조이소옥사졸 고리, 벤조이소티아졸 고리, 벤조이미다졸 고리, 피리딘 고리, 피라진 고리, 피리다진 고리, 피리미딘 고리, 트리아진 고리, 퀴놀린 고리, 이소퀴놀린 고리, 신놀린 고리, 퀴논살린 고리, 벤조이미다졸 고리, 페리미딘 고리 및 퀴나졸린 고리 등의, 5 또는 6 원자 고리의 단고리 또는 2 ~ 4 축합 고리 유래의 1 개의 기를 들 수 있다.
- [0119] 상기 치환기가 추가로 치환기를 갖는 경우, 그 치환기로는, 상기 예시 치환기를 들 수 있다.
- [0120] 전기 화학적 내구성을 향상시키는 관점 및 내열성을 향상시키는 관점에서는, $R^1 \sim R^3$ 의 페닐기의 치환기로는, 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 및 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기가 바람직하고, 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기 및 상기 5 또는 6 원자 고리의 단고리 또는 2 ~ 4 축합 고리 유래의 1 개의 기 등이 보다 바람직하고, 비치환 혹은 1 또는 2 치환의 페닐기 및 비치환의 카르바졸 고리 혹은 벤조푸란 고리가 더욱 바람직하다. 또, $R^1 \sim R^3$ 의 치환기는 상기 예시 치환기를 복수 개 갖고 있어도 되고, 서로 연결되어 있어도 된다.
- [0121] 용해성 및 비정질성을 더욱 향상시키는 관점에서는, $R^1 \sim R^3$ 의 페닐기의 치환기로는, 치환기를 갖고 있어도 되는 알킬기가 바람직하고, 메틸기, 에틸기, n-프로필기, 2-프로필기, n-부틸기, 이소부틸기 및 tert-부틸기가 보다 바람직하고, 메틸기 및 에틸기가 더욱 바람직하다.
- [0122] $R^1 \sim R^3$ 의 페닐기는 이 페닐기의 벤젠 고리에 도입된 치환기가 상이함으로써, 또는 치환기의 유무에 따라, 서로 상이한 것으로 되어 있다.
- [0123] 또, $R^1 \sim R^3$ 은 이와 같이 서로 상이한 페닐기임으로써, $R^1 \sim R^3$ 중 치환기도 포함한 합계 탄소수가 가장 많은 기와 가장 적은 기의 탄소수 차이 (이하, 「 $R^1 \sim R^3$ 탄소수차」라고 한다) 가 10 이상인 것이 바람직하다.
- [0124] 또, $R^1 \sim R^3$ 중 치환기도 포함한 합계 탄소수가 가장 많은 기와 2 번째로 합계 탄소수가 많은 기의 탄소수 차이가 5 이상인 것이 바람직하고, $R^1 \sim R^3$ 중 치환기도 포함한 합계 탄소수가 가장 적은 기와 2 번째로 합계 탄소수가 많은 기의 탄소수 차이가 5 이상인 것이 바람직하다.
- [0125] 또한, 가장 합계 탄소수가 많은 기와, 2 번째로 합계 탄소수가 많은 기와, 가장 합계 탄소수가 적은 기와의 탄

소수 차이가 각각 5 이상인 것이 더욱 바람직하다.

[0126] 이와 같이 $R^1 \sim R^3$ 탄소수차가 10 이상인 것, 또, $R^1 \sim R^3$ 각각의 탄소수차가 5 이상임으로써, 화합물 (1) 의 비정질성이 보다 더 높은 것이 되고, 다양한 유기 용제에 대한 용해성이 보다 더 우수하여, 용이하게는 결정화 되지 않는 비정성이 높은 유기 박막을 형성할 수 있게 된다.

[0127] $R^1 \sim R^3$ 탄소수차의 상한은 300 인 것이 바람직하고, 150 인 것이 보다 바람직하다. $R^1 \sim R^3$ 탄소수차를 상기 상한 이하로 함으로써, 전하 수송능의 저하를 방지할 수 있다.

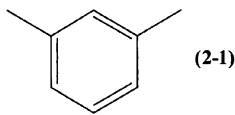
[0128] 또, $R^1 \sim R^3$ 각각의 탄소수 차이의 상한은 200 인 것이 바람직하고, 100 이 보다 바람직하다. $R^1 \sim R^3$ 각각의 탄소수 차이를 상기 상한 이하로 함으로써, 전하 수송능의 저하를 방지할 수 있다.

[0129] 또한, $R^1 \sim R^3$ 의 합계 탄소수의 상한은 각각 350 이 바람직하고, 150 이 보다 바람직하다.

[0130] [6] 특히 바람직한 부분 구조

[0131] 본 발명의 모노아민 화합물을 후술하는 전하 수송 재료로서 사용하는 경우에는, 용제에 대한 용해성을 더욱 향상시키는 관점에서, 화합물 (1) 의 분자 내에 하기 구조식 (2-1) 로 나타내는 m-페닐렌기를 갖는 것이 특히 바람직하다. 또한, 그 m-페닐렌기는 $R^1 \sim R^3$ 중 어느 하나의 부분 구조로서 포함하는 것이 바람직하다.

[0132] [화학식 15]



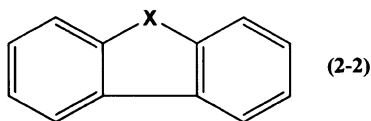
[0133]

[0134] 단, 구조식 (2-1) 중, 페닐기는 추가로 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.

[0135] 본 발명의 모노아민 화합물을 전하 수송 재료로서 사용하는 경우에는, 높은 3 중항 여기 준위를 유지하면서, 내열성을 향상시키는 관점에서, 화합물 (1) 의 분자 내에 하기 일반식 (2-2) 로 나타내는 부분 구조를 포함하는 것을 포함하는 것이 특히 바람직하다.

[0136] 또, 본 발명의 전하 수송 재료는, 하기 일반식 (2-2) 로 나타내는 부분 구조를 포함하는 것을 포함하는 경우, 화합물 (1) 에 있어서의 $R^1 \sim R^3$ 중 적어도 하나가 하기 일반식 (2-2) 로 나타내는 부분 구조를 포함하는 기인 것이 바람직하다.

[0137] [화학식 16]



[0138]

[0139] 일반식 (2-2) 중에 있어서의 X 는 $-NR^4-$ (R^4 는 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴기를 나타낸다), $-O-$ 및 $-S-$ 중 어느 하나를 나타낸다. 또, 일반식 (2-2) 중의 X 를 포함하는 축합 고리는 추가로 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.

[0140] 일반식 (2-2) 중에 있어서의 X 는, 내열성 및 용해성의 관점에서, $-NR^4-$ (R^4 는 치환기를 갖고 있어도 되는 아릴기를 나타낸다), 또는 $-O-$ 인 것이 바람직하다.

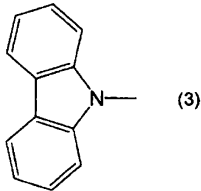
[0141] 또, 일반식 (2-2) 중의 X 를 포함하는 축합 고리는 추가로 치환기를 갖고 있어도 된다. 그 치환기는, 예를 들어, 전술한 화합물 (1) 에 있어서의 $R^1 \sim R^3$ 의 페닐기가 갖는 치환기와 동일한 기 등을 들 수 있다. 또한, 본 발명에 있어서, 일반식 (2-2) 중의 X 를 포함하는 축합 고리는 치환기를 갖지 않는 것이 바람직하다.

[0142] 본 발명의 전하 수송 재료의 특징인, 우수한 전자 수송능을 보다 효과적으로 발휘하기 위해서는, 전술한 바와

같이, 화합물 (1) 에 있어서의 $R^1 \sim R^3$ 중 어느 하나가 일반식 (2-2) 로 나타내는 부분 구조를 포함하는 것을 포함하는 것이 바람직하다.

[0143] 또, 상기 일반식 (2-2) 로 나타내는 부분 구조는, 전하 수송성 및 내열성의 관점에서, 하기 구조식 (3) 으로 나타내는 N-카르바졸릴기인 것이 바람직하다.

[0144] [화학식 17]

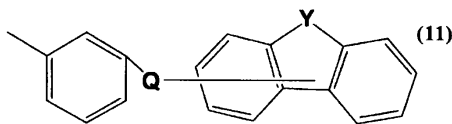


[0145]

[0146] 상기 구조식 (3) 중에 있어서, N-카르바졸 고리는 추가로 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성하고 있어도 된다.

[0147] 또, 용제에 대한 용해성을 더욱 향상시키는 관점에서, 화합물 (1) 에 있어서, $R^1 \sim R^3$ 중 적어도 하나가 하기 일반식 (11) 로 나타내는 기인 것이 특히 바람직하다.

[0148] [화학식 18]



[0149]

[0150] 일반식 (11) 중, Q 는 직접 결합 또는 임의의 연결기를 나타낸다. Y 는 일반식 (2-2) 에 있어서의 X 와 동일한 의미이다. 또, 일반식 (11) 중의 Y 를 포함하는 축합 고리는 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기끼리가 결합되어 고리 구조를 형성해도 된다.

[0151] 일반식 (11) 중의 Y 를 포함하는 축합 고리는 추가로 치환기를 갖고 있어도 되고, 그 치환기는, 예를 들어, 전술한 $R^1 \sim R^3$ 의 페닐기가 갖는 치환기와 동일한 기 등을 들 수 있다. 또한, 본 발명에 있어서, 일반식 (11) 중의 Y 를 포함하는 축합 고리는 치환기를 갖지 않는 것이 바람직하다.

[0152] 또, Q 는 직접 결합 또는 임의의 연결기이다. Q 가 임의의 연결기인 경우, 2 개의 방향족 탄화수소기, 구체적으로는 페닐렌기, 또는 2 이상 연결된 페닐렌기가 바람직하다.

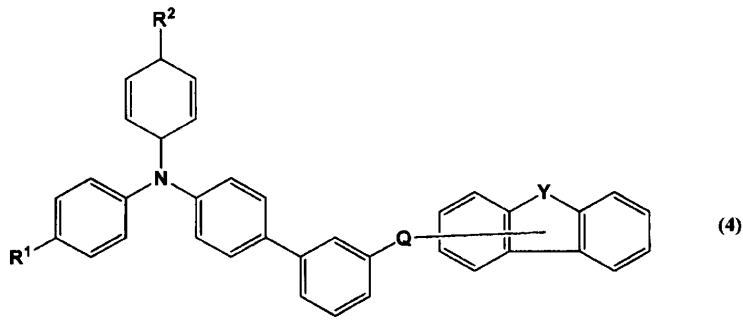
[0153] 2 이상 연결된 페닐렌기인 경우의 구체예로는, 비페닐렌기 및 터페닐렌기 등을 들 수 있다.

[0154] 또한, Q 는 상기 일반식 (11) 로 나타낸 바와 같이, 일반식 (1) 로 나타내고 있는 화합물의 주골격과 결합되는 벤젠 고리의 메타 위치에 직접 결합되는 것이 가장 바람직하다.

[0155] 즉, 정공 수송을 주로 담당하는 부분 (Y 를 포함하는 축합 고리) 이 벤젠 고리를 개재하여 메타 위치에 결합됨으로써, 용제에 대한 용해성이 향상됨과 함께, 벤젠 고리가 갖는 우수한 내열성, 우수한 전기 화학적 안정성, 높은 3 중항 여기 준위에 의해, 우수한 전기 화학적 안정성, 우수한 내열성, 높은 3 중항 여기 준위가 저해되지 않는다. 그 때문에, Q 로는 m-페닐렌기가 연결된 기인 것이 바람직하다. 연결되는 m-페닐렌기의 수는 1 ~ 5 개가 바람직하고, 2 ~ 3 개가 보다 바람직하다.

[0156] 본 발명에 있어서의 화합물 (1) 은 하기 일반식 (4) 로 나타내는 대칭축을 갖지 않는 화합물 (이하, 「화합물 (4)」 라고 하는 경우가 있다) 인 것이 특히 바람직하다.

[0157] [화학식 19]



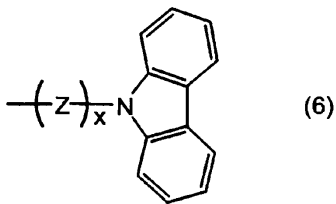
[0158]

[0159] 상기 일반식 (4) 중, R^1 및 R^2 는 일반식 (1) 에 있어서의 R^1 및 R^2 와 동일한 의미이다. Q 및 Y 는 일반식 (11) 에 있어서와 동일한 의미이다.

[0160] 상기 일반식 (4) 중의 R^1 및 R^2 는 상기 일반식 (1) 에 있어서의 R^1 및 R^2 와 동일한 의미이고, 또 바람직한 양태는 상기 [5. $R^1 \sim R^3$] 의 항에서 설명한 바와 같다.

[0161] 또한, 상기 일반식 (4) 중의 일반식 (1) 에 있어서의 R^3 에 해당하는 부분 구조로는, 용제에 대한 용해성 및 내열성을 향상시키는 관점에서, 하기 일반식 (6) 또는 (7) 로 나타내는 기인 것이 특히 바람직하다.

[0162] [화학식 20]

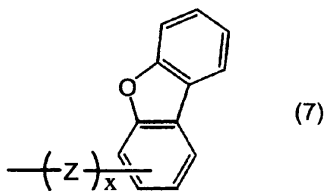


[0163]

[0164] 상기 일반식 (6) 중, Z 는 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐렌기를 나타내고, x 개의 페닐렌기 중 적어도 상기 일반식 (1) 로 나타내는 화합물의 주골격과 결합되는 1 개체의 페닐렌기는 m-페닐렌기이고, x 는 2 ~ 6 의 정수를 나타낸다.

[0165] 또한, 상기 일반식 (6) 에 있어서, x 는 2 ~ 6 이고, 2 ~ 4 인 것이 바람직하고, 2 ~ 3 인 것이 특히 바람직하다.

[0166] [화학식 21]



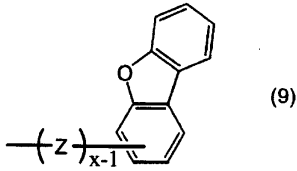
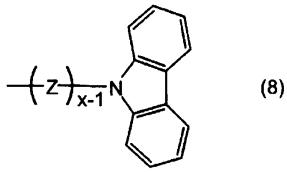
[0167]

[0168] 상기 일반식 (7) 중, Z 는 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐렌기를 나타내고, x 개의 페닐렌기 중 적어도 상기 일반식 (1) 로 나타내는 화합물의 주골격과 결합되는 1 개체의 페닐렌기는 m-페닐렌기이고, x 는 2 ~ 6 의 정수를 나타낸다.

[0169] 또한, 상기 일반식 (7) 에 있어서, x 는 2 ~ 4 이고, 2 ~ 3 인 것이 바람직하다.

[0170] 한편, 상기 일반식 (4) 에 있어서의 R^1 로는, 하기 일반식 (8) 또는 (9) 로 나타내는 기인 것이 특히 바람직하다.

[0171] [화학식 22]



[0172]

[0173] 일반식 (8) 및 (9) 중, Z 는 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐렌기를 나타내고, x-1 개의 페닐렌기 중 적어도 상기 일반식 (1) 로 나타내는 화합물의 주골격과 결합되는 1 개째의 페닐렌기는 m-페닐렌기이고, x 는 2 ~ 6 의 정수를 나타낸다)

[0174] 또한, R² 로는, 하기 일반식 (10) 으로 나타내는 기인 것이 특히 바람직하다.

[0175] $-(Z)_y-Ph$ (10)

[0176] 상기 일반식 (10) 중, Z 는 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐렌기를 나타내고, y 개의 페닐렌기 중 적어도 상기 일반식 (1) 로 나타내는 화합물의 주골격과 결합되는 1 개째의 페닐렌기는 m-페닐렌기이고, Ph 는 치환기를 갖고 있어도 되는 페닐기를 나타내고, y 는 1 ~ 5 의 정수를 나타낸다.

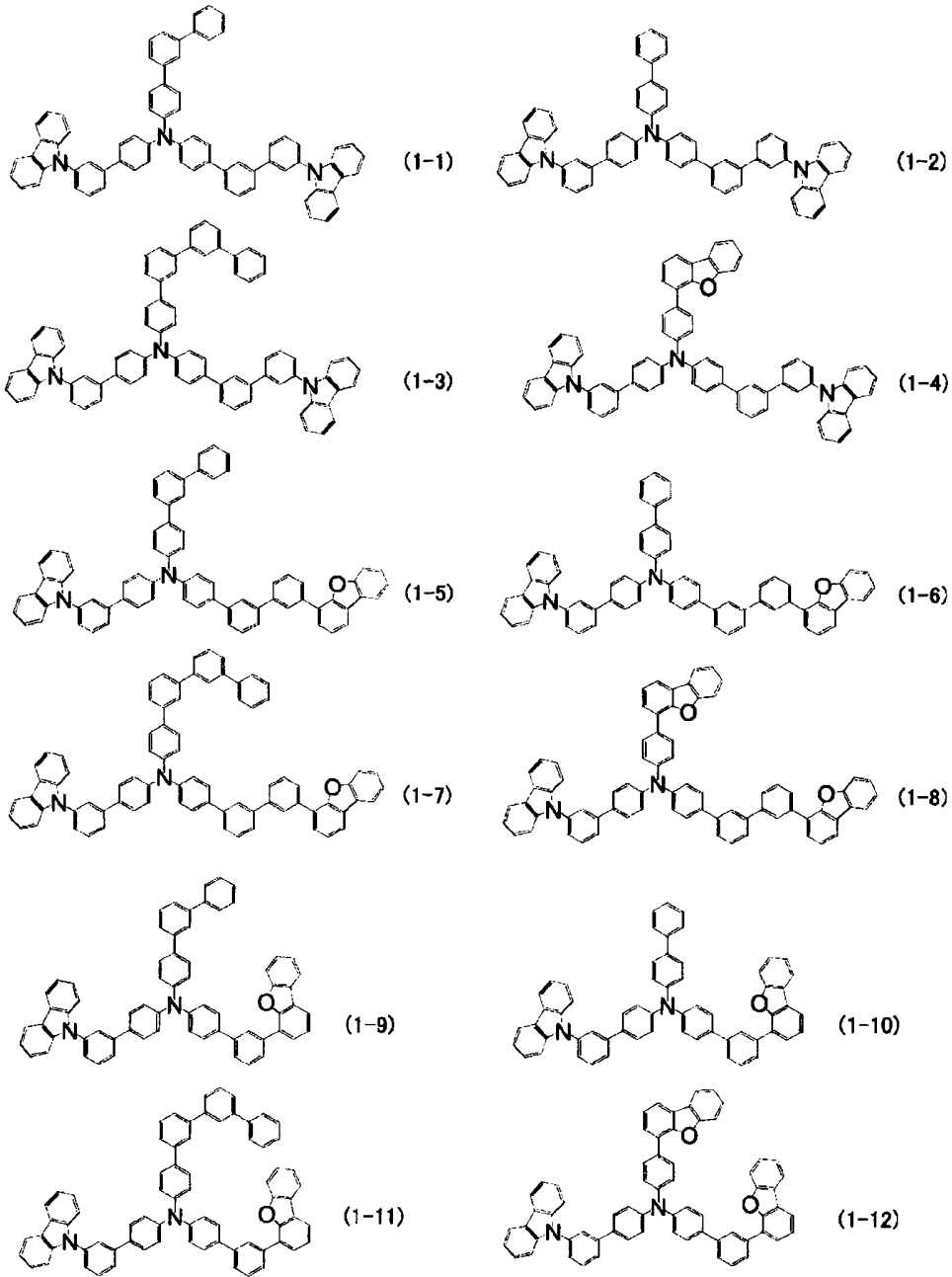
[0177] 여기서, y 는 1 ~ 5 이고, 1 ~ 3 인 것이 바람직하다.

[0178] [8. 예시]

[0179] 이하에 본 발명의 모노아민 화합물로서의 바람직한 구체예를 나타내는데, 본 발명은 이들에 한정되는 것은 아니다.

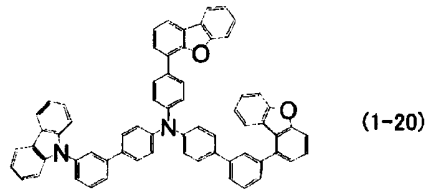
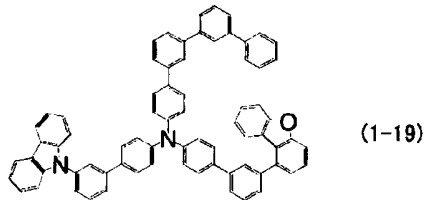
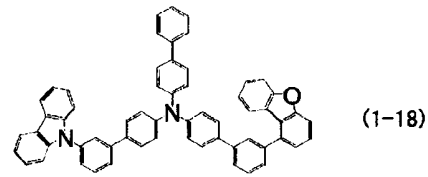
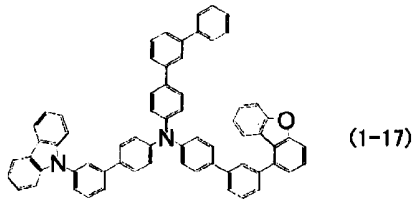
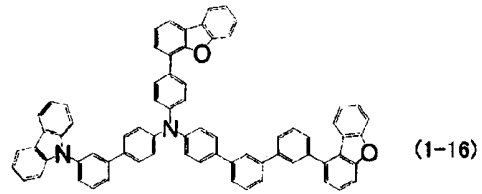
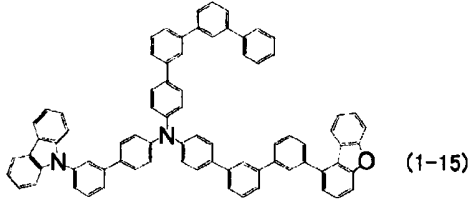
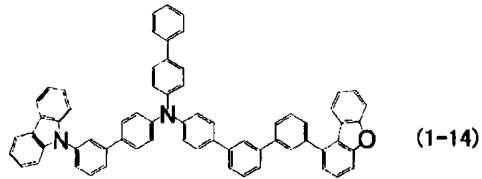
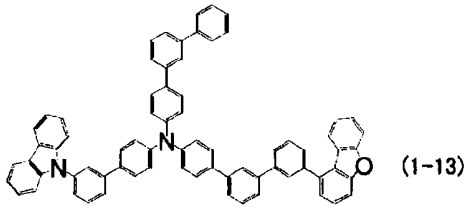
[0180]

[화학식 23]



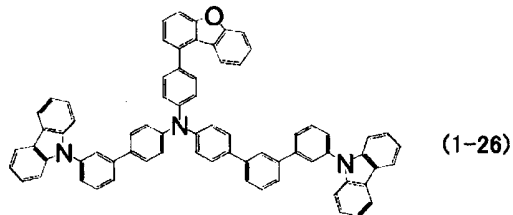
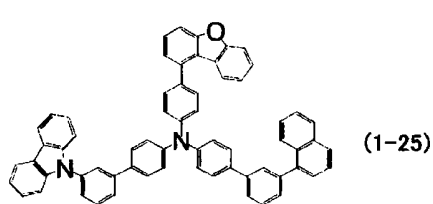
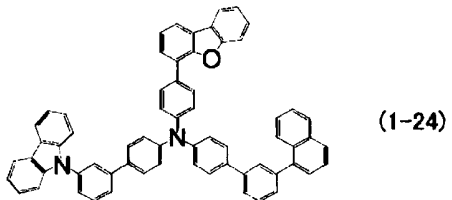
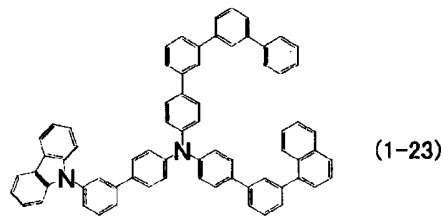
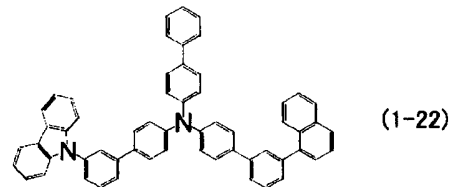
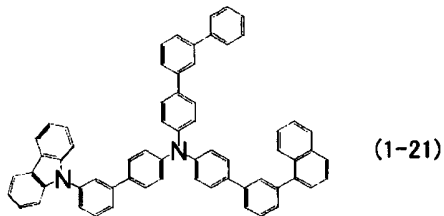
[0181]

[0182] [화학식 24]



[0183]

[0184] [화학식 25]

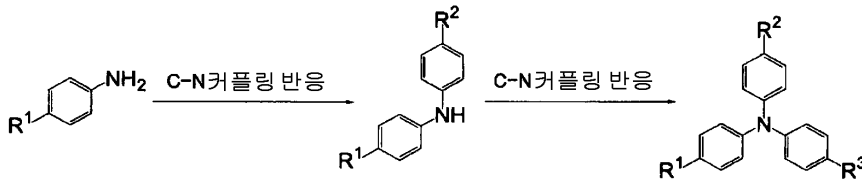


[0185]

[0186] [9. 합성 방법]

[0187] 본 발명의 전하 수송 재료는, 예를 들어, 아릴아민 화합물을 출발 원료로 하여, 순차적으로 방향 고리를 도입함으로써 합성할 수 있다.

[0188] [화학식 26]



[0189]

[0190] (C-N 커플링 반응)

[0191] 반응 기질과, 방향족 탄화수소기를 갖는 할로겐화물 또는 트리플루오로메탄술폰산에스테르 시약을, 천이 금속 원소 촉매를 사용하여 염기 존재하에서 반응시킴으로써, 방향족 탄화수소기에 아미노기를 도입할 수 있다.

[0192] 단리 정제는, 예를 들어, 증류, 여과, 추출, 재결정, 재침전, 현탁 세정 및 크로마토그래피의 조합을 포함함으로써 실시할 수 있다.

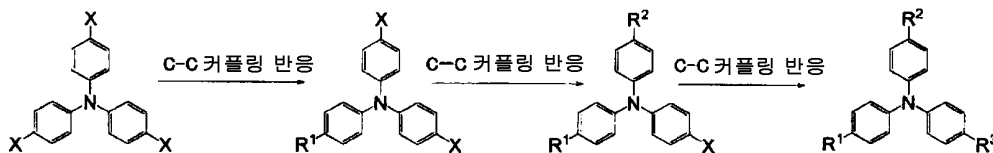
[0193] 천이 금속 원소 촉매로는, 예를 들어, 팔라듐 촉매 및 구리 촉매를 들 수 있다. 반응의 간편함이나 반응 수율이 높은 점에서, 팔라듐 촉매가 바람직하다.

[0194] 염기는 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어, 탄산칼륨, 탄산세슘, tert-부톡시나트륨 및 트리에틸아민 등을 사용할 수 있다.

[0195] 용제로는, 팔라듐 촉매를 사용하는 경우에는 톨루엔이 바람직하고, 구리 촉매를 사용하는 경우에는 피리딘, N,N-디메틸포름아미드 (DMF) 및 디메틸술폰사이드 (DMSO) 등이 바람직하다.

[0196] 또, 본 발명에 관련된 화합물 (1) 은 트리아릴아민의 트리할로겐화물을 출발 원료로 하여, 순차적으로 커플링 반응을 실시함으로써도 합성할 수 있다.

[0197] [화학식 27]



[0198]

[0199] (C-C 커플링 반응)

[0200] 반응 기질과, 방향족 탄화수소기를 갖는 유기 금속 시약을, 천이 금속 원소 촉매를 사용하여 염기 존재하에서 무극성 또는 극성 용제 중에서 반응시킴으로써, 기질에 방향족 탄화수소기를 도입할 수 있다.

[0201] 단리 정제는, 예를 들어, 증류, 여과, 추출, 재결정, 재침전, 현탁 세정 및 크로마토그래피의 조합을 포함함으로써 실시할 수 있다.

[0202] 유기 금속 시약으로는, 예를 들어, 유기 붕소 시약, 유기 마그네슘 시약 및 유기 아연 시약 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 취급이 간편한 점에서 유기 붕소 시약이 바람직하다.

[0203] 천이 금속 원소 촉매로는, 예를 들어, 유기 팔라듐 촉매, 유기 니켈 촉매, 유기 구리 촉매, 유기 백금 촉매, 유기 로듐 촉매, 유기 루테튬 촉매 및 유기 이리듐 촉매 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 반응의 간편함이나 반응 수율이 높은 점에서 유기 팔라듐 촉매가 바람직하다.

[0204] 염기는 특별히 한정되지 않지만, 금속 수산화물, 금속염 및 유기 알칼리 금속 시약 등이 바람직하다.

[0205] 사용하는 용제로는, 반응 기질에 대하여 활성인 용제 이외이면 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어, 헥산, 헵탄 및 시클로헥산 등의 지방족 탄화수소 ; 벤젠, 톨루엔 및 자일렌 등의 방향족 탄화수소 ; 디메톡시에탄, 테트라하이드로푸란 및 디옥산 등의 에테르 ; 에탄올 및 프로판올 등의 알코올 ; 물 등을 단독으로 또는 혼합하여 사

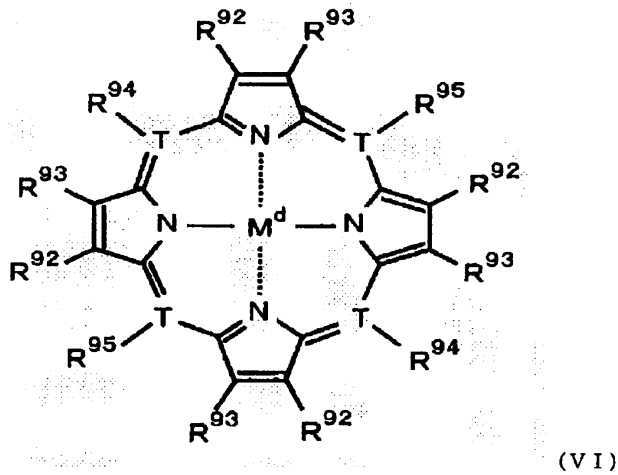
용할 수 있다.

- [0206] 또, 필요하면 계면 활성제를 1 ~ 100 mol% 첨가할 수도 있다.
- [0207] [전하 수송 재료]
- [0208] 본 발명의 전하 수송 재료는 상기 일반식 (1) 로 나타내는 모노아민 화합물을 함유한다. 그 모노아민 화합물은 용제에 대한 용해성이 우수하고, 높은 비정질성을 갖기 때문에, 습식 막형성법에 의한 박막 형성이 가능하다.
- [0209] 또, 본 발명의 전하 수송 재료에 함유되는 상기 모노아민 화합물은 전하 수송성 및 전기적 산화 환원 내성도 우수하고, 또한 높은 3 중항 여기 준위를 갖기 때문에, 유기 전계 발광 소자에 사용함으로써, 높은 발광 효율과 높은 구동 안정성을 실현할 수 있다.
- [0210] [전하 수송막용 조성물]
- [0211] 본 발명의 전하 수송막용 조성물은 전술한 본 발명의 전하 수송 재료를 함유하는 것이며, 유기 전계 발광 소자로 사용되는 것이 바람직하다.
- [0212] [1] 용제
- [0213] 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자로 사용되는 조성물로서 사용되는 전하 수송막용 조성물은 용제를 함유하는 것이 바람직하다.
- [0214] 본 발명의 전하 수송막용 조성물에 함유되는 용제로는, 용질인 본 발명의 전하 수송 재료 등이 양호하게 용해되는 용제이면 특별히 한정되지 않는다.
- [0215] 본 발명의 전하 수송 재료는, 용제에 대한 용해성이 매우 높기 때문에, 다양한 용제를 적용할 수 있다. 예를 들어, 톨루엔, 자일렌, 메시틸렌, 시클로헥실벤젠 및 테트라린 등의 방향족 탄화수소 ; 클로로벤젠, 디클로로벤젠 및 트리클로로벤젠 등의 할로겐화 방향족 탄화수소 ; 1,2-디메톡시벤젠, 1,3-디메톡시벤젠, 아니솔, 페넨톨, 2-메톡시톨루엔, 3-메톡시톨루엔, 4-메톡시톨루엔, 2,3-디메틸아니솔 및 2,4-디메틸아니솔 등의 방향족 에테르 ; 아세트산페닐, 프로피온산페닐, 벤조산메틸, 벤조산에틸, 벤조산프로필 및 벤조산 n-부틸 등의 방향족 에스테르 ; 시클로헥사논 및 시클로옥탄올 등의 지환식 케톤 ; 메틸에틸케톤 및 디부틸케톤 등의 지방족 케톤 ; 메틸에틸케톤, 시클로헥사놀 및 시클로옥탄올 등의 지환식 알코올 ; 부탄올 및 헥사놀 등의 지방족 알코올 ; 에틸렌글리콜디메틸에테르, 에틸렌글리콜디에틸에테르 및 프로필렌글리콜-1-모노메틸에테르아세테이트 (PGMEA) 등의 지방족 에테르 ; 아세트산에틸, 아세트산 n-부틸, 락트산에틸 및 락트산 n-부틸 등의 지방족 에스테르 등을 이용할 수 있다.
- [0216] 이들 중, 물의 용해도가 낮은 점, 용이하게는 변질되지 않는 점에서, 톨루엔, 자일렌, 메시틸렌, 시클로헥실벤젠 및 테트라린 등의 방향족 탄화수소가 바람직하다.
- [0217] 유기 전계 발광 소자에는, 음극 등의 수분에 의해 현저하게 열화되는 재료가 많이 사용되고 있기 때문에, 조성물 중의 수분의 존재는 건조 후의 막 중에 수분이 잔류하여, 소자의 특성을 저하시킬 가능성이 생각된다. 그 때문에, 조성물 중의 수분량을 저감시키는 것이 바람직하다.
- [0218] 조성물 중의 수분량을 저감시키는 방법으로는, 예를 들어, 질소 가스 시일, 건조제의 사용, 용제를 미리 탈수하는 방법 및 물의 용해도가 낮은 용제를 사용하는 방법 등을 들 수 있다. 그 중에서도, 물에 대한 용해도가 낮은 용제를 사용하는 경우에는, 습식 막제조 공정 중에 용액막이 대기 중의 수분을 흡수하여 백화되는 현상을 방지할 수 있기 때문에 바람직하다.
- [0219] 이와 같은 관점에서는, 본 발명의 전하 수송막용 조성물에 함유시키는 용제의 25 ℃ 에 있어서의 물의 용해도는 1 질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.1 질량% 이하인 것이 보다 바람직하다. 또, 예를 들어, 당해 용제를 조성물 중에 10 질량% 이상 함유시키는 것이 바람직하다.
- [0220] 또, 습식 막제조에 있어서의 조성물로부터의 용제 증발에 의한, 막제조 안정성의 저하를 저감시키기 위해서는, 전하 수송막용 조성물의 용제의 비점은 100 ℃ 이상인 것이 바람직하고, 150 ℃ 이상인 것이 보다 바람직하고, 200 ℃ 이상인 것이 더욱 바람직하다.
- [0221] 또, 보다 균일한 막을 얻기 위해서는, 막제조 직후의 액막으로부터 용제가 적당한 속도로 증발되는 것이 필요하다. 그러기 위해서는, 용제 비점의 하한이 통상적으로 80 ℃ 인 것이 바람직하고, 100 ℃ 인 것이 보다 바

람직하고, 120 °C 인 것이 더욱 바람직하다. 또, 상한이 통상적으로 270 °C 미만인 것이 바람직하고, 250 °C 미만인 것이 보다 바람직하고, 230 °C 미만인 것이 더욱 바람직하다.

- [0222] 상기 서술한 조건, 즉 용질의 용해성, 증발 속도 및 물의 용해도의 조건을 만족시키는 용제를 단독으로 사용해도 되지만, 모든 조건을 만족시키는 용제를 선정할 수 없는 경우에는, 2 종류 이상의 용제를 혼합하여 사용할 수도 있다.
- [0223] [2] 발광 재료
- [0224] 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물로서 사용하는 전하 수송막용 조성물은 발광 재료를 함유하는 것이 바람직하다.
- [0225] 발광 재료란, 본 발명의 전하 수송막용 조성물에 있어서, 주로 발광하는 성분을 가리키며, 유기 전계 발광 디바이스에 있어서의 도펀트 성분에 해당된다. 즉, 전하 수송막용 조성물로부터 발해지는 광량 (단위 : cd/m²) 중, 통상적으로 10 ~ 100 %, 바람직하게는 20 ~ 100 %, 보다 바람직하게는 50 ~ 100 %, 가장 바람직하게는 80 ~ 100 % 가 어느 성분 재료로부터의 발광으로 동정되는 경우, 그 성분을 발광 재료로 정의한다.
- [0226] 발광 재료로는 임의의 공지 재료를 사용할 수 있으며, 예를 들어, 형광 발광 재료 및 인광 발광 재료를 단독으로 또는 복수 종을 혼합하여 사용할 수 있다. 내부 양자 효율의 관점에서, 인광 발광 재료가 바람직하다.
- [0227] 발광 재료의 최대 발광 피크 파장은 390 ~ 490 nm 의 범위에 있는 것이 바람직하다.
- [0228] 또한, 용제에 대한 용해성을 향상시킬 목적으로, 발광 재료 분자의 대칭성이나 강성을 저하시키거나, 또는 알킬기 등의 친유성 치환기를 도입하거나 할 수도 있다.
- [0229] 청색 발광을 부여하는 형광 색소로는, 예를 들어, 페릴렌, 피렌, 안트라센, 쿠마린 및 p-비스(2-페닐에테닐)벤젠 그리고 그것들의 유도체 등을 들 수 있다.
- [0230] 녹색 형광 색소로는, 예를 들어, 퀴나크리돈 유도체 및 쿠마린 유도체 등을 들 수 있다.
- [0231] 황색 형광 색소로는, 예를 들어, 루브렌 및 페리미돈 유도체 등을 들 수 있다.
- [0232] 적색 형광 색소로는, 예를 들어, DCM 계 화합물, 벤조피란 유도체, 로다민 유도체, 벤조티오크산텐 유도체 및 아자벤조티오크산텐 등을 들 수 있다.
- [0233] 인광 발광 재료로는, 예를 들어, 주기표 제 7 내지 11 족에서 선택되는 금속을 함유하는 유기 금속 착물을 들 수 있다.
- [0234] 주기표 제 7 내지 11 족에서 선택되는 금속을 함유하는 인광성 유기 금속 착물에 있어서의 금속으로는, 예를 들어, 루테튬, 로듐, 팔라듐, 은, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 백금 및 금 등을 바람직하게 들 수 있다. 이들 유기 금속 착물로는, 하기 일반식 (V) 및 식 (VI) 으로 나타내는 화합물이 바람직하다.
- [0235] $ML_{(q-j)}L'_j(V)$
- [0236] 상기 일반식 (V) 중, M 은 금속을 나타내고, q 는 상기 금속의 가수를 나타낸다. 또, L 및 L' 는 2 좌 배위자를 나타낸다. j 는 0 ~ 2 의 정수를 나타낸다.

[0237] [화학식 28]



[0238]

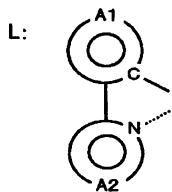
[0239] 상기 일반식 (VI) 중, M^d 는 금속을 나타내고, T 는 탄소 원자 또는 질소 원자를 나타낸다. $R^{92} \sim R^{95}$ 는 각각 독립적으로 치환기를 나타낸다. 단, T 가 질소인 경우에는, R^{94} 및 R^{95} 는 없다.

[0240] 이하, 먼저 일반식 (V) 로 나타내는 화합물에 대해 설명한다.

[0241] 일반식 (V) 중, M 은 임의의 금속을 나타내고, 구체예로는, 주기표 제 7 내지 11 족에서 선택되는 금속으로서 전술한 금속을 바람직하게 들 수 있다.

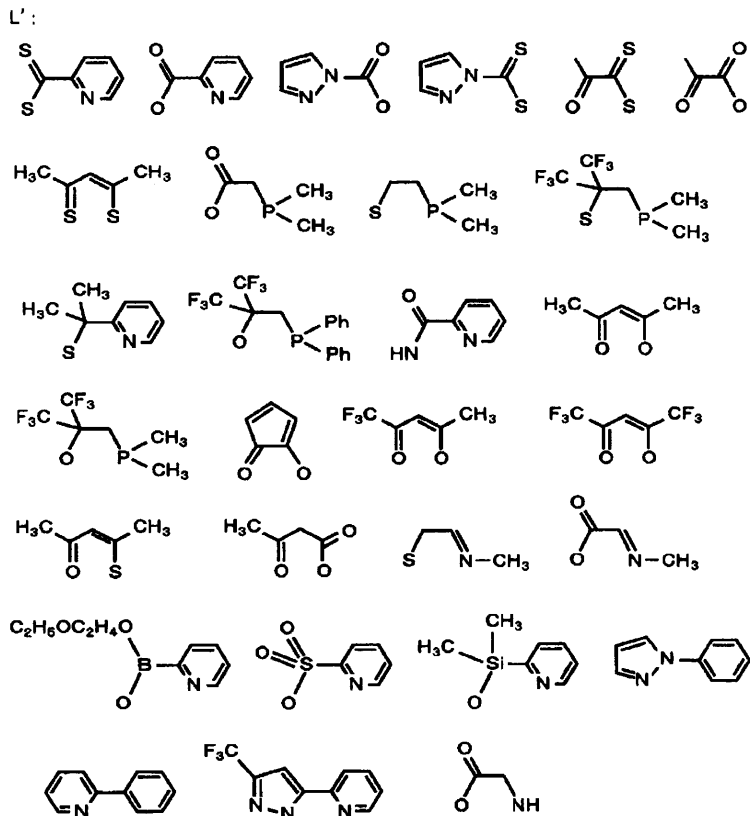
[0242] 또, 일반식 (V) 중의 2 좌 배위자 L 및 L' 는 각각 이하의 부분 구조를 포함하는 배위자를 나타낸다.

[0243] [화학식 29]



[0244]

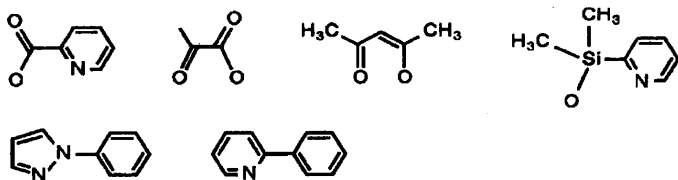
[0245] [화학식 30]



[0246]

[0247] L' 로서, 착물 안정성의 관점에서 하기의 것이 특히 바람직하다.

[0248] [화학식 31]



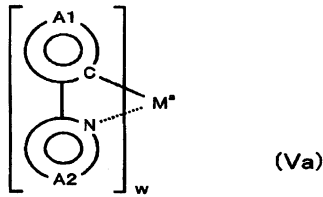
[0249]

[0250] 상기 L, L' 의 부분 구조에 있어서, 고리 A1 은 방향족 탄화수소기 또는 방향족 복소 고리기를 나타내고, 고리 A2 는 합질소 방향족 복소 고리기를 나타내고, 이들은 치환기를 갖고 있어도 된다.

[0251] 고리 A1, A2 가 치환기를 갖는 경우, 치환기로는, 예를 들어, 불소 원자 등의 할로겐 원자 ; 메틸기 및 에틸기 등의 알킬기 ; 비닐기 등의 알케닐기 ; 메톡시카르보닐기 및 에톡시카르보닐기 등의 알콕시카르보닐기 ; 메톡시기 및 에톡시기 등의 알콕시기 ; 페녹시기 및 벤질옥시기 등의 아릴옥시기 ; 디메틸아미노기 및 디에틸아미노기 등의 디알킬아미노기 ; 디페닐아미노기 등의 디아릴아미노기 ; 카르바졸릴기 ; 아세틸기 등의 아실기 ; 트리플루오로메틸기 등의 할로알킬기 ; 시아노기 ; 페닐기, 나프틸기 및 페난틸기 등의 방향족 탄화수소기 등을 바람직하게 들 수 있다.

[0252] 일반식 (V) 로 나타내는 화합물로는, 예를 들어, 하기 식 (Va), (Vb) 및 (Vc) 로 나타내는 화합물을 바람직하게 들 수 있다.

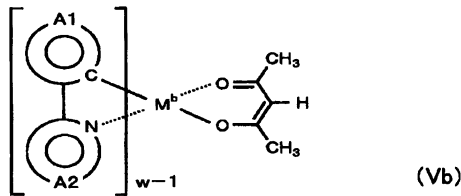
[0253] [화학식 32]



[0254]

[0255] 일반식 (Va) 중, M^a 는 금속을 나타내고, w 는 상기 금속의 가수를 나타낸다. 또, 고리 A1 은 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기를 나타내고, 고리 A2 는 치환기를 갖고 있어도 되는 합질소 방향족 복소 고리기를 나타낸다.

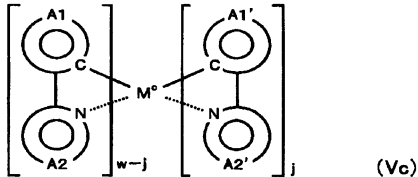
[0256] [화학식 33]



[0257]

[0258] 일반식 (Vb) 중, M^b 는 금속을 나타내고, w 는 상기 금속의 가수를 나타낸다. 또, 고리 A1 은 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 또는 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기를 나타내고, 고리 A2 는 치환기를 갖고 있어도 되는 합질소 방향족 복소 고리기를 나타낸다.

[0259] [화학식 34]



[0260]

[0261] 일반식 (Vc) 중, M^c 는 금속을 나타내고, w 는 상기 금속의 가수를 나타낸다. 또, j 는 0 ~ 2 의 정수를 나타낸다. 또한, 고리 A1 및 고리 A1' 는 각각 독립적으로 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 또는 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기를 나타낸다. 또, 고리 A2 및 고리 A2' 는 각각 독립적으로 치환기를 갖고 있어도 되는 합질소 방향족 복소 고리기를 나타낸다.

[0262] 상기 일반식 (Va), (Vb) 및 (Vc) 에 있어서, 고리 A1 및 고리 A1' 를 구성하는 기로는, 예를 들어, 페닐기, 비페닐기, 나프틸기, 안트릴기, 티에닐기, 푸릴기, 벤조티에닐기, 벤조푸릴기, 피리딜기, 퀴놀릴기, 이소퀴놀릴기 및 카르바졸릴기 등을 바람직하게 들 수 있다.

[0263] 또, 고리 A2 및 고리 A2' 를 구성하는 기로는, 예를 들어, 피리딜기, 피리미딜기, 피라질기, 트리아질기, 벤조티아졸기, 벤조옥사졸기, 벤조이미다졸기, 퀴놀릴기, 이소퀴놀릴기, 퀴놀살릴기 및 페난트리딜기 등을 바람직하게 들 수 있다.

[0264] 또한, 고리 A1, 고리 A1', 고리 A2 및 고리 A2' 가 갖고 있어도 되는 치환기로는, 예를 들어, 불소 원자 등의 할로젠 원자 ; 메틸기 및 에틸기 등의 알킬기 ; 비닐기 등의 알케닐기 ; 메톡시카르보닐기 및 에톡시카르보닐기 등의 알콕시카르보닐기 ; 메톡시기 및 에톡시기 등의 알콕시기 ; 페녹시기 및 벤질옥시기 등의 아릴옥시기 ; 디메틸아미노기 및 디에틸아미노기 등의 디알킬아미노기 ; 디페닐아미노기 등의 디아릴아미노기 ; 카르바졸릴기 ; 아세틸기 등의 아실기 ; 트리플루오로메틸기 등의 할로알킬기 ; 시아노기 등을 들 수 있다.

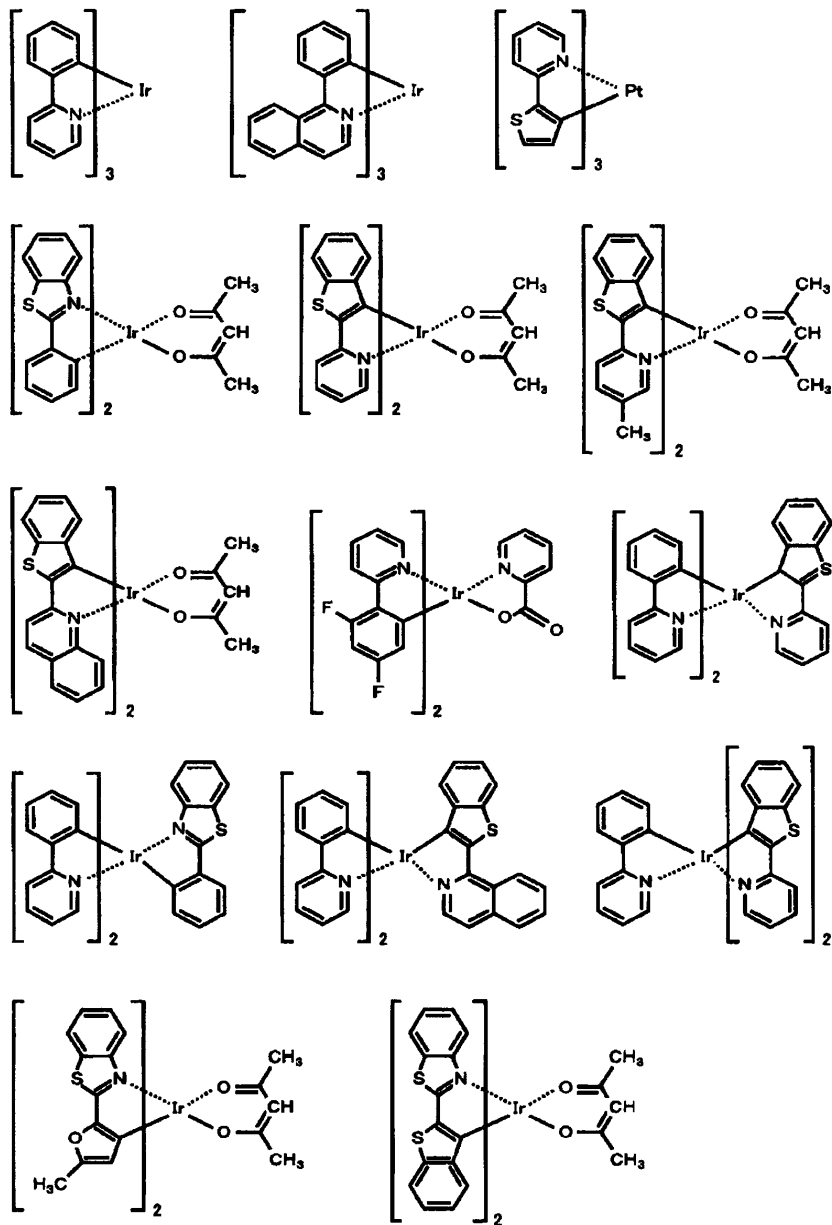
[0265] 상기 치환기가 알킬기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 1 ~ 6 인 것이 바람직하다.

[0266] 상기 치환기가 알케닐기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 2 ~ 6 인 것이 바람직하다.

- [0267] 상기 치환기가 알콕시카르보닐기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 2 ~ 6 인 것이 바람직하다.
- [0268] 상기 치환기가 알콕시기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 1 ~ 6 인 것이 바람직하다.
- [0269] 상기 치환기가 아릴옥시기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 6 ~ 14 인 것이 바람직하다.
- [0270] 상기 치환기가 디알킬아미노기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 2 ~ 24 인 것이 바람직하다.
- [0271] 상기 치환기가 디아릴아미노기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 12 ~ 28 인 것이 바람직하다.
- [0272] 상기 치환기가 아실기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 1 ~ 14 인 것이 바람직하다.
- [0273] 상기 치환기가 할로알킬기인 경우에는, 그 탄소수는 통상적으로 1 ~ 12 인 것이 바람직하다.
- [0274] 또한, 이들 치환기는 서로 연결되어 고리를 형성해도 된다. 구체적으로는, 고리 A1 이 갖는 치환기와 고리 A2 가 갖는 치환기가 결합되거나, 또는 고리 A1' 가 갖는 치환기와 고리 A2' 가 갖는 치환기가 결합되어, 1 개의 축합 고리를 형성해도 된다. 이와 같은 축합 고리기로는, 7,8-벤조퀴놀린기 등을 들 수 있다.
- [0275] 그 중에서도, 고리 A1, 고리 A1', 고리 A2 및 고리 A2' 의 치환기로는, 알킬기, 알콕시기, 방향족 탄화수소기, 시아노기, 할로겐 원자, 할로알킬기, 디아릴아미노기 및 카르바졸릴기가 바람직하다.
- [0276] 또, M^a , M^b 및 M^c 로는 상기 M 과 동일한 금속을 들 수 있으며, 그 중에서도 루테튬, 로듐, 팔라듐, 은, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 백금 및 금이 바람직하다.
- [0277] 상기 일반식 (V), (Va), (Vb) 또는 (Vc) 로 나타내는 유기 금속 착물의 구체예를 이하에 나타내는데, 하기의 화합물에 한정되는 것은 아니다 (이하에 있어서, Ph' 는 페닐기를 나타낸다).

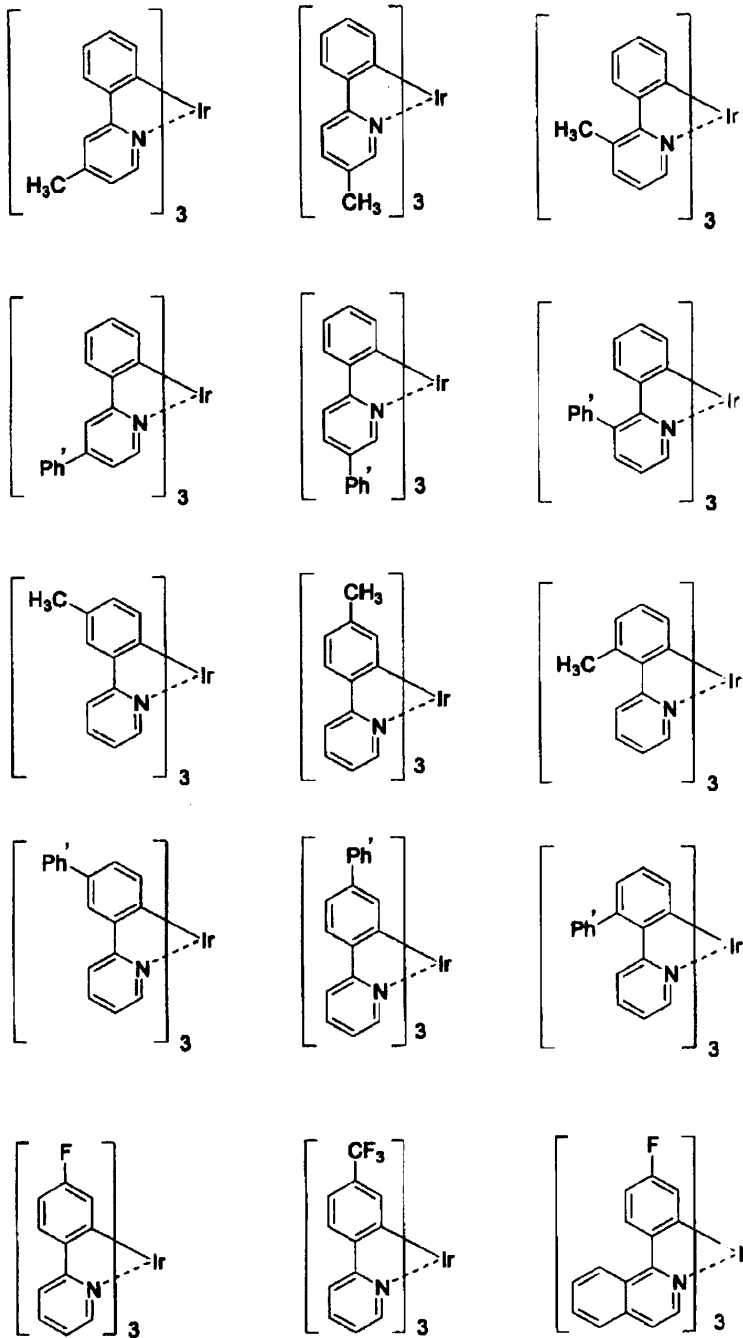
[0278]

[화학식 35]



[0279]

[0280] [화학식 36]



[0281]

[0282] 상기 일반식 (V), (Va), (Vb) 및 (Vc) 로 나타내는 유기 금속 착물 중에서도, 특히, 배위자 L 및 L' 중 적어도 일방으로서 2-아릴피리딘계 배위자, 즉, 2-아릴피리딘을 갖는 착물, 2-아릴피리딘에 치환기가 결합된 착물, 및 치환기가 서로 결합되어 축합 고리를 형성하고 있는 착물이 바람직하다.

[0283] 또, 국제공개 제2005/019373호에 기재된 화합물도 사용할 수 있다.

[0284] 다음으로, 상기 일반식 (VI) 으로 나타내는 화합물에 대해 설명한다.

[0285] 일반식 (VI) 중, M^d 는 금속을 나타내고, 구체적으로는, 주기표 제 7 내지 11 족에서 선택되는 금속으로서 전술한 금속을 들 수 있다. 그 중에서도, 루테튬, 로듐, 팔라듐, 은, 레늄, 오스뮴, 이리듐, 백금 및 금을 바람직하게 들 수 있고, 백금 및 팔라듐 등의 2 개의 금속이 바람직하다.

[0286] 또, 일반식 (VI) 에 있어서, R⁹² 및 R⁹³ 은 각각 독립적으로 수소 원자, 할로겐 원자, 알킬기, 아르알킬기, 알케닐기, 시아노기, 아미노기, 아실기, 알콕시카르보닐기, 카르복실기, 알콕시기, 알킬아미노기,

아르알킬아미노기, 할로알킬기, 수산기, 아릴옥시기, 방향족 탄화수소기 또는 방향족 복소 고리기를 나타낸다.

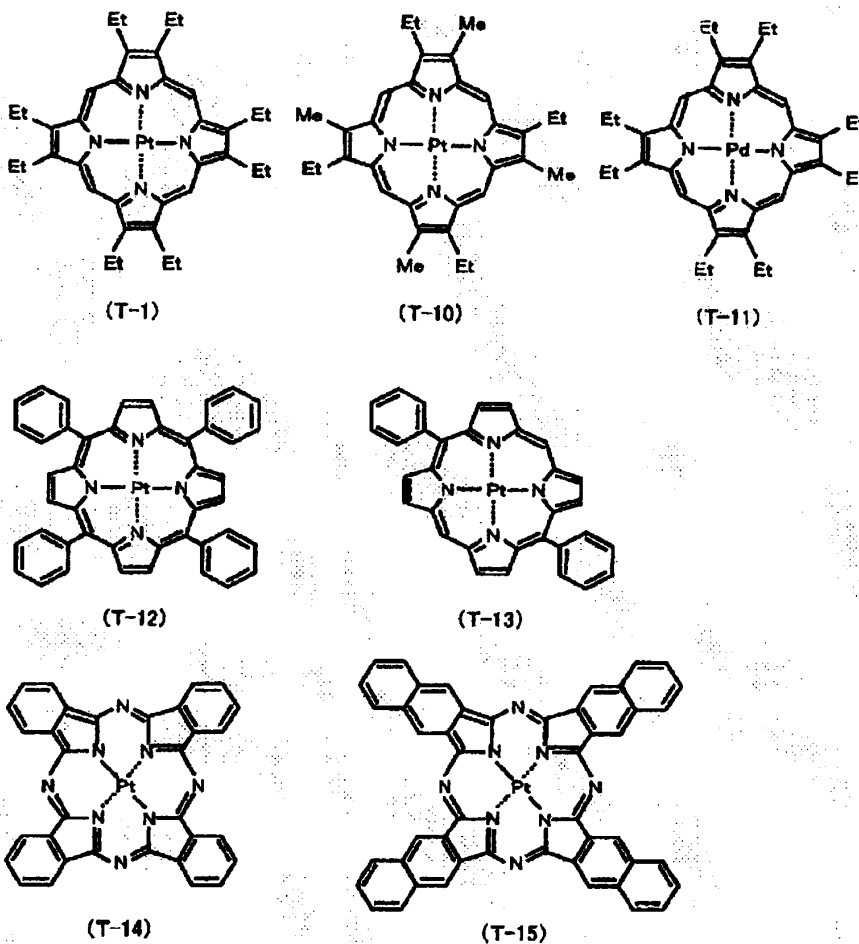
[0287] 또한, T 가 탄소 원자인 경우, R⁹⁴ 및 R⁹⁵ 는 각각 독립적으로 R⁹² 및 R⁹³ 과 동일한 예시물로 나타내는 치환기를 나타낸다. 또, 전술한 바와 같이, T 가 질소 원자인 경우에는 R⁹⁴ 및 R⁹⁵ 는 없다.

[0288] 또, R⁹² ~ R⁹⁵ 는 추가로 치환기를 갖고 있어도 된다. 이 경우의 치환기로서 특별히 제한은 없고, 임의의 기를 치환기로 할 수 있다.

[0289] 또한, R⁹² ~ R⁹⁵ 는 서로 연결되어 고리를 형성해도 되고, 이 고리가 추가로 임의의 치환기를 갖고 있어도 된다.

[0290] 일반식 (VI) 으로 나타내는 유기 금속 착물의 구체예 (T-1, T-10 ~ T-15) 를 이하에 나타내는데, 하기의 예시 화합물에 한정되는 것은 아니다. 또한, 이하에 있어서, Me 는 메틸기를 나타내고, Et 는 에틸기를 나타낸다.

[0291] [화학식 37]



[0292]

[0293] [3] 그 밖의 성분

[0294] 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물로서 사용되는 전하 수송막용 조성물 중에는, 전술한 용제 및 발광 재료 이외에도, 필요에 따라, 각종 다른 용제를 함유하고 있어도 된다. 이와 같은 다른 용제로는, 예를 들어, N,N-디메틸포름아미드 및 N,N-디메틸아세트아미드 등의 아미드, 그리고 디메틸술폰 사이드 등을 들 수 있다. 또, 레벨링제 및 소포제 등의 각종 첨가제를 함유하고 있어도 된다.

[0295] 또, 2 층 이상의 층을 습식 막제조법에 의해 적층할 때, 이들 층이 상용되는 것을 방지하기 위해, 막제조 후에 경화시켜 불용화시킬 목적으로 광경화성 수지나, 열경화성 수지를 함유시켜 둘 수도 있다.

[0296] [4] 전하 수송막용 조성물 중의 재료 농도와 배합비

[0297] 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물 중의 전하 수송 재료, 발광 재료 및 필요에 따라 첨

가할 수 있는 성분 (레벨링제 등) 등의 고형분 농도는, 하한이 통상적으로 0.01 질량% 인 것이 바람직하고, 0.05 질량% 인 것이 보다 바람직하고, 0.1 질량% 인 것이 더욱 바람직하고, 0.5 질량% 인 것이 특히 바람직하고, 1 질량% 인 것이 가장 바람직하다.

[0298] 또, 상한이 통상적으로 80 질량% 인 것이 바람직하고, 50 질량% 인 것이 보다 바람직하고, 40 질량% 인 것이 더욱 바람직하고, 30 질량% 인 것이 특히 바람직하고, 20 질량% 인 것이 가장 바람직하다.

[0299] 상기 농도를 상기 하한 이상으로 함으로써, 박막을 형성하는 경우, 후막을 형성하기 쉬워진다. 또, 상기 농도를 상기 상한 이하로 함으로써, 박막을 형성하기 쉬워진다.

[0300] 또, 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물에 있어서, 발광 재료/전하 수송 재료의 함유 질량비는, 하한이 통상적으로 0.1/99.9 인 것이 바람직하고, 0.5/99.5 인 것이 보다 바람직하고, 1/99 인 것이 더욱 바람직하고, 2/98 인 것이 가장 바람직하다.

[0301] 또, 상한이 통상적으로 50/50 인 것이 바람직하고, 40/60 인 것이 보다 바람직하고, 30/70 인 것이 더욱 바람직하고, 20/80 인 것이 가장 바람직하다.

[0302] 상기 질량비를 상기 범위 내로 함으로써, 충분한 발광 효율을 얻을 수 있다.

[0303] [5] 전하 수송막용 조성물의 조제 방법

[0304] 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물은, 전하 수송 재료, 발광 재료, 및 필요에 따라 첨가할 수 있는 레벨링제 및 소포제 등의 각종 첨가제를 함유하는 용질을, 적당한 용제에 용해시킴으로써 조제할 수 있다.

[0305] 용해 공정에 필요한 시간을 단축하기 위해, 및 조성물 중의 용질 농도를 균일하게 유지하기 위해, 통상적으로 용액을 교반하면서 용질을 용해시키는 것이 바람직하다. 용해 공정은 상온에서 실시해도 되지만, 용해 속도가 느린 경우에는 가열하여 용해시킬 수도 있다. 용해 공정 종료 후, 필요에 따라, 필터링 등의 여과 공정을 부가해도 된다.

[0306] [6] 전하 수송막용 조성물의 성상, 물성 등

[0307] (수분 농도)

[0308] 유기 전계 발광 소자를, 본 발명의 전하 수송막용 조성물 (유기 전계 발광 소자용 조성물) 을 사용한 습식 막제 조법에 의해 층 형성하여 제조하는 경우, 사용하는 유기 전계 발광 소자용 조성물에 수분이 존재하면, 형성된 막에 수분이 혼입되어 막의 균일성이 저해되기 때문에, 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물 중의 수분 함유량은 가능한 한 적은 것이 바람직하다.

[0309] 또, 일반적으로 유기 전계 발광 소자는, 음극 등의 수분에 의해 현저하게 열화되는 재료가 많이 사용되고 있기 때문에, 전하 수송막용 조성물 중에 수분이 존재한 경우, 건조 후의 막 중에 수분이 잔류하여, 소자의 특성을 저하시킬 가능성이 생각되어 바람직하지 않다.

[0310] 구체적으로는, 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물 중에 함유되는 수분량은, 통상적으로 1 질량% 이하인 것이 바람직하고, 0.1 질량% 이하인 것이 보다 바람직하고, 0.01 질량% 이하인 것이 더욱 바람직하다.

[0311] 전하 수송막용 조성물 중의 수분 농도의 측정 방법으로는, 일본 공업 규격 「화학 제품의 수분 측정법」 (JIS K 0068 : 2001) 에 기재된 방법이 바람직하고, 예를 들어, 칼 피셔 시약법 (JIS K 0211-1348) 등에 의해 분석할 수 있다.

[0312] (균일성)

[0313] 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물은, 습식 막제조 프로세스에서의 안정성, 예를 들어, 잉크젯 막제조법에 있어서의 노즐로부터의 토출 안정성을 높이기 위해서는, 상온에서 균일한 액상인 것이 바람직하다.

[0314] 상온에서 균일한 액상이란, 조성물이 균일상으로 이루어지는 액체이고, 또한 조성물 중에 입경 0.1 μm 이상의 입자 성분을 함유하지 않는 것을 말한다.

[0315] (물성)

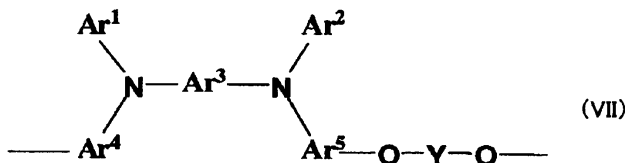
- [0316] 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물의 25 °C 에 있어서의 점도는, 하한이 통상적으로 2 mPa·s 인 것이 바람직하고, 3 mPa·s 인 것이 보다 바람직하고, 5 mPa·s 인 것이 더욱 바람직하다. 또, 상한이 통상적으로 1000 mPa·s 인 것이 바람직하고, 100 mPa·s 인 것이 보다 바람직하고, 50 mPa·s 인 것이 더욱 바람직하다.
- [0317] 상기 점도를 상기 하한 이상으로 함으로써, 예를 들어 막제조 공정에 있어서의 과도한 액막 유동에 의한 도포면 불균일, 잉크젯 막제조에 있어서의 노즐 토출 불량 등이 잘 일어나지 않게 된다. 또, 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물의 점도를 상기 상한 이하로 함으로써, 잉크젯 막제조에 있어서의 노즐 막힘 등이 잘 일어나지 않게 된다.
- [0318] 또, 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물의 20 °C 에 있어서의 표면 장력은, 통상적으로 50 mN/m 미만이 바람직하고, 40 mN/m 미만이 보다 바람직하다.
- [0319] 상기 표면 장력을 상기 상한보다 낮게 함으로써, 기관에 대한 막제조용 액의 젖음성 저하, 즉 액막의 레벨링성이 악화되어, 건조시의 막제조면의 흐트러짐이 일어나기 쉬워지는 등의 문제가 발생하는 것을 방지할 수 있다.
- [0320] 또한, 본 발명의 전하 수송막용 조성물, 특히 유기 전계 발광 소자용 조성물의 25 °C 에 있어서의 증기압은, 통상적으로 50 mmHg 이하가 바람직하고, 10 mmHg 이하가 보다 바람직하고, 1 mmHg 이하가 더욱 바람직하다.
- [0321] 상기 증기압을 상기 상한 이하로 함으로써, 용제의 증발에 의한 용질 농도의 변화 등의 문제를 방지할 수 있다.
- [0322] <유기 전계 발광 소자의 구성>
- [0323] 본 발명의 유기 전계 발광 소자는 기관 상에 형성된 1 쌍의 전극에 1 층 이상의 유기층을 구비하고, 유기층 중 적어도 1 층이 본 발명의 전하 수송 재료를 함유하는 것이면, 특별히 한정되는 것은 아니다.
- [0324] 여기서, 유기층으로는, 유기 전계 발광 소자의 층 구성에 따라 일정하지는 않지만, 예를 들어, 정공 주입층, 정공 수송층, 발광층, 정공 저지층, 전자 수송층 및 전자 주입층을 들 수 있다.
- [0325] 본 발명의 유기 전계 발광 소자가 1 개의 유기층을 포함하는 경우, 그 유기층은 발광층을 의미하며, 이 발광층은 전하 수송능을 갖고, 또한 본 발명의 전하 수송 재료를 함유한다.
- [0326] 한편, 복수의 유기층을 포함하는 유기 전계 발광 소자의 경우, 정공 주입층, 정공 수송층, 발광층, 정공 저지층, 전자 수송층 및 전자 주입층 중 적어도 1 층이 본 발명의 전하 수송 재료를 함유하면 된다.
- [0327] 또한, 복수의 유기층을 갖는 유기 전계 발광 소자의 유기층의 층 구성으로는 발광 가능하면 특별히 한정되지 않지만, 예를 들어, 다음의 층 구성의 유기 전계 발광 소자를 들 수 있다.
- [0328] 1) 적어도 발광층 및 전자 수송층으로 구성되는 유기 전계 발광 소자
- [0329] 2) 적어도 정공 수송층 및 발광층으로 구성되는 유기 전계 발광 소자
- [0330] 3) 적어도 정공 수송층, 발광층 및 전자 수송층으로 구성되는 유기 전계 발광 소자
- [0331] 이하, 도 1 을 참조하면서 본 발명의 유기 전계 발광 소자의 층 구성 및 그 일반적 형성 방법 등에 대해 설명한다. 또한, 도시의 편의상, 도면의 치수 비율은 설명한 것과 반드시 일치하지는 않는다.
- [0332] 도 1 은 본 발명에 관련된 유기 전계 발광 소자의 일례를 나타내는 모식 단면도이다. 도 1 에 나타내는 유기 전계 발광 소자는 기관 (1) 상에 양극 (2), 정공 주입층 (3), 정공 수송층 (4), 발광층 (5), 정공 저지층 (6), 전자 수송층 (7), 전자 주입층 (8) 및 음극 (9) 이 순차적으로 적층된 구조를 갖는 것이다.
- [0333] 또한, 본 발명에 있어서 습식 막형성법이란, 예를 들어, 스핀 코트법, 딥 코트법, 다이 코트법, 바 코트법, 블레이드 코트법, 롤 코트법, 스프레이 코트법, 캐필러리 코트법, 잉크젯법, 스크린 인쇄법, 그라비아 인쇄법 및 플렉소 인쇄법 등 습식 등으로 막형성되는 방법을 말한다.
- [0334] 이들 막형성 방법 중에서도, 스핀 코트법, 스프레이 코트법 및 잉크젯법이 바람직하다. 이것은, 유기 전계 발광 소자에 사용되는 도포용 조성물 특유의 액성에 맞기 때문이다.
- [0335] (기관)
- [0336] 기관 (1) 은 유기 전계 발광 소자의 지지체가 되는 것으로, 석영이나 유리의 판, 금속판이나 금속박, 플라스틱 필름이나 시트 등이 사용된다.

- [0337] 특히 유리판, 그리고 폴리에스테르, 폴리메타크릴레이트, 폴리카보네이트 및 폴리술폰 등의 투명한 합성 수지의 판이 바람직하다.
- [0338] 합성 수지 기판을 사용하는 경우에는 가스 배리어성에 유의할 필요가 있다. 기판의 가스 배리어성이 지나치게 작으면, 기판을 통과한 외기에 의해 유기 전계 발광 소자가 열화되는 경우가 있다.
- [0339] 이 때문에, 합성 수지 기판의 적어도 편면에 치밀한 실리콘 산화막 등을 형성하여 가스 배리어성을 확보하는 방법도 바람직한 방법 중 하나이다.
- [0340] (양극)
- [0341] 양극 (2) 은 발광층측의 층으로 정공을 주입하는 역할을 하는 것이다. 양극 (2) 은 통상적으로 알루미늄, 금, 은, 니켈, 팔라듐 및 백금 등의 금속, 인듐 및/또는 주석의 산화물 등의 금속 산화물, 요오드화구리 등의 할로겐화 금속, 카본 블랙, 혹은 폴리(3-메틸티오펜), 폴리피롤 및 폴리아닐린 등의 도전성 고분자 등에 의해 구성된다.
- [0342] 양극 (2) 의 형성은 통상적으로 스퍼터링법 및 진공 증착법 등에 의해 실시되는 경우가 많다. 또, 은 등의 금속 미립자, 요오드화구리 등의 미립자, 카본 블랙, 도전성의 금속 산화물 미립자 및 도전성 고분자 미분말 등을 사용하여 양극 (2) 을 형성하는 경우에는, 적당한 바인더 수지 용액에 분산시켜, 기판 (1) 상에 도포함으로써 양극 (2) 을 형성할 수도 있다.
- [0343] 또한, 도전성 고분자의 경우에는, 전해 중합에 의해 직접 기판 (1) 상에 박막을 형성하거나, 기판 (1) 상에 도전성 고분자를 도포하여 양극 (2) 을 형성할 수도 있다 (Appl. Phys. Lett., 60 권, 2711 페이지, 1992년).
- [0344] 또한, 양극 (2) 은 통상적으로는 단층 구조이지만, 원하는 바에 따라 복수의 재료를 함유하는 적층 구조로 할 수도 있다.
- [0345] 양극 (2) 의 두께는 필요로 하는 투명성에 따라 상이하다. 투명성이 필요해지는 경우에는, 가시광의 투과율을 통상적으로 60 % 이상으로 하는 것이 바람직하고, 80 % 이상으로 하는 것이 보다 바람직하다. 이 경우, 양극 (2) 의 두께는 통상적으로 5 nm 이상인 것이 바람직하고, 10 nm 이상인 것이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 1000 nm 이하인 것이 바람직하고, 500 nm 이하인 것이 보다 바람직하다.
- [0346] 불투명해도 되는 경우에는 양극 (2) 의 두께는 임의이며, 양극 (2) 은 기판 (1) 과 동일해도 된다. 또, 나아가서는 상기 양극 (2) 상에 상이한 도전 재료를 적층할 수도 있다.
- [0347] 양극 (2) 에 부착된 불순물을 제거하고, 이온화 포텐셜을 조정하여 정공 주입성을 향상시키는 것을 목적으로, 양극 (2) 표면을 자외선 (UV)/오존 처리하거나, 산소 플라즈마, 아르곤 플라즈마 처리하거나 하는 것이 바람직하다.
- [0348] (정공 주입층)
- [0349] 정공 주입층 (3) 은 양극 (2) 으로부터 발광층 (5) 에 정공을 수송하는 층으로, 통상적으로 양극 (2) 상에 형성된다.
- [0350] 본 발명에 관련된 정공 주입층 (3) 의 형성 방법은 진공 증착법이어도 습식 막형성법이어도 되며, 특별히 제한은 없지만, 다크 스폿 저감의 관점에서 정공 주입층 (3) 을 습식 막형성법에 의해 형성하는 것이 바람직하다.
- [0351] 정공 주입층 (3) 의 막두께는 통상적으로 5 nm 이상이 바람직하고, 10 nm 이상이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 1000 nm 이하가 바람직하고, 500 nm 이하가 보다 바람직하다.
- [0352] <습식 막형성법에 의한 정공 주입층의 형성>
- [0353] 습식 막형성에 의해 정공 주입층 (3) 을 형성하는 경우, 통상적으로는 정공 주입층 (3) 을 구성하는 재료를 적절한 용제 (정공 주입층용 용제) 와 혼합하여 막형성용 조성물 (정공 주입층 형성용 조성물) 을 조제한다.
- [0354] 이어서, 이 정공 주입층 형성용 조성물을 적절한 수법에 의해, 정공 주입층 (3) 의 하층에 해당하는 층 (통상적으로는, 양극) 상에 도포하여 막형성하고, 건조시킴으로써 정공 주입층 (3) 을 형성한다.
- [0355] (정공 수송성 화합물)
- [0356] 정공 주입층 형성용 조성물은 통상적으로 정공 주입층의 구성 재료로서 정공 수송성 화합물 및 용제를

함유한다.

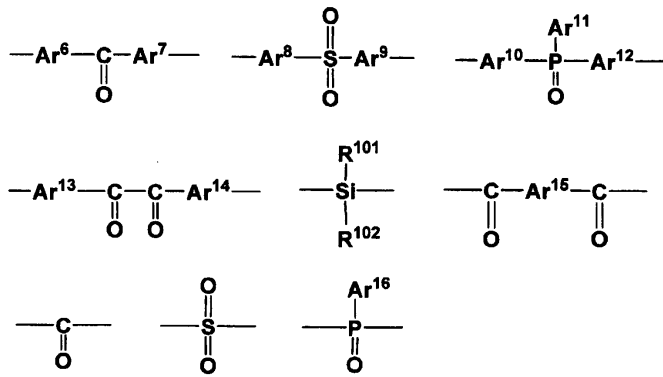
- [0357] 정공 수송성 화합물은 통상적으로 유기 전계 발광 소자의 정공 주입층에 사용되는, 정공 수송성을 갖는 화합물이면, 중합체 등의 고분자 화합물이어도 되고, 단량체 등의 저분자 화합물이어도 되는데, 고분자 화합물인 것이 바람직하다.
- [0358] 정공 수송성 화합물로는, 양극 (2) 에서 정공 주입층 (3) 으로의 전하 주입 장벽의 관점에서, 4.5 eV ~ 6.0 eV 의 이온화 포텐셜을 갖는 화합물이 바람직하다.
- [0359] 정공 수송성 화합물로는, 예를 들어, 방향족 아민 유도체, 프탈로시아닌 유도체, 포르피린 유도체, 올리고티오펜 유도체, 폴리티오펜 유도체, 벤질페닐 유도체, 플루오렌기로 3 급 아민을 연결한 화합물, 하이드라존 유도체, 실라잔 유도체, 실라나민 유도체, 포스파민 유도체, 퀴나크리돈 유도체, 폴리아닐린 유도체, 폴리피롤 유도체, 폴리페닐렌비닐렌 유도체, 폴리티에닐렌비닐렌 유도체, 폴리퀴놀린 유도체, 폴리퀴놀살린 유도체 및 카본 등을 들 수 있다.
- [0360] 또한, 본 발명에 있어서 유도체란, 예를 들어, 방향족 아민 유도체를 예로 들면, 방향족 아민 그 자체 및 방향족 아민을 주골격으로 하는 화합물을 함유하는 것으로, 중합체이어도 되고 단량체이어도 된다.
- [0361] 정공 주입층 (3) 의 형성에 사용되는 정공 수송성 화합물은 이와 같은 화합물 중 어느 1 종을 단독으로 함유하고 있어도 되고, 2 종 이상을 함유하고 있어도 된다.
- [0362] 2 종 이상의 정공 수송성 화합물을 함유하는 경우, 그 조합은 임의이지만, 방향족 3 급 아민 고분자 화합물 1 종 또는 2 종 이상과, 그 밖의 정공 수송성 화합물 1 종 또는 2 종 이상을 병용하는 것이 바람직하다.
- [0363] 상기 예시한 것 중에서도 비정질성, 가시광의 투과율 면에서, 방향족 아민 화합물이 바람직하고, 특히 방향족 3 급 아민 화합물이 바람직하다. 여기서, 방향족 3 급 아민 화합물이란, 방향족 3 급 아민 구조를 갖는 화합물로서, 방향족 3 급 아민 유래의 기를 갖는 화합물도 포함한다.
- [0364] 방향족 3 급 아민 화합물의 종류는 특별히 제한되지 않지만, 표면 평활화 효과에 의한 균일한 발광의 면에서, 중량 평균 분자량이 1000 이상, 1000000 이하인 고분자 화합물 (반복 단위가 이어진 중합형 화합물) 이 더욱 바람직하다.
- [0365] 방향족 3 급 아민 고분자 화합물의 바람직한 예로서, 하기 식 (VII) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 고분자 화합물을 들 수 있다.

[0366] [화학식 38]



- [0367]
- [0368] 일반식 (VII) 중, Ar¹ 및 Ar² 는 각각 독립적으로 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 또는 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기를 나타낸다. Ar³ ~ Ar⁵ 는 각각 독립적으로 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 또는 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기를 나타낸다. Y 는 하기의 연결기군 중에서 선택되는 연결기를 나타낸다. 또, Ar¹ ~ Ar⁵ 중, 동일한 N 원자에 결합되는 2 개의 기는 서로 결합되어 고리를 형성해도 된다.

[0369] [화학식 39]



[0370]

[0371] 상기 각 일반식 중, Ar⁶ ~ Ar¹⁶ 은 각각 독립적으로 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 또는 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기를 나타낸다. R¹⁰¹ 및 R¹⁰² 는 각각 독립적으로 수소 원자 또는 임의의 치환기를 나타낸다.

[0372] Ar¹ ~ Ar¹⁶ 의 방향족 탄화수소기 및 방향족 복소 고리기로는, 고분자 화합물의 용해성, 내열성, 정공 주입·수송성의 면에서, 벤젠 고리, 나프탈렌 고리, 페난트렌 고리, 티오펜 고리 및 피리딘 고리 유래의 기가 바람직하고, 벤젠 고리 및 나프탈렌 고리 유래의 기가 더욱 바람직하다.

[0373] Ar¹ ~ Ar¹⁶ 의 방향족 탄화수소기 및 방향족 복소 고리기는 추가로 치환기를 갖고 있어도 된다. 치환기의 분자량으로는, 통상적으로 400 이하가 바람직하고, 그 중에서도 250 이하가 보다 바람직하다.

[0374] 치환기로는, 알킬기, 알케닐기, 알콕시기, 방향족 탄화수소기 및 방향족 복소 고리기 등이 바람직하다.

[0375] R¹⁰¹ 및 R¹⁰² 가 임의의 치환기인 경우, 그 치환기로는, 알킬기, 알케닐기, 알콕시기, 실릴기, 실록시기, 방향족 탄화수소기 및 방향족 복소 고리기 등을 들 수 있다.

[0376] 식 (VII) 로 나타내는 반복 단위를 갖는 방향족 3 급 아민 고분자 화합물의 구체예로는, 국제공개 제2005/089024 호에 기재된 것을 들 수 있다.

[0377] 또, 정공 수송성 화합물로는, 폴리티오펜의 유도체인 3,4-ethylenedioxythiophene (3,4-에틸렌디옥시티오펜) 을 고분자량 폴리스티렌술폰산 중에서 중합시켜 이루어지는 도전성 폴리머 (PEDOT/PSS) 도 바람직하고, 당해 폴리머의 말단을 메타크릴레이트 등으로 캡한 것이어도 된다.

[0378] 또한, 정공 수송성 화합물은 하기 [정공 수송층] 의 항에 기재된 가교성 중합체이어도 된다. 그 가교성 중합체를 사용한 경우의 막형성 방법에 대해서도 동일하다.

[0379] 정공 주입층 형성용 조성물 중의 정공 수송성 화합물의 농도는 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한 임의이지만, 막두께의 균일성 면에서, 하한은 통상적으로 0.01 질량% 가 바람직하고, 0.1 질량% 가 보다 바람직하고, 0.5 질량% 가 더욱 바람직하다. 또, 상한은 통상적으로 70 질량% 가 바람직하고, 60 질량% 가 보다 바람직하고, 50 질량% 가 더욱 바람직하다.

[0380] 정공 수송성 화합물의 농도를 상기 상한 이하로 함으로써, 막두께 불균일이 발생하는 것을 방지할 수 있다. 또, 상기 하한 이상으로 함으로써, 막형성된 정공 주입층에 결함이 발생하지 않는다.

[0381] (전자 수용성 화합물)

[0382] 정공 주입층 형성용 조성물은 정공 주입층의 구성 재료로서, 전자 수용성 화합물을 함유하고 있는 것이 바람직하다.

[0383] 전자 수용성 화합물로는, 산화력을 갖고, 상기 서술한 정공 수송성 화합물로부터 1 전자 수용하는 능력을 갖는 화합물이 바람직하다. 구체적으로는, 전자 친화력이 4 eV 이상인 화합물이 바람직하고, 5 eV 이상인 화합물이 더욱 바람직하다.

[0384] 이와 같은 전자 수용성 화합물로는, 예를 들어, 트리아릴붕소 화합물, 할로겐화 금속, 루이스산, 유기산, 오늄

염, 아릴아민과 할로겐화 금속과의 염 및 아릴아민과 루이스산과의 염으로 이루어지는 군에서 선택되는 1 종 또는 2 종 이상의 화합물 등을 들 수 있다.

- [0385] 더욱 구체적으로는, 예를 들어, 4-이소프로필-4'-메틸디페닐요오드늄테트라키스(펜타플루오로페닐)보레이트, 트리페닐술포늄테트라플루오로보레이트 등의 유기기가 치환된 오늄염 (국제공개 제2005/089024호) ; 염화철 (III) (일본 공개특허공보 평11-251067호), 피옥소 2 황산암모늄 등의 고원자가의 무기 화합물 ; 테트라시아노에틸렌 등의 시아노 화합물, 트리스(펜타플루오로페닐)보란 (일본 공개특허공보 2003-31365호) 등의 방향족 붕소 화합물 ; 풀러렌 유도체 ; 요오드 ; 폴리스티렌술포산 이온, 알킬벤젠술포산 이온, 캄퍼 술포산 이온 등의 술포산 이온 등을 들 수 있다.
- [0386] 이들 전자 수용성 화합물은 정공 수송성 화합물을 산화시킴으로써 정공 주입층의 도전율을 향상시킬 수 있다.
- [0387] 정공 주입층 혹은 정공 주입층 형성용 조성물 중의 전자 수용성 화합물의 함유량은 정공 수송성 화합물에 대하여 통상적으로 0.1 몰% 이상이 바람직하고, 1 몰% 이상이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 100 몰% 이하가 바람직하고, 40 몰% 이하가 보다 바람직하다.
- [0388] (그 밖의 구성 재료)
- [0389] 정공 주입층의 재료로는, 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한, 상기 서술한 정공 수송성 화합물이나 전자 수용성 화합물에 더하여, 추가로 그 밖의 성분을 함유시켜도 된다.
- [0390] 그 밖의 성분으로는, 예를 들어, 각종 발광 재료, 전자 수송성 화합물, 바인더 수지 및 도포성 개량제 등을 들 수 있다. 또한, 그 밖의 성분은 1 종만을 사용해도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 병용해도 된다.
- [0391] (용제)
- [0392] 습식 막형성법에 사용하는 정공 주입층 형성용 조성물에 함유되는 용제 중 적어도 1 종은 상기 서술한 정공 주입층의 구성 재료를 용해시킬 수 있는 것이 바람직하다.
- [0393] 또, 이 용제의 비점은 통상적으로 110 °C 이상인 것이 바람직하고, 140 °C 이상인 것이 보다 바람직하다. 그 중에서도, 비점이 200 °C 이상이고 또한 400 °C 이하, 특히 300 °C 이하인 용제가 바람직하다.
- [0394] 용제의 비점을 상기 하한 이상으로 함으로써, 건조 속도가 적당해져, 양호한 막질이 얻어진다. 한편, 용제의 비점을 상기 상한 이하로 함으로써, 건조 공정의 온도를 높게 하는 것이 불필요하고, 또 다른 층이나 기판에 악영향이 발생하는 것을 방지할 수 있다.
- [0395] 용제로는, 예를 들어, 에테르, 에스테르, 방향족 탄화수소 및 아미드 등을 들 수 있고, 디메틸술포사이드 등도 사용할 수 있다. 또한, 각 용제의 구체예는 상기에 있어서 설명한 바와 같다.
- [0396] 이들 용제는 1 종만을 사용해도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 사용해도 된다.
- [0397] (막형성 방법)
- [0398] 정공 주입층 형성용 조성물을 조제 후, 이 조성물을 습식 막형성에 의해, 기체의 외표면에 위치하는 층 (통상적으로는, 양극 (2)) 상에 도포 막형성하고, 건조시킴으로써 정공 주입층 (3) 을 형성한다.
- [0399] 도포 공정에 있어서의 온도는, 조성물 중에 결정이 생성되는 것에 따른 막의 결손을 방지하기 위해, 10 °C 이상이 바람직하고, 50 °C 이하가 바람직하다.
- [0400] 도포 공정에 있어서의 상대 습도는 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한 한정되지 않지만, 통상적으로 0.01 ppm 이상이 바람직하고, 통상적으로 80 % 이하가 바람직하다.
- [0401] 도포 후, 통상적으로 가열 등에 의해 정공 주입층 형성용 조성물의 막을 건조시킨다. 이 가열 공정에 있어서 사용하는 가열 수단의 예를 들면, 클린 오븐, 핫 플레이트, 적외선, 할로겐 히터 및 마이크로파 조사 등을 들 수 있다.
- [0402] 그 중에서도, 막 전체에 균등하게 열을 부여하기 위해서는, 클린 오븐 및 핫 플레이트가 바람직하다.
- [0403] 가열 공정에 있어서의 가열 온도는, 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한, 정공 주입층 형성용 조성물에 사용한 용제의 비점 이상의 온도에서 가열하는 것이 바람직하다.

- [0404] 또, 정공 주입층에 사용한 용제가 2 종류 이상 함유되어 있는 혼합 용제인 경우, 혼합 용제 중 적어도 1 종류의 용제의 비점 이상의 온도에서 가열하는 것이 바람직하다. 용제의 비점 상승을 고려하면, 가열 공정에 있어서의 온도는 120 ℃ 이상 410 ℃ 이하인 것이 바람직하다.
- [0405] 가열 공정에 있어서, 가열 온도가 정공 주입층 형성용 조성물의 용제의 비점 이상이고, 또한 도포막의 충분한 불용화가 일어나지 않으면, 가열 시간은 한정되지 않지만, 10 초 이상 180 분 이하인 것이 바람직하다.
- [0406] 가열 시간을 상기 상한 이하로 함으로써 다른 층의 성분이 확산되는 것을 방지할 수 있다. 또, 가열 시간을 상기 하한 이상으로 함으로써, 정공 주입층이 불균질해지는 것을 방지할 수 있다. 가열은 2 회로 나누어 실시해도 된다.
- [0407] <진공 증착법에 의한 정공 주입층의 형성>
- [0408] 진공 증착에 의해 정공 주입층 (3) 을 형성하는 경우에는, 정공 주입층 (3) 의 구성 재료 (전술한 정공 수송성 화합물, 전자 수용성 화합물 등) 의 1 종 또는 2 종 이상을 진공 용기 내에 설치된 도가니에 넣고 (2 종 이상의 재료를 사용하는 경우에는 각각의 도가니에 넣고), 진공 용기 내를 적당한 진공 펌프로 10^{-4} Pa 정도까지 배기한 후, 도가니를 가열하고 (2 종 이상의 재료를 사용하는 경우에는 각각의 도가니를 가열하고), 증발량을 제어하며 증발시켜 (2 종 이상의 재료를 사용하는 경우에는 각각 독립적으로 증발량을 제어하며 증발시켜), 도가니와 마주보고 놓인 기관의 양극 (2) 상에 정공 주입층 (3) 을 형성시킨다.
- [0409] 또한, 2 종 이상의 재료를 사용하는 경우에는, 그들의 혼합물을 도가니에 넣고 가열, 증발시켜 정공 주입층 (3) 을 형성할 수도 있다.
- [0410] 증착시의 진공도는 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한 한정되지 않지만, 통상적으로 0.1×10^{-6} Torr (0.13×10^{-4} Pa) 이상인 것이 바람직하고, 통상적으로 9.0×10^{-6} Torr (12.0×10^{-4} Pa) 이하인 것이 바람직하다.
- [0411] 증착 속도는 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한 한정되지 않지만, 통상적으로 0.1 Å/초 이상인 것이 바람직하고, 통상적으로 5.0 Å/초 이하인 것이 바람직하다.
- [0412] 증착시의 막형성 온도는 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한 한정되지 않지만, 10 ℃ 이상인 것이 바람직하고, 50 ℃ 이하인 것이 바람직하다.
- [0413] [정공 수송층]
- [0414] 본 발명에 관련된 정공 수송층 (4) 의 형성 방법은 진공 증착법이어도 습식 막형성법이어도 되며, 특별히 제한은 없지만, 다크 스폿 저감의 관점에서 정공 수송층 (4) 을 습식 막형성법에 의해 형성하는 것이 바람직하다.
- [0415] 정공 수송층 (4) 은 정공 주입층이 있는 경우에는 정공 주입층 (3) 상에, 정공 주입층 (3) 이 없는 경우에는 양극 (2) 상에 형성할 수 있다. 또, 본 발명의 유기 전계 발광 소자는 정공 수송층을 생략한 구성이어도 된다.
- [0416] 정공 수송층 (4) 을 형성하는 재료로는, 정공 수송성이 높고, 또한 주입된 정공을 효율적으로 수송할 수 있는 재료인 것이 바람직하다. 그러기 위해서는, 이온화 포텐셜이 작고, 가시광의 광에 대하여 투명성이 높고, 정공 이동도가 크고, 안정성이 우수하며, 트랩이 되는 불순물이 제조시나 사용시에 잘 발생하지 않는 것이 바람직하다.
- [0417] 또, 대부분의 경우, 발광층 (5) 에 접하기 때문에, 발광층 (5) 으로부터의 발광을 소광하거나, 발광층 (5) 과의 사이에 엑시플렉스를 형성하여 효율을 저하시키거나 하지 않는 것이 바람직하다.
- [0418] 이와 같은 정공 수송층 (4) 의 재료로는, 종래 정공 수송층의 구성 재료로서 사용되고 있는 재료이면 되고, 예를 들어, 전술한 정공 주입층 (3) 에 사용되는 정공 수송성 화합물로서 예시한 것을 들 수 있다.
- [0419] 또, 예를 들어, 아릴아민 유도체, 플루오렌 유도체, 스피로 유도체, 카르바졸 유도체, 피리딘 유도체, 피라진 유도체, 피리미딘 유도체, 트리아진 유도체, 퀴놀린 유도체, 페난트롤린 유도체, 프탈로시아닌 유도체, 포르피린 유도체, 실롤 유도체, 올리고티오펜 유도체, 축합 다고리 방향족 유도체 및 금속 착물 등을 들 수 있다.
- [0420] 또, 예를 들어, 폴리비닐카르바졸 유도체, 폴리아릴아민 유도체, 폴리비닐트리페닐아민 유도체, 폴리플루오렌 유도체, 폴리아릴렌 유도체, 테트라페닐벤지딘을 함유하는 폴리아릴렌에테르술폰 유도체, 폴리아릴렌비닐렌 유

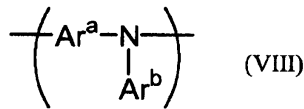
도체, 폴리실록산 유도체, 폴리티오펜 유도체 및 폴리(p-페닐렌비닐렌) 유도체 등을 들 수 있다.

[0421] 이들은 교호 공중합체, 랜덤 중합체, 블록 중합체 또는 그래프트 공중합체 중 어느 것이어도 된다. 또, 주 사슬에 분지가 있고 말단부가 3 개 이상 있는 고분자나, 소위 덴드리머이어도 된다.

[0422] 그 중에서도, 폴리아릴아민 유도체나 폴리아릴렌 유도체가 바람직하다.

[0423] 폴리아릴아민 유도체로는, 하기 일반식 (VIII) 로 나타내는 반복 단위를 포함하는 중합체인 것이 바람직하다. 특히, 하기 일반식 (VIII) 로 나타내는 반복 단위를 포함하는 중합체인 것이 바람직하고, 이 경우, 반복 단위 각 각에 있어서, Ar^a 또는 Ar^b 가 상이한 것이어도 된다.

[0424] [화학식 40]



[0425]

[0426] 일반식 (VIII) 중, Ar^a 및 Ar^b 는 각각 독립적으로 치환기를 갖고 있어도 되는, 방향족 탄화수소기 또는 방향족 복 소 고리기를 나타낸다.

[0427] 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기로는, 예를 들어, 벤젠 고리, 나프탈렌 고리, 안트라센 고리, 페 난트렌 고리, 페릴렌 고리, 테트라센 고리, 피렌 고리, 벤즈피렌 고리, 크리센 고리, 트리페닐렌 고리, 아세나 프텐 고리, 플루오란텐 고리 및 플루오렌 고리 등의, 6 원자 고리의 단고리 또는 2 ~ 5 축합 고리 유래의 기 및 이들 고리가 2 고리 이상 직접 결합으로 연결되어 이루어지는 기를 들 수 있다.

[0428] 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 복소 고리기로는, 예를 들어, 푸란 고리, 벤조푸란 고리, 티오펜 고리, 벤조 티오펜 고리, 피롤 고리, 피라졸 고리, 이미다졸 고리, 옥사디아졸 고리, 인돌 고리, 카바졸 고리, 피롤로이 미다졸 고리, 피롤로피라졸 고리, 피롤로피롤 고리, 티에노피롤 고리, 티에노티오펜 고리, 푸로피롤 고리, 푸로 푸란 고리, 티에노푸란 고리, 벤조이소옥사졸 고리, 벤조이소티아졸 고리, 벤조이미다졸 고리, 피리딘 고리, 피 라진 고리, 피리다진 고리, 피리미딘 고리, 트리아진 고리, 퀴놀린 고리, 이소퀴놀린 고리, 신놀린 고리, 퀴놀 살린 고리, 페난트리딘 고리, 벤조이미다졸 고리, 페리미딘 고리, 퀴나졸린 고리, 퀴나졸리논 고리 및 아줄렌 고리 등의, 5 또는 6 원자 고리의 단고리 또는 2 ~ 4 축합 고리 유래의 기 그리고 이들 고리가 2 고리 이상 직 접 결합으로 연결되어 이루어지는 기를 들 수 있다.

[0429] 용해성, 내열성의 면에서, Ar^a 및 Ar^b 는 각각 독립적으로 벤젠 고리, 나프탈렌 고리, 안트라센 고리, 페난트렌 고리, 트리페닐렌 고리, 피렌 고리, 티오펜 고리, 피리딘 고리 및 플루오렌 고리로 이루어지는 군에서 선택되는 고리 유래의 기나 벤젠 고리가 2 고리 이상 연결되어 이루어지는 기 [예를 들어, 비페닐기 (비페닐렌기) 및 터 페닐기 (터페닐렌기)] 가 바람직하다.

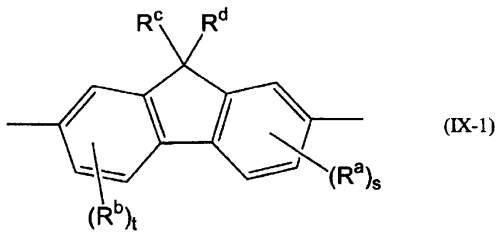
[0430] 그 중에서도, 벤젠 고리 유래의 기 (페닐기), 벤젠 고리가 2 고리 연결되어 이루어지는 기 (비페닐기) 및 플루 오렌 고리 유래의 기 (플루오레닐기) 가 바람직하다.

[0431] Ar^a 및 Ar^b 에 있어서의 방향족 탄화수소기 및 방향족 복소 고리기가 갖고 있어도 되는 치환기로는, 예를 들어, 알킬기, 알케닐기, 알킬닐기, 알콕시기, 아릴옥시기, 알콕시카르보닐기, 디알킬아미노기, 디아릴아미노기, 아실 기, 할로젠 원자, 할로알킬기, 알킬티오기, 아릴티오기, 실릴기, 실록시기, 시아노기, 방향족 탄화수소 고리기 및 방향족 복소 고리기 등을 들 수 있다.

[0432] 폴리아릴렌 유도체로는, 상기 Ar^a 나 Ar^b 로서 예시한 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 또는 방향 족 복소 고리기 등의 아릴렌기를 그 반복 단위에 갖는 중합체를 들 수 있다.

[0433] 폴리아릴렌 유도체로는, 하기 일반식 (IX-1) 및 하기 식 (IX-2) 중 적어도 일방으로 이루어지는 반복 단위를 갖 는 중합체가 바람직하다.

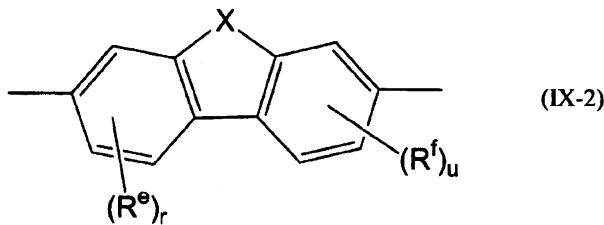
[0434] [화학식 41]



[0435]

[0436] 일반식 (IX-1) 중, R^a , R^b , R^c 및 R^d 는 각각 독립적으로 알킬기, 알콕시기, 페닐알킬기, 페닐알콕시기, 페닐기, 페녹시기, 알킬페닐기, 알콕시페닐기, 알킬카르보닐기, 알콕시카르보닐기, 또는 카르복시기를 나타낸다. t 및 s 는 각각 독립적으로 0 ~ 3 의 정수를 나타낸다. t 또는 s 가 2 이상인 경우, 1 분자 중에 포함되는 복수의 R^a 또는 R^b 는 동일해도 되고 상이해도 되며, 인접하는 R^a 또는 R^b 끼리 고리를 형성하고 있어도 된다.

[0437] [화학식 42]



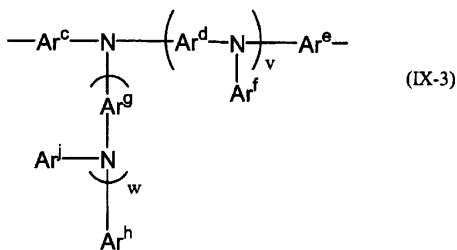
[0438]

[0439] 일반식 (IX-2) 중, R^e 및 R^f 는 각각 독립적으로 상기 일반식 (IX-1) 에 있어서의 R^a , R^b , R^c 또는 R^d 와 동일한 의미이다. r 및 u 는 각각 독립적으로 0 ~ 3 의 정수를 나타낸다. r 또는 u 가 2 이상인 경우, 1 분자 중에 포함되는 복수의 R^e 및 R^f 는 동일해도 되고 상이해도 되며, 인접하는 R^e 또는 R^f 끼리 고리를 형성하고 있어도 된다. X 는 5 원자 고리 또는 6 원자 고리를 구성하는 원자 또는 원자군을 나타낸다.

[0440] X 의 구체예로는, $-O-$, $-BR^{103}-$, $-NR^{103}-$, $-SiR^{103}_2-$, $-PR^{103}-$, $-SR^{103}-$ 및 $-CR^{103}_2-$ 그리고 이들이 결합된 기를 들 수 있다. 또한, R^{103} 은 수소 원자 또는 임의의 유기기를 나타낸다. 본 발명에 있어서의 유기기란, 적어도 하나의 탄소 원자를 포함하는 기이다.

[0441] 또, 폴리아릴렌 유도체로는, 상기 일반식 (IX-1) 및 상기 일반식 (IX-2) 중 적어도 일방으로 이루어지는 반복 단위에 더하여, 추가로 하기 일반식 (IX-3) 으로 나타내는 반복 단위를 갖는 것이 바람직하다.

[0442] [화학식 43]



[0443]

[0444] 일반식 (IX-3) 중, $Ar^c \sim Ar^j$ 는 각각 독립적으로 치환기를 갖고 있어도 되는 방향족 탄화수소기 또는 방향족 복소 고리기를 나타낸다. v 및 w 는 각각 독립적으로 0 또는 1 을 나타낸다.

[0445] $Ar^c \sim Ar^j$ 의 구체예로는, 상기 일반식 (VIII) 에 있어서의, Ar^a 및 Ar^b 와 동일하다.

[0446] 상기 일반식 (IX-1) ~ (IX-3) 의 구체예 및 폴리아릴렌 유도체의 구체예 등은 일본 공개특허공보 2008-98619호 등에 기재된 것 등을 들 수 있다.

- [0447] 습식 막형성법으로 정공 수송층 (4) 을 형성하는 경우에는, 상기 정공 주입층 (3) 의 형성과 동일하게 하여 정공 수송층 형성용 조성물을 조제한 후, 습식 막형성 후, 가열 건조시킨다.
- [0448] 정공 수송층 형성용 조성물에는, 상기 서술한 정공 수송성 화합물 외에, 용제를 함유한다. 사용하는 용제는 상기 정공 주입층 형성용 조성물에 사용한 것과 동일하다. 또, 막형성 조건 및 가열 건조 조건 등도 정공 주입층 (3) 형성의 경우와 동일하다.
- [0449] 진공 증착법에 의해 정공 수송층을 형성하는 경우도 또한, 그 막형성 조건 등은 상기 정공 주입층 (3) 형성의 경우와 동일하다.
- [0450] 정공 수송층 (4) 은 상기 정공 수송성 화합물 외에, 각종 발광 재료, 전자 수송성 화합물, 바인더 수지, 도포성 개량제 등을 함유하고 있어도 된다.
- [0451] 정공 수송층 (4) 은 또, 가교성 화합물을 가교하여 형성되는 층이어도 된다. 가교성 화합물은 가교성기를 갖는 화합물로서, 가교함으로써 망상 고분자 화합물을 형성한다.
- [0452] 이 가교성기로는, 예를 들어, 옥세탄 및 에폭시 등의 고리형 에테르 유래의 기 ; 비닐기, 트리플루오로비닐기, 스티릴기, 아크릴기, 메타크릴로일 및 신나모일 등의 불포화 이중 결합 유래의 기 ; 벤조시클로부텐 유래의 기 등을 들 수 있다.
- [0453] 가교성 화합물은 모노머, 올리고머 및 폴리머 중 어느 것이어도 된다. 가교성 화합물은 1 종만을 갖고 있어도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 갖고 있어도 된다.
- [0454] 가교성 화합물로는, 가교성기를 갖는 정공 수송성 화합물을 사용하는 것이 바람직하다. 정공 수송성 화합물로는, 예를 들어, 피리딘 유도체, 피라진 유도체, 피리미딘 유도체, 트리아진 유도체, 퀴놀린 유도체, 페난트롤린 유도체, 카르바졸 유도체, 프탈로시아닌 유도체 및 포르피린 유도체 등의 함질소 방향족 화합물 유도체, 트리페닐아민 유도체, 실롤 유도체, 올리고티오펜 유도체, 축합 다고리 방향족 유도체 그리고 금속 착물 등을 들 수 있다.
- [0455] 그 중에서도, 피리딘 유도체, 피라진 유도체, 피리미딘 유도체, 트리아진 유도체, 퀴놀린 유도체, 페난트롤린 유도체 및 카르바졸 유도체 등의 함질소 방향족 유도체, 트리페닐아민 유도체, 실롤 유도체, 축합 다고리 방향족 유도체 그리고 금속 착물이 바람직하고, 특히 트리페닐아민 유도체가 바람직하다.
- [0456] 가교성 화합물로는, 이들 정공 수송성 화합물에 대하여, 가교성기가 주사슬 또는 측사슬에 결합되어 있는 것을 들 수 있다. 특히 가교성기는 알킬렌기 등의 연결기를 개재하여 주사슬에 결합되어 있는 것이 바람직하다.
- [0457] 또, 특히 정공 수송성 화합물로는, 가교성기를 갖는 반복 단위를 포함하는 중합체인 것이 바람직하고, 상기 일반식 (VIII) 이나 일반식 (IX-1) ~ (IX-3) 에 가교성기가 직접 또는 연결기를 개재하여 결합된 반복 단위를 갖는 중합체인 것이 바람직하다.
- [0458] 가교성 화합물을 가교하여 정공 수송층 (4) 을 형성하려면, 통상적으로 가교성 화합물을 용제에 용해 또는 분산시킨 정공 수송층 형성용 조성물을 조제하고, 습식 막형성에 의해 막형성하고 가교시킨다.
- [0459] 정공 수송층 형성용 조성물에는, 가교성 화합물 외에 가교 반응을 촉진시키는 첨가물을 함유하고 있어도 된다. 가교 반응을 촉진시키는 첨가물로는, 예를 들어, 알킬페논 화합물, 아실포스핀옥사이드 화합물, 메탈로센 화합물, 옥시메스테르 화합물, 아조 화합물 및 오늄염 등의 중합 개시제 ; 중합 촉진제 ; 축합 다고리 탄화수소, 포르피린 화합물 및 디아릴케톤 화합물 등의 광 증감제 등을 들 수 있다.
- [0460] 또, 추가로 레벨링제 및 소포제 등의 도포성 개량제 ; 전자 수송성 화합물 ; 바인더 수지 등을 함유하고 있어도 된다.
- [0461] 정공 수송층 형성용 조성물에 있어서의 가교성 화합물의 함유량은 통상적으로 0.01 질량% 이상이 바람직하고, 0.05 질량% 이상이 보다 바람직하고, 0.1 질량% 이상이 더욱 바람직하다. 또, 통상적으로 50 중량% 이하가 바람직하고, 20 중량% 이하가 보다 바람직하고, 10 중량% 이하가 더욱 바람직하다.
- [0462] 상기 농도로 가교성 화합물을 함유하는 정공 수송층 형성용 조성물을 하층 (통상적으로는 정공 주입층 (3)) 상에 막형성 후, 가열 및/또는 광 등의 활성 에너지 조사에 의해, 가교성 화합물을 가교시켜 망상 고분자 화합물을 형성하는 것이 바람직하다.
- [0463] 막형성시의 온도, 습도 등의 조건은 상기 정공 주입층 (3) 의 습식 막형성시와 동일하다.

- [0464] 막형성 후의 가열 수법은 특별히 한정되지 않는다. 가열 온도 조건으로는, 통상적으로 120 ℃ 이상이 바람직하고, 400 ℃ 이하가 보다 바람직하다.
- [0465] 가열 시간으로는, 통상적으로 1 분 이상이 바람직하고, 24 시간 이하가 보다 바람직하다.
- [0466] 가열 수단으로는 특별히 한정되지 않지만, 막형성된 층을 갖는 적층체를 핫 플레이트 상에 얹거나, 및 오븐 내에서 가열하는 등의 수단이 사용된다. 예를 들어, 핫 플레이트 상에서 120 ℃ 이상에서 또한 1 분간 이상 가열하는 등의 조건을 사용할 수 있다.
- [0467] 광 등의 활성 에너지 조사에 의한 경우에는, 초고압 수은 램프, 고압 수은 램프, 할로겐 램프 및 적외 램프 등의 자외·가시·적외 광원을 직접 사용하여 조사하는 방법, 그리고 전술한 광원을 내장하는 마스크 얼라이너, 컨베이어형 광 조사 장치를 사용하여 조사하는 방법 등을 들 수 있다.
- [0468] 광 이외의 활성 에너지 조사에서는, 예를 들어, 마그네트론에 의해 발생시킨 마이크로파를 조사하는 장치, 이른바 전자레인지기를 사용하여 조사하는 방법을 들 수 있다.
- [0469] 조사 시간으로는, 막의 용해성을 저하시키기 위해 필요한 조건을 설정하는 것이 바람직한데, 통상적으로 0.1 초 이상이 바람직하고, 10 시간 이하가 보다 바람직하다.
- [0470] 가열 및 광 등의 활성 에너지 조사는 각각 단독으로 또는 조합하여 실시해도 된다. 조합하는 경우, 실시하는 순서는 특별히 한정되지 않는다.
- [0471] 이와 같이 하여 형성되는 정공 수송층 (4) 의 막두께는 통상적으로 5 nm 이상이 바람직하고, 10 nm 이상이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 300 nm 이하가 바람직하고, 100 nm 이하가 보다 바람직하다.
- [0472] [발광층]
- [0473] 정공 주입층 (3) 상에는 통상적으로 발광층 (5) 이 형성된다. 발광층 (5) 은, 예를 들어 전술한 발광 재료를 함유하는 층으로, 전계가 부여된 전극 사이에 있어서, 양극 (2) 으로부터 정공 주입층 (3) 을 통해서 주입된 정공과, 음극 (9) 으로부터 전자 수송층 (7) 을 통해서 주입된 전자의 재결합에 의해 여기되어, 주된 발광원이 되는 층이다.
- [0474] 발광층 (5) 은 발광 재료 (도펀트) 와 1 종 또는 2 종 이상의 호스트 재료를 함유하는 것이 바람직하다. 발광층 (5) 은 본 발명의 전하 수송 재료를 호스트 재료로서 함유하는 것이 더욱 바람직하다.
- [0475] 발광층 (5) 은 진공 증착법으로 형성해도 되지만, 본 발명의 유기 전계 발광 소자용 조성물을 사용하고, 습식 막제조법에 의해 제조된 층인 것이 특히 바람직하다.
- [0476] 여기서, 습식 막제조법이란, 전술한 바와 같이, 용제를 함유하는 조성물을 스핀 코트, 스프레이 코트, 딥 코트, 다이 코트, 플렉소 인쇄, 스크린 인쇄 및 잉크젯법 등에 의해 막제조하는 것이다.
- [0477] 또한, 발광층 (5) 은 본 발명의 성능을 저해하지 않는 범위에서 다른 재료, 성분을 함유하고 있어도 된다.
- [0478] 일반적으로 유기 전계 발광 소자에 있어서, 동일한 재료를 사용한 경우, 전극 사이의 막두께가 얇은 것이 실효 전계가 커진다. 그 결과, 주입되는 전류가 많아져, 구동 전압은 저하된다. 그 때문에, 전극 사이의 총 막두께는 얇은 것이 유기 전계 발광 소자의 구동 전압은 저하되지만, 지나치게 얇으면 ITO 등의 전극에서 기인하는 돌기에 의해 단락이 발생하기 때문에, 어느 정도의 막두께가 필요해진다.
- [0479] 본 발명에 있어서는, 발광층 (5) 이외에, 정공 주입층 (3) 및 후술하는 전자 수송층 (7) 등의 유기층을 갖는 경우, 발광층 (5) 과 정공 주입층 (3) 이나 전자 수송층 (7) 등의 다른 유기층을 합한 총 막두께는 통상적으로 30 nm 이상인 것이 바람직하고, 50 nm 이상인 것이 보다 바람직하고, 100 nm 이상인 것이 더욱 바람직하다. 총 막두께의 상한은 통상적으로 1000 nm 인 것이 바람직하고, 500 nm 인 것이 보다 바람직하고, 300 nm 인 것이 더욱 바람직하다.
- [0480] 또, 발광층 (5) 이외의 정공 주입층 (3) 이나 후술하는 전자 주입층 (8) 의 도전성이 높은 경우, 발광층 (5) 에 주입되는 전하량이 증가한다. 그 때문에, 예를 들어 정공 주입층 (3) 의 막두께를 두껍게 하고 발광층 (5) 의 막두께를 얇게 하여, 총 막두께를 어느 정도의 막두께를 유지한 채 구동 전압을 낮출 수도 있다.
- [0481] 따라서, 발광층 (5) 의 막두께는 통상적으로 10 nm 이상인 것이 바람직하고, 20 nm 이상인 것이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 300 nm 이하인 것이 바람직하고, 200 nm 이하인 것이 보다 바람직하다.

- [0482] 또한, 본 발명의 소자가 양극 및 음극의 양극 사이에 발광층 (5) 만을 갖는 경우의 발광층 (5) 의 막두께는 통상적으로 30 nm 이상인 것이 바람직하고, 50 nm 이상인 것이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 500 nm 이하인 것이 바람직하고, 300 nm 이하인 것이 보다 바람직하다.
- [0483] [정공 저지층]
- [0484] 발광층 (5) 과 후술하는 전자 주입층 (8) 사이에, 정공 저지층 (6) 을 형성해도 된다. 정공 저지층 (6) 은 발광층 (5) 상에, 발광층 (5) 의 음극 (9) 측의 계면에 접하도록 적층되는 층이다.
- [0485] 이 정공 저지층 (6) 은 양극 (2) 으로부터 이동해 오는 정공이 음극 (9) 에 도달하는 것을 저지하는 역할과, 음극 (9) 으로부터 주입된 전자를 효율적으로 발광층 (5) 의 방향으로 수송하는 역할을 갖는다.
- [0486] 정공 저지층 (6) 을 구성하는 재료에 요구되는 물성으로는, 전자 이동도가 높고 정공 이동도가 낮은 것, 에너지 갭 (HOMO, LUMO 의 차이) 이 큰 것, 여기 3 중항 준위 (T1) 가 높은 것을 들 수 있다.
- [0487] 이와 같은 조건을 만족시키는 정공 저지층의 재료로는, 예를 들어, 비스(2-메틸-8-퀴놀리놀라토)(페놀라토)알루미늄 및 비스(2-메틸-8-퀴놀리놀라토)(트리페닐실라놀라토)알루미늄 등의 혼합 배위자 착물, 비스(2-메틸-8-퀴놀라토)알루미늄- μ -옥소-비스-(2-메틸-8-퀴놀리톨라토)알루미늄 2 핵 금속 착물 등의 금속 착물, 디스티릴비페닐 유도체 등의 스티릴 화합물 (일본 공개특허공보 평11-242996호), 3-(4-비페닐일)-4-페닐-5(4-tert-부틸페닐)-1,2,4-트리아졸 등의 트리아졸 유도체 (일본 공개특허공보 평7-41759호) 그리고 바소쿠프로인 등의 페난트롤린 유도체 (일본 공개특허공보 평10-79297호) 등을 들 수 있다.
- [0488] 또한, 국제공개 제2005/022962호에 기재된 2,4,6 위치가 치환된 피리딘 고리를 적어도 1 개 갖는 화합물도 정공 저지층 (6) 의 재료로서 바람직하다.
- [0489] 또한, 정공 저지층 (6) 의 재료는 1 종만을 사용해도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 병용해도 된다.
- [0490] 정공 저지층 (6) 의 형성 방법에 제한은 없다. 따라서, 습식 막형성법, 증착법이나, 그 밖의 방법으로 형성할 수 있다.
- [0491] 정공 저지층 (6) 의 막두께는 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한 임의이지만, 통상적으로 0.3 nm 이상이 바람직하고, 0.5 nm 이상이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 100 nm 이하가 바람직하고, 50 nm 이하가 보다 바람직하다.
- [0492] [전자 수송층]
- [0493] 발광층 (5) 과 후술하는 전자 주입층 (8) 사이에 전자 수송층 (7) 을 형성해도 된다.
- [0494] 전자 수송층 (7) 은 소자의 발광 효율을 더욱 향상시키는 것을 목적으로 하여 형성되는 것으로, 전계가 부여된 전극 사이에 있어서 음극 (9) 으로부터 주입된 전자를 효율적으로 발광층 (5) 의 방향으로 수송할 수 있는 화합물로 형성된다.
- [0495] 전자 수송층 (7) 에 사용되는 전자 수송성 화합물로는, 통상적으로 음극 (9) 또는 전자 주입층 (8) 으로부터의 전자 주입 효율이 높고, 또한 높은 전자 이동도를 가져 주입된 전자를 효율적으로 수송할 수 있는 화합물을 사용한다.
- [0496] 이와 같은 조건을 만족시키는 화합물로는, 예를 들어, 8-하이드록시퀴놀린의 알루미늄 착물 등의 금속 착물 (일본 공개특허공보 소59-194393호), 10-하이드록시벤조[h]퀴놀린의 금속 착물, 옥사디아졸 유도체, 디스티릴비페닐 유도체, 실롤 유도체, 3-하이드록시플라본 금속 착물, 5-하이드록시플라본 금속 착물, 벤즈옥사졸 금속 착물, 벤조티아졸 금속 착물, 트리스벤즈이미다졸틸벤젠 (미국 특허 제5645948호 명세서), 퀴녹살린 화합물 (일본 공개특허공보 평6-207169호), 페난트롤린 유도체 (일본 공개특허공보 평5-331459호), 2-t-부틸-9,10-N,N'-디시아노안트라퀴논다이민, n 형 수소화 비정질 탄화실리콘, n 형 황화아연 및 n 형 셀렌화아연 등을 들 수 있다.
- [0497] 또한, 전자 수송층 (7) 의 재료는 1 종만을 사용해도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 병용해도 된다.
- [0498] 전자 수송층 (7) 의 형성 방법에 제한은 없다. 따라서, 습식 막형성법, 증착법이나, 그 밖의 방법으로 형성할 수 있다.
- [0499] 전자 수송층 (7) 의 막두께는 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한 임의이지만, 통상적으로 1 nm 이상이 바람직하고, 5 nm 이상이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 300 nm 이하가 바람직하고, 100 nm 이하가 보다

바람직하다.

[0500] [전자 주입층]

[0501] 전자 주입층 (8) 은 음극 (9) 으로부터 주입된 전자를 효율적으로 발광층 (5) 에 주입하는 역할을 한다. 전자 주입을 효율적으로 실시하려면, 전자 주입층 (8) 을 형성하는 재료는 일함수가 낮은 금속이 바람직하다.

[0502] 그 구체예로는, 나트륨 및 세슘 등의 알칼리 금속, 그리고 바륨 및 칼슘 등의 알칼리 토금속 등을 들 수 있다. 또, 그 막두께는 통상적으로 0.1 nm 이상이 바람직하고, 5 nm 이하가 보다 바람직하다.

[0503] 또한, 바소페난트롤린 등의 함질소 복소 고리 화합물 또는 8-하이드록시퀴놀린의 알루미늄 착물 등의 금속 착물로 대표되는 유기 전자 수송 화합물에, 나트륨, 칼륨, 세슘, 리튬 및 루비듐 등의 알칼리 금속을 도프 (일본 공개특허공보 평10-270171호, 일본 공개특허공보 2002-100478호, 일본 공개특허공보 2002-100482호 등에 기재) 함으로써, 전자 주입·수송성이 향상되고 우수한 막질을 양립시킬 수 있게 되기 때문에 바람직하다.

[0504] 이 경우의 막두께는 통상적으로 5 nm 이상인 것이 바람직하고, 10 nm 이상인 것이 보다 바람직하다. 또, 통상적으로 200 nm 이하인 것이 바람직하고, 100 nm 이하인 것이 보다 바람직하다.

[0505] 또한, 전자 주입층 (8) 의 재료는 1 종만을 사용해도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 병용해도 된다.

[0506] 전자 주입층 (8) 의 형성 방법에 제한은 없다. 따라서, 습식 막형성법 및 증착법 그리고 그 밖의 방법으로 형성할 수 있다.

[0507] [음극]

[0508] 음극 (9) 은 발광층 (5) 측의 층 (전자 주입층 (8) 또는 발광층 (5) 등)에 전자를 주입하는 역할을 하는 것이다.

[0509] 음극 (9) 의 재료로는 양극 (2) 에 사용되는 재료를 사용할 수 있는데, 효율적으로 전자 주입을 실시하려면, 일함수가 낮은 금속이 바람직하다.

[0510] 예를 들어, 주석, 마그네슘, 인듐, 칼슘, 알루미늄 및 은 등의 적당한 금속 그리고 그들의 합금을 들 수 있다. 구체예로는, 마그네슘-은 합금, 마그네슘-인듐 합금 및 알루미늄-리튬 합금 등의 낮은 일함수 합금 전극을 들 수 있다.

[0511] 또한, 음극 (9) 의 재료는 1 종만을 사용해도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 병용해도 된다.

[0512] 음극 (9) 의 막두께는 통상적으로 양극 (2) 과 동일하다.

[0513] 또한, 낮은 일함수 금속층으로 이루어지는 음극 (9) 을 보호할 목적으로, 이 위에 추가로 일함수가 높고 대기에 대하여 안정적인 금속층을 적층하면, 소자의 안정성이 증대되므로 바람직하다.

[0514] 상기 목적을 위해, 예를 들어, 알루미늄, 은, 구리, 니켈, 크롬, 금 및 백금 등의 금속이 사용된다. 또한, 이들 재료는 1 종만으로 사용해도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 병용해도 된다.

[0515] [그 밖의 층]

[0516] 본 발명에 관련된 유기 전계 발광 소자는 그 취지를 일탈하지 않는 범위에서 다른 구성을 갖고 있어도 된다. 예를 들어, 그 성능을 저해하지 않는 한, 양극 (2) 과 음극 (9) 사이에 상기 층 이외의 임의의 층을 갖고 있어도 되고, 또 임의의 층이 생략되어 있어도 된다.

[0517] [전자 저지층]

[0518] 임의의 층으로는, 예를 들어, 전자 저지층을 들 수 있다.

[0519] 전자 저지층은 정공 주입층 (3) 또는 정공 수송층 (4) 과 발광층 (5) 과의 사이에 형성되고, 발광층 (5) 으로부터 이동해 오는 전자가 정공 주입층 (3) 에 도달하는 것을 저지함으로써, 발광층 (5) 내에서 정공과 전자의 재결합 확률을 증가시키고, 생성된 여기자를 발광층 (5) 내에 가두는 역할과, 정공 주입층 (3) 으로부터 주입된 정공을 효율적으로 발광층 (5) 의 방향으로 수송하는 역할이 있다.

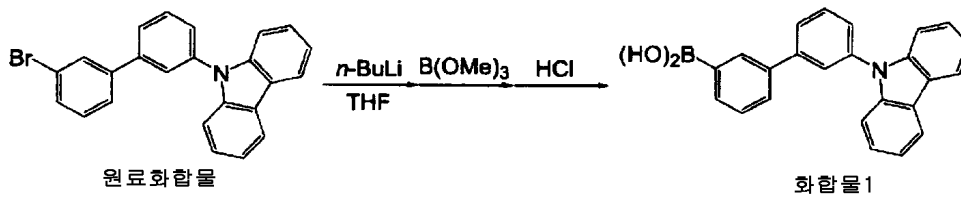
[0520] 특히, 발광 재료로서 인광 재료를 사용하거나, 청색 발광 재료를 사용하거나 하는 경우에는 전자 저지층을 형성하는 것이 효과적이다.

[0521] 전자 저지층에 요구되는 특성으로는, 정공 수송성이 높고, 에너지 갭 (HOMO, LUMO 의 차이) 이 큰 것, 및 여기

3 중항 준위 (T1) 가 높은 것 등을 들 수 있다.

- [0522] 또한, 본 발명에 있어서는, 발광층 (5) 을 습식 막형성법으로 제조하는 경우에는, 전자 저지층에도 습식 막형성의 적합성이 요구된다. 이와 같은 전자 저지층에 사용되는 재료로는, F8-TFB 로 대표되는 디옥틸플루오렌과 트리페닐아민의 공중합체 (국제공개 제2004/084260호) 등을 들 수 있다.
- [0523] 또한, 전자 저지층의 재료는 1 종만을 사용해도 되고, 2 종 이상을 임의의 조합 및 비율로 병용해도 된다.
- [0524] 전자 저지층의 형성 방법에 제한은 없다. 따라서, 습식 막형성법, 증착법이나, 그 밖의 방법으로 형성할 수 있다.
- [0525] 또한, 음극 (9) 과 발광층 (5) 또는 전자 수송층 (7) 과의 계면에, 예를 들어, 불화리튬 (LiF), 불화마그네슘 (MgF₂), 산화리튬 (Li₂O) 및 탄산세슘 (II) (CsCO₃) 등으로 형성된 극박 절연막 (0.1 ~ 5 nm) 을 삽입하는 것도, 소자의 효율을 향상시키는 유효한 방법이다 (Applied Physics Letters, 1997년, Vol.70, pp.152 ; 일본 공개특허공보 평10-74586호 ; IEEE Transactions on Electron Devices, 1997년, Vol.44, pp.1245 ; SID 04 Digest, pp.154 등 참조).
- [0526] 또, 본 발명의 유기 전계 발광 소자의 구성은 상기에 한정되는 것이 아니며, 적층 순서를 변경할 수 있다. 구체적으로는, 기판 (1) 상에 음극 (9), 전자 주입층 (8), 전자 수송층 (7), 정공 저지층 (6), 발광층 (5), 정공 수송층 (4), 정공 주입층 (3) 및 양극 (2) 이 순차적으로 적층된 구조로 해도 된다.
- [0527] 나아가서는, 적어도 일방이 투명성을 갖는 2 장의 기판 사이에 기판 이외의 구성 요소를 적층함으로써, 본 발명에 관련된 유기 전계 발광 소자를 구성할 수도 있다.
- [0528] 또, 기판 이외의 구성 요소 (발광 유닛) 를 복수 단 중첩시킨 구조 (발광 유닛을 복수 적층시킨 구조) 로 할 수도 있다.
- [0529] 그 경우에는, 각 단 사이 (발광 유닛 사이) 의 계면층 (양극이 ITO, 음극이 Al 인 경우에는, 그들 2 층) 대신에, 예를 들어 5 산화바나듐 (V₂O₅) 등을 함유하는 전자 발생층 (Carrier Generation Layer : CGL) 을 형성하면, 단 사이의 장벽이 적어져, 발광 효율·구동 전압의 관점에서 보다 바람직하다.
- [0530] 나아가서는, 본 발명에 관련된 유기 전계 발광 소자는 단일의 유기 전계 발광 소자로서 구성해도 되고, 복수의 유기 전계 발광 소자가 어레이 형상으로 배치된 구성에 적용해도 되고, 양극과 음극이 X-Y 매트릭스 형상으로 배치된 구성에 적용해도 된다.
- [0531] 또, 상기 서술한 각 층에는, 본 발명의 효과를 현저하게 저해하지 않는 한, 상기 이외의 성분이 함유되어 있어도 된다.
- [0532] <유기 EL 디스플레이 및 유기 EL 조명>
- [0533] 본 발명의 유기 EL 디스플레이 및 유기 EL 조명은 상기 서술한 본 발명의 유기 전계 발광 소자를 구비하는 것이다. 본 발명의 유기 EL 디스플레이 및 유기 EL 조명의 형식이나 구조에 대해서는 특별히 제한은 없고, 본 발명의 유기 전계 발광 소자를 사용하여 통상적인 방법에 따라 조립할 수 있다.
- [0534] 예를 들어, 「유기 EL 디스플레이」 (오음사, 2004년 8월 20일 발행, 키토우 시즈오, 아다치 치하야, 무라타 히데유키 저) 에 기재되어 있는 방법에 의해, 본 발명의 유기 EL 디스플레이 및 유기 EL 조명을 형성할 수 있다.
- [0535] 실시예
- [0536] 이하, 실시예를 나타내어 본 발명에 대해 더욱 구체적으로 설명한다. 단, 본 발명은 이하의 실시예에 한정되는 것이 아니며, 본 발명은 그 요지를 이탈하지 않는 한 임의로 변경하여 실시할 수 있다.
- [0537] [화합물 I 의 합성]
- [0538] (화합물 1 의 합성)

[0539] [화학식 44]



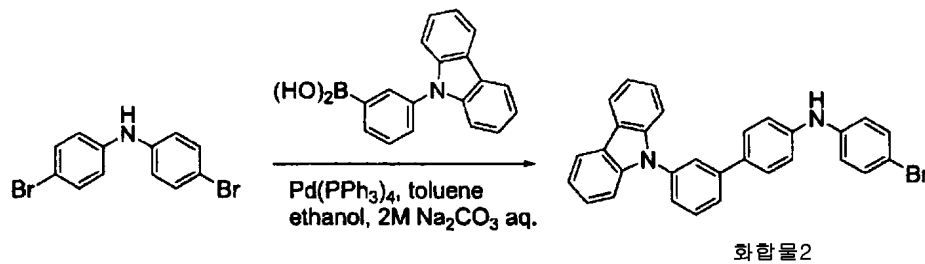
[0540]

[0541] 500 ml 4 구 플라스크에 원료 화합물 (15.0 g, 37 mmol) 을 첨가하고, 30 분 질소 치환시켰다. 반응기에 무수 THF 200 ml 를 첨가한 후, 용액을 -80 °C 까지 냉각시켰다. 액온이 높아지지 않도록 주의하면서 n-BuLi hexan 용액 (1.65 M, 24.0 ml) 을 30 분에 걸쳐 적하하고, 4 시간 반응시켰다. 트리메톡시보란 (11.8 g, 112 mmol) 을 10 분에 걸쳐 적하한 후, 2 시간 반응시켰다.

[0542] 반응 용액을 실온까지 승온시켜, 30 분 교반시켰다. 반응 용액에 1 N HCl 수용액을 200 ml 첨가하고, 추가로 30 분 교반시켰다. 반응 용액에 아세트산에틸 500 ml 를 첨가하고, 목적물을 유기층으로 추출한 후, 유기상을 식염수로 세정하였다. 유기층을 황산마그네슘으로 건조시킨 후, 이베퍼레이터에 의해 농축시켰다. 얻어진 황색 고체를 헥산으로 현탁 세정하여, 화합물 1 (15.2 g) 을 얻었다.

[0543] (화합물 2 의 합성)

[0544] [화학식 45]



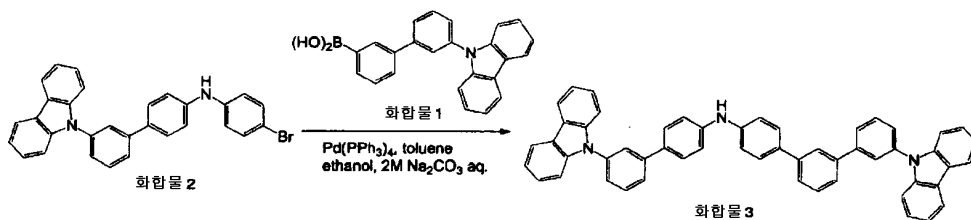
[0545]

[0546] 질소 분위기하에서 m-카르바졸릴페닐보론산 (13.1 g, 45.9 mmol), 비스(4-브로모페닐)아민 (15.0 g, 45.9 mmol) 에 톨루엔 (204 ml), 2 M-탄산나트륨 수용액 (102 ml) 및 에탄올 (102 ml) 을 첨가하고, 10 분간 질소를 통과시켜 탈기를 실시하였다.

[0547] 혼합물에 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (0) (297 mg, 257 mol) 을 첨가하고, 환류시키면서 3 시간 교반시켰다. 반응 종료 후, 반응 용액을 물에 붓고, 톨루엔으로 추출하였다. 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 정제하여, 화합물 2 (13.4 g) 를 얻었다. 이 화합물의 질량 분석값은 488(M⁺) 이었다.

[0548] (화합물 3 의 합성)

[0549] [화학식 46]



[0550]

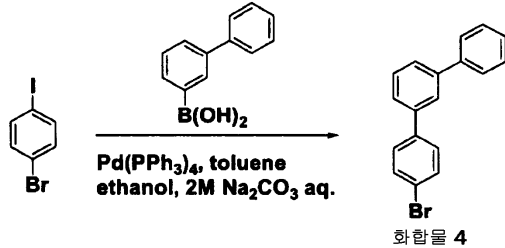
[0551] 500 ml 4 구 플라스크에 화합물 2 (3.5 g, 7.1 mmol), 화합물 1 (5.2 g, 14.3 mol, 2 MR), 톨루엔 122 ml, 에탄올 88 ml, 및 탄산나트륨 수용액 62 ml 를 첨가하고, 60 °C 에서 1 시간 질소 버블링하였다.

[0552] 반응 용액에 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (0) (580 mg, 7 mol%) 을 첨가하고, 3 시간 환류시켰다. 반

응 종료 후, 반응 용액을 물에 붓고, 톨루엔으로 추출하였다. 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 정제하여, 화합물 3 (5.11 g) 을 얻었다.

[0553] (화합물 4 의 합성)

[0554] [화학식 47]



[0555]

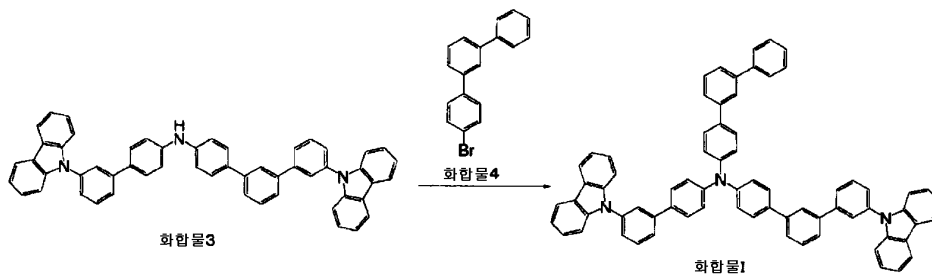
[0556] 질소 분위기하에서 3-비페닐보론산 (18.3 g, 92.5 mmol), 4-요오도브로모벤젠 (24.9 g, 87.9 mmol) 에 톨루엔 (176 ml), 2 M-탄산나트륨 수용액 (88 ml), 및 에탄올 (88 ml) 을 첨가하고, 10 분간 질소를 통과시켜 탈기를 실시하였다.

[0557] 혼합물에 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (0) (1.5 g, 1.29 mmol) 을 첨가하고, 환류시키면서 3 시간 교반시켰다. 반응 종료 후, 반응 용액을 물에 붓고, 톨루엔으로 추출하였다.

[0558] 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 정제하여, 화합물 4 (22.6 g) 를 얻었다. 이것의 질량 분석값은 308(M⁺) 이었다.

[0559] (화합물 I 의 합성)

[0560] [화학식 48]



[0561]

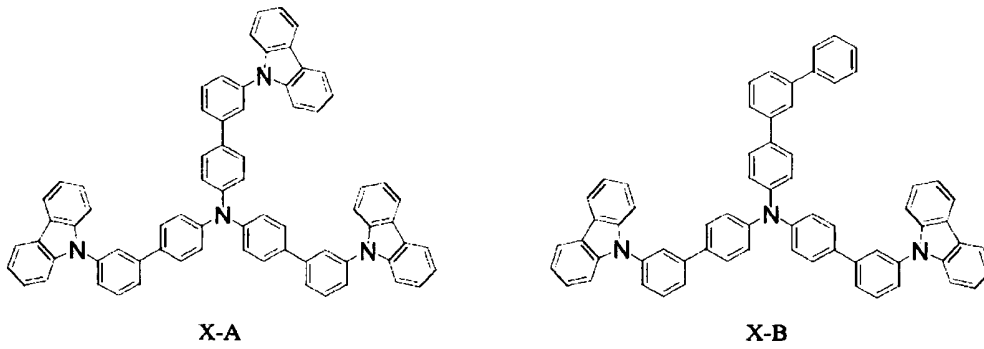
[0562] 300 ml 4 구 플라스크에 화합물 3 (5.11 g, 7.0 mmol), 화합물 4 (2.82 g, 2.5 mmol), NaOtBu (1.35 g, 8.8 mmol, 2 MR), 및 톨루엔 100 ml 를 첨가하고, 30 분 질소 버블링하였다 (용액 A).

[0563] 한편, 트리스(디벤질리렌아세톤)디팔라듐클로로포름 착물 (181 mg) 의 톨루엔 용액 (5 ml) 에 트리-t-부틸포스핀 (284 mg) 을 첨가하고, 65 °C 까지 가온시켰다 (용액 B). 질소 기류 중에서 용액 A 에 용액 B 를 첨가하고, 4 시간 가열 환류 반응시켰다. 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피, 승화 정제에 의해 정제하여, 화합물 I (2.1 g) 을 얻었다.

[0564] <m-자일렌에 대한 용해도 측정>

[0565] 상기 [화합물 I 의 합성] 에서 합성된 화합물 I 과, 하기 구조식으로 나타내는 비교 화합물 X-A 및 X-B 의 m-자일렌에 대한 용해도를 조사하여, 그 결과를 표 1 에 나타냈다.

[0566] [화학식 49]



[0567]

표 1

[0568]

	화합물	유리전이온도	농도		
			1.0 질량%	5.0 질량%	10 질량%
실시예 1	I	127 °C	+	+	+
비교예 1	X-A	159 °C	+	-	-
비교예 2	X-B	120 °C	-	-	-

[0569]

+ : 용해되었다.

[0570]

- : 용해되지 않고 현탁액이 되었다. 또는 12 시간 후에 결정이 석출되었다.

[0571]

표 1 에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 전하 수송 재료는 유기 용제에 대한 용해성이 높은 것이 확인되었다.

[0572]

[유기 전계 발광 소자의 제조]

[0573]

(실시예 1)

[0574]

도 1 에 나타내는 유기 전계 발광 소자를 이하의 방법에 의해 제조하였다. 17.5 mm × 35 mm (두께 0.7 mm) 사이즈의 유리 기관 (1) 을, 계면 활성제 수용액에 의한 초음파 세정, 초순수에 의한 수세, 초순수에 의한 초음파 세정, 초순수에 의한 수세의 순서로 세정 후, 질소 블로우로 건조시키고, 마지막으로 자외선 오존 세정을 실시하였다.

[0575]

이 유리 기관 (1) 상에 인듐·주석 산화물 (ITO) 투명 도전막을 150 nm 막형성 한 것 (스피터 막형성품, 시트 저항 15 Ω) 을 통상적인 포토리소그래피 기술에 의해 2 mm 폭의 스트라이프로 패터닝하여 양극 (2) 을 형성하였다.

[0576]

양극 (2) 을 형성한 기관 (1) 을, 아세톤에 의한 초음파 세정, 순수에 의한 수세, 이소프로필알코올에 의한 초음파 세정의 순서로 세정 후, 질소 블로우로 건조시키고, 마지막으로 자외선 오존 세정을 실시하였다.

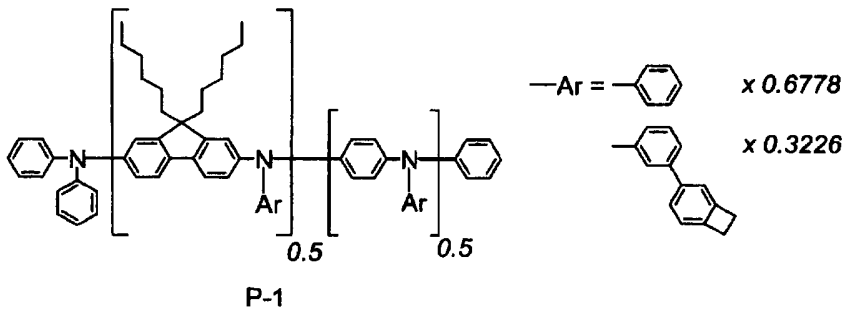
[0577]

정공 주입층을 형성하는 폴리머 재료로서, 하기 식에 나타내는 구조의 고분자 화합물 P-1 (중량 평균 분자량 (MwA) : 93000, 분산도 : 1.69), 전자 수용성 화합물 겸 중합 반응 개시제로서 하기 식에 나타내는 구조의 화합물 A-1, 및 용제로서 벤조산에틸을 함유하는 정공 주입층 형성용 조성물을 조제하였다. 그 조성물 중, 고분자 화합물 P-1 은 2.0 질량%, 화합물 A-1 은 0.8 질량% 의 농도로 하였다.

[0578]

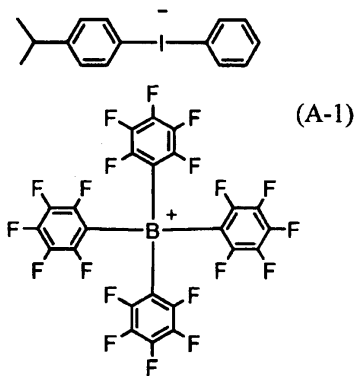
이 조성물을 스피너 회전수 1500 rpm, 스피너 회전 시간 30 초, 대기 중에서 스핀 코트법에 의해 양극 (2) 상에 막형성하고, 230 °C 에서 3 시간 가열함으로써, 고분자 화합물 P-1 을 가교시키고, 건조시킴으로써, 막두께 45 nm 의 균일한 박막 (정공 주입층 (3)) 을 형성하였다.

[0579] [화학식 50]



[0580]

[0581] [화학식 51]

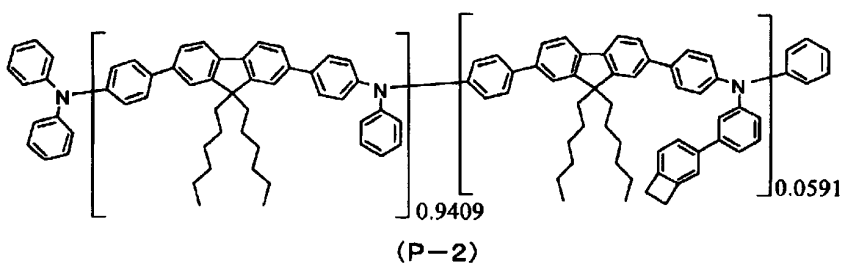


[0582]

[0583] 계속해서, 정공 수송층을 형성하는 폴리머 재료로서, 하기 식에 나타내는 구조의 고분자 화합물 P-2 (중량 평균 분자량 (MwB) : 66000, 분산도 : 1.56), 및 용제로서 시클로헥실벤젠을 함유하는 정공 수송층 형성용 조성물을 조제하였다. 그 조성물 중, 고분자 화합물 P-2 는 1.4 질량% 의 농도로 하였다.

[0584] 이 조성물을 스피너 회전수 1500 rpm, 스피너 회전 시간 30 초, 질소 중에서 스핀 코트법에 의해 정공 주입층 (3) 상에 막형성하고, 230 °C 에서 1 시간, 질소 중에서 가열함으로써, 고분자 화합물 P-2 를 가교시키고, 건조 시킴으로써, 막두께 20 nm 의 균일한 박막 (정공 수송층 (4)) 을 형성하였다.

[0585] [화학식 52]

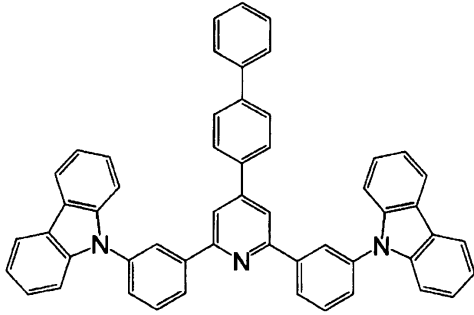


[0586]

[0587] 다음으로, 전하 수송성 화합물로서, 하기 식에 나타내는 화합물 C1 및 합성예에서 얻은 화합물 I, 인광 발광성 금속 착물 D1, 그리고 용제로서 시클로헥실벤젠을 함유하는 발광층 형성용 조성물을 조제하였다. 그 조성물 중, 화합물 C1 은 1.1 질량%, 화합물 I 은 3.4 질량%, 인광 발광성 금속 착물 D1 은 0.3 질량% 의 농도로 하였다.

[0588] 이 조성물을 스피너 회전수 1500 rpm, 스피너 회전 시간 30 초, 질소 중에서 스핀 코트법에 의해 정공 수송층 (4) 상에 막형성하고, 감압하 (0.1 MPa), 130 °C 에서 1 시간 가열함으로써, 건조시켜, 막두께 50 nm 의 균일한 박막 (발광층 (5)) 을 형성하였다.

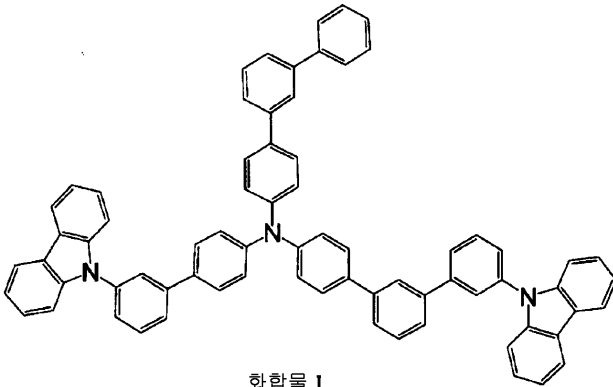
[0589] [화학식 53]



화합물 C1

[0590]

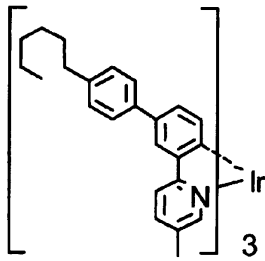
[0591] [화학식 54]



화합물 I

[0592]

[0593] [화학식 55]



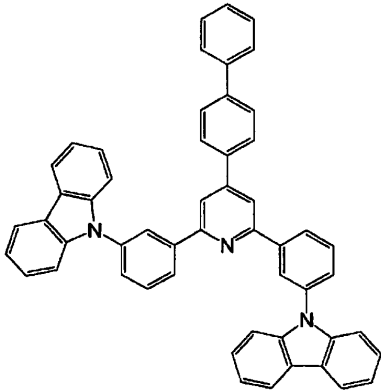
(D1)

[0594]

[0595] 여기서, 발광층 (5) 까지를 막형성한 기판을 진공 증착 장치 내로 옮기고, 장치 내의 진공도가 1.3×10^{-4} Pa 이하가 될 때까지 배기한 후, 하기에 나타내는 화합물 C2 를 진공 증착법에 의해 발광층 (5) 상에 적층하여, 정공 저지층 (6) 을 얻었다. 증착 속도는 1.4 ~ 1.5 Å/초의 범위에서 제어하고, 막두께는 10 nm 로 하였다.

또, 증착시의 진공도는 1.3×10^{-4} Pa 였다.

[0596] [화학식 56]

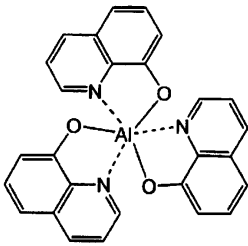


화합물C2

[0597]

[0598] 계속해서, 하기에 나타내는 알루미늄의 8-하이드록시퀴놀린 착물 (ET-1) 을 가열하여 정공 저지층 (6) 상에 증착을 실시하고, 전자 수송층 (7) 을 막형성하였다. 증착시의 진공도는 1.3×10^{-4} Pa, 증착 속도는 1.6 ~ 1.8 Å/초의 범위에서 제어하고, 막두께는 30 nm 로 하였다.

[0599] [화학식 57]



ET-1

[0600]

[0601] 여기서, 전자 수송층 (7) 까지의 증착을 실시한 소자를 한 번 꺼내어 별도의 증착 장치에 설치하고, 음극 증착용 마스크로서 2 mm 폭의 스트라이프 형상 새도우 마스크를 양극 (2) 의 ITO 스트라이프와는 직교하도록 소자에 밀착시키고, 장치 내의 진공도가 2.3×10^{-4} Pa 이하가 될 때까지 배기를 실시하였다.

[0602] 전자 주입층 (8) 으로서, 먼저 불화리튬 (LiF) 을 증착 속도 0.1 Å/초, 0.5 nm 의 막두께로 전자 수송층 (7) 상에 폴리브덴 보트를 사용하여 막형성하였다. 증착시의 진공도는 2.6×10^{-4} Pa 였다.

[0603] 다음으로, 음극 (9) 으로서 알루미늄을 동일하게 폴리브덴 보트에 의해 가열하고, 증착 속도 1.0 ~ 4.9 Å/초의 범위에서 제어하여, 막두께 80 nm 의 알루미늄층을 형성하였다. 증착시의 진공도는 2.6×10^{-4} Pa 였다. 이상의 2 층의 증착시의 기판 온도는 실온으로 유지하였다.

[0604] 계속해서, 소자가 보관 중에 대기 중의 수분 등에 의해 열화되는 것을 방지하기 위해, 이하에 기재된 방법으로 밀봉 처리를 실시하였다.

[0605] 질소 글로브 박스 중에서, 23 mm × 23 mm 사이즈의 유리판 외주부에 약 1 mm 의 폭으로 광경화성 수지 (쓰리본드 제조의 30Y-437) 를 도포하고, 중앙부에 수분 게터 시트 (다이너사 제조) 를 설치하였다. 이 위에 음극 형성을 종료한 기판을, 증착된 면이 건조제 시트와 대향하도록 접합하였다. 그 후, 광경화성 수지가 도포된 영역에만 자외광을 조사하여, 수지를 경화시켰다.

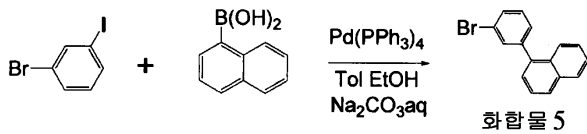
[0606] 이상과 같이 하여, 2 mm × 2 mm 사이즈의 발광 면적 부분을 갖는 유기 전계 발광 소자가 얻어졌다. 이 소자의 발광 특성은, 1000 cd/m² 시의 구동 전압이 7.9 V, 1000 cd/m² 시의 발광 효율이 40.0 cd/A, 10 mA 시의 구동 전압 (V) : 9.4 V 였다.

[0607] 이 결과로부터, 본 발명의 유기 전계 발광 소자는 고발광 효율인 것을 알 수 있었다.

[0608] [화합물 II 의 합성]

[0609] (화합물 5 의 합성)

[0610] [화학식 58]



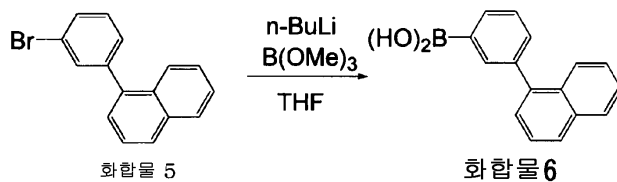
[0611]

[0612] 질소 분위기하에서 1-나프틸보론산 (20.0 g, 116.3 mmol), 3-요오도브로모벤젠 (36.2 g, 128 mmol) 에 톨루엔 (174 ml), 2 M-탄산나트륨 수용액 (181 ml), 및 에탄올 (88 ml) 을 첨가하고, 10 분간 질소를 통과시켜 탈기를 실시하였다.

[0613] 혼합물에 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (0) (1.34 g) 을 첨가하고, 환류시키면서 6 시간 교반시켰다. 반응 종료 후, 반응 용액을 물에 붓고, 톨루엔으로 추출하였다. 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 정제하여, 화합물 5 (26.7 g) 를 얻었다.

[0614] (화합물 6 의 합성)

[0615] [화학식 59]



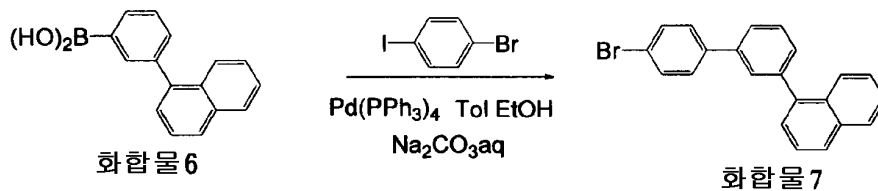
[0616]

[0617] 질소 분위기하에서 화합물 5 (27.2 g, 96 mmol) 에 탈수 THF 353.7 ml 를 첨가하고, 10 분간 질소를 통과시켜 탈기를 실시하였다. 용액을 -75 °C 까지 냉각시킨 후, 1.6 M n-부틸리튬헥산 용액 72.0 ml 를 적하하였다. -75 °C 에서 1 시간 교반시킨 후, 트리메톡시보란 (31.9 g, 307 mmol) 을 적하하였다.

[0618] -75 °C 에서 2 시간 교반시킨 후, 실온까지 승온시켰다. 용액에 1 N 염산 용액 177 ml 를 첨가하고, 30 분 교반시켰다. 용액에 아세트산에틸 101 ml 를 첨가하고, 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 화합물 6 (29.8 g) 을 얻었다.

[0619] (화합물 7 의 합성)

[0620] [화학식 60]



[0621]

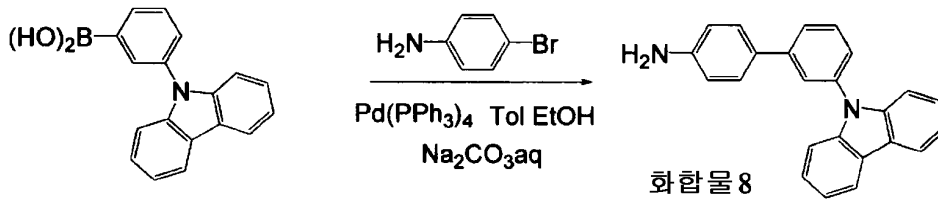
[0622] 질소 분위기하에서 화합물 6 (29.8 g, 120 mmol), 4-요오도브로모벤젠 (40.78 g, 144 mmol) 에 톨루엔 (631.7 ml), 2 M-탄산나트륨 수용액 (327.8 ml), 및 에탄올 (315.7 ml) 을 첨가하고, 10 분간 질소를 통과시켜 탈기를 실시하였다.

[0623] 혼합물에 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (0) (2.01 g) 을 첨가하고, 환류시키면서 6 시간 교반시켰다. 반응 종료 후, 반응 용액을 물에 붓고, 톨루엔으로 추출하였다.

[0624] 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 정제하여, 화합물 7 (27.32 g) 을 얻었다.

[0625] (화합물 8 의 합성)

[0626] [화학식 61]



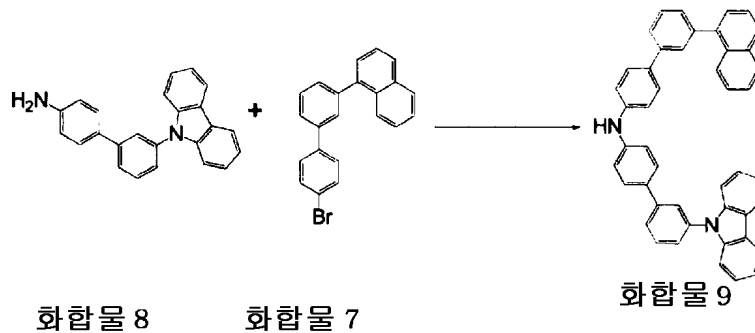
[0627]

[0628] 질소 분위기하에서 m-카르바졸릴페닐보론산 (28.04 g, 98 mmol), 4-브로모아닐린 (16.00 g, 93 mmol) 에 톨루엔 (558.4 ml), 2 M-탄산나트륨 수용액 (278.7 ml), 및 에탄올 (279.5 ml) 을 첨가하고, 10 분간 질소를 통과시켜 탈기를 실시하였다.

[0629] 혼합물에 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 (0) (2.15 g) 을 첨가하고, 환류시키면서 6 시간 교반시켰다. 반응 종료 후, 반응 용액을 물에 붓고, 톨루엔으로 추출하였다.

[0630] 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 정제하여, 화합물 8 (27.37 g) 을 얻었다.

[0631] [화학식 62]



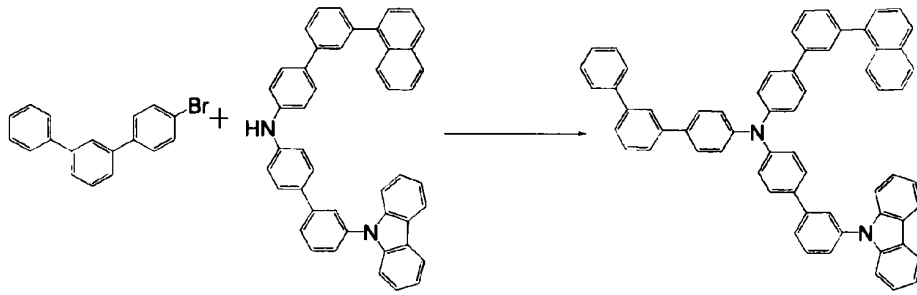
[0632]

[0633] 200 ml 4 구 플라스크에 화합물 8 (5.0 g, 615.0 mmol), 화합물 7 (4.8 g, 13.5 mmol), NaOtBu (4.88 g, 50 mmol), 및 톨루엔 100 ml 를 첨가하고, 30 분 질소 버블링하였다 (용액 A).

[0634] 한편, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐클로로포름 착물 (77 mg) 의 톨루엔 용액 (6 ml) 에 트리-t-부틸포스핀 (121 mg) 을 첨가하고, 65 °C 까지 가온시켰다 (용액 B).

[0635] 질소 기류 중에서 용액 A 에 용액 B 를 첨가하고, 4 시간 가열 환류 반응시켰다. 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 정제하여, 화합물 9 (6.4 g) 를 얻었다.

[0636] [화학식 63]



화합물 4

화합물 9

화합물 I I

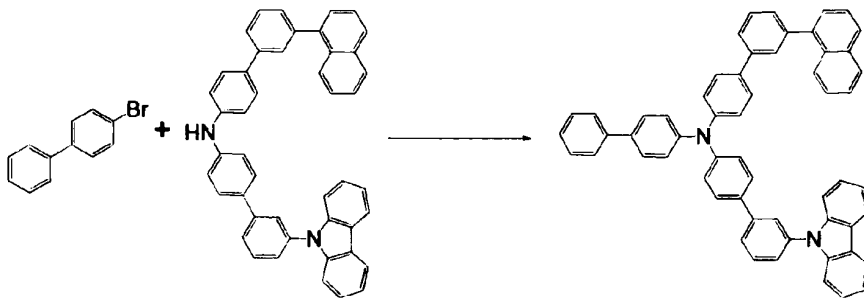
[0637]

[0638] 200 ml 4 구 플라스크에 화합물 9 (3.8 g, 6.2 mmol), 화합물 4 (2.3 g, 7.4 mmol), NaOtBu (2.0 g, 21 mmol), 및 톨루엔 76 ml 를 첨가하고, 30 분 질소 버블링하였다 (용액 A).

[0639] 한편, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐클로로포름 착물 (32 mg) 의 톨루엔 용액 (6 ml) 에 트리-t-부틸포스핀 (50 mg) 을 첨가하고, 65 °C 까지 가온시켰다 (용액 B). 질소 기류 중에서 용액 A 에 용액 B 를 첨가하고, 4 시간 가열 환류 반응시켰다. 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피에 의해 정제하여, 화합물 II (4.4 g) 를 얻었다.

[0640] [화합물 III 의 합성]

[0641] [화학식 64]



화합물 9

화합물 I I I

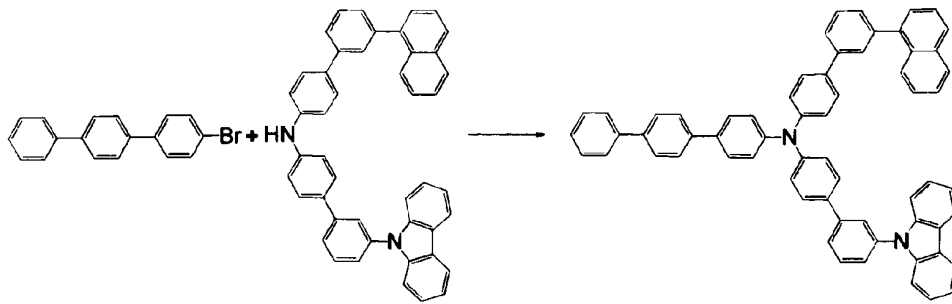
[0642]

[0643] 100 ml 4 구 플라스크에 화합물 9 (0.65 g, 1.1 mmol), 4-브로모비페닐 (0.36 g, 1.3 mmol), NaOtBu (0.35 g, 3.6 mmol), 및 톨루엔 30 ml 를 첨가하고, 30 분 질소 버블링하였다 (용액 A).

[0644] 한편, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐클로로포름 착물 (5.5 mg) 의 톨루엔 용액 (5 ml) 에 트리-t-부틸포스핀 (8.6 mg) 을 첨가하고, 65 °C 까지 가온시켰다 (용액 B). 질소 기류 중에서 용액 A 에 용액 B 를 첨가하고, 4 시간 가열 환류 반응시켰다. 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피, 승화 정제 장치에 의해 정제하여, 화합물 III (0.44 g) 을 얻었다.

[0645] [화합물 X-C 의 합성]

[0646] [화학식 65]



화합물 9

화합물 X-C

[0647]

[0648] 300 ml 4 구 플라스크에 화합물 9 (0.43 g, 0.70 mmol), 4-브로모톨루엔 (0.26 g, 0.84 mmol), NaOtBu (0.23 g, 2.4 mmol), 및 톨루엔 10 ml 를 첨가하고, 30 분 질소 버블링하였다 (용액 A).

[0649] 한편, 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐클로로포름 착물 (3.6 mg) 의 톨루엔 용액 (5 ml) 에 트리-*t*-부틸포스핀 (5.7 mg) 을 첨가하고, 65 °C 까지 가온시켰다 (용액 B). 질소 기류 중에서 용액 A 에 용액 B 를 첨가하고, 4 시간 가열 환류 반응시켰다. 유기층을 정제수로 세정하고, 황산마그네슘으로 건조 후, 용제를 감압하에 증류 제거하였다. 잔류물을 실리카 겔 칼럼 크로마토그래피, 승화 정제 장치에 의해 정제하여, 화합물 X-C (0.13 g) 를 얻었다.

[0650] (실시에 2)

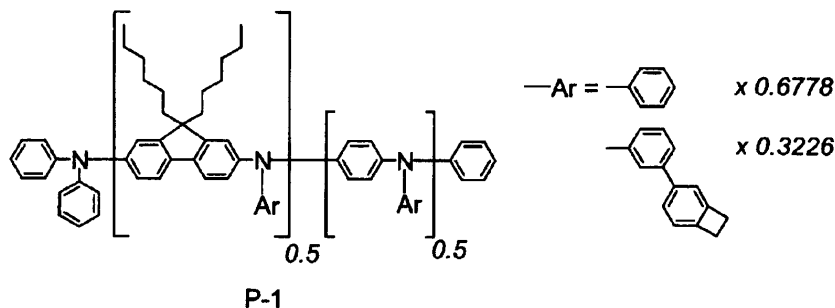
[0651] 도 1 에 나타내는 유기 전계 발광 소자를 이하의 방법에 의해 제조하였다. 25 mm × 37.5 mm (두께 0.7 mm) 사이즈의 유리 기판 (1) 을, 계면 활성제 수용액에 의한 초음파 세정, 초순수에 의한 수세, 초순수에 의한 초음파 세정, 초순수에 의한 수세의 순서로 세정 후, 질소 블로우로 건조시키고, 마지막으로 자외선 오존 세정을 실시하였다.

[0652] 이 유리 기판 (1) 상에 인듐·주석 산화물 (ITO) 투명 도전막을 70 nm 막형성한 것 (스피터 막형성품, 시트 저항 15 Ω) 을 통상적인 포토리소그래피 기술에 의해 2 mm 폭의 스트라이프로 패터닝하여 양극 (2) 을 형성하였다.

[0653] 양극 (2) 을 형성한 기판 (1) 을, 계면 활성제 수용액에 의한 초음파 세정, 초순수에 의한 수세, 초순수에 의한 초음파 세정, 초순수에 의한 수세의 순서로 세정 후, 질소 블로우로 건조시키고, 마지막으로 자외선 오존 세정을 실시하였다.

[0654] 정공 주입층을 형성하는 폴리머 재료는 실시예 1 에 사용한 조성물을 사용하였다. 이 조성물을 스피너 회전수 1500 rpm, 스피너 회전 시간 30 초, 대기 중에서 스핀 코팅법에 의해 양극 (2) 상에 막형성하고, 230 °C 에서 1 시간 가열함으로써, 고분자 화합물 P-1 을 가교시키고, 건조시킴으로써, 막두께 30 nm 의 균일한 박막 (정공 주입층 (3)) 을 형성하였다.

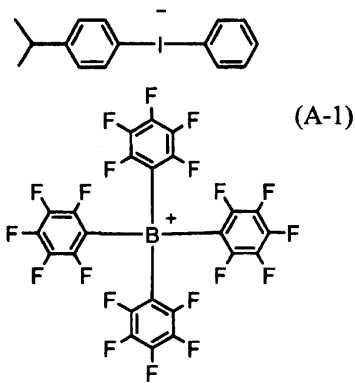
[0655] [화학식 66]



P-1

[0656]

[0657] [화학식 67]

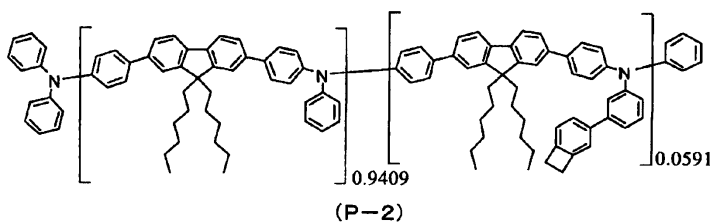


[0658]

[0659] 계속해서, 정공 수송층을 형성하는 폴리머 재료로서, 하기 식에 나타내는 구조의 고분자 화합물 P-2 (중량 평균 분자량 (MwB) : 66000, 분산도 : 1.56), 및 용제로서 시클로헥실벤젠을 함유하는 정공 수송층 형성용 조성물을 조제하였다. 그 조성물 중, 고분자 화합물 P-2 는 1.1 질량% 의 농도로 하였다.

[0660] 이 조성물을 스피너 회전수 1500 rpm, 스피너 회전 시간 120 초, 질소 중에서 스핀 코트법에 의해 정공 주입층 (3) 상에 막형성하고, 230 °C 에서 1 시간, 질소 중에서 가열함으로써, 고분자 화합물 P-2 를 가교시키고, 건조 시킴으로써, 막두께 14 nm 의 균일한 박막 (정공 수송층 (4)) 을 형성하였다.

[0661] [화학식 68]

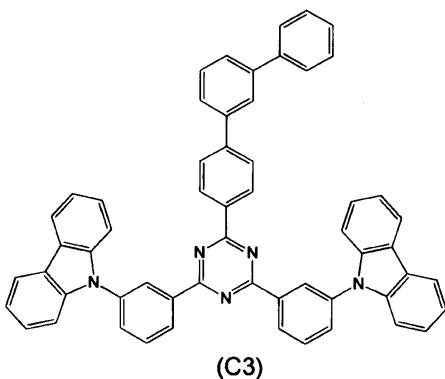


[0662]

[0663] 다음으로, 전하 수송성 화합물로서, 하기 식에 나타내는 화합물 C3 및 합성예에서 얻은 화합물 II, 인광 발광성 금속 착물 D2, 그리고 용제로서 시클로헥실벤젠을 함유하는 발광층 형성용 조성물을 조제하였다. 그 조성물 중, 화합물 C3 은 1.25 질량%, 화합물 II 는 3.75 질량%, 인광 발광성 금속 착물 D2 는 0.7 질량% 의 농도로 하였다.

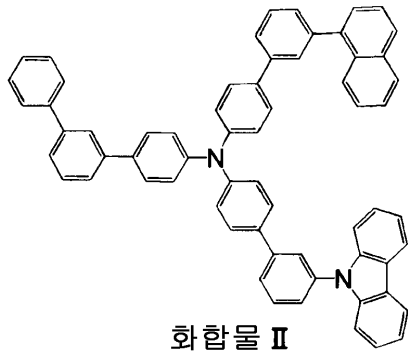
[0664] 이 조성물을 스피너 회전수 1700 rpm, 스피너 회전 시간 120 초, 질소 중에서 스핀 코트법에 의해 정공 수송층 (4) 상에 막형성하고, 130 °C 에서 10 분간 질소 중에서 가열함으로써, 건조시켜, 막두께 63 nm 의 균일한 박막 (발광층 (5)) 을 형성하였다.

[0665] [화학식 69]



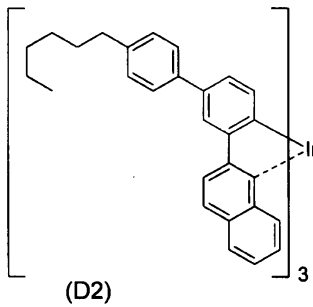
[0666]

[0667] [화학식 70]



[0668]

[0669] [화학식 71]



[0670]

[0671] 여기서, 발광층 (5) 까지를 막형성한 기판을 진공 증착 장치 내로 옮기고, 장치 내의 진공도가 0.9×10^{-6} Torr 이하가 될 때까지 배기한 후, 실시예 1 에 사용한 화학물 C2 를 진공 증착법에 의해 발광층 (5) 상에 적층하여, 정공 저지층 (6) 을 얻었다. 증착 속도는 0.8 ~ 1.0 Å/초의 범위에서 제어하고, 막두께는 10 nm 로 하였다. 또, 증착시의 진공도는 0.9×10^{-6} Pa 였다.

[0672] 계속해서, 실시예 1 에 사용한 (ET-1) 을 가열하여 정공 저지층 (6) 상에 증착을 실시하고, 전자 수송층 (7) 을 막형성하였다. 증착시의 진공도는 0.8×10^{-6} Torr, 증착 속도는 0.8 ~ 1.0 Å/초의 범위에서 제어하고, 막두께는 20 nm 로 하였다.

[0673] 여기서, 전자 수송층 (7) 까지의 증착을 실시한 소자를 한 번 꺼내어 별도의 증착 장치에 설치하고, 음극 증착용 마스크로서 2 mm 폭의 스트라이프 형상 새도우 마스크를 양극 (2) 의 ITO 스트라이프와는 직교하도록 소자에 밀착시키고, 장치 내의 진공도가 2.1×10^{-4} Pa 이하가 될 때까지 배기를 실시하였다.

[0674] 전자 주입층 (8) 으로서, 먼저 불화리튬 (LiF) 을 증착 속도 0.08 ~ 0.14 Å/초, 0.5 nm 의 막두께로 전자 수송층 (7) 상에 몰리브덴 보트를 사용하여 막형성하였다. 증착시의 진공도는 2.7×10^{-4} Pa 였다.

[0675] 다음으로, 음극 (9) 으로서 알루미늄을 동일하게 몰리브덴 보트에 의해 가열하고, 증착 속도 1.0 ~ 5.1 Å/초의 범위에서 제어하여, 막두께 80 nm 의 알루미늄층을 형성하였다. 증착시의 진공도는 5.1×10^{-4} Pa 였다. 이상의 2 층의 증착시의 기판 온도는 실온으로 유지하였다.

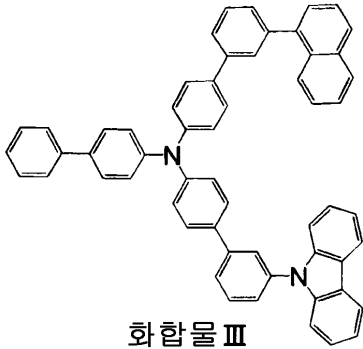
[0676] 계속해서, 소자가 보관 중에 대기 중의 수분 등에 의해 열화되는 것을 방지하기 위해, 실시예 1 과 동일한 밀봉 처리를 실시하였다.

[0677] 이상과 같이 하여, 2 mm × 2 mm 사이즈의 발광 면적 부분을 갖는 유기 전계 발광 소자가 얻어졌다. 이 소자의 발광 특성은 10 mA/cm² 시의 구동 전압이 7.18 V, 휘도가 초기 휘도에 대하여 95 % 까지 감소할 때까지의 시간이 40 h, 휘도가 초기 휘도에 대하여 95 % 까지 감소했을 때의 구동 전압 상승이 0.05 V 였다.

[0678] (실시예 3)

[0679] 화합물 II 대신에 화합물 III 을 사용하는 것 이외에는, 실시예 2 와 동일하게 조작하였다.

[0680] [화학식 72]



[0681]

[0682] 이 소자의 발광 특성은 10 mA/cm² 시의 구동 전압이 7.12 V, 휘도가 초기 휘도에 대하여 95 % 까지 감소할 때까지의 시간이 40 h, 휘도가 초기 휘도에 대하여 95 % 까지 감소했을 때의 구동 전압 상승이 0.06 V 였다.

[0683] (비교예 3)

[0684] 화합물 II 대신에 상기 화합물 X-A 를 사용하는 것 이외에는, 실시예 2 와 동일하게 조작하였다. 이 소자의 발광 특성은 10 mA/cm² 시의 구동 전압이 8.63 V, 휘도가 초기 휘도에 대하여 95 % 까지 감소할 때까지의 시간이 20 h, 휘도가 초기 휘도에 대하여 95 % 까지 감소했을 때의 구동 전압 상승이 0.19 V 였다.

[0685] (비교예 4)

[0686] 화합물 II 대신에 상기 화합물 X-C 를 사용하는 것 이외에는, 실시예 2 와 동일하게 조작하였다. 화합물 X-C 는 용해된 후, 결정화되어 소자화하는 것조차 불가능하였다.

[0687] 상기 얻어진 결과를 정리하여 표 2 에 나타낸다.

표 2

[0688]

	초기 휘도에 대하여 95 % 까지 감소할 때까지의 시간	구동 전압	정전류 구동시의 구동 전압 상승
실시예 2	40 h	7.18 V	+0.05 V
실시예 3	40 h	7.12 V	+0.06 V
비교예 3	20 h	8.63 V	+0.19 V
비교예 4	용해성 부족 때문에, 소자화할 수 없음		

[0689] 상기의 결과로부터, 본 발명의 전하 수송 재료를 사용한 유기 전계 발광 소자는 구동 전압이 낮고, 구동 수명이 길고, 구동시의 전압 상승도 작은 것을 알 수 있었다.

[0690] 산업상 이용가능성

[0691] 본 발명의 전하 수송 재료는 유기 EL 광 소자가 사용되는 각종 분야, 예를 들어, 플랫 패널·디스플레이 (예를 들어, OA 컴퓨터용 및 벽걸이 TV) 나 면 발광체로서의 특징을 살린 광원 (예를 들어, 복사기의 광원, 액정 디스플레이나 계기류의 백라이트 광원), 표시판 및 표시등 등의 분야에 있어서 바람직하게 사용할 수 있다.

[0692] 또, 본 발명의 전하 수송 재료는 본질적으로 우수한 내산화 환원 안정성을 가지므로, 유기 전계 발광 소자에 한정되지 않고, 전자 사진 감광제나 유기 태양 전지 등 유기 디바이스 전반에 유용하다.

[0693] 본 발명을 특정 양태를 사용하여 상세하게 설명하였는데, 본 발명의 의도와 범위를 벗어나지 않고 다양한 변경 및 변형이 가능한 것은 당업자에게 있어서 자명하다. 또한 본 출원은 2009년 8월 27일자로 출원된 일본 특허출원 (일본 특허출원 2009-196782호) 에 기초하고 있으며, 그 전체가 인용에 의해 원용된다.

부호의 설명

[0694] 1 : 기관

- 2 : 양극
- 3 : 정공 주입층
- 4 : 정공 수송층
- 5 : 발광층
- 6 : 정공 저지층
- 7 : 전자 수송층
- 8 : 전자 주입층
- 9 : 음극

도면

도면1

