



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년08월03일
(11) 등록번호 10-0910134
(24) 등록일자 2009년07월24일

(51) Int. Cl.

C09K 11/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2007-0070614
(22) 출원일자 2007년07월13일
심사청구일자 2007년07월13일
(65) 공개번호 10-2009-0007030
(43) 공개일자 2009년01월16일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020070091540 A
JP2003163088 A

(73) 특허권자

(주)그라셀

서울특별시 성동구 성수동2가 284-25

(72) 발명자

신효남

서울시 성북구 돈암동 15-1 삼성아파트 101-1111

김치식

서울 동작구 사당1동 1016-17

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

권오식, 박창희

전체 청구항 수 : 총 8 항

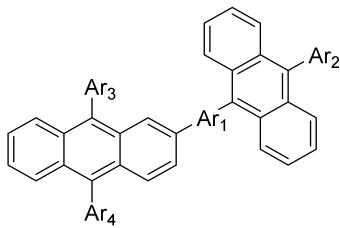
심사관 : 정명주

(54) 유기 발광재료 및 이를 포함하는 유기발광소자

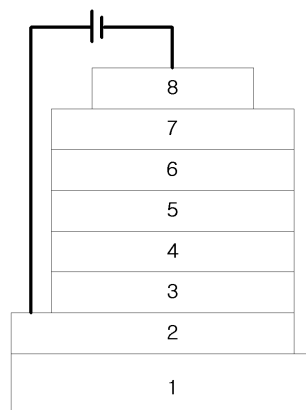
(57) 요약

본 발명은 하기 화학식 1의 구조를 갖는 유기 발광재료 및 이를 포함하는 유기발광소자에 관한 것으로서, 본 발명에 따른 유기 발광재료는 발광효율이 좋고 재료의 수명특성이 뛰어나 소자의 구동수명이 매우 양호한 OLED 소자를 제조할 수 있는 장점이 있다.

[화학식 1]



대표도 - 도1



(72) 발명자

조영준

서울시 성북구 돈암동 15-1 삼성아파트 101-1111

권혁주

서울시 동대문구 장안동 삼성래미안2차 224-2001

김봉욱

서울시 강남구 삼성동 4번지 한솔아파트 101-1108

김성민

서울시 강서구 화곡8동 392-27 살렘하우스 102호

윤승수

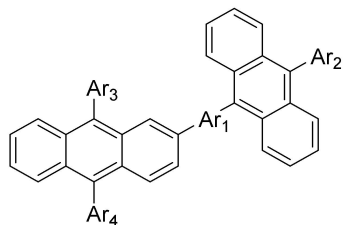
서울시 강남구 수서동 삼익아파트 405-1409

특허청구의 범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 유기 발광재료.

[화학식 1]



[상기 화학식 1에서, Ar₁은 (C₆-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이며, 단 Ar₁이 안트라세닐렌인 경우는 제외되고;

Ar₂ 내지 Ar₄는 서로 독립적으로 (C₆-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고;

상기 Ar₁ 내지 Ar₄의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리는 (C₁-C₂₀)알킬, (C₁-C₂₀)알콕시, 할로젠, 트리(C₁-C₂₀)알킬실릴, 트리(C₆-C₂₀)아릴실릴, (C₆-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리로부터 선택되는 하나 이상이 더 치환될 수 있다.]

청구항 2

제 1항에 있어서,

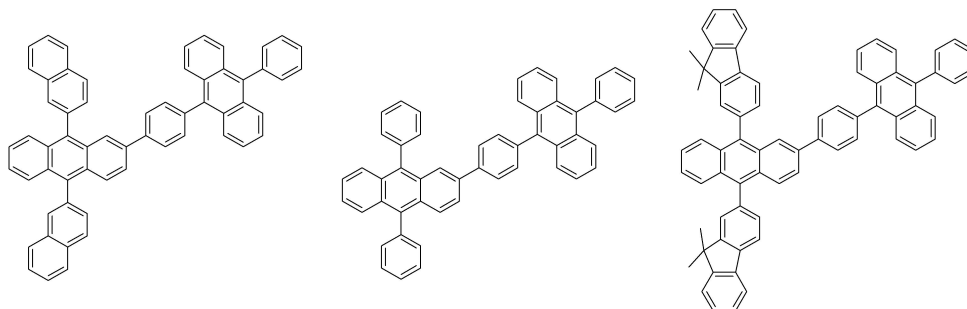
Ar₁은 페닐렌, 비페닐렌, 나프틸렌, 플루오레닐렌, 스피로바이플루오레닐렌, 페난트릴렌, 트라이페닐레닐렌, 파이레닐렌, 크라이세닐렌 또는 나프타세닐렌이고, 상기 Ar₁은 (C₁-C₂₀)알킬 또는 페닐이 더 치환될 수 있으며;

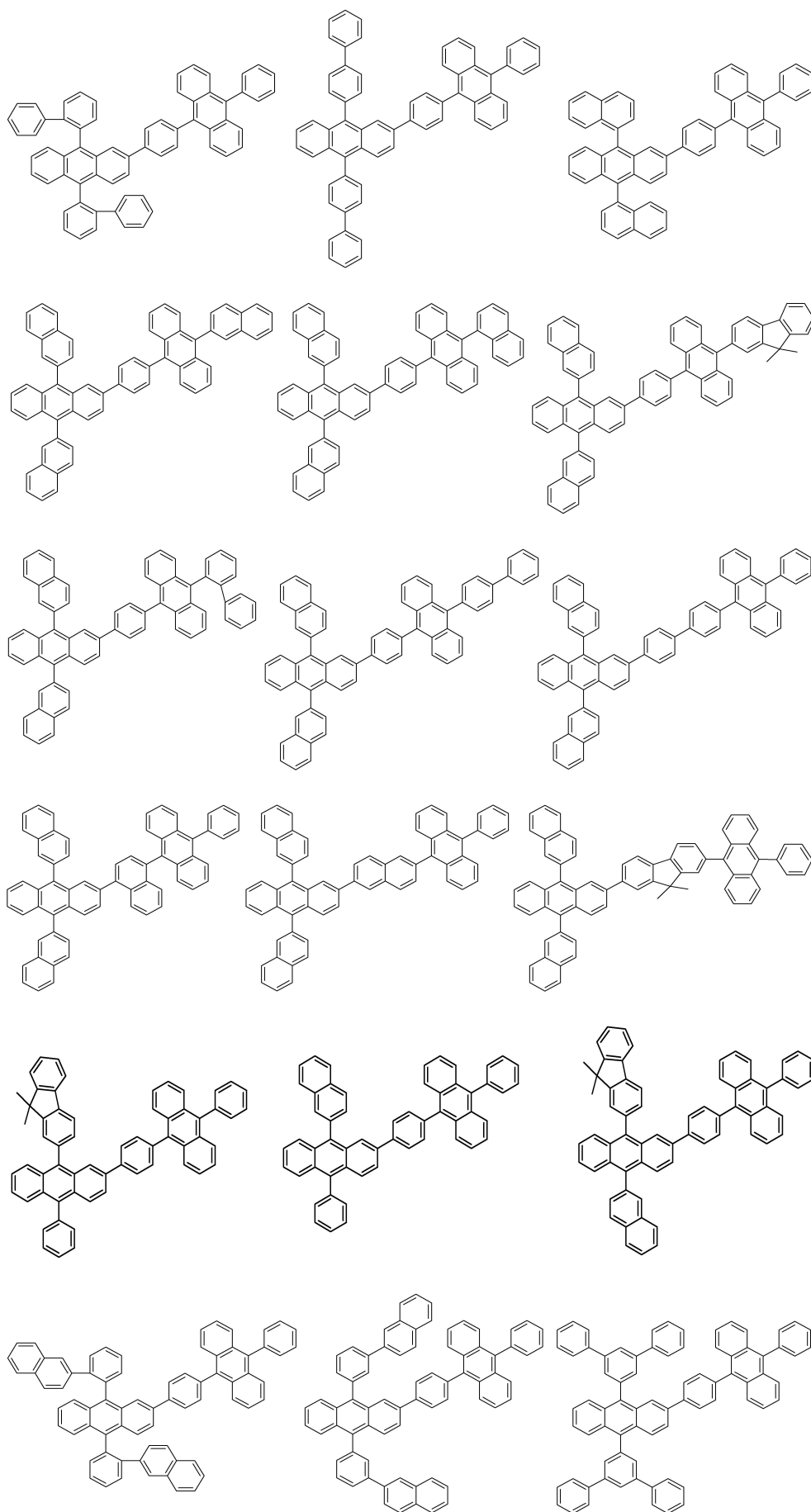
Ar₂ 내지 Ar₄는 서로 독립적으로 페닐, 나프틸, 안트릴, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 트라이페닐레닐, 파이레닐, 크라이세닐 또는 나프타세닐이고, 상기 Ar₂ 내지 Ar₄는 (C₁-C₂₀)알킬, (C₁-C₂₀)알콕시, 할로젠, 트리(C₁-C₂₀)알킬실릴, 트리(C₆-C₂₀)아릴실릴, 페닐, 나프틸, 안트릴, 9,9-디메틸-플로렌-2-일 및 9,9-디페닐-플로렌-2-일로부터 선택되는 하나 이상이 더 치환될 수 있는 것을 특징으로 하는 유기 발광재료.

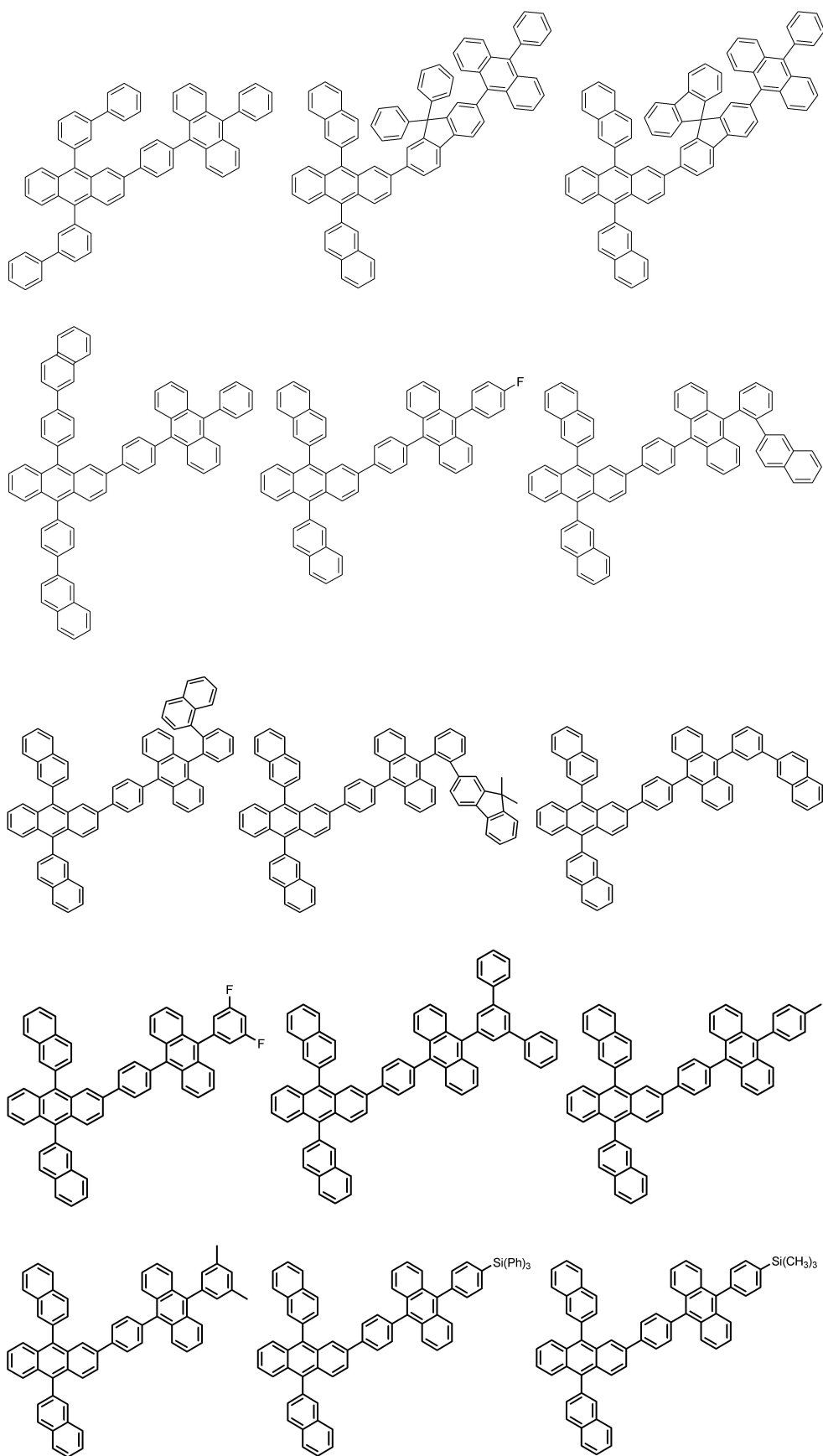
청구항 3

제 2항에 있어서,

하기 구조의 화합물로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 발광재료.







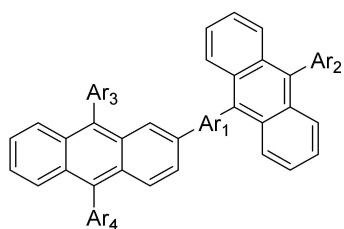
청구항 4

제1전극;

제2전극; 및

상기 제1전극 및 제2전극 사이에 개재되는 1층 이상의 유기물층으로 이루어진 유기발광소자에 있어서,
상기 유기물층은 하기 화학식 1로 표시되는 화합물을 하나 이상 포함하는 것을 특징으로 하는 유기발광소자.

[화학식 1]



[상기 화학식 1에서, Ar₁은 (C₆-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이며, 단 Ar₁이 안트라세닐렌인 경우는 제외되고;

Ar₂ 내지 Ar₄는 서로 독립적으로 (C₆-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고;

상기 Ar₁ 내지 Ar₄의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리는 (C₁-C₂₀) 알킬, (C₁-C₂₀)알콕시, 할로젠, 트리(C₁-C₂₀)알킬실릴, 트리(C₆-C₂₀)아릴실릴, (C₆-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리로부터 선택되는 하나 이상이 더 치환될 수 있다.]

청구항 5

제 4 항에 있어서,

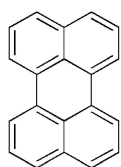
상기 유기물층은 발광영역을 포함하며, 상기 발광영역은 상기 화학식 1로 표시되는 하나 이상의 화합물과 하나 이상의 발광 도판트를 포함하는 것을 특징으로 하는 유기발광소자.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

발광 도판트는 화학식 2의 화합물인 것을 특징으로 하는 유기발광소자.

[화학식 2]



청구항 7

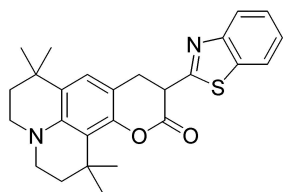
삭제

청구항 8

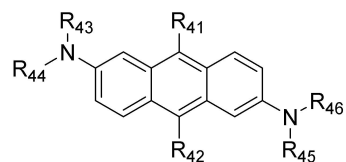
제 5 항에 있어서,

발광 도판트는 화학식 5 내지 화학식 7에서 선택되는 것을 특징으로 하는 유기발광소자.

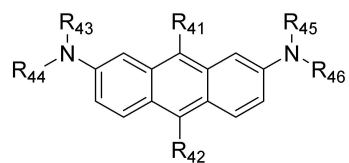
[화학식 5]



[화학식 6]



[화학식 7]

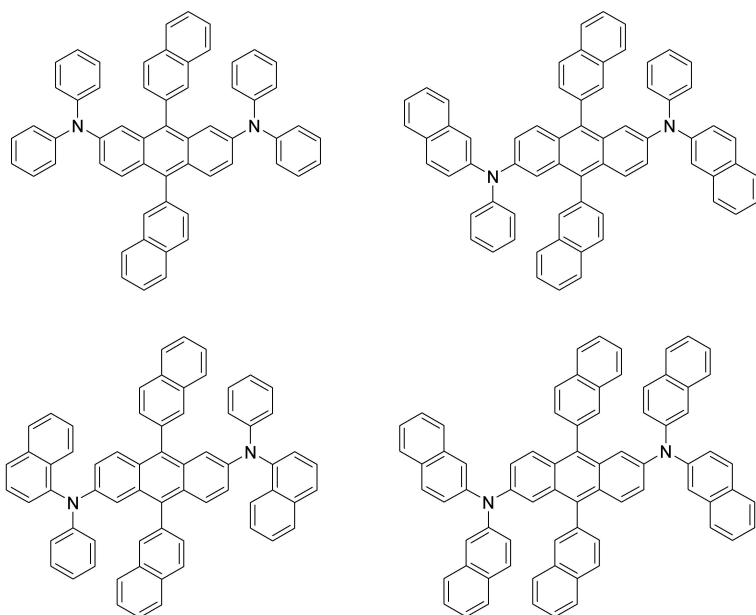


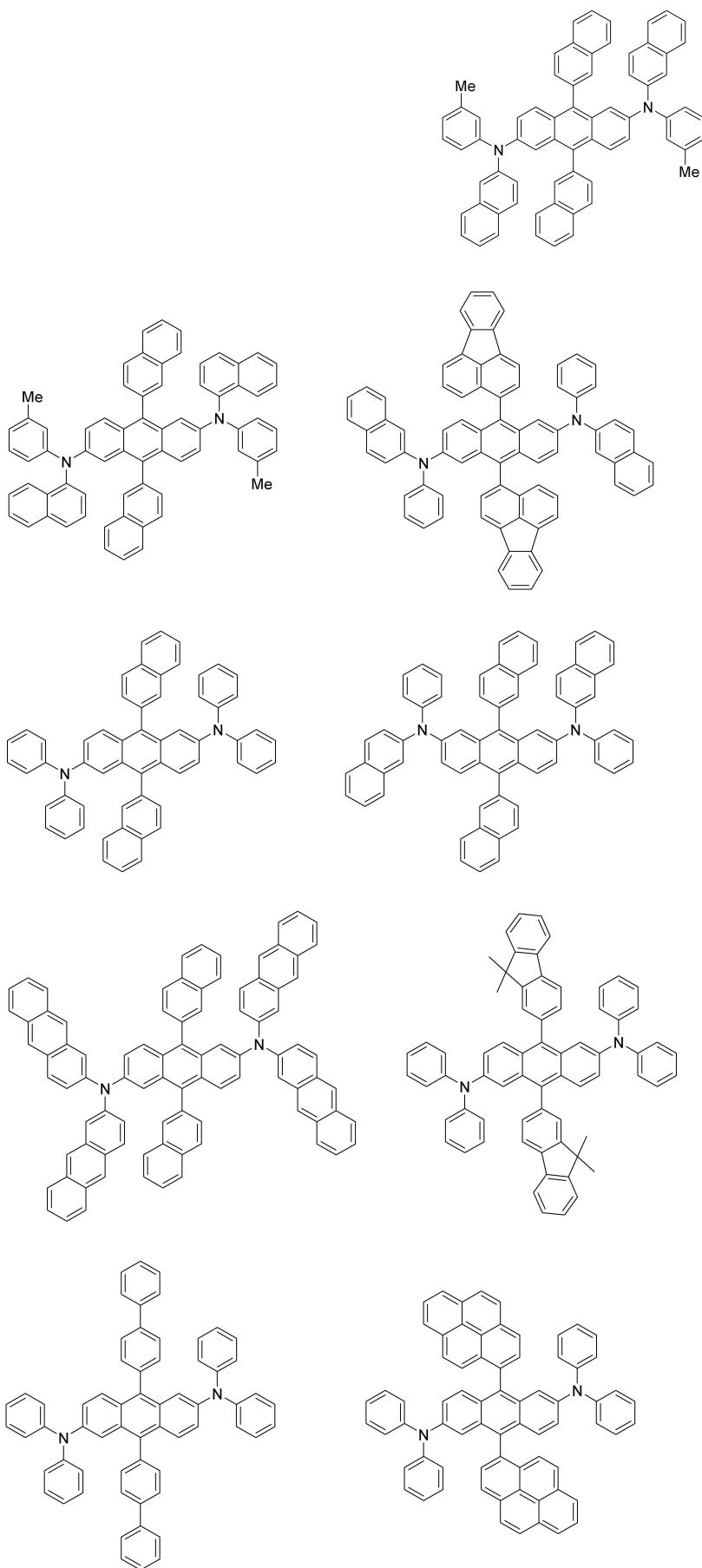
[상기 화학식 6 또는 화학식 7의 R_{41} 및 R_{42} 는 서로 독립적으로 2개 이상의 (C_6-C_{20})의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고, R_{43} 내지 R_{46} 는 서로 독립적으로 (C_6-C_{20})의 방향족 고리이며, 상기 R_{41} 내지 R_{46} 의 각 방향족 고리는 (C_1-C_{20})알킬 또는 (C_6-C_{20})아릴이 더 치환될 수 있다.]

청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 발광 도판트는 하기 화합물로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기발광소자.





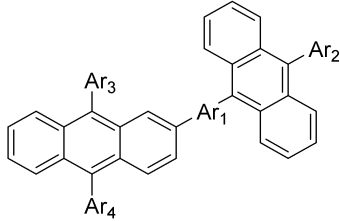
명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

<1> 본 발명은 하기 화학식 1의 구조를 갖는 유기 발광재료 및 이를 포함하는 유기발광소자에 관한 것이다.

<2> [화학식 1]



<3>

<4> [상기 화학식 1에서, Ar₁은 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이며, 단 Ar₁이 안트라세닐렌인 경우는 제외되고;

<5> Ar₂ 내지 Ar₄는 서로 독립적으로 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고;

<6> 상기 Ar₁ 내지 Ar₄의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리는 (C₁-C₂₀)알킬, (C₁-C₂₀)알콕시, 할로젠, 트리(C₁-C₂₀)알킬실릴, 트리(C₆-C₂₀)아릴실릴, (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리로부터 선택되는 하나 이상이 더 치환될 수 있다.]

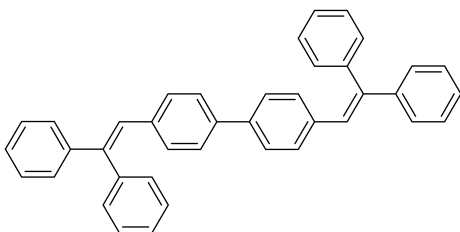
배경 기술

<7> 고효율, 장수명 유기 EL 소자의 개발에 있어서 가장 중요한 요소는 고성능의 발광 재료의 개발이라고 할 수 있다.

<8> 청색 발광은 발광 파장이 장파장 쪽으로 조금만 이동해도 발광 효율 측면에서는 유리해지나, 순청색을 만족시키지 못해 고품위의 디스플레이에는 적용이 쉽지 않은 문제점을 갖고 있으며, 색순도, 효율 및 열안정성의 문제가 있다.

<9> 청색 재료의 경우, 유럽공개특허공보 제1063869호 (Idemitsu-Kosan Company Limited)에는 DPVBi(화합물 a)이 공지되어 있고, 이후로 많은 재료들이 개발되어 상업화되어 있으며, 현재까지 효율이 좋다고 알려진 이데미쓰-고산의 디스티릴(distyryl)화합물의 시스템은 파워 효율의 경우, 6 lm/W이고, 소자 수명이 30,000 시간 이상으로 좋기는 하나, 구동 시간에 따른 색순도의 저하로 인하여 풀컬러 디스플레이에 적용했을 때, 수명이 불과 수 천시간에 불과하다.

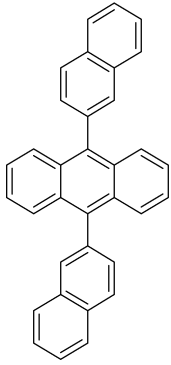
<10> [화합물 a]



<11>

<12> 한편, 코닥에 의하여 미국등록특허 제6,465,115호에 개시되어 있는 dinaphthylanthracene(화합물 b)의 경우 HTL 물질로 청구된 화합물이지만 청색 발광 재료로서 활용되고 있는 물질로서 이 역시 발광효율과 색순도 측면 등에서 문제가 있다.

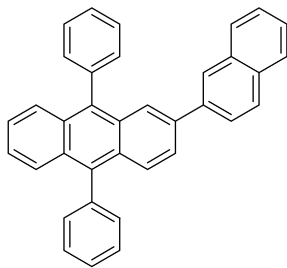
<13> [화합물 b]



<14>

<15> 최근 상기 화합물 b와 유사한 범위의 발광재료(화합물 c) 유도체들이 LG화학에 의하여 W02006/25700호로 공지되었지만 화합물 c 역시 발광효율과 색순도에 한계가 있다.

<16> [화합물 c]

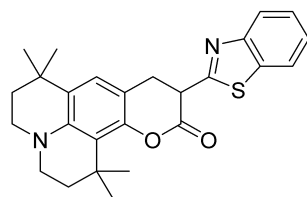


<17>

<18> 한편, 녹색 형광 재료로는 Alq를 호스트로 하여, 도판트로는 쿠마린 유도체(화합물 d, C545T), 퀴나크리돈 유도체(화합물 e), DPT(화합물 f) 등을 수 내지 십수 % 정도로 도핑을 하는 시스템이 개발되어 널리 쓰이고 있다. 그러나, 이들 종래의 발광재료는 초기 발광효율의 경우, 상용화 가능한 수준의 성능을 보이거나, 초기 효율 저하가 두드러지며 수명 측면에서 상당한 문제점을 보이고 있어, 대화면의 고성능 패널에서는 채택하기가 힘든 한계를 보이고 있다.

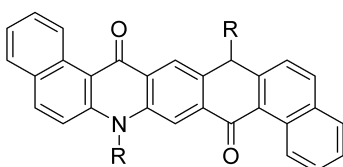
<19> 이는 호스트로 사용되는 Alq의 양이온성 화학종의 낮은 수명이 원인인 것으로 보고되고 있으며, 이를 극복하기 위하여 양이온성 화학종 및 음이온성 화학종의 안정성을 동시에 갖는 양쪽성 특성의 호스트 개발이 매우 시급한 상황이다.

<20> [화합물 d]



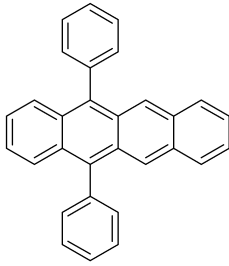
<21>

<22> [화합물 e]



<23>

<24> [화합물 f]



<25>

발명의 내용

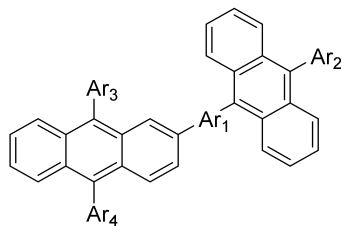
해결 하고자하는 과제

<26> 본 발명은 상기한 문제점들을 해결하기 위하여 안출된 것으로서, 본 발명의 목적은 발광 재료 중에서 용매의 역할 또는 에너지 전달자의 역할을 하는 호스트의 특성을 종래의 재료보다 현저히 개선시킨 유기 발광재료를 제공하는 것이며, 또한, 종래의 발광재료에 비하여 발광효율이 개선되며 소자의 수명을 향상시킬 수 있는 청색 및 녹색 발광 재료 및 이를 포함하는 유기발광소자를 제공하는데 발명의 목적이 있다.

과제 해결수단

<27> 본 발명은 하기 화학식 1의 구조를 갖는 유기 발광재료 및 이를 이용한 유기발광소자에 관한 것으로서, 본 발명에 따른 유기 발광재료는 발광효율이 좋고 재료의 수명특성이 뛰어나 소자의 구동수명이 매우 양호한 OLED 소자를 제조할 수 있는 장점이 있다.

<28> [화학식 1]



<29>

<30> [상기 화학식 1에서, Ar₁은 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이며, 단 Ar₁이 안트라세닐렌인 경우는 제외되고;

<31> Ar₂ 내지 Ar₄는 서로 독립적으로 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고;

<32> 상기 Ar₁ 내지 Ar₄의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리는 (C₁-C₂₀)알킬, (C₁-C₂₀)알콕시, 할로젠, 트리(C₁-C₂₀)알킬실릴, 트리(C₆-C₂₀)아릴실릴, (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리로부터 선택되는 하나 이상이 더 치환될 수 있다.]

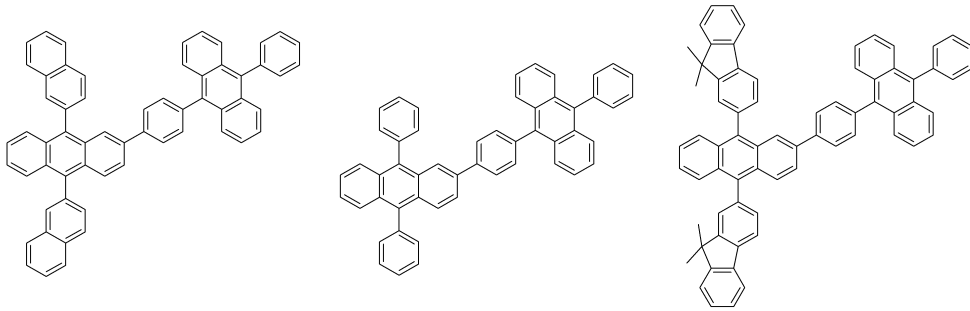
<33> 본 발명에서 언급하는 발광재료는 넓게는 제1전극과 제2전극 및 상기 제1전극과 제2전극사이에 개재되는 유기물로 이루어지는 유기발광소자에 있어서, 상기 유기물로 활용되는 것을 모두 포함하는 의미이며, 좁게는 발광층에 있어서 발광매질로서 작용하는 발광호스트에 적용되는 것을 의미한다.

<34> 본 발명에 따른 화학식 1 화합물의 Ar₁은 페닐렌, 비페닐렌, 나프틸렌, 플루오레닐렌, 스피로바이플루오레닐렌, 페난트릴렌, 트라이페닐레닐렌, 파이레닐렌, 크라이세닐렌 또는 나프타세닐렌이고, 상기 Ar₁은 (C₁-C₂₀)알킬 또는 페닐이 더 치환될 수 있으며; Ar₂ 내지 Ar₄는 서로 독립적으로 페닐, 나프틸, 안트릴, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 트라이페닐레닐, 파이레닐, 크라이세닐 또는 나프타세닐이고, 상기 Ar₂ 내지 Ar₄는 (C₁-C₂₀)알킬, (C₁-C₂₀)알콕시, 할로젠, 트리(C₁-C₂₀)알킬실릴, 트리(C₆-C₂₀)아릴실릴, 페닐, 나프틸, 안트릴, 플루오레닐, 9,9-디메

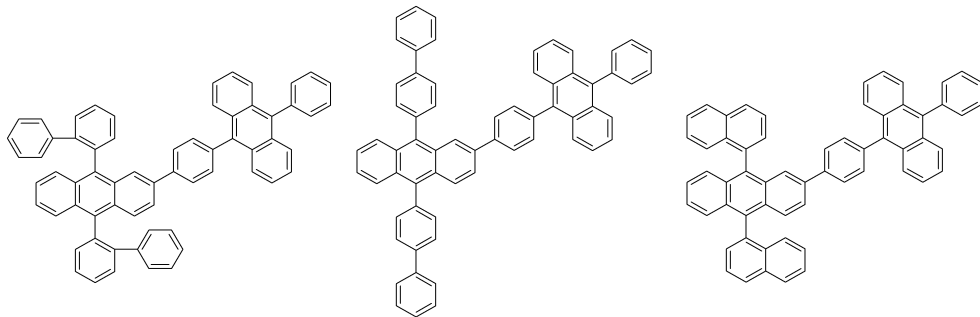
틸-플로렌-2-일 및 9,9-디페닐-플로렌-2-일로부터 선택되는 하나 이상이 더 치환될 수 있다.

<35>

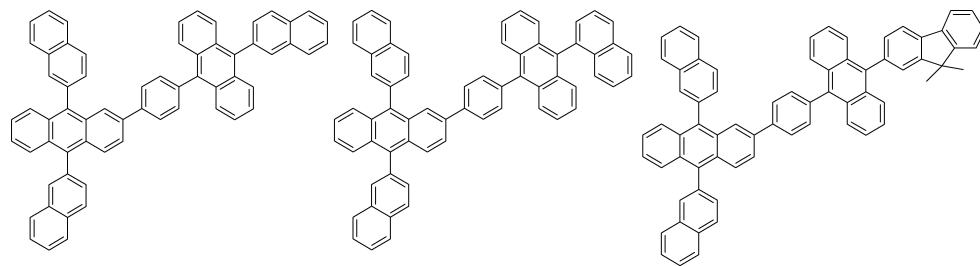
본 발명에 따른 화학식 1의 유기 발광재료는 구체적으로 하기의 화합물로서 예시될 수 있으나, 하기의 화합물이 본 발명을 한정하는 것은 아니다.



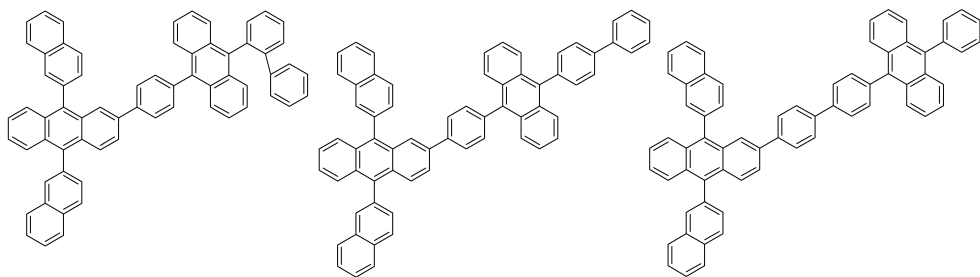
<36>



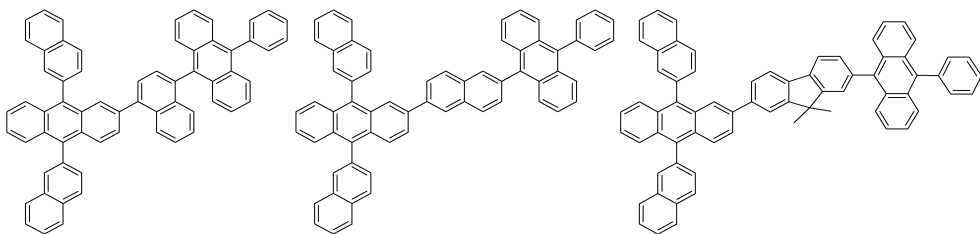
<37>



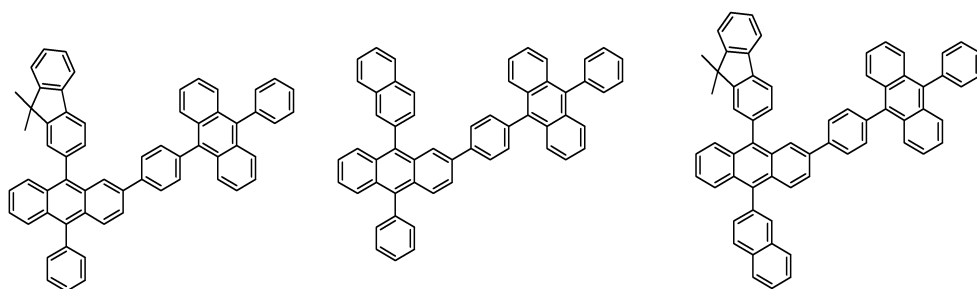
<38>



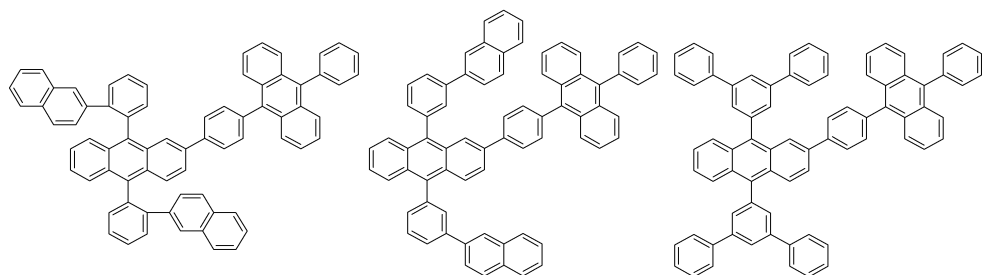
<39>



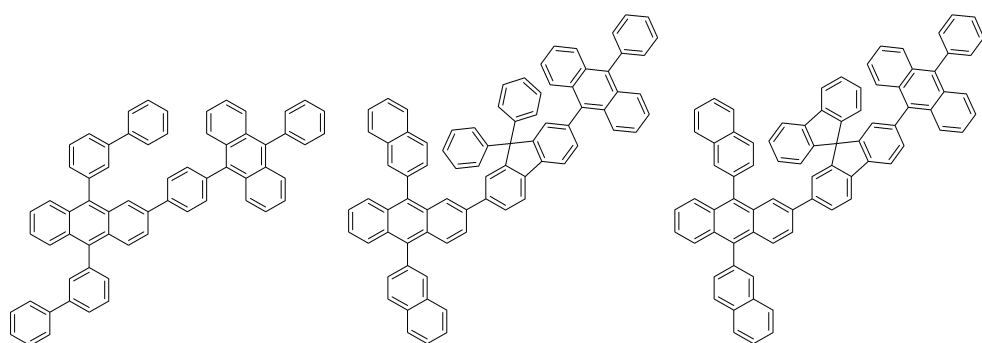
<40>



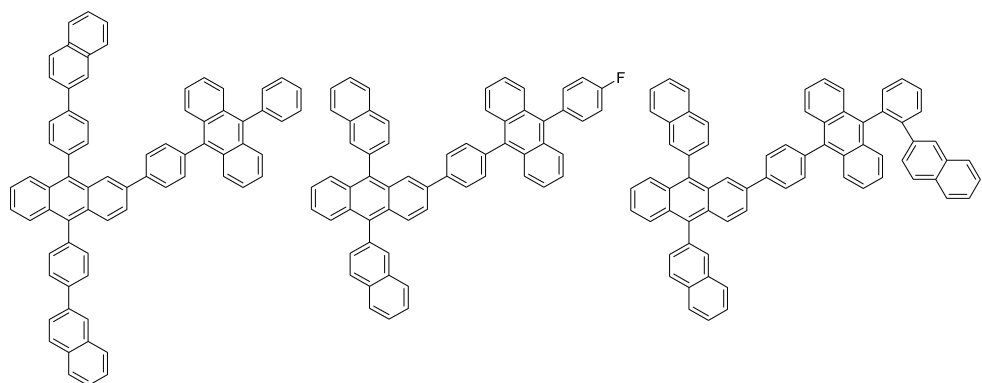
<41>



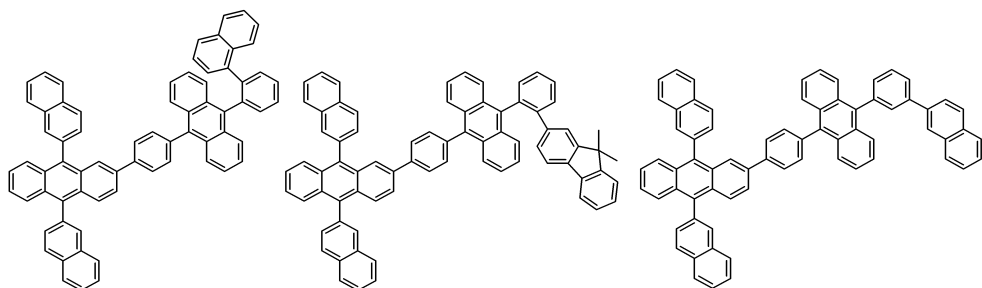
<42>



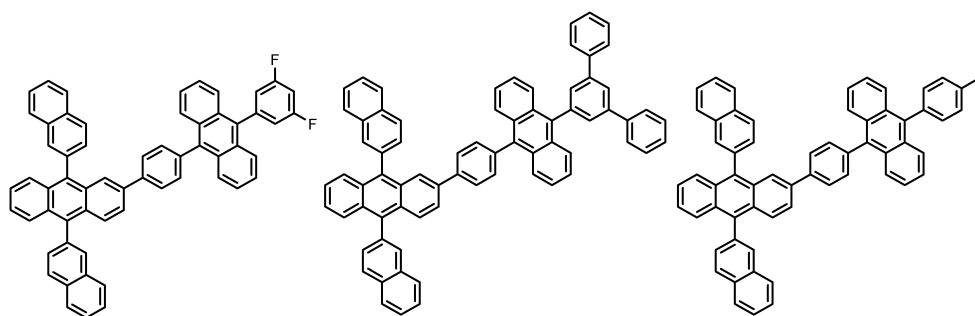
<43>



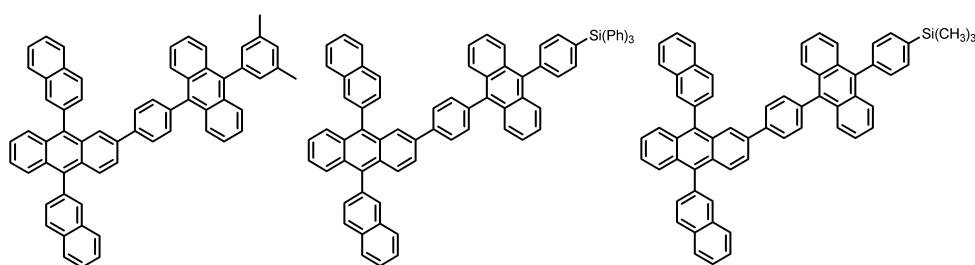
<44>



<45>



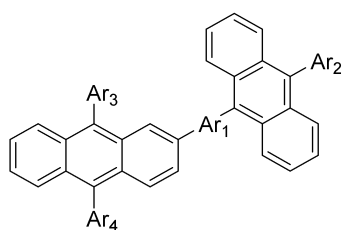
<46>



<47>

<48> 본 발명은 또한 유기발광소자를 제공하며, 본 발명에 따른 유기발광소자는 제1전극; 제2전극; 및 상기 제1전극 및 제2전극 사이에 개재되는 1층 이상의 유기물층으로 이루어진 유기발광소자에 있어서, 상기 유기물층은 하기 화학식 1로 표시되는 화합물을 하나 이상 포함하는 것을 특징으로 한다.

<49> [화학식 1]



<50>

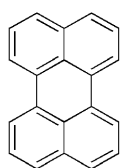
<51> [상기 화학식 1에서, Ar₁은 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이며, 단 Ar₁이 안트라세닐렌인 경우는 제외되고;

<52> Ar₂ 내지 Ar₄는 서로 독립적으로 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고;

<53> 상기 Ar₁ 내지 Ar₄의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리는 (C₁-C₂₀)알킬, (C₁-C₂₀)알콕시, 할로젠, 트리(C₁-C₂₀)알킬실릴, 트리(C₆-C₂₀)아릴실릴, (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리로부터 선택되는 하나 이상이 더 치환될 수 있다.]

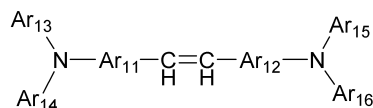
<54> 본 발명에 따른 유기발광소자는 상기 유기물층이 발광영역을 포함하며, 상기 발광영역은 상기 화학식 1로 표시되는 하나 이상의 화합물을 발광호스트로 하여 하나 이상의 발광 도판트를 포함하는 것을 특징으로 하며, 본 발명의 유기발광소자에 적용되는 발광 도판트는 특별히 제한되지 않으나 청색의 경우, 하기의 화학식 2 내지 화학식 4에서 선택되는 화합물로 예시될 수 있다.

<55> [화학식 2]



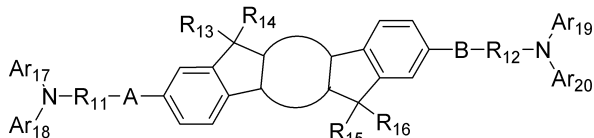
<56>

<57> [화학식 3]



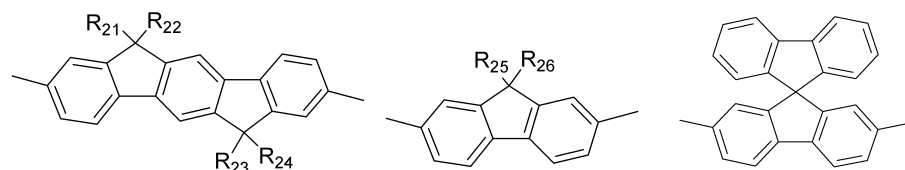
<58>

<59> [화학식 4]



<60>

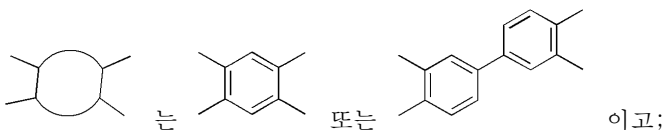
<61> [상기 화학식 3 또는 화학식 4에서, Ar₁₁ 내지 Ar₁₂는 하기의 인테노플루오레닐렌, 플루오레닐렌 또는 스피로-플루오레닐렌이 바람직하고;



<62>

<63> Ar₁₃ 내지 Ar₁₆는 독립적으로 (C₅-C₂₀)의 방향족 또는 다환방향족 고리에서 선택된다. 단, Ar₁₁와 Ar₁₂가 동일하고, Ar₁₃와 Ar₁₅가 동일하며, Ar₁₄와 Ar₁₆이 동일하다.

<64> Ar₁₇ 내지 Ar₂₀는 서로 독립적으로 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고;



<65>

<66> A와 B는 서로 독립적으로 화학결합이거나 또는 이고;

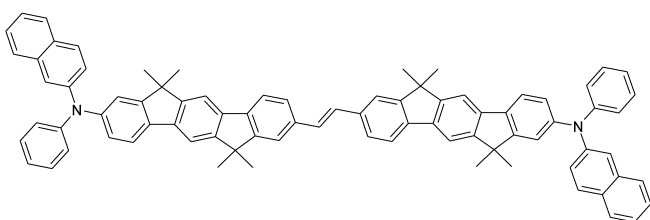
<67> R₁₁과 R₁₂는 서로 독립적으로 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리 또는 2개 이상의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고;

<68> R₁₃ 내지 R₁₆은 서로 독립적으로 할로겐이 치환되거나 치환되지 않은 직쇄 또는 분지쇄의 (C₁-C₂₀)알킬기이고;

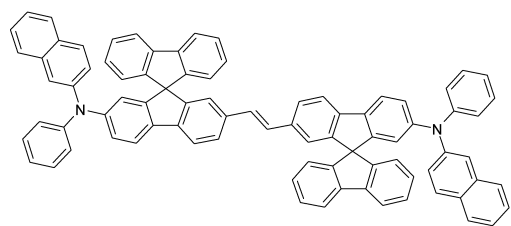
<69> R₂₁ 내지 R₂₆은 독립적으로 (C₁-C₂₀)알킬, (C₁-C₅)알킬이 치환되거나 치환되지 않은 페닐 또는 나프틸에서 선택되며;

<70> R₃₁ 내지 R₃₄는 서로 독립적으로 수소 또는 (C₅-C₂₀)의 방향족기이다.]

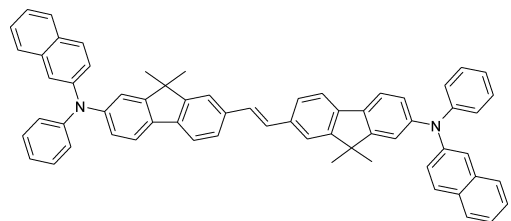
<71> 상기의 화학식 3 및 화학식 4의 화합물은 구체적으로 하기 구조의 화합물로 예시될 수 있다.



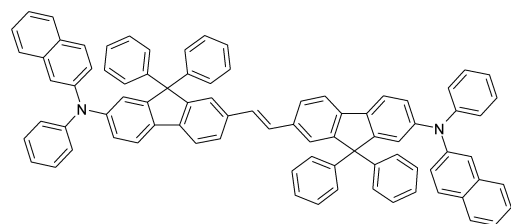
<72>



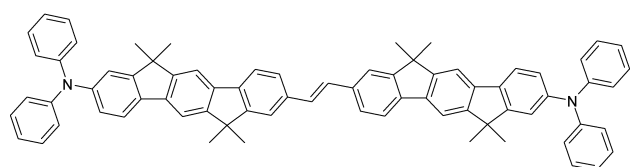
<73>



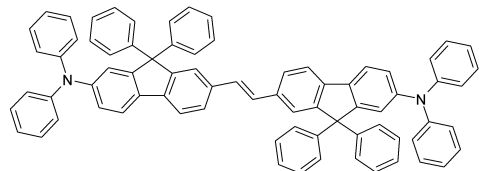
<74>



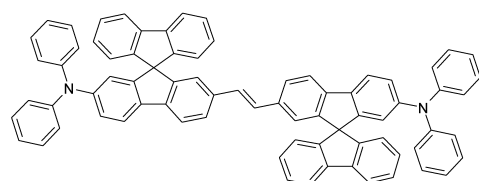
<75>



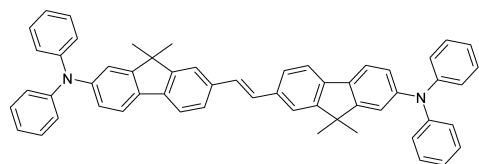
<76>



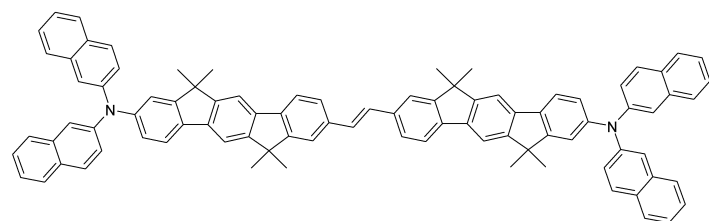
<77>



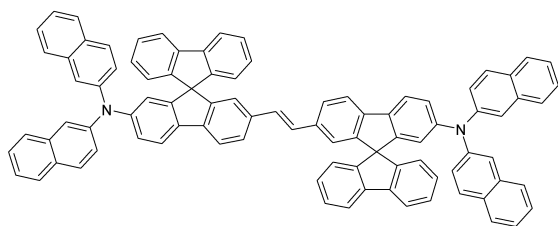
<78>



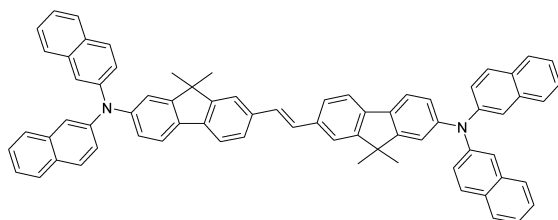
<79>



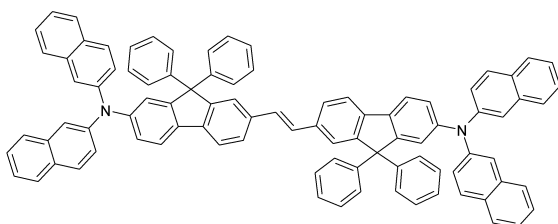
<80>



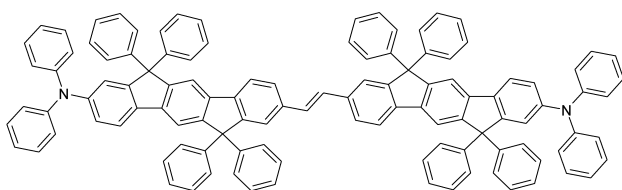
<81>



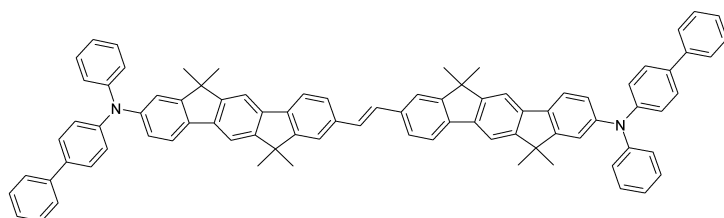
<82>



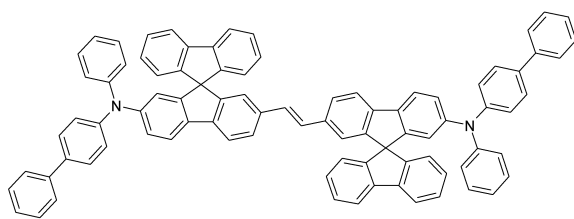
<83>



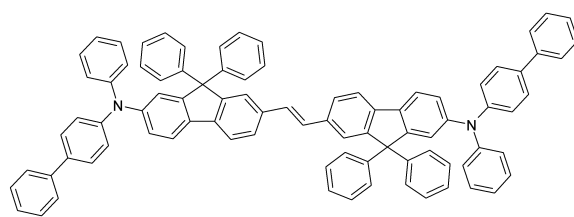
<84>



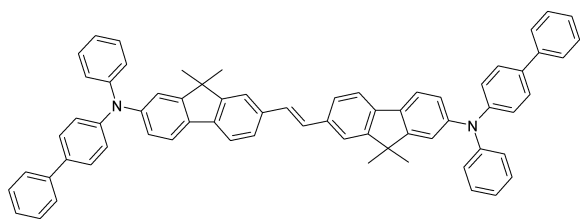
<85>



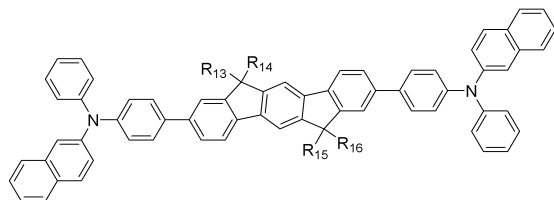
<86>



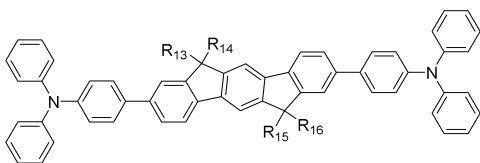
<87>



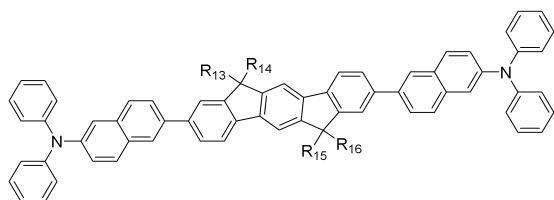
<88>



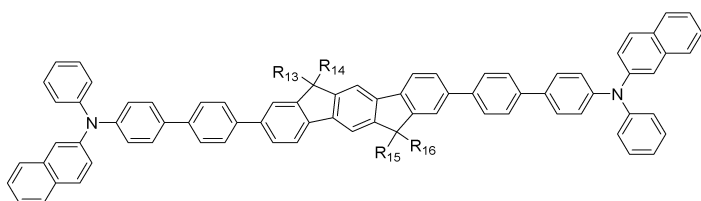
<89>



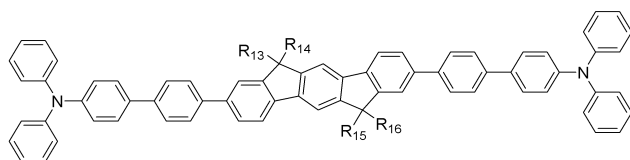
<90>



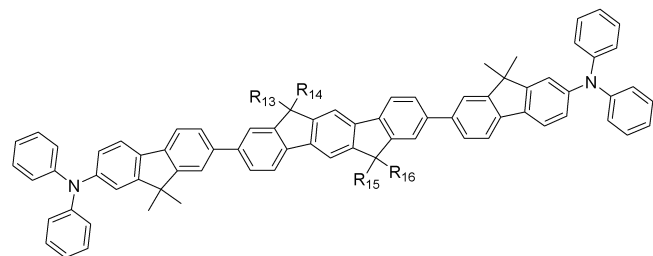
<91>



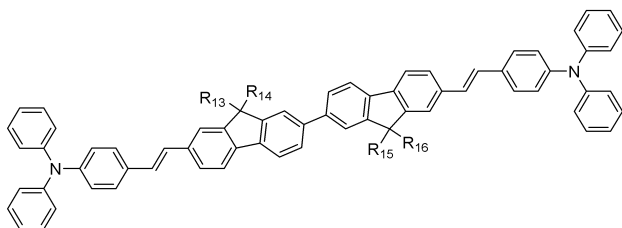
<92>



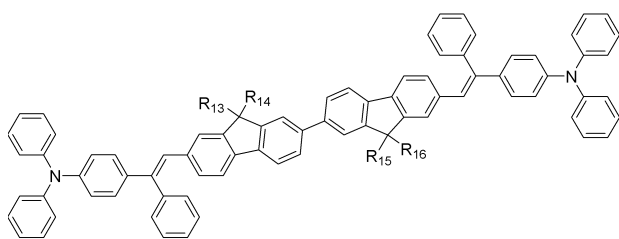
<93>



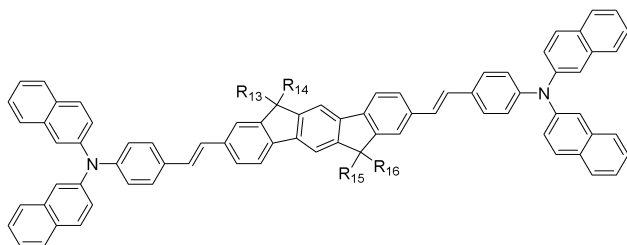
<94>



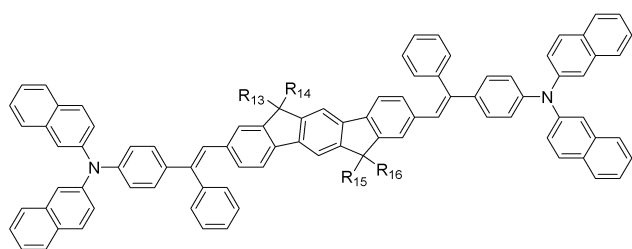
<95>



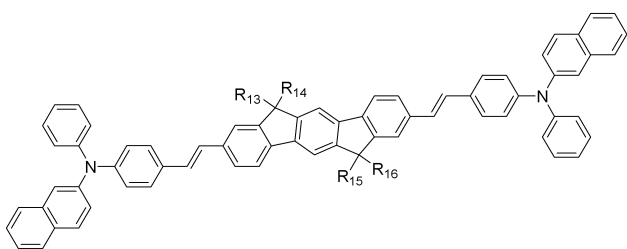
<96>



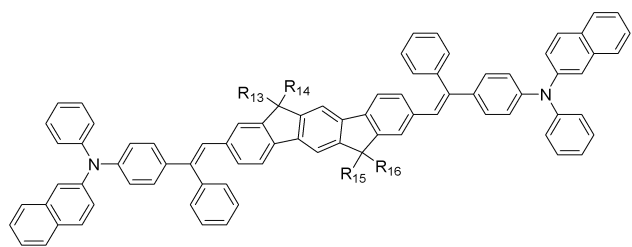
<97>



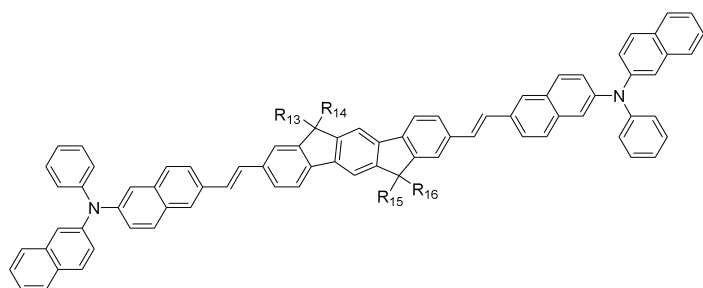
<98>



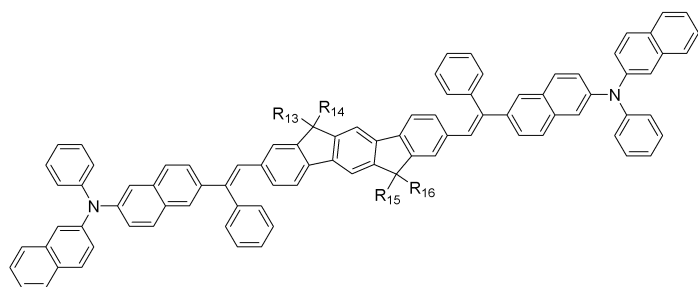
<99>



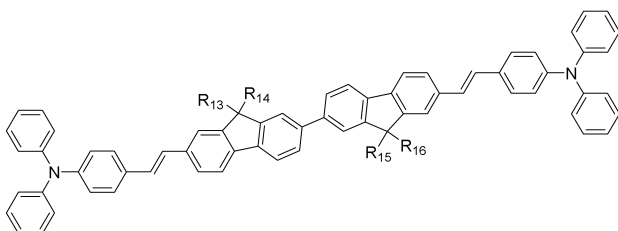
<100>



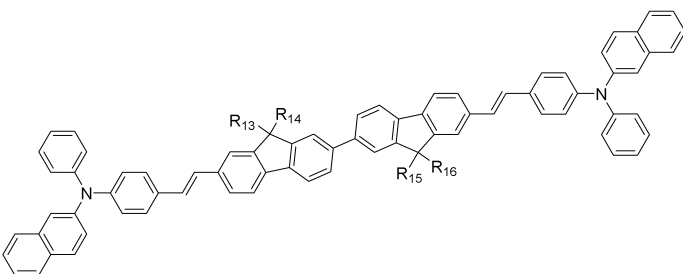
<101>



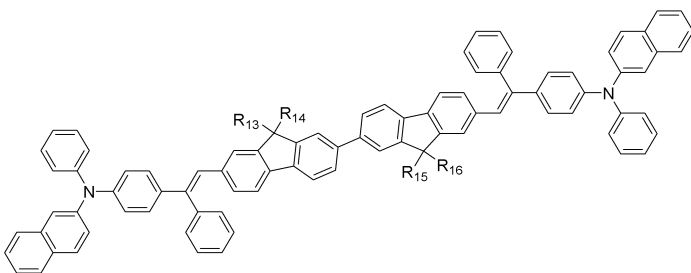
<102>



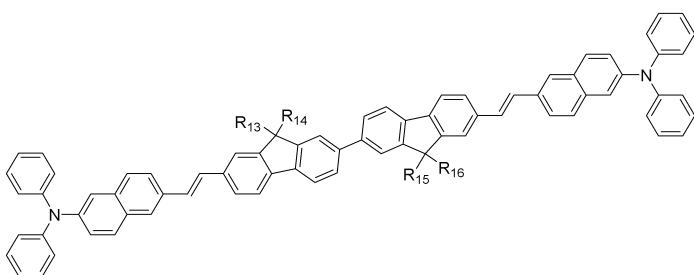
<103>



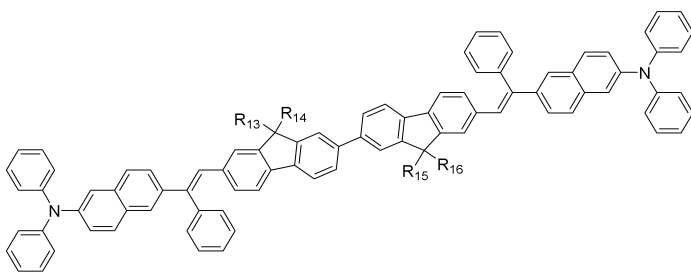
<104>



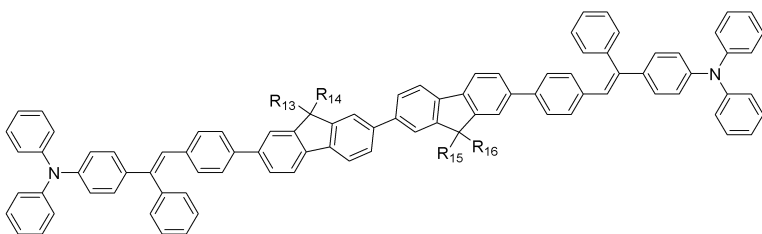
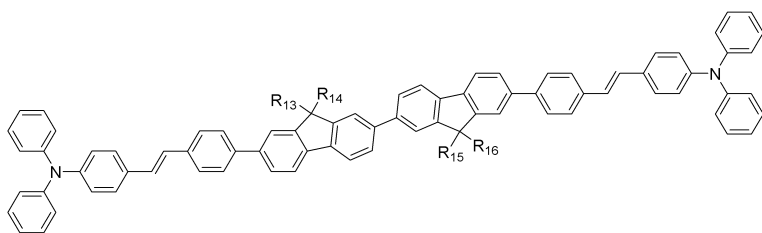
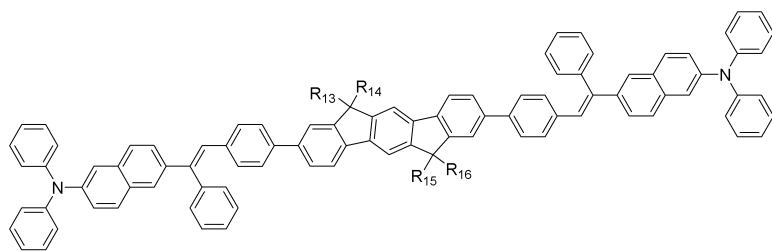
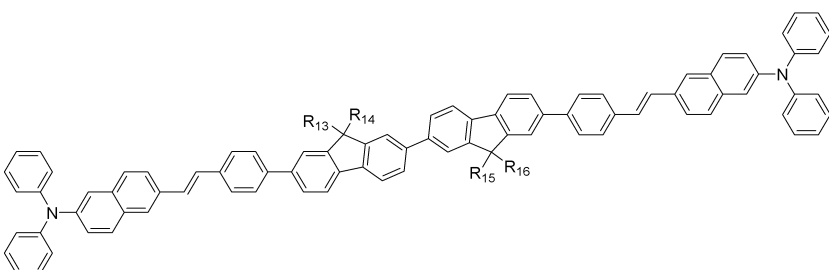
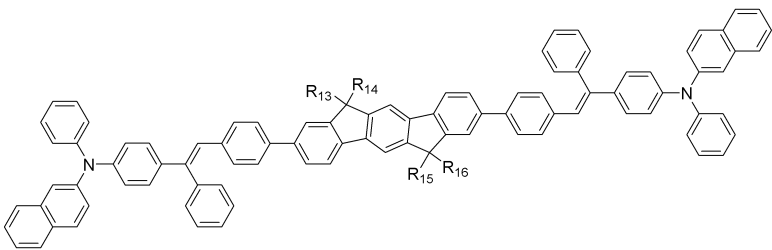
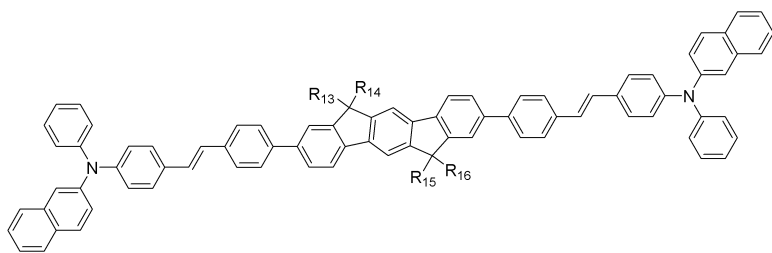
<105>



<106>



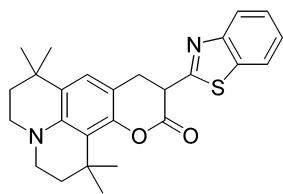
<107>



[상기 화학식에서 R_{13} 내지 R_{16} 는 메틸기 또는 에틸기이다.]

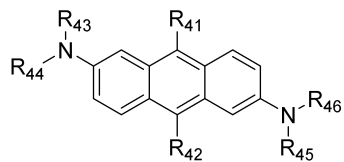
또한, 녹색의 경우, 발광 도판트는 하기의 화학식 5 내지 화학식 7에서 선택되는 화합물로 예시될 수 있다.

<116> [화학식 5]



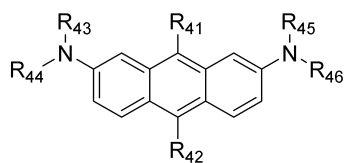
<117>

<118> [화학식 6]



<119>

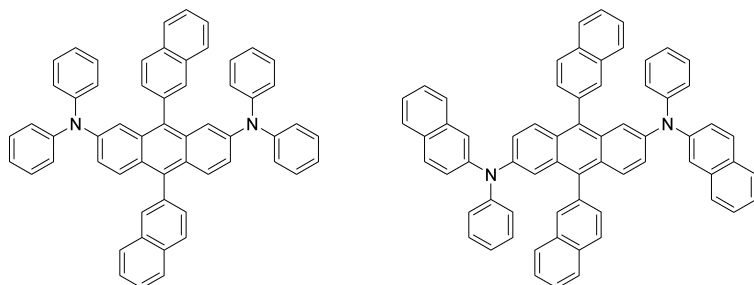
<120> [화학식 7]



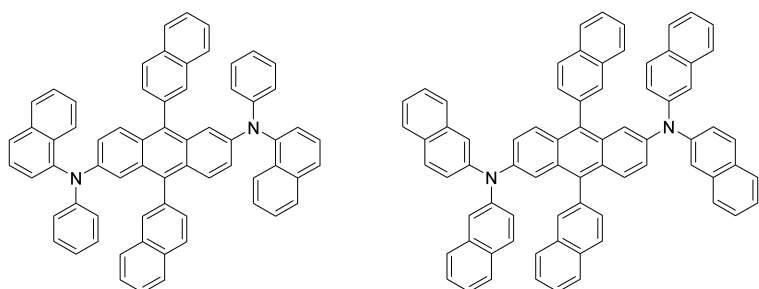
<121>

<122> [상기 화학식 6 또는 화학식 7의 R₄₁ 및 R₄₂는 서로 독립적으로 2개 이상의 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리가 접합된 접합 다환 방향족 고리이고, R₄₃ 내지 R₄₆는 서로 독립적으로 (C₅-C₂₀)의 방향족 고리이며, 상기 R₄₁ 내지 R₄₆의 각 방향족 고리는 (C₁-C₂₀)알킬 또는 (C₅-C₂₀)아릴이 더 치환될 수 있다.]

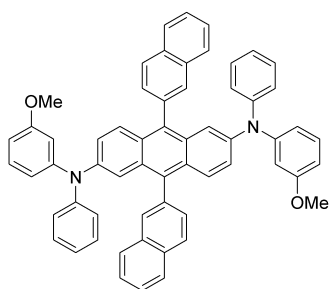
<123> 상기의 화학식 6 및 화학식 7의 화합물은 구체적으로 하기 구조의 화합물로 예시될 수 있다.



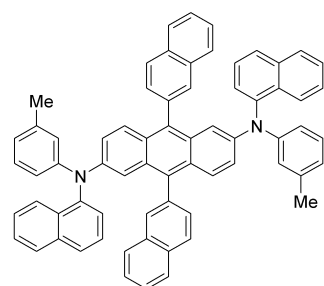
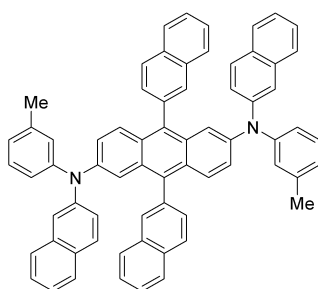
<124>



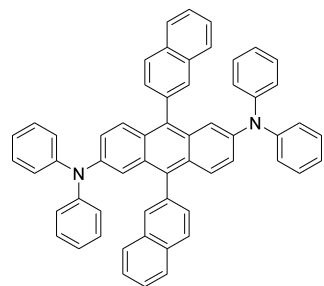
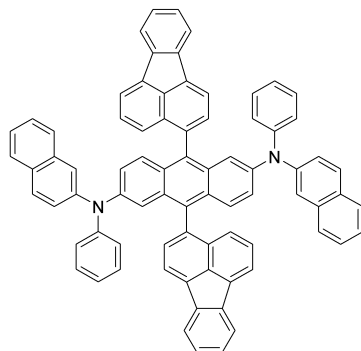
<125>



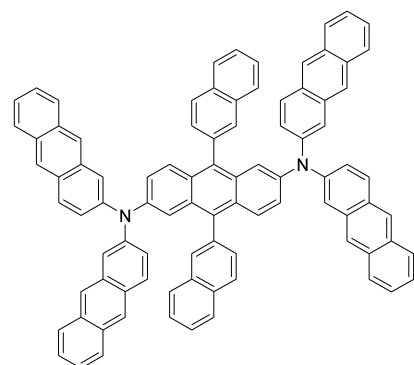
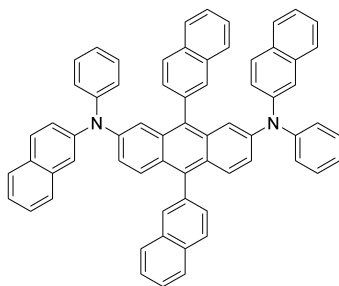
<126>



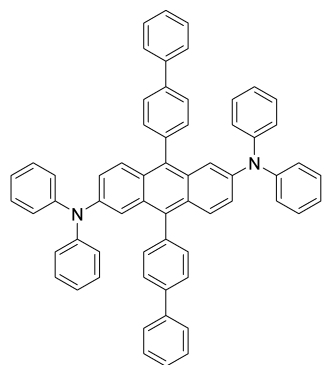
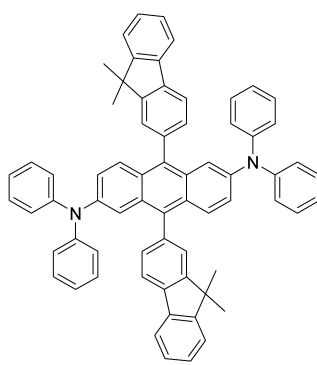
<127>



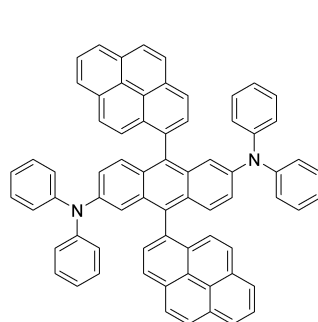
<128>



<129>



<130>



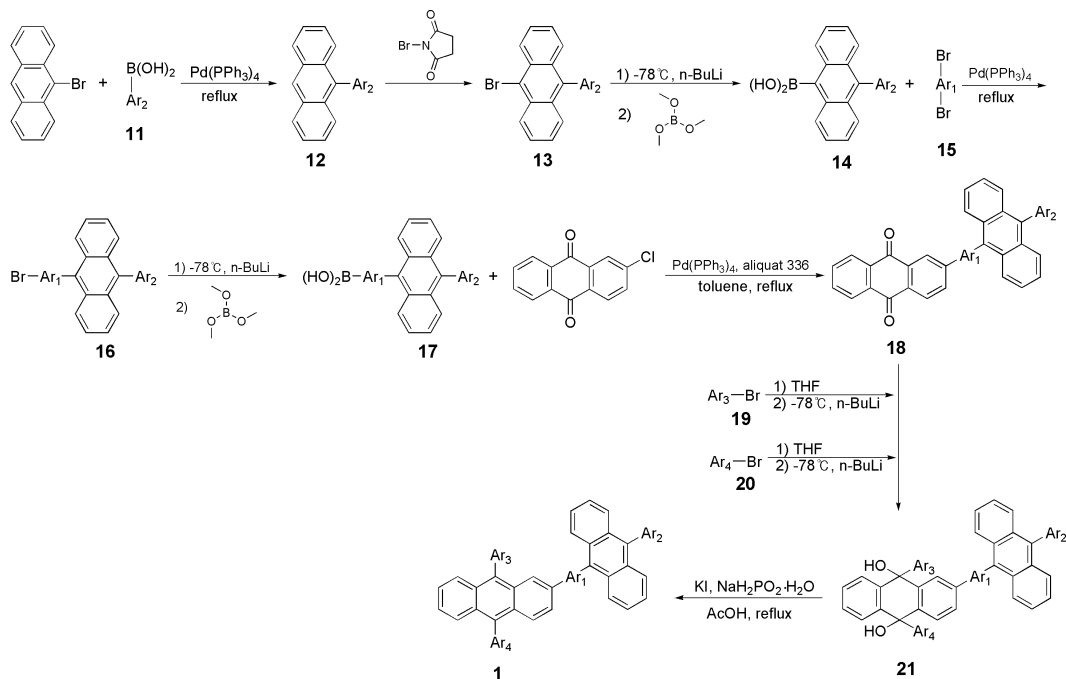
효과

<131> 본 발명에 따른 유기 발광 화합물은 발광 효율이 좋고 재료의 수명특성이 뛰어나 소자의 구동수명이 매우 우수한 청색 및 녹색 발광 재료 및 이를 포함하는 유기발광소자를 제조할 수 있는 장점이 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

<132> 이하에서, 본 발명을 실시예에 의거하여 본 발명에 따른 신규한 유기 발광 화합물의 제조방법을 예시한다. 그러나, 하기의 실시예들은 본 발명에 대한 이해를 돕기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 여기에 국한되는 것은 아니다.

<133> [제조예] 화학식 1의 화합물의 제조



<134>

<135> 화합물 12의 제조

<136> 9-브로모안트라센(9-Bromoanthracene) (58.3 mmol), 화합물 11의 보론산 유도체 (70.0 mmol), 테트라키스 팔라듐(0) 트리페닐포스핀(Pd(PPh₃)₄) (5.8 mmol)을 톨루엔:에탄올(부피비2:1)의 혼합용액에 녹인 다음, 2M 탄산나트륨수용액을 넣고 120℃에서 5시간 동안 환류 교반하였다. 그런 다음 온도를 25℃로 낮추고 증류수를 가해 반응을 종료하고, 에틸아세테이트로 추출, 감압 건조하여 테트라히드로퓨란과 메탄올로 재결정하여 화합물 12를 얻었다.

<137> 화합물 13의 제조

<138> 상기에서 얻은 화합물 12 (46.0 mmol), N-브로모숙시니미드(N-bromosuccinimide) (50.6 mmol)을 질소기류 하에서 디클로로메탄에 녹인 다음 25℃에서 5시간 동안 교반하였다. 그런 다음 증류수를 가해 반응을 종료하고 디클로로메탄로 추출, 감압 건조하여 테트라히드로퓨란과 메탄올로 재결정하여 화합물 13을 얻었다.

<139> 화합물 14의 제조

<140> 상기에서 얻어진 화합물 13 (39.0 mmol)을 질소 기류 하에서 깨끗이 정제한 테트라히드로퓨란에 녹인 다음 -78℃로 냉각, 여기에 n-부틸리튬(1.6M in Hexane) (46.8 mmol)을 천천히 적가한 후 1시간 동안 교반하였다. 그리고 트리메틸보레이트(trimethyl borate) (78.0 mmol)을 첨가해 주었다. 온도를 천천히 올려 25℃에서 하루동안 교반한 다음, 1M HCl 수용액을 가하고 상온에서 교반한 후 반응을 종료하고 에틸아세테이트로 추출, 감압 건조하여 메틸렌클로라이드와 헥산으로 재결정하여 화합물 14를 얻었다.

<141> 화합물 16의 제조

<142> 상기에서 얻어진 화합물 14 (32.1 mmol), 화합물 15의 디브로모 유도체 (32.1 mmol), 테트라키스 팔라듐(0) 트리페닐포스핀(Pd(PPh₃)₄) (3.2 mmol)을 톨루엔:에탄올(부피비2:1)의 혼합용액에 녹인 다음, 2M 탄산나트륨수용

액을 넣고 120℃에서 5시간 동안 환류 교반하였다. 그런 다음 온도를 25℃로 낮추고 증류수를 가해 반응을 종료하고, 에틸아세테이트로 추출, 감압 건조하여 테트라히드로푸란과 메탄올로 재결정하여 화합물 **16**을 얻었다.

<143> 화합물 17의 제조

<144> 상기에서 얻어진 화합물 **16** (26.1 mmol)을 질소 기류 하에서 깨끗이 정제한 테트라히드로푸란에 녹인 다음 -78℃로 냉각, 여기에 *n*-부틸리튬(1.6M in Hexane) (31.3 mmol)을 천천히 적가한 후 1시간 동안 교반하였다. 그리고 트리메틸보레이트(trimethyl borate) (31.3 mmol)을 첨가해 주었다. 온도를 천천히 올려 25℃에서 하루동안 교반한 다음, 1M HCl 수용액을 가하고 상온에서 교반한 후 반응을 종료하고 에틸아세테이트로 추출, 감압 건조하여 메틸렌클로라이드와 헥산으로 재결정하여 화합물 **17**을 얻었다.

<145> 화합물 18의 제조

<146> 2-클로로-9,10-안트라퀴논(2-chloro-9,10-anthraquinone) (18.0 mmol), 화합물 **19** (21.5 mmol), 테트라키스 팔라듐(0) 트리페닐포스핀(Pd(PPh₃)₄) (2.2 mmol), 알리퀴트336(aliquat336) (3.0 mmol)을 톨루엔에 녹인 다음 2M 탄산칼륨수용액을 첨가하고 3시간 동안 환류 교반하였다. 그리고 나서 다음 온도를 25℃로 낮추고 증류수를 가해 반응을 종료하고 에틸아세테이트로 추출, 감압 건조하여 메탄올과 테트라히드로푸란으로 재결정하여 화합물 **18**을 얻었다.

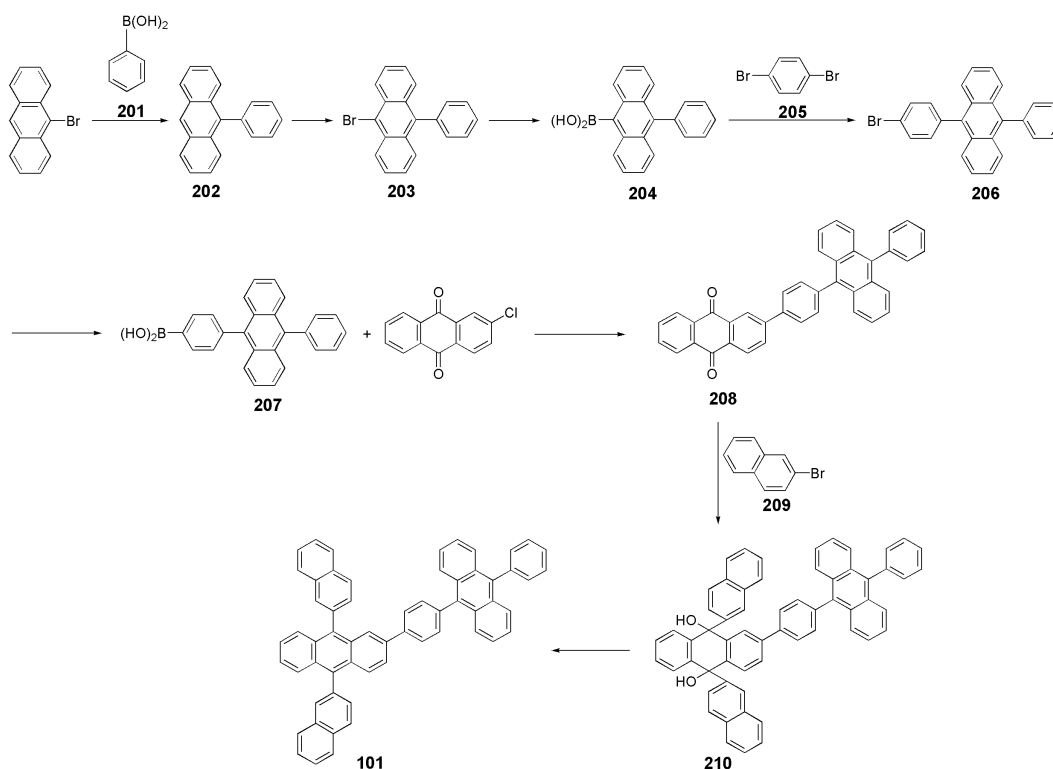
<147> 화합물 21의 제조

<148> 화합물 **19** 또는 **20**의 브로모화합물 (30.3 mmol)에 테트라히드로푸란을 넣고 25℃에서 10분 교반하여 완전히 녹이고 -72℃로 온도를 낮춘 후, *n*-부틸리튬(2.5M in Hexane) (36.3 mmol)를 천천히 적가하였다. 1 시간 뒤, 화합물 **18** (12.1 mmol)을 가한 후, 천천히 25℃로 온도를 올려 26시간 교반하였다. 포화된 암모늄클로라이드 수용액을 가해 1시간 교반 후 감압 여과한 후 유기층을 분리, 증발시켜 화합물 **21**을 얻었다.

<149> 화합물 1의 제조

<150> 상기에서 얻은 화합물 **21** (9.9 mmol), 포타슘아이오다이드(KI) (39.6 mmol), 쏘듐포스페이트모노하이드레이트(NaH₂PO₂ · H₂O) (59.3 mmol)을 아세트산에 녹이고 환류 교반하였다. 21시간 후 25℃로 냉각한 후 물을 넣고 저어 준 다음 생성된 고체를 여과하였다. 얻은 고체를 차례로 메탄올, 에틸아세테이트, 테트라히드로푸란으로 씻어 주어 연한 아이보리 색을 띤 목표화합물 **1**을 얻었다.

<151> [제조예 1] 화합물 101의 제조



- <153> 화합물 202의 제조
- <154> 9-브로모안트라센(9-Bromoanthracene) 15.0 g(58.3 mmol), 화합물 201의 페닐보론산(Phenylboronic acid) 8.5 g(70.0 mmol), 테트라키스 팔라듐(0) 트리페닐포스핀($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$) 6.7 g(5.8 mmol)을 톨루엔 300 mL와 에탄올 150 mL에 녹인 다음, 2M 탄산나트륨수용액 145 mL을 넣고 120℃에서 5시간 동안 환류 교반하였다. 그런 다음 온도를 25℃로 낮추고 증류수 150 mL를 가해 반응을 종료하고, 에틸아세테이트 200 mL로 추출, 감압 건조하여 테트라히드로퓨란 10 mL와 메탄올 300 mL로 재결정, 목적화합물 202 12.0 g(47.2 mmol, 81.0%)을 얻었다.
- <155> 화합물 203의 제조
- <156> 화합물 202 11.7 g(46.0 mmol), *N*-브로모숙시니미드(*N*-bromosuccinimide) 9.0 g(50.6 mmol)을 질소기류하에서 디클로로메탄 360 mL에 녹인 다음 25℃에서 5시간 동안 교반하였다. 그런 다음 증류수 300 mL를 가해 반응을 종료하고 디클로로메탄 200 mL로 추출, 감압 건조하여 테트라히드로퓨란 20 mL와 메탄올 200 mL로 재결정, 목적화합물 203 13.0 g(39.0 mmol, 84.8%)을 얻었다.
- <157> 화합물 204의 제조
- <158> 화합물 203 13.0 g(39.0 mmol)을 질소기류하에서 깨끗이 정제한 테트라히드로퓨란 200 mL에 녹인 다음 -78℃로 냉각, 여기에 *n*-부틸리튬(1.6M in Hexane) 29.3 mL(46.8 mmol)을 천천히 적가한 후 1시간 동안 교반하였다. 그리고 트라이메틸 보레이트(trimethyl borate) 8.7 mL(78.0 mmol)을 첨가해 주었다. 그리고 온도를 천천히 올려 25℃에서 하루동안 교반한 다음, 1M HCl 수용액 200 mL를 가해 주고 상온에서 5시간 교반한 후 반응을 종료하고 에틸아세테이트 300 mL로 추출, 감압 건조하여 메틸렌 크로라이드 20 mL와 헥산 200 mL로 재결정, 목적화합물 204 9.6 g(32.1 mmol, 82.3%)을 얻었다.
- <159> 화합물 206의 제조
- <160> 1,4-디브로모 벤젠 7.6 g(32.1 mmol), 화합물 204 9.6 g(32.1 mmol), 테트라키스 팔라듐(0) 트리페닐포스핀($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$) 3.7 g(3.2 mmol)을 톨루엔 300 mL와 에탄올 150 mL에 녹인 다음, 2M 탄산나트륨수용액 145 mL을 넣고 120℃에서 5시간 동안 환류 교반하였다. 그런 다음 온도를 25℃로 낮추고 증류수 150 mL를 가해 반응을 종료하고, 에틸아세테이트 200 mL로 추출, 감압 건조하여 테트라히드로퓨란 20 mL와 메탄올 300 mL로 재결정, 목적화합물 206 10.7 g(26.1 mmol, 81.3%)을 얻었다.
- <161> 화합물 207의 제조
- <162> 화합물 206 10.7 g(26.1 mmol)을 질소기류하에서 깨끗이 정제한 테트라히드로퓨란 200 mL에 녹인 다음 -78℃로 냉각, 여기에 *n*-부틸리튬(1.6M in Hexane) 19.6 mL(31.3 mmol)을 천천히 적가한 후 1시간 동안 교반하였다. 그리고 트라이메틸 보레이트(trimethyl borate) 3.50 mL(31.3 mmol)을 첨가해 주었다. 그리고 온도를 천천히 올려 25℃에서 하루동안 교반한 다음, 1M HCl 수용액 200 mL를 가해 주고 상온에서 5시간 교반한 후 반응을 종료하고 에틸아세테이트 300 mL로 추출, 감압 건조하여 메틸렌 크로라이드 20 mL와 헥산 200 mL로 재결정, 목적화합물 207 8.04 g(21.5 mmol, 82.4%)을 얻었다.
- <163> 화합물 208의 제조
- <164> 2-클로로-9,10-안트라퀴논(2-Chloro-9,10-anthraquinone) 3.7 g(18.0 mmol), 화합물 207 8.0 g(21.5 mmol), 테트라키스 팔라듐(0) 트리페닐포스핀($\text{Pd}(\text{PPh}_3)_4$) 2.5 g(2.2 mmol), 알리퀴트 336(aliquat336) 1.4 mL(3.0 mmol)을 톨루엔 300 mL에 녹인 다음 2M 탄산칼륨수용액 150 mL를 첨가하고 3시간 동안 환류 교반하였다. 그런 다음 온도를 25℃로 낮추고 증류수 100 mL를 가해 반응을 종료하고 에틸아세테이트 200 mL로 추출, 감압 건조하여 메탄올 200 mL, 테트라히드로퓨란 50 mL로 재결정, 목적화합물 208 6.5 g(12.1 mmol, 67.2%)을 얻었다.
- <165> 화합물 210의 제조
- <166> 화합물 209의 2-브로모나프탈렌(2-Bromonaphthalene) 6.3 g(30.3 mmol)에 테트라히드로퓨란 250 mL를 넣고 25℃에서 10분 교반하여 완전히 녹이고 -72℃로 온도를 낮춘 후, *n*-부틸리튬(2.5M in Hexane) 14.5 mL(36.3 mmol)을 천천히 적가하였다. 1 시간 뒤, 화합물 208 6.5 g(12.1 mmol)을 가한 후, 천천히 25℃로 온도를 올려 26시간 교반하였다. 포화된 암모늄클로라이드 수용액을 가해 1시간 교반 후 감압 여과한 후 유기층을 분리, 증발시켜 목적화합물 210 7.8 g(9.9 mmol, 81.7%)을 얻었다.
- <167> 화합물 101의 제조

<168> 화합물 **210** 7.8 g(9.9 mmol), 포타슘아이오다이드(KI) 6.6 g(39.6 mmol), 쏘듐포스페이트모노하이드레이트($\text{NaH}_2\text{PO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 6.3 g(59.3 mmol)을 아세트산 150 mL에 녹이고 환류 교반하였다. 21시간 후 25℃로 냉각한 후 물을 200 mL넣고 저어준 다음 생성된 고체를 여과하였다. 얻은 고체를 차례로 메탄올 300 mL, 에틸아세테이트 100 mL, 테트라히드로푸란 50 mL로 씻어 주어 연한 아이보리 색을 띤 목적화합물 **101** 5.3 g(7.0 mmol, 71.2 %)을 얻었다.

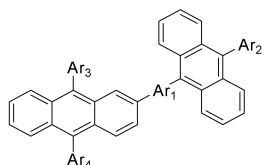
<169> ^1H NMR(CDCl_3 , 300 MHz) δ = 7.23(m, 3H), 7.32-7.35(m, 12H), 7.48-7.54(m, 5H), 7.67-7.73(m, 13H), 7.89-7.93 (m, 5H).

<170> MS/FAB : 759.2(found) 758.2(calculated for $\text{C}_{60}\text{H}_{38}$)

<171> [제조예 2 - 36]

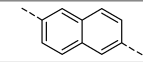
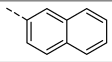
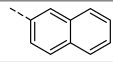
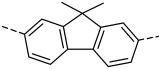
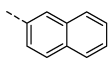
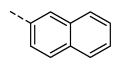
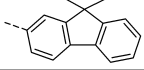
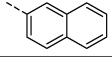
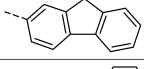
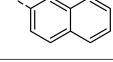
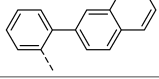
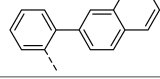
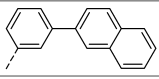
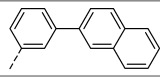
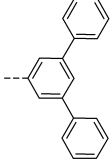
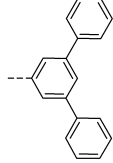
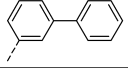
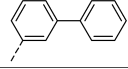
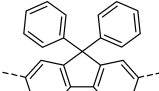
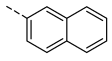
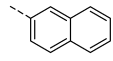
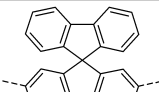
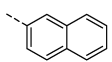
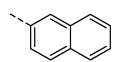
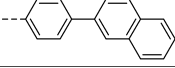
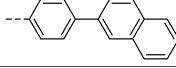
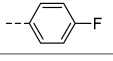
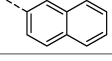
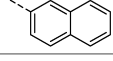
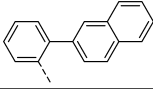
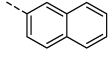
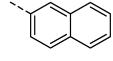
<172> 상기 제조예 1의 방법을 이용하여 하기 표 1의 유기 발광 화합물을 제조하였으며, 표 2에 제조된 화합물들의 ^1H NMR 및 MS/FAB를 나타내었다.

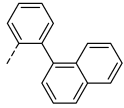
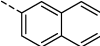
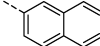
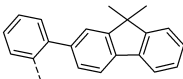
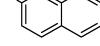
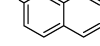
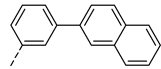
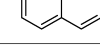
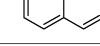
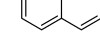
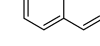
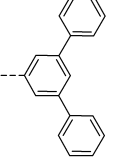
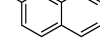
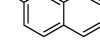
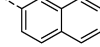
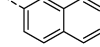
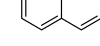
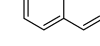
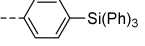
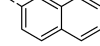
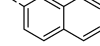
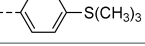
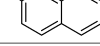
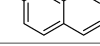
<173> [표 1]



제조예	화합물 번호	Ar ₁	Ar ₂	Ar ₃	Ar ₄
1	101				
2	102				
3	103				
4	104				
5	105				
6	106				
7	107				
8	108				
9	109				
10	110				
11	111				
12	112				
13	113				

<174>

14	114				
15	115				
16	116				
17	117				
18	118				
19	119				
20	120				
21	121				
22	122				
23	123				
24	124				
25	125				
26	126				
27	127				

28	128				
29	129				
30	130				
31	131				
32	132				
33	133				
34	134				
35	135				
36	136				

[표 2]

화합물 번호	¹ H NMR (CDCl ₃ , 300 MHz)	MS/FAB	
		found	calculated
101	δ = 7.23(m, 3H), 7.32-7.35(m, 12H), 7.48-7.54(m, 5H), 7.67-7.73(m, 13H), 7.89-7.93 (m, 5H).	759.2	758.2
102	δ = 7.23(m, 2H), 7.32-7.35(m, 8H), 7.48-7.54(m, 6H), 7.67-7.73(m, 13H), 7.89-7.93 (m, 5H)	659.2	658.2
103	δ = 1.67 (s, 12H), 7.23(m, 4H), 7.32-7.35(m, 8H), 7.48-7.54(m, 8H), 7.67-7.73(m, 13H), 7.89-7.93 (m, 5H)	891.3	890.3
104	δ = 7.23(m, 6H), 7.32-7.35(m, 12H), 7.48-7.54(m, 6H), 7.67-7.73(m, 13H), 7.89-7.93 (m, 5H)	811.3	810.3
105	δ = 7.23(m, 2H), 7.32-7.35(m, 8H), 7.48-7.54(m, 10H), 7.67-7.73(m, 17H), 7.89-7.93 (m, 5H)	811.3	810.3

106	$\delta = 7.23(\text{m}, 2\text{H}), 7.32\text{--}7.35(\text{m}, 12\text{H}), 7.48\text{--}7.54(\text{m}, 6\text{H}), 7.67\text{--}7.73(\text{m}, 13\text{H}), 7.89\text{--}7.93(\text{m}, 5\text{H})$.	759.2	758.2
107	$\delta = 7.23(\text{m}, 3\text{H}), 7.32\text{--}7.35(\text{m}, 14\text{H}), 7.48\text{--}7.54(\text{m}, 5\text{H}), 7.67\text{--}7.73(\text{m}, 13\text{H}), 7.89\text{--}7.93(\text{m}, 5\text{H})$.	809.3	808.3
108	$\delta = 7.22(\text{m}, 2\text{H}), 7.34(\text{m}, 14\text{H}), 7.49(\text{m}, 6\text{H}), 7.71(\text{m}, 13\text{H}), 7.91(\text{m}, 5\text{H})$.	809.3	808.3
109	$\delta = 1.71(\text{s}, 6\text{H}), 7.21(\text{m}, 2\text{H}), 7.37(\text{m}, 12\text{H}), 7.48(\text{m}, 8\text{H}), 7.71(\text{m}, 11\text{H}), 7.91(\text{m}, 7\text{H})$.	875.3	874.3
110	$\delta = 7.22(\text{m}, 4\text{H}), 7.39(\text{m}, 12\text{H}), 7.51(\text{m}, 8\text{H}), 7.69(\text{m}, 11\text{H}), 7.88(\text{m}, 7\text{H})$.	835.3	834.3
111	$\delta = 7.22(\text{m}, 2\text{H}), 7.39(\text{m}, 10\text{H}), 7.51(\text{m}, 8\text{H}), 7.62(\text{m}, 11\text{H}), 7.73(\text{m}, 4\text{H}), 7.88(\text{m}, 7\text{H})$.	835.3	834.3
112	$\delta = 7.23(\text{m}, 3\text{H}), 7.32\text{--}7.35(\text{m}, 10\text{H}), 7.48\text{--}7.54(\text{m}, 11\text{H}), 7.67\text{--}7.73(\text{m}, 13\text{H}), 7.89\text{--}7.93(\text{m}, 5\text{H})$.	835.3	834.3
113	$\delta = 7.23(\text{m}, 3\text{H}), 7.37(\text{m}, 10\text{H}), 7.51(\text{m}, 9\text{H}), 7.69(\text{m}, 13\text{H}), 7.88(\text{m}, 5\text{H})$.	809.3	808.3
114	$\delta = 7.22(\text{m}, 2\text{H}), 7.43(\text{m}, 11\text{H}), 7.56(\text{m}, 7\text{H}), 7.71(\text{m}, 15\text{H}), 7.93(\text{m}, 5\text{H})$.	809.3	808.3
115	$\delta = 1.72(\text{s}, 6\text{H}), 7.24(\text{m}, 2\text{H}), 7.42\text{--}7.45(\text{m}, 9\text{H}), 7.53\text{--}7.57(\text{m}, 9\text{H}), 7.70\text{--}7.74(\text{m}, 11\text{H}), 7.85(\text{m}, 4\text{H}), 7.94(\text{m}, 5\text{H})$.	8754.3	874.3
116	$\delta = 1.68(\text{s}, 6\text{H}), 7.22\text{--}7.38(\text{m}, 14\text{H}), 7.48\text{--}7.55(\text{m}, 10\text{H}), 7.60\text{--}7.67(\text{m}, 7\text{H}), 7.73\text{--}7.77(\text{m}, 2\text{H}), 7.84\text{--}7.90(\text{m}, 3\text{H})$.	774.3	774.9
117	$\delta = 7.22(\text{m}, 2\text{H}), 7.32(\text{m}, 12\text{H}), 7.48\text{--}7.54(\text{m}, 10\text{H}), 7.67(\text{m}, 8\text{H}), 7.73(\text{m}, 2\text{H}), 7.89(\text{m}, 2\text{H})$.	708.3	708.9
118	$\delta = 1.67(\text{s}, 6\text{H}), 7.22\text{--}7.28(\text{m}, 2\text{H}), 7.32\text{--}7.38(\text{m}, 11\text{H}), 7.48\text{--}7.55(\text{m}, 9\text{H}), 7.60\text{--}7.67(\text{m}, 9\text{H}), 7.73\text{--}7.77(\text{m}, 3\text{H}), 7.84\text{--}7.90(\text{m}, 4\text{H})$.	824.3	825.0
119	$\delta = 7.22\text{--}7.28(\text{m}, 5\text{H}), 7.32(\text{m}, 12\text{H}), 7.48\text{--}7.54(\text{m}, 13\text{H}), 7.67(\text{m}, 10\text{H}), 7.73(\text{m}, 3\text{H}), 7.89(\text{m}, 3\text{H})$.	910.3	911.4
120	$\delta = 7.22(\text{m}, 2\text{H}), 7.32\text{--}7.38(\text{m}, 14\text{H}), 7.44\text{--}7.48(\text{m}, 5\text{H}), 7.54(\text{m}, 7\text{H}), 7.67(\text{m}, 10\text{H}), 7.73\text{--}7.70(\text{m}, 5\text{H}), 7.89(\text{m}, 3\text{H})$.	910.3	911.4
121	$\delta = 7.22(\text{m}, 5\text{H}), 7.32(\text{m}, 16\text{H}), 7.48(\text{m}, 10\text{H}), 7.54(\text{m}, 5\text{H}), 7.66\text{--}7.67(\text{m}, 12\text{H}), 7.73(\text{m}, 1\text{H}), 7.89(\text{m}, 1\text{H})$.	962.4	963.2
122	$\delta = 7.22(\text{m}, 3\text{H}), 7.32\text{--}7.38(\text{m}, 14\text{H}), 7.44\text{--}7.48(\text{m}, 10\text{H}), 7.54(\text{m}, 5\text{H}), 7.67(\text{m}, 6\text{H}), 7.70\text{--}7.73(\text{m}, 3\text{H}), 7.89(\text{m}, 1\text{H})$.	810.3	811.0
123	$\delta = 7.06\text{--}7.07(\text{m}, 6\text{H}), 7.14(\text{m}, 4\text{H}), 7.22(\text{m}, 1\text{H}), 7.32(\text{m}, 12\text{H}), 7.48\text{--}7.54(\text{m}, 5\text{H}), 7.60\text{--}7.67(\text{m}, 12\text{H}), 7.73\text{--}7.77(\text{m}, 5\text{H}), 7.89\text{--}7.90(\text{m}, 5\text{H})$.	998.4	999.2
124	$\delta = 7.16\text{--}7.19(\text{m}, 4\text{H}), 7.22(\text{m}, 1\text{H}), 7.32\text{--}7.35(\text{m}, 14\text{H}), 7.48\text{--}7.54(\text{m}, 5\text{H}), 7.60\text{--}7.67(\text{m}, 12\text{H}), 7.72\text{--}7.77(\text{m}, 7\text{H}), 7.89\text{--}7.90(\text{m}, 5\text{H})$.	996.4	997.2

125	δ = 7.22(m, 1H), 7.32(m, 12H), 7.48(m, 2H), 7.54(m, 15H), 7.67(m, 10H), 7.73(m, 3H), 7.89(m, 3H).	910.4	911.1
126	δ = 7.03(m, 2H), 7.32(m, 10H), 7.46(m, 2H), 7.54(m, 7H), 7.67(m, 10H), 7.73(m, 3H), 7.89(m, 3H).	776.3	776.9
127	δ = 7.28~7.32(m, 14H), 7.54(m, 10H), 7.67(m, 12H), 7.73(m, 4H), 7.89(m, 4H).	884.3	885.1
128	δ = 7.28(m, 2H), 7.32~7.38(m, 13H), 7.54(m, 10H), 7.63~7.67(m, 13H), 7.73(m, 3H), 7.89(m, 3H).	884.3	885.1
129	δ = 1.68(s, 6H), 7.28(m, 3H), 7.32~7.38(m, 11H), 7.54~7.55(m, 10H), 7.60~7.67(m, 11H), 7.73~7.77(m, 4H), 7.84~7.90(m, 5H).	950.4	951.2
130	δ = 7.32~7.38(m, 13H), 7.44(m, 2H), 7.54(m, 8H), 7.67(m, 12H), 7.70~7.73(m, 5H), 7.89(m, 4H).	884.3	885.1
131	δ = 6.64(t, 1H), 6.96(m, 2H), 7.32(m, 10H), 7.54(m, 7H), 7.67(m, 10H), 7.73(m, 3H), 7.89(m, 3H).	794.2	794.9
132	δ = 7.22(m, 2H), 7.32(m, 14H), 7.48(m, 4H), 7.54(m, 7H), 7.66~7.67(m, 13H), 7.73(m, 3H), 7.89(m, 3H).	910.4	911.1
133	δ = 2.35(s, 3H), 7.12(m, 2H), 7.32~7.36(m, 12H), 7.54(m, 7H), 7.67(m, 10H), 7.73(m, 3H), 7.89(m, 3H).	772.3	773.0
134	δ = 2.35(s, 6H), 6.82(s, 1H), 7.09(d, 2H), 7.32(m, 10H), 7.54(m, 7H), 7.67(m, 10H), 7.73(m, 3H), 7.89(m, 3H).	786.3	787.0
135	δ = 7.32~7.36(m, 19H), 7.54~7.58(m, 15H), 7.60~7.67(m, 12H), 7.73(m, 3H), 7.89(d, 3H).	1016.4	1017.3
136	δ = 0.66(s, 9H), 7.32(m, 10H), 7.46(m, 2H), 7.54(m, 9H), 7.60~7.67(m, 10H), 7.73(m, 3H), 7.89(d, 3H).	830.3	831.1

<180>

<181>

[실시예 1~7] 본 발명에 따른 화합물을 이용한 OLED 소자의 제조

<182>

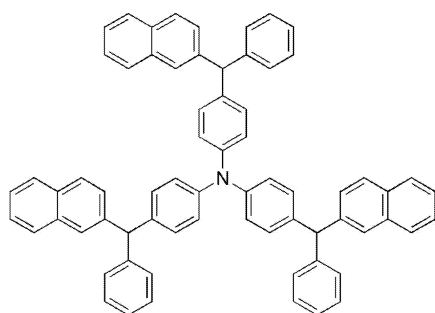
본 발명의 발광 재료를 이용한 구조의 OLED 소자를 제작하였다.

<183>

우선, OLED용 글래스(1)로부터 얻어진 투명전극 ITO 박막(15 $\Omega/\square$, 2)을, 트리클로로에틸렌, 아세톤, 에탄올, 증류수를 순차적으로 사용하여 초음파 세척을 실시한 후, 이소프로판올에 넣어 보관한 후 사용하였다.

<184>

다음으로, 진공 증착 장비의 기판 폴더에 ITO 기판을 설치하고, 진공 증착 장비 내의 셀에 하기 구조의 4,4',4"-tris(N,N-(2-naphthyl)-phenylamino)triphenylamine (2-TNATA)을 넣고, 챔버 내의 진공도가 10^{-6} torr에 도달할 때까지 배기시킨 후, 셀에 전류를 인가하여 2-TNATA를 증발시켜 ITO 기판 상에 60 nm 두께의 정공주입층(3)을 증착하였다.

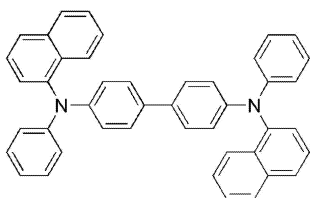


2-TNATA

<185>

<186>

이어서, 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 하기구조 N,N'-bis(α -naphthyl)-N,N'-diphenyl-4,4'-diamine (NPB)을 넣고, 셀에 전류를 인가하여 NPB를 증발시켜 정공주입층 위에 20 nm 두께의 정공전달층(4)을 증착하였다.

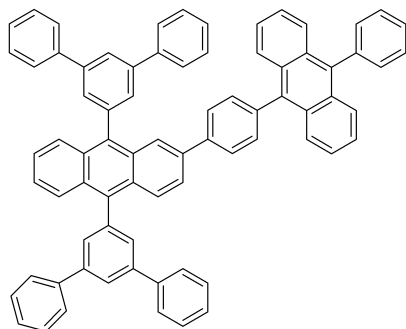


NPB

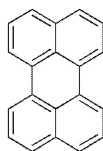
<187>

<188>

정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 그 위에 발광층을 다음과 같이 증착시켰다. 진공 증착 장비 내의 한쪽 셀에 본 발명에 따른 화합물(예 : 화합물 **121**)을 넣고, 또 다른 셀에는 하기 구조의 도판트 재료인 perylene을 각각 넣은 후, 두 물질을 다른 증발 속도로 증발시켜 perylene을 1 내지 2 mol%로 도핑함으로써 상기 정공 전달층 위에 35 nm 두께의 발광층(5)을 증착하였다.



121

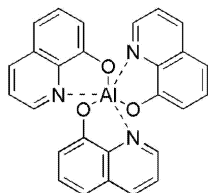


perylene

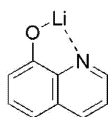
<189>

<190>

이어서 전자전달층(6)으로써 하기 구조의 tris(8-hydroxyquinoline)-aluminum(III)(Alq)를 20 nm 두께로 증착한 다음, 전자주입층(7)으로 하기 구조의 화합물 lithium quinolate (리튬 퀸올레이트, Liq)를 1 내지 2 nm 두께로 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극(8)을 150 nm의 두께로 증착하여 OLED를 제작하였다.



Alq



Liq

<191>

<192>

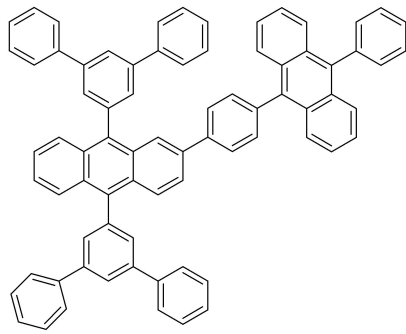
OLED 소자에 사용된 각 재료들은, 각각 10^{-6} torr 하에서 진공 승화 정제하여 OLED 발광재료로 사용하였다.

<193>

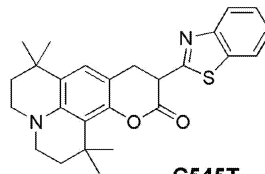
[실시예 8~14] 본 발명에 따른 화합물을 이용한 OLED 소자의 제조

<194>

실시예 1과 동일한 방법으로 정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 그 위에 발광층을 다음과 같이 증착시켰다. 진공 증착 장비 내의 한쪽 셀에 본 발명에 따른 화합물(예 : 화합물 **121**)을 넣고, 또 다른 셀에는 하기구조의 Coumarin 545T(C545T)를 각각 넣은 후, 두 물질을 다른 속도로 증발시켜 Coumarin 545T(C545T)를 1 내지 2 mol%로 도핑함으로써 상기 정공 전달층 위에 35 nm 두께의 발광층을 증착하였다.



121



C545T

<195>

<196>

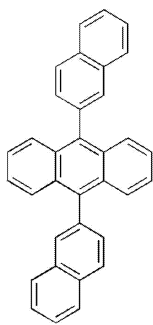
이어서 실시예 1과 동일한 방법으로 전자전달층과 전자주입층을 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극을 150 nm의 두께로 증착하여 OLED를 제작하였다.

<197>

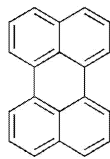
[비교예 1] 종래의 발광 재료를 이용한 OLED 소자의 제조

<198>

실시예 1과 동일한 방법으로 정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 상기 진공 증착 장비의 한쪽 셀에는 청색 발광 재료인 디나프틸안트라센(dinaphthylanthracene(DNA))을 넣고, 다른 셀에 다른 청색 발광 재료인 perylene을 각각 넣은 후, 증착 속도를 100:1 로 하여 상기 정공 전달층 위에 35 nm 두께의 발광층을 증착하였다.



DNA



perylene

<199>

<200>

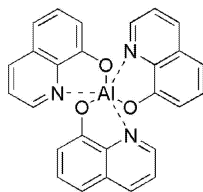
이어서 실시예 1과 동일한 방법으로 전자전달층과 전자주입층을 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극을 150 nm의 두께로 증착하여 OLED를 제작하였다.

<201>

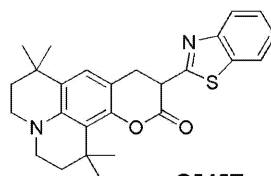
[비교예 2] 종래의 발광 재료를 이용한 OLED 소자를 제조

<202>

실시예 1과 동일한 방법으로 정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 상기 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 발광 호스트 재료인 tris(8-hydroxyquinoline)aluminum(III) (Alq)를 넣고, 또 다른 셀에는 Coumarin 545T(C545T)를 각각 넣은 후, 두 물질을 다른 속도로 증발시켜 도핑함으로써 상기 정공 전달층 위에 30 nm 두께의 발광층을 증착하였다. 이 때의 도핑 농도는 Alq 기준으로 1 내지 2 mol%가 바람직하다.



Alq



C545T

<203>

<204>

이어서 실시예 1과 동일한 방법으로 전자전달층과 전자주입층을 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극을 150 nm의 두께로 증착하여 OLED를 제작하였다.

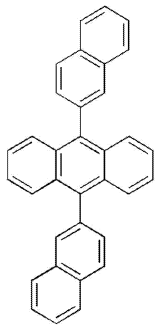
<205>

[비교예 3] 종래의 발광 재료를 이용한 OLED 소자의 제조

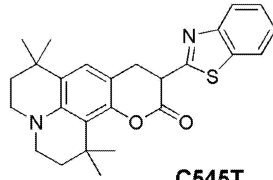
<206>

실시예 1과 동일한 방법으로 정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 상기 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 청색

발광 재료인 dinaphthylanthracene(DNA)를 넣고, 또 다른 셀에는 하기 구조의 Coumarin 545T(C545T)를 각각 넣은 후, 두 물질을 다른 속도로 증발시켜 도핑함으로써 상기 정공 전달층 위에 30 nm 두께의 발광층을 증착하였다. 이 때의 도핑 농도는 Alq 기준으로 1 내지 2 mol%가 바람직하다.



DNA



C545T

<207>

<208>

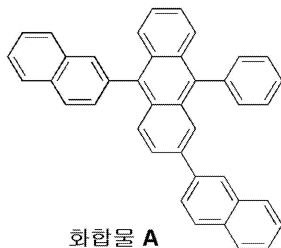
이어서 실시예 1과 동일한 방법으로 전자전달층과 전자주입층을 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극을 150 nm의 두께로 증착하여 OLED를 제작하였다.

<209>

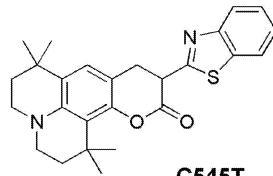
[비교예 4] 종래의 발광 재료를 이용한 OLED 소자의 제조

<210>

실시예 1과 동일한 방법으로 정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 상기 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 청색 발광 재료인 하기 구조의 US 20060046097A1특허에 나오는 화합물 A를 넣고, 또 다른 셀에는 하기 구조의 Coumarin 545T(C545T)를 각각 넣은 후, 두 물질을 다른 속도로 증발시켜 도핑함으로써 상기 정공 전달층 위에 30 nm 두께의 발광층을 증착하였다. 이 때의 도핑 농도는 Alq 기준으로 1 내지 2 mol%가 바람직하다.



화합물 A



C545T

<211>

<212>

이어서 실시예 1과 동일한 방법으로 전자전달층과 전자주입층을 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극을 150 nm의 두께로 증착하여 OLED를 제작하였다.

<213>

[실험예 1] 제조된 OLED 소자의 청색 및 녹색 발광 특성

<214>

실시예 1~7과 비교예 1에서 제조된 본 발명에 따른 유기 발광 화합물과 종래의 발광 화합물을 함유하는 OLED 소자의 청색 발광 효율 및 실시예 8~14와 비교예 2내지 4에서 제조된 본 발명에 따른 유기 발광 화합물과 종래의 발광 화합물을 함유하는 OLED 소자의 녹색 발광 효율을 10,000 cd/m² 에서 측정하여 하여 각각 표 3 및 표 4에 나타내었다.

[표 3]

No	호스트	도판트	도핑농도 (mol%)	발광효율(cd/A)	발광색
				@10,000 cd/m ²	
실시예1	화합물 101	perylene	2.0	4.5	청
실시예2	화합물 103	perylene	2.0	4.8	청
실시예3	화합물 109	perylene	2.0	4.7	청
실시예4	화합물 113	perylene	2.0	4.2	청
실시예5	화합물 121	perylene	2.0	4.9	청
실시예6	화합물 130	perylene	2.0	4.2	청
실시예7	화합물 135	perylene	2.0	4.6	청
비교예 1	DNA	perylene	2.0	2.4	청

[표 4]

No	호스트	도판트	도핑농도 (mol%)	발광효율(cd/A)	발광색
				@10000 cd/m ²	
실시예8	화합물 101	C545T	2.0	17.8	녹
실시예9	화합물 103	C545T	2.0	18.2	녹
실시예10	화합물 109	C545T	2.0	18.4	녹
실시예11	화합물 113	C545T	2.0	18.1	녹
실시예12	화합물 121	C545T	2.0	19.8	녹
실시예13	화합물 130	C545T	2.0	18.6	녹
실시예14	화합물 135	C545T	2.0	17.8	녹
비교예2	Alq	C545T	2.0	8.0	녹
비교예3	DNA	C545T	2.0	12.0	녹
비교예4	화합물A	C545T	2.0	12.7	녹

상기 표 3 및 표 4는 본 발명의 재료를 청색 및 녹색 발광 소자에 적용하여 특성을 확인한 결과이다. 청색 발광 소자와 녹색 발광 소자 공통으로 고휘도에서 종래의 발광 재료 대비 월등한 특성을 확인할 수 있었다.

Alq 호스트 대비 100 % 이상, 비교예 3의 종래의 호스트 대비 40 % 이상의 효율 개선을 확인할 수 있었다. 이는 종래의 녹색 발광 재료의 한계점을 확실하게 극복하여 주는 결과이다. 특히, 고휘도에서의 월등한 성능 개선은 고휘도가 요구되는 대화면용 OLED나, 극한의 특성을 요구하는 2인치급 수동형 OLED 등에서 충분히 상용화 가능한 재료라고 평가할 수 있다.

특히, 본 발명의 발광 재료는 청색 OLED 및 녹색 OLED에 모두 적용 가능하며, 특성 측면에서 매우 우수한 결과를 보였다. 이러한 결과는 재료의 우수성을 보여주는 매우 두드러진 특성이며, 이러한 특성을 가진 재료의 발명은 OLED 패널 구조의 단순화를 유도함으로써 OLED 제조상의 비용을 낮추는 부수적 효과를 야기할 수 있다. 따라서 상기 우수한 특성으로 인하여 OLED 분야의 발전에 혁신적 결과를 보일 수 있다.

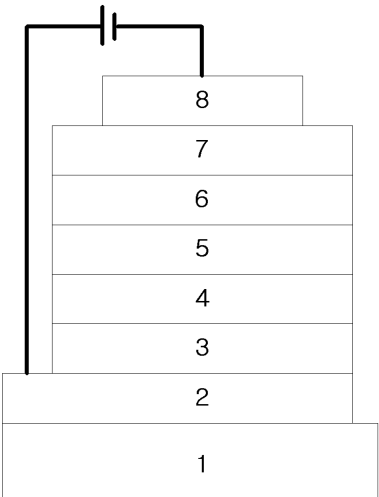
도면의 간단한 설명

도 1 - OLED 소자의 단면도

- <223> <도면 부호에 대한 부호의 설명>
- <224> 1 - 글래스 2 - 투명전극
- <225> 3 - 정공주입층 4 - 정공전달층
- <226> 5 - 발광층 6 - 전자전달층
- <227> 7 - 전자주입층 8 - Al 음극

도면

도면1



专利名称(译)	有机发光材料和含有该有机发光材料的有机发光器件		
公开(公告)号	KR100910134B1	公开(公告)日	2009-08-03
申请号	KR1020070070614	申请日	2007-07-13
申请(专利权)人(译)	宇预支給显示器材料有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	宇预支給显示器材料有限公司		
[标]发明人	SHIN HYO NIM 신호님 KIM CHI SIK 김치식 CHO YOUNG JUN 조영준 KWON HYUCK JOO 권혁주 KIM BONG OK 김봉옥 KIM SUNG MIN 김성민 YOON SEUNG SOO 윤승수		
发明人	신호님 김치식 조영준 권혁주 김봉옥 김성민 윤승수		
IPC分类号	C09K11/06		
CPC分类号	C09K2211/1011 H01L51/5012 C09K2211/1007 H01L51/006 H01L51/0052 C09K11/06 H01L51/0058		
代理人(译)	昌熙园		
其他公开文献	KR1020090007030A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及涉及有机发光装置，包括具有式1的结构和根据本发明的是好的，材料的发光效率优良的寿命特性是元件OLED的非常好的操作寿命的该有机发光材料的有机发光材料它具有制造装置的优点。[式1]

