



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년10월30일

(11) 등록번호 10-1791023

(24) 등록일자 2017년10월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

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

(21) 출원번호 10-2010-0030491

(22) 출원일자 2010년04월02일

심사청구일자 2015년03월31일

(65) 공개번호 10-2011-0111094

(43) 공개일자 2011년10월10일

(56) 선행기술조사문헌

JP2009512628 A*

KR1020060051622 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

에스에프씨 주식회사

충청북도 청주시 청원구 오창읍 과학산업5로 89

(72) 발명자

제종태

충청북도 청주시 상당구 중흥로 71 106동 801호
(용암동, 건영아파트)

권현중

충청북도 청주시 흥덕구 사운로236번길 30 (운천동)

최규민

충청북도 제천시 용두천로 313, 3동 401호 (청전동, 덕일아파트)

(74) 대리인

정은열

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 송이화

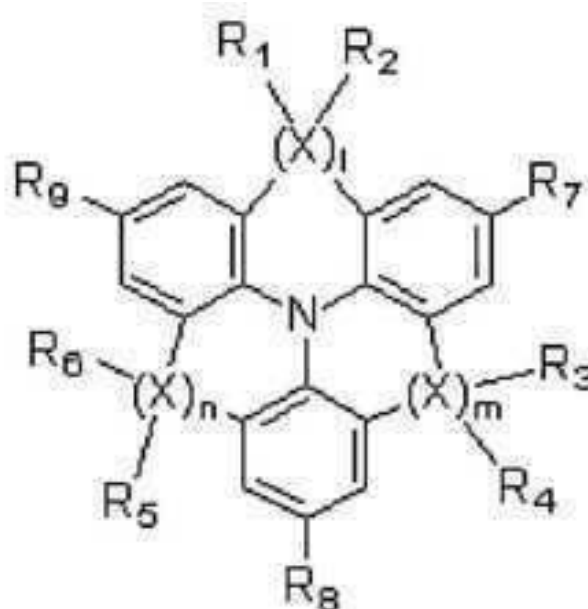
(54) 발명의 명칭 **축합방향족 화합물 및 이를 포함하는 유기전계발광소자**

(57) 요약

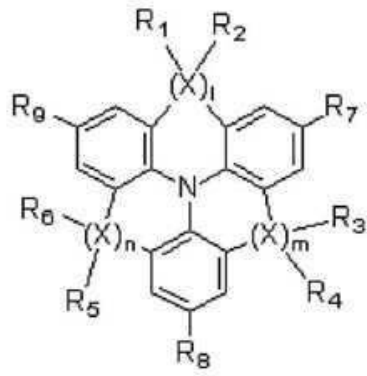
본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 축합방향족 화합물 및 이를 포함하는 유기전계발광소자에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 유기전계발광소자에 사용할 경우 구동전압이 낮고 발광효율이 우수한 축합방향족 화합물 및 이를 포함하는 유기전계발광소자를 제공하는 것이다.

(뒷면에 계속)

대표도 - 도2



[화학식 1]



상기 식에서, 상기 R₁ 내지 R₉는 발명의 상세한 설명에 기재된 바와 같다.

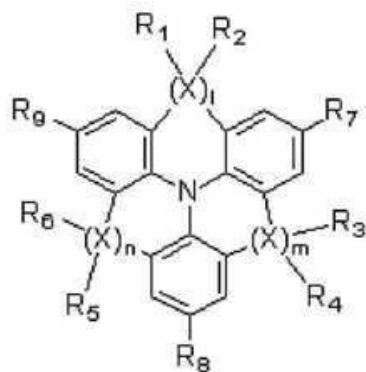
명세서

청구범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 축합방향족 화합물:

[화학식 1]



상기 식에서,

R1 내지 R6은 각각 독립적으로 치환 또는 비치환의 탄소수 6 - 40의 아틸기이고,

R7 내지 R9는 각각 독립적으로 수소원자, 중수소원자, 할로젠원자, 치환 또는 비치환의 탄소수 6 - 40의 아틸기 및 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 헤테로아틸기 중에서 선택되며,

상기 R7 내지 R9 중 적어도 하나 이상은 질소를 포함하는 치환 또는 비치환의 6원자 헤테로아틸기이고,

X는 C이며,

l, m 및 n은 0 또는 1의 정수이고, l+m+n은 적어도 2 이상이다.

청구항 2

삭제

청구항 3

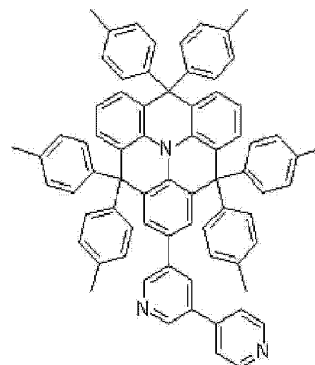
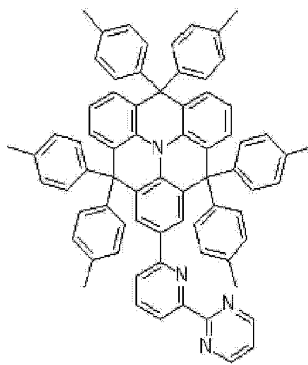
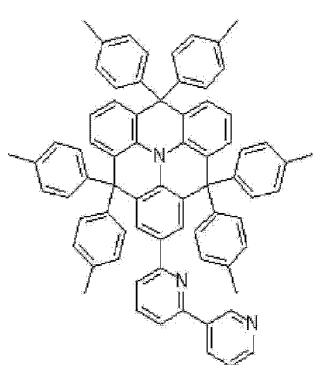
제1항에 있어서,

상기 R1 내지 R9 (단, R7 내지 R9가 각각 수소원자, 중수소원자, 할로젠원자인 경우를 제외함)는 수소원자, 중수소 원자, 시아노기, 할로젠원자, 히드록시기, 니트로기, 탄소수 1 - 40의 알킬기, 탄소수 1 - 40의 알콕시기, 탄소수 6 - 40의 아릴아미노기, 탄소수 6 - 40의 아릴기 및 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴기로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 치환기에 의해서 치환될 수 있는 것을 특징으로 하는 축합방향족 화합물.

청구항 4

제1항에 있어서,

하기 화학식 2 내지 화학식 79로 표시되는 군으로부터 선택된 어느 하나의 화합물인 것을 특징으로 하는 축합방

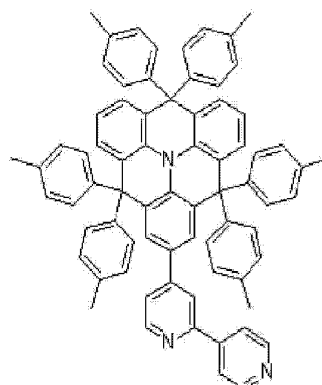
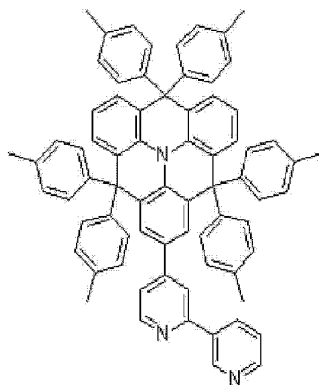
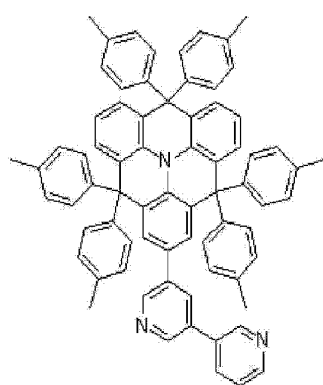


향족 화합물:

[화학식 2]

[화학식 3]

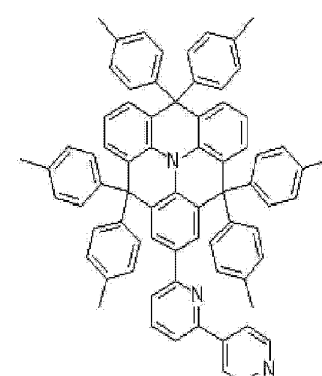
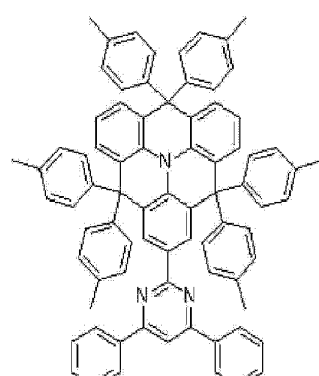
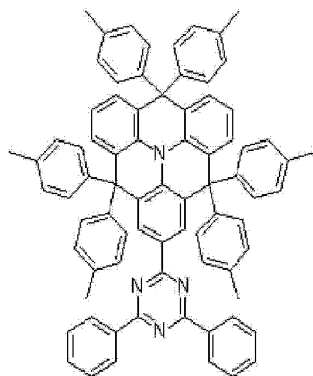
[화학식 4]



[화학식 5]

[화학식 6]

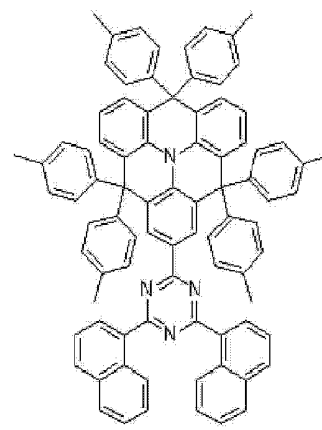
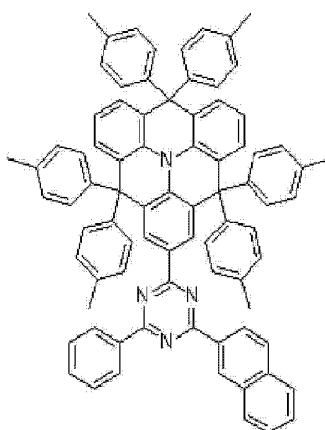
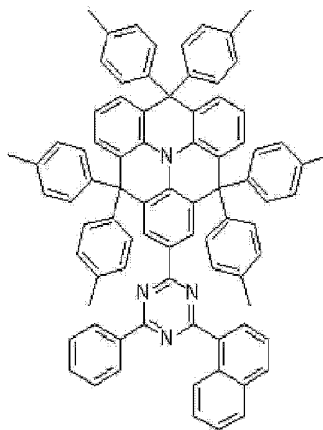
[화학식 7]



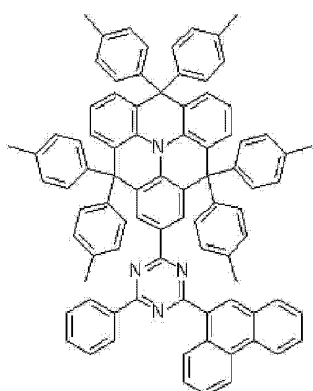
[화학식 8]

[화학식 9]

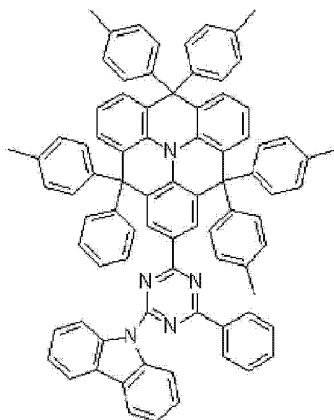
[화학식 10]



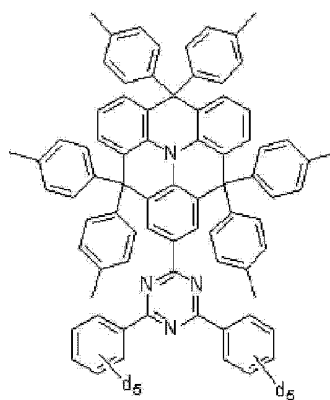
[화학식 11]



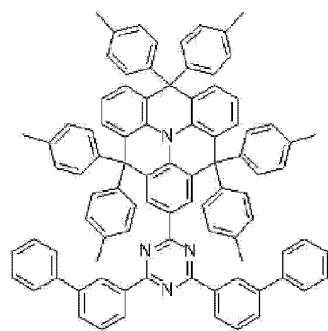
[화학식 12]



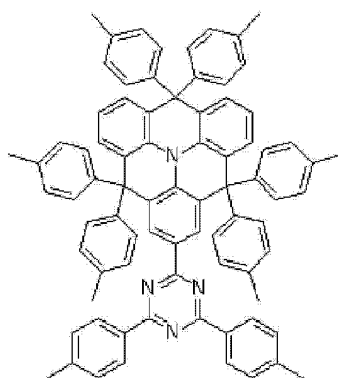
[화학식 13]



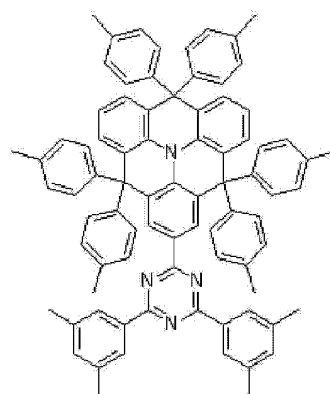
[화학식 14]



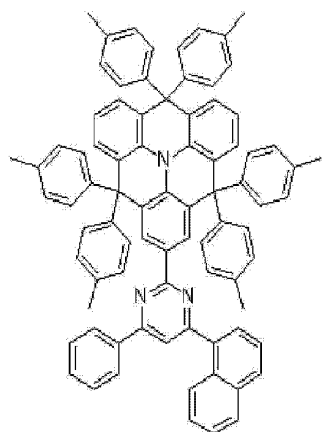
[화학식 15]



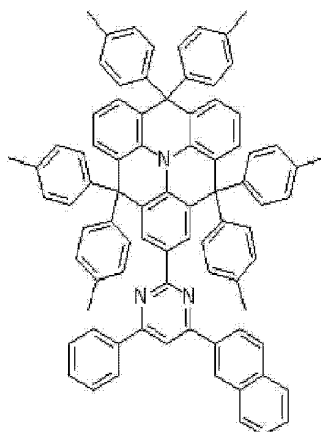
[화학식 16]



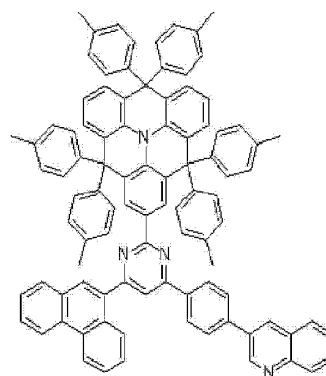
[화학식 17]



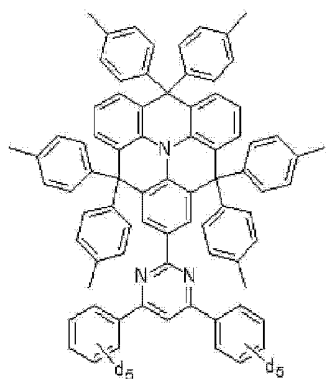
[화학식 18]



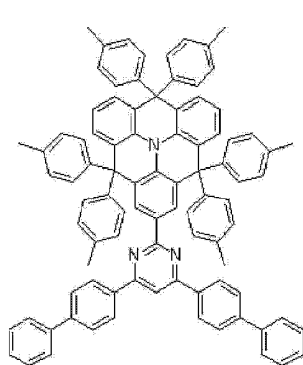
[화학식 19]



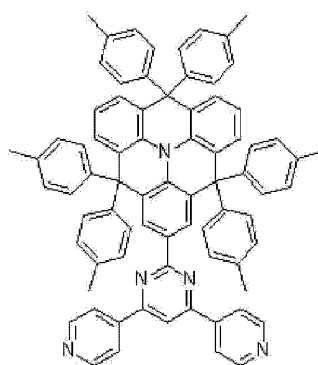
[화학식 20]



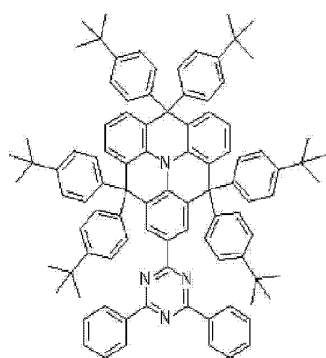
[화학식 21]



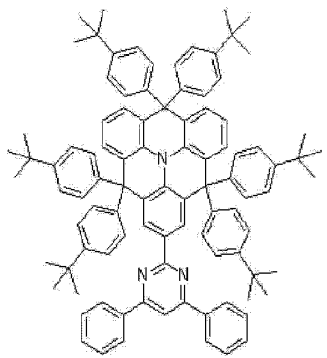
[화학식 22]



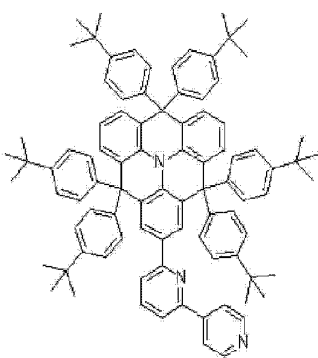
[화학식 23]



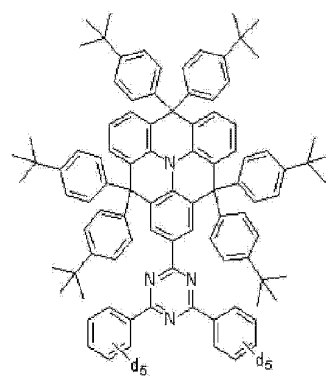
[화학식 24]



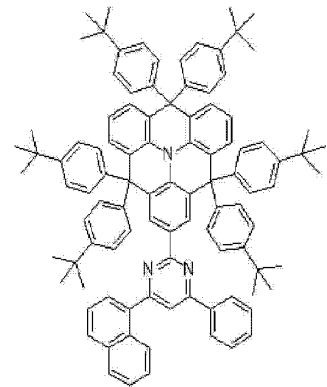
[화학식 25]



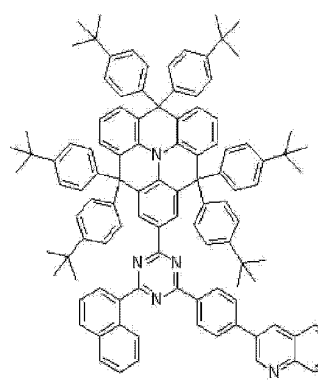
[화학식 26]



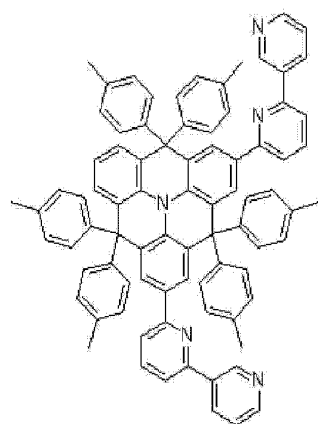
[화학식 27]



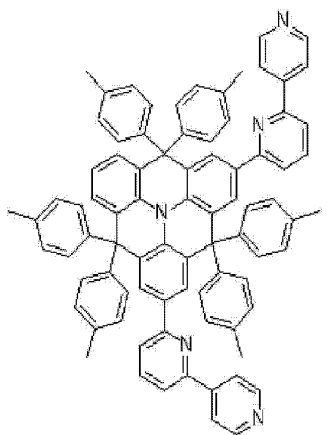
[화학식 28]



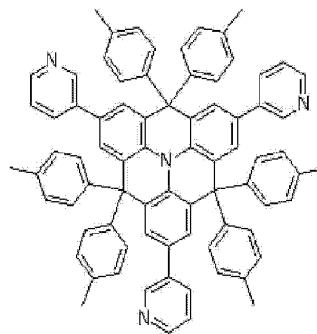
[화학식 29]



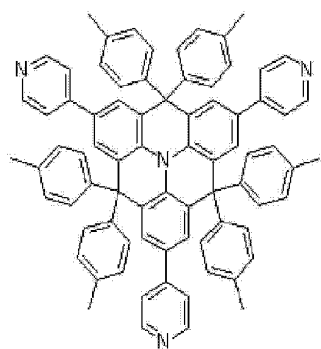
[화학식 30]



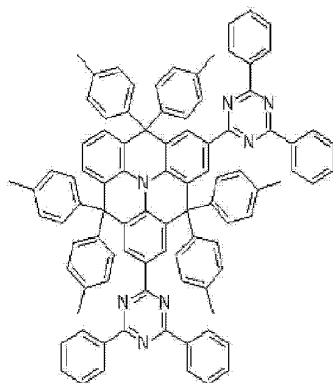
[화학식 31]



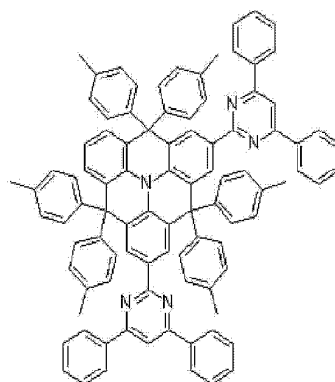
[화학식 32]



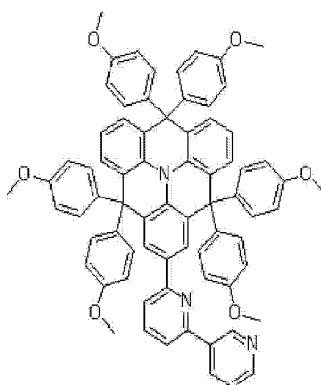
[화학식 33]



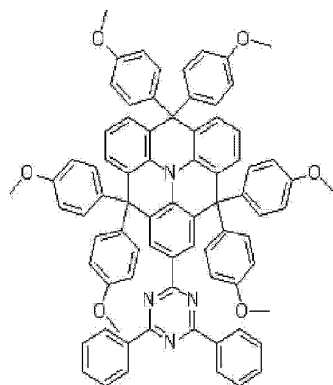
[화학식 34]



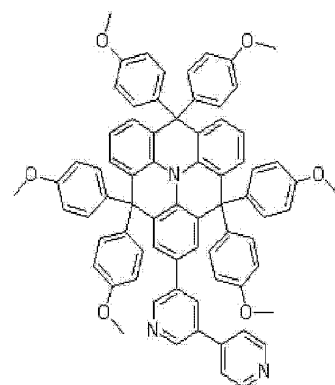
[화학식 35]



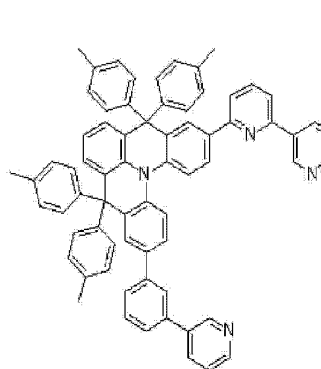
[화학식 36]



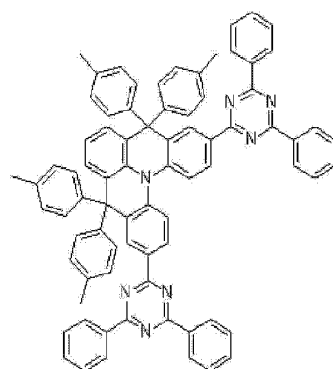
[화학식 37]



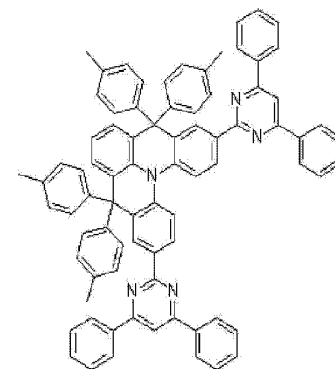
[화학식 38]



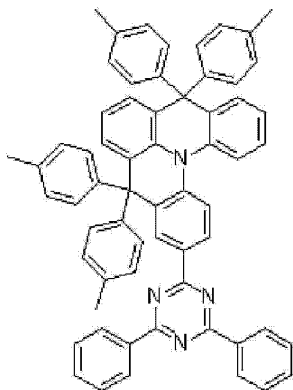
[화학식 39]



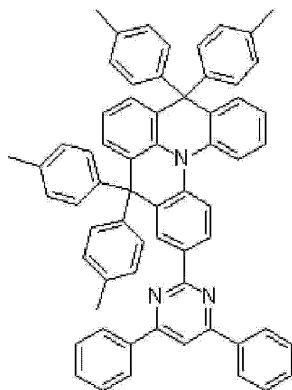
[화학식 40]



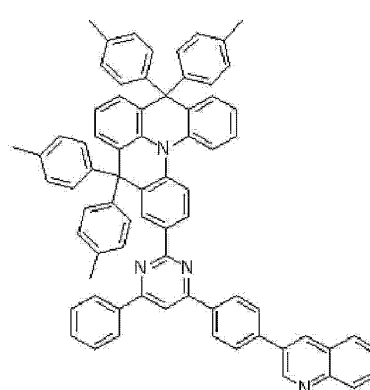
[화학식 41]



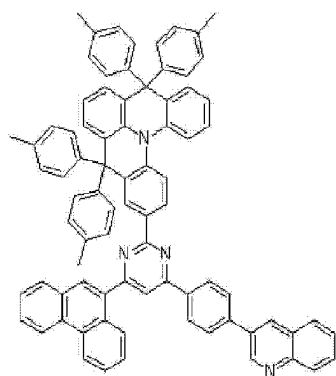
[화학식 42]



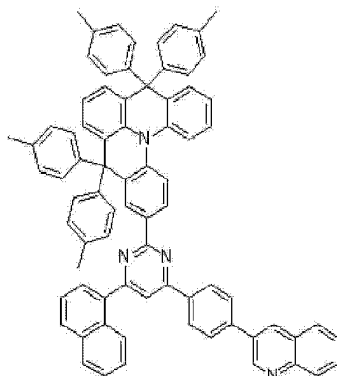
[화학식 43]



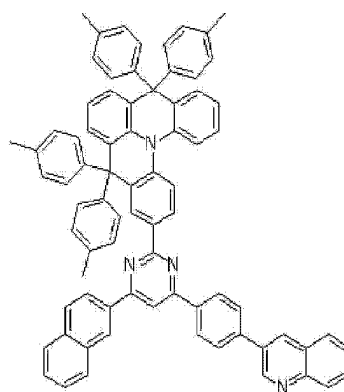
[화학식 44]



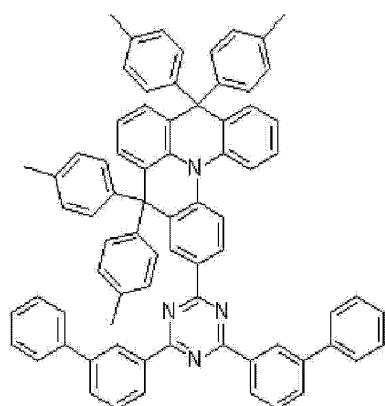
[화학식 45]



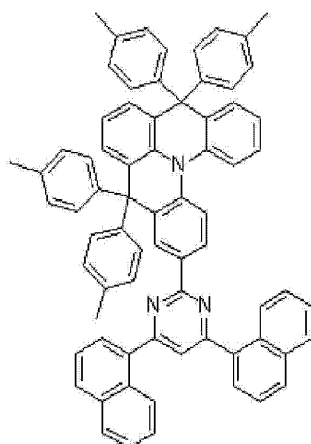
[화학식 46]



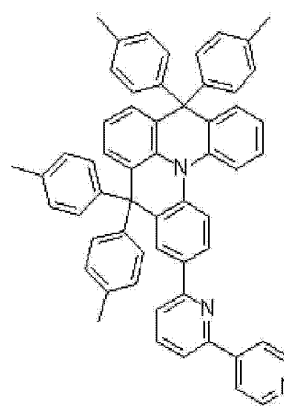
[화학식 47]



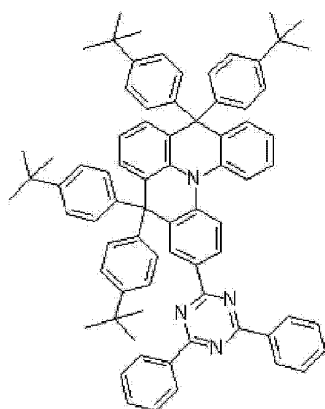
[화학식 48]



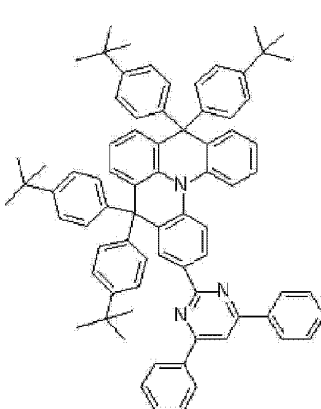
[화학식 49]



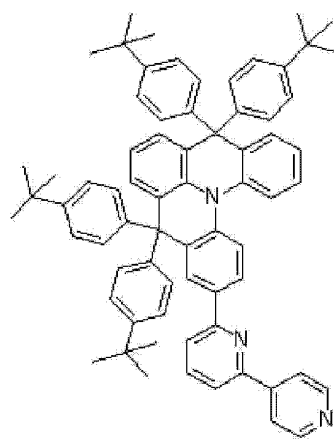
[화학식 50]



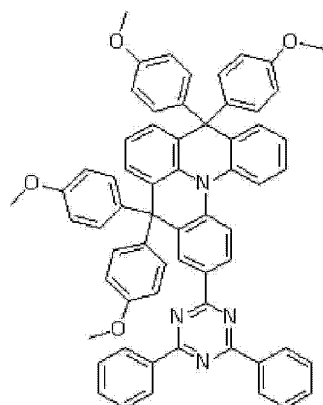
[화학식 51]



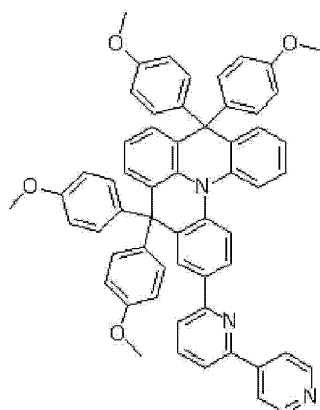
[화학식 52]



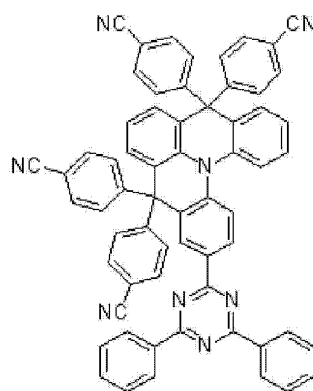
[화학식 53]



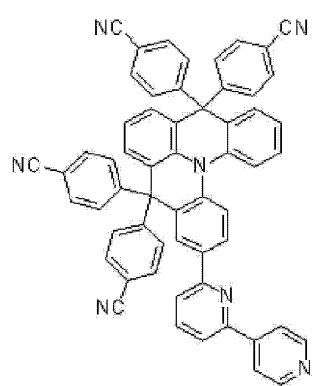
[화학식 54]



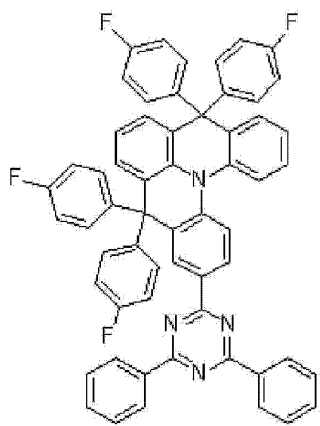
[화학식 55]



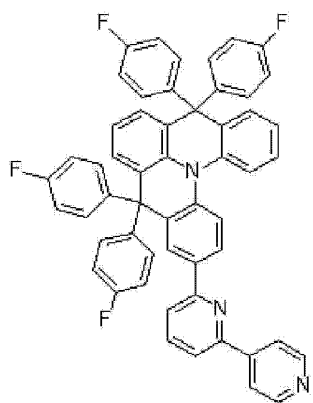
[화학식 56]



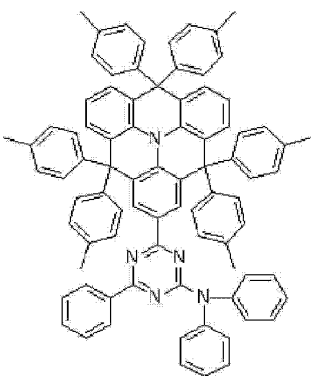
[화학식 57]



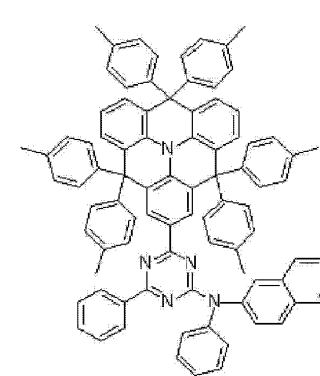
[화학식 58]



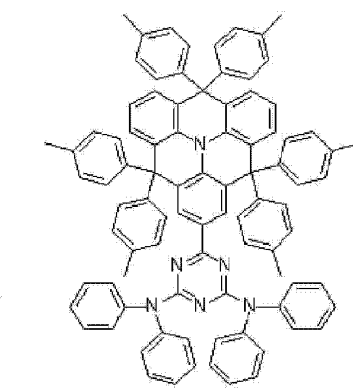
[화학식 59]



[화학식 60]



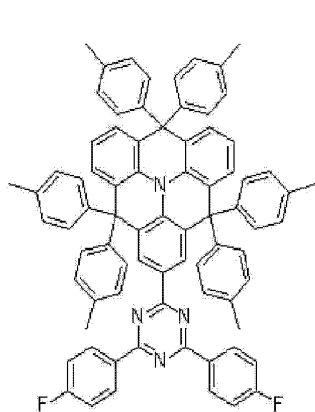
[화학식 61]



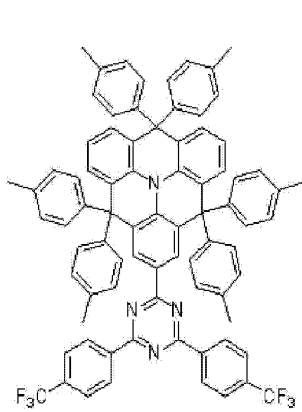
[화학식 62]

[화학식 63]

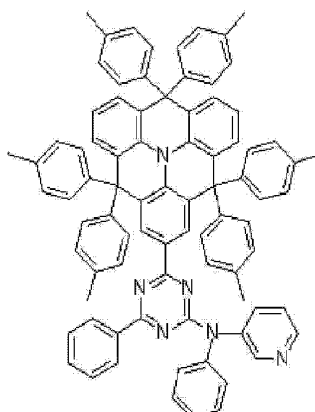
[화학식 64]



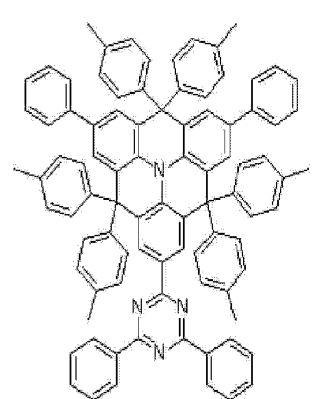
[화학식 65]



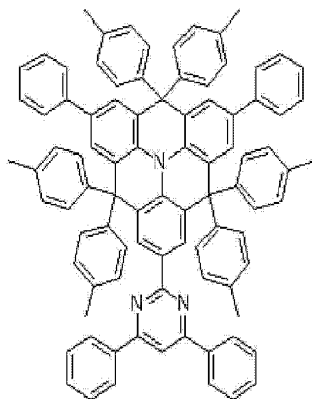
[화학식 66]



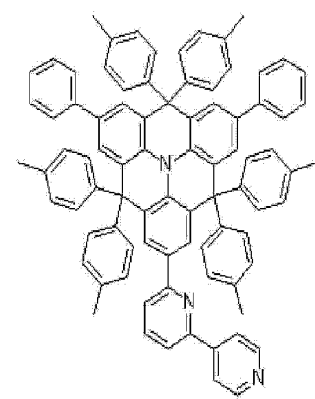
[화학식 67]



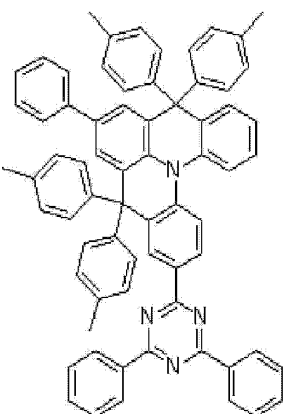
[화학식 68]



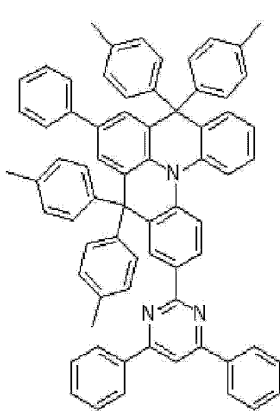
[화학식 69]



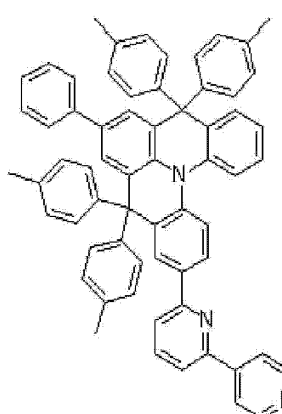
[화학식 70]



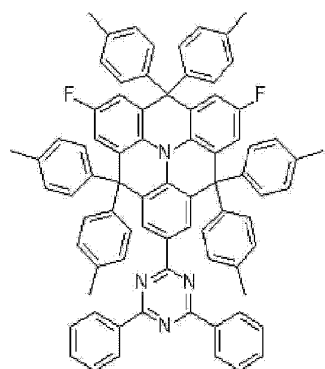
[화학식 71]



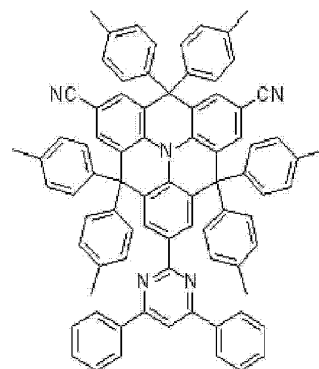
[화학식 72]



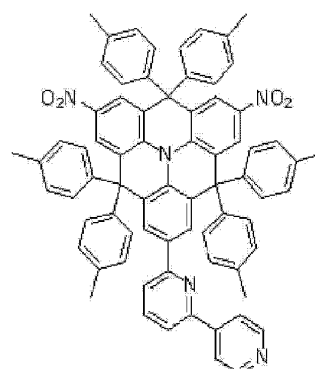
[화학식 73]



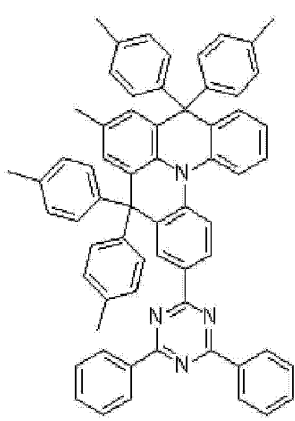
[화학식 74]



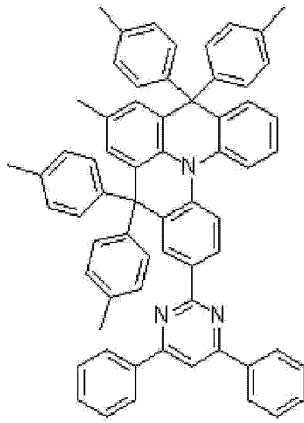
[화학식 75]



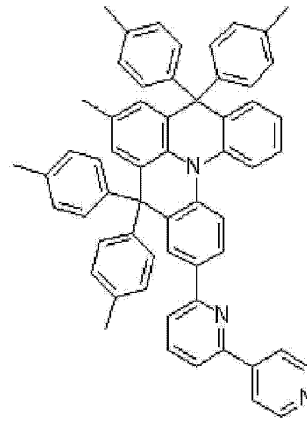
[화학식 76]



[화학식 77]



[화학식 78]



[화학식 79]

청구항 5

애노드; 캐소드; 및 상기 애노드 및 캐소드 사이에 개재되며, 제1항에 따른 축합방향족 화합물을 포함하는 층을 구비한 유기전계발광소자.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 축합방향족 화합물은 상기 애노드 및 캐소드 사이의 발광층 중에 포함되는 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 발광층의 두께는 50 내지 2,000 Å인 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

청구항 8

제6항에 있어서,

상기 애노드 및 캐소드 사이에 정공주입층, 정공수송층, 전자저지층, 정공저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 층을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 정공주입층, 정공수송층, 발광층, 전자저지층, 정공저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나 이상의 층은 용액공정으로 제조되는 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 축합방향족 화합물 및 이를 포함하는 유기전계발광소자에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 유기전계발광소자에 사용할 경우 구동전압이 낮고 발광효율이 우수한 축합방향족 화합물 및 이를 포함하는 유기전계발광소자를 제공하는 것이다.

배경 기술

- [0002] 최근 표시장치의 대형화에 따라 공간 점유가 작은 평면표시소자의 요구가 증대되고 있는데, 대표적인 평면표시소자인 액정 디스플레이는 기존의 CRT(cathode ray tube)에 비해 경량화가 가능하다는 장점은 있으나, 시야각(viewing angle)이 제한되고 배면 광(back light)이 반드시 필요하다는 등의 단점을 갖고 있다. 이에 반하여, 새로운 평면표시소자인 유기전계발광소자(organic light emitting diode; OLED)는 자기 발광 현상을 이용한 디스플레이로서, 시야각이 크고, 액정 디스플레이에 비해 경박, 단소해질 수 있으며, 빠른 응답 속도 등의 장점을 가지고 있으며, 최근에는 풀-컬러(full-color) 디스플레이 또는 조명으로의 응용이 기대되고 있다.
- [0003] 일반적으로 유기 발광 현상이란 유기 물질을 이용하여 전기에너지를 빛에너지로 전환시켜주는 현상을 말한다. 유기 발광 현상을 이용하는 유기전계발광소자는 통상 양극과 음극 및 이 사이에 유기물층을 포함하는 구조를 가진다. 여기서 유기물층은 유기전계발광소자의 효율과 안정성을 높이기 위하여 각기 다른 물질로 구성된 다층의 구조로 이루어진 경우가 많으며, 예컨대 정공주입층, 정공수송층, 발광층, 전자수송층, 전자주입층 등으로 이루어질 수 있다. 이러한 유기전계발광소자의 구조에서 두 전극 사이에 전압을 걸어주게 되면 양극에서는 정공이, 음극에서는 전자가 유기물층에 주입되게 되고, 주입된 정공과 전자가 만났을 때 엑시톤(exciton)이 형성되며, 이 엑시톤이 다시 바닥상태로 떨어질 때 빛이 나게 된다. 이러한 유기전계발광소자는 자발광, 고휘도, 고효율, 낮은 구동전압, 넓은 시야각, 높은 콘트라스트, 고속 응답성 등의 특성을 갖는 것으로 알려져 있다.
- [0004] 유기전계발광소자에서 유기물층으로 사용되는 재료는 기능에 따라, 발광 재료와 전하 수송 재료, 예컨대 정공주입 재료, 정공수송 재료, 전자수송 재료, 전자주입 재료 등으로 분류될 수 있다. 상기 발광 재료는 분자량에 따라 고분자형과 저분자형으로 분류될 수 있고, 발광 메커니즘에 따라 전자의 일중항 여기상태로부터 유래되는 형광 재료와 전자의 삼중항 여기상태로부터 유래되는 인광 재료로 분류될 수 있다. 또한, 발광 재료는 발광색에 따라 청색, 녹색, 적색 발광 재료와 보다 나은 천연색을 구현하기 위해 필요한 노란색 및 주황색 발광 재료로 구분될 수 있다.
- [0005] 한편, 발광 재료로서 하나의 물질만 사용하는 경우 분자간 상호 작용에 의하여 최대 발광 파장이 장파장으로 이동하고 색순도가 떨어지거나 발광 감쇄 효과로 소자의 효율이 감소되는 문제가 발생하므로, 색순도의 증가와 에너지 전이를 통한 발광 효율을 증가시키기 위하여 발광 재료로서 호스트/도판트 계를 사용할 수 있다. 그 원리는 발광층을 형성하는 호스트보다 에너지 대역 간극이 작은 도판트를 발광층에 소량 혼합하면, 발광층에서 발생한 엑시톤이 도판트로 수송되어 효율이 높은 빛을 내는 것이다. 이 때, 호스트의 파장이 도판트의 파장대로 이동하므로, 이용하는 도판트의 종류에 따라 원하는 파장의 빛을 얻을 수 있다.
- [0006] 유기전계발광소자가 전술한 우수한 특징들을 충분히 발휘하기 위해서는 소자 내 유기물층을 이루는 물질, 예컨대 정공주입 물질, 정공수송 물질, 발광 물질, 전자수송 물질, 전자주입 물질 등이 안정하고 효율적인 재료에 의하여 뒷받침되는 것이 선행되어야 하나, 아직까지 안정하고 효율적인 유기전계발광소자용 유기물층 재료의 개발이 충분히 이루어지지 않은 상태이다. 따라서, 당 기술분야에서는 새로운 재료의 개발이 계속 요구되고 있는 실정이다.

발명의 내용

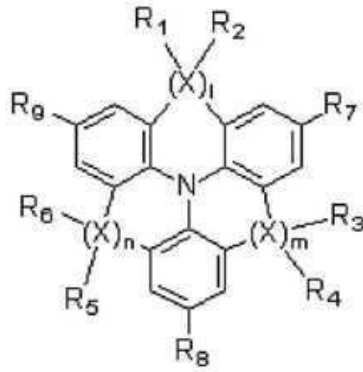
해결하려는 과제

- [0007] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 유기전계발광소자에 사용할 경우 구동전압이 낮고 발광효율이 우수한 축합방향족 화합물을 제공하는 것이다.
- [0008] 본 발명이 이루고자 하는 두 번째 기술적 과제는 상기 축합방향족 화합물을 포함하는 유기전계발광소자를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기 첫 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서, 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 축합방향족 화합물을 제공한다:

[0010] [화학식 1]



[0011]

[0012] 상기 식에서,

[0013] R_1 내지 R_9 는 각각 독립적으로 수소원자, 중수소원자, 할로젠원자, 치환 또는 비치환의 아릴아미노기, 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환의 탄소수 6 - 40의 아릴기, 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴기, 게르마늄기, 인, 보론으로 이루어진 군으로부터 선택되며,

[0014] 이때, R_7 내지 R_9 중 적어도 하나 이상은 질소를 포함하는 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 헤테로 아릴기이고,

[0015] X는 각각 독립적으로 C 또는 S로서, 서로 동일하거나 상이할 수 있으며,

[0016] l, m 및 n은 0 또는 1의 정수이고, l+m+n은 적어도 2 이상이다.

[0017] 본 발명의 일실시예에 의하면, 상기 식에서 인접한 작용기는 서로 결합하여 포화 또는 불포화된 고리 또는 헤테로 원자를 갖는 고리를 형성하는 것을 특징으로 하는 축합방향족 화합물을 제공한다.

[0018] 본 발명의 다른 일실시예에 의하면, 상기 R_1 내지 R_9 는 수소원자, 중수소 원자, 시아노기, 할로젠원자, 히드록시기, 니트로기, 탄소수 1 - 40의 알킬기, 탄소수 1 - 40의 알콕시기, 탄소수 1 - 40의 알킬아미노기, 탄소수 6 - 40의 아릴아미노기, 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴아미노기, 탄소수 1 - 40의 알킬실릴기, 탄소수 6 - 40의 아릴실릴기, 탄소수 6 - 40의 아릴기, 탄소수 3 - 40의 아릴옥시기, 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴기, 게르마늄기, 인, 보론으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 치환기에 의해서 치환될 수 있으며, 상기 치환기는 서로 결합하여 포화 혹은 불포화 고리를 형성할 수 있고, 펜던트 방법으로 함께 부착되거나 또는 융합(fused)될 수 있다.

[0019] 상기 두 번째 기술적 과제를 해결하기 위하여, 본 발명은 애노드; 캐소드; 및 상기 애노드 및 캐소드 사이에 개재되며, 상기 화학식 1로 표시되는 축합방향족 화합물을 포함하는 층을 구비한 유기전계발광소자를 제공한다.

[0020] 본 발명의 일실시예에 따르면, 상기 축합방향족 화합물은 발광층에 포함되는 것이 바람직하다.

발명의 효과

[0021] 본 발명에 따른 화학식 1로 표시되는 축합방향족 화합물을 유기물층에 포함하는 유기전계발광소자는 구동전압이 낮고, 발광효율이 우수하기 때문에 디스플레이 및 조명 등에 유용하게 사용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0022] 도 1은 본 발명의 일 구체예에 따른 유기전계발광소자의 개략도이다.

도 2는 본 발명에 따른 축합방향족 화합물을 대표 구조를 나타낸 화학식이다.

<도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>

10: 기판

20: 애노드

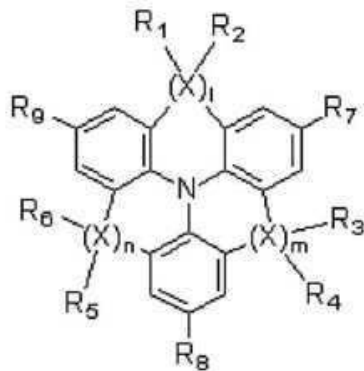
30: 정공주입층 40: 정공수송층
50: 유기발광층 60: 전자수송층
70: 전자주입층 80: 캐소드

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0023] 이하, 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.

[0024] 본 발명에 따른 축합방향족 화합물은 하기 화학식 1로 표시되는 것을 특징으로 한다.

[0025] [화학식 1]



[0026] 상기 식에서,

[0028] R1 내지 R9는 각각 독립적으로 수소원자, 중수소원자, 할로젠원자, 치환 또는 비치환의 아릴아미노기, 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 아릴옥시기, 치환 또는 비치환의 탄소수 6 - 40의 아틸기, 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 헤테로아틸기, 게르마늄기, 인, 보론으로 이루어진 군으로부터 선택되며,

[0029] 이때, R7 내지 R9 중 적어도 하나 이상은 질소를 포함하는 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 헤테로 아틸기 이고,

[0030] X는 각각 독립적으로 C 또는 S로서, 서로 동일하거나 상이할 수 있으며,

[0031] l, m 및 n은 0 또는 1의 정수이고, l+m+n은 적어도 2 이상이다.

[0032] 본 발명의 일실시예에 의하면, 상기 식에서 인접한 작용기는 서로 결합하여 포화 또는 불포화된 고리 또는 헤테로 원자를 갖는 고리를 형성할 수 있다.

[0033] 또한 본 발명의 다른 일실시예에 의하면, 상기 R1 내지 R9는 수소원자, 중수소 원자, 시아노기, 할로젠원자, 히드록시기, 니트로기, 탄소수 1 - 40의 알킬기, 탄소수 1 - 40의 알콕시기, 탄소수 1 - 40의 알킬아미노기, 탄소수 6 - 40의 아릴아미노기, 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴아미노기, 탄소수 1 - 40의 알킬실릴기, 탄소수 6 - 40의 아릴실릴기, 탄소수 6 - 40의 아틸기, 탄소수 3 - 40의 아틸옥시기, 탄소수 3 - 40의 헤테로아틸기, 게르마늄기, 인, 보론으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 치환기에 의해서 치환될 수 있으며, 상기 치환기는 서로 결합하여 포화 혹은 불포화 고리를 형성할 수 있고, 펜던트 방법으로 함께 부착되거나 또는 융합(fused)될 수 있다.

[0034] 본 발명에 따른 축합방향족 화합물에 있어서, 상기 화학식 1의 치환기들을 보다 구체적으로 설명하면 하기와 같다.

[0035] 본 발명에서 사용되는 치환기인 알킬기의 구체적인 예로는 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 펜틸기, iso-아틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 스테아릴기, 트리클로로메틸기, 트리플루오르메틸기 등을 들 수 있으며, 상기 알킬기 중 하나 이상의 수소 원자는 중수소 원자, 할로젠 원자, 히드록시기, 니트로기, 시아노기, 트리플루오르메틸기, 실릴기(이 경우 "알킬실릴기"라 함), 치환 또는 비치환된 아미노기(-NH2, -NH(R), -N(R')(R'')), 여기서 R, R' 및 R''은 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 24의 알킬기임(이 경우 "알킬아미노기"라 함)), 아미디노기, 히드라진기, 히드라존기, 카르복실기, 술폰산기, 인산기, 탄소수 1 내지 24의 알킬기, 탄소수 1 내지 24의 할로겐화된 알킬기, 탄소수 2 내지 24의 알케닐기, 탄소수 2 내지 24의 알키닐기, 탄소

수 1 내지 24의 헤테로알킬기, 탄소수 5 내지 24의 아릴기, 탄소수 6 내지 24의 아릴알킬기, 탄소수 3 내지 24의 헤테로아릴기 또는 탄소수 3 내지 24의 헤테로아릴알킬기로 치환될 수 있다.

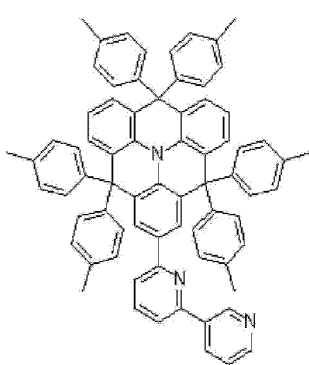
[0036] 본 발명의 화합물에서 사용되는 치환기인 알콕시기의 구체적인 예로는 메톡시기, 에톡시기, 프로폭시기, 이소부틸옥시기, sec-부틸옥시기, 펜틸옥시기, iso-아밀옥시기, 헥실옥시기 등을 들 수 있으며, 상기 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환가능하다.

[0037] 본 발명의 화합물에서 사용되는 치환기인 할로겐기의 구체적인 예로는 플루오르(F), 클로린(Cl), 브롬(Br) 등을 들 수 있다.

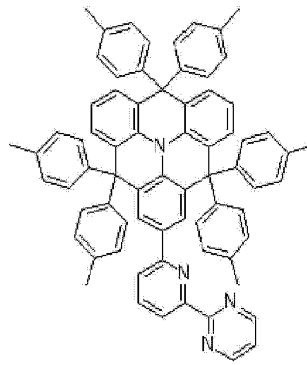
[0038] 본 발명의 화합물에서 사용되는 치환기인 아릴기의 구체적인 예로는 페닐기, 2-메틸페닐기, 3-메틸페닐기, 4-메틸페닐기, 4-에틸페닐기, o-비페닐기, m-비페닐기, p-비페닐기, 4-메틸비페닐기, 4-에틸비페닐기, o-터페닐기, m-터페닐기, p-터페닐기, 1-나프틸기, 2-나프틸기, 1-메틸나프틸기, 2-메틸나프틸기, 안트릴기, 페난트릴기, 피레닐기, 플루오레닐기, 테트라히드로나프틸기 등과 같은 방향족 그룹을 들 수 있으며, 상기 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환기로 치환가능하다.

[0039] 본 발명의 화합물에서 사용되는 치환기인 헤테로아릴기의 구체적인 예로는 피리디닐기, 피리미디닐기, 트리아지닐기, 인돌리닐기, 퀴놀리닐기, 피롤리디닐기, 피페리디닐기, 모폴리디닐기, 피페라디닐기, 카바졸릴기, 옥사졸릴기, 옥사디아졸릴기, 벤조옥사졸릴기, 치아졸릴기, 치아디아졸릴기, 벤조치아졸릴기, 트리아졸릴기, 이미다졸릴기, 벤조이미다졸기 등이 있으며, 상기 헤테로아릴기 중 하나 이상의 수소 원자는 상기 알킬기의 경우와 동일한 치환기로 치환가능하다.

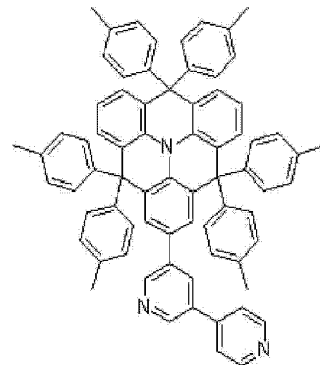
[0040] 본 발명에 따른 축합방향족 화합물은 하기 [화학식 2] 내지 [화학식 79]로 표시되는 화합물 중 어느 하나일 수 있다.



[0041]

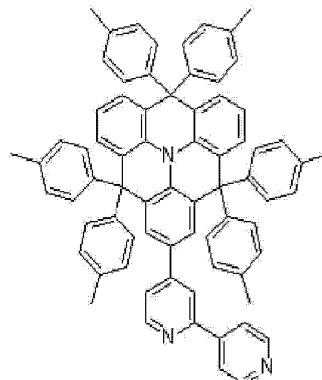
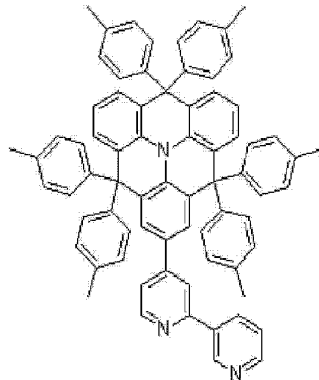
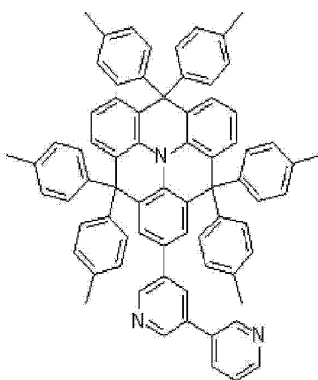


[화학식 3]



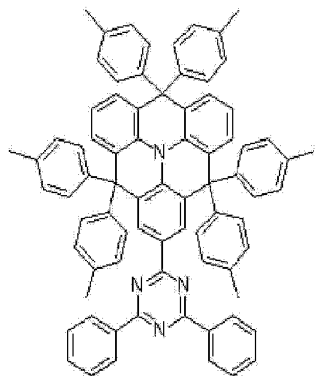
[화학식 4]

[화학식 2]

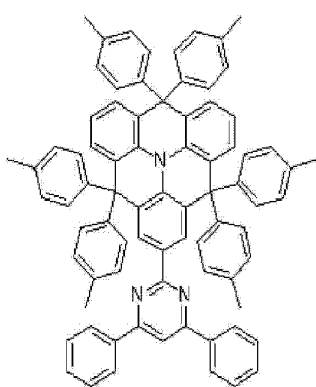


[0043]

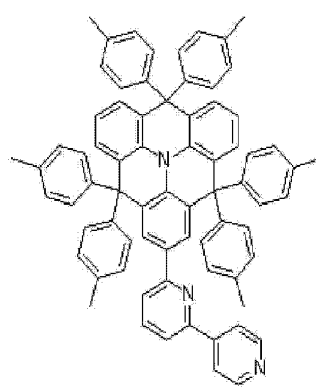
[화학식 5]



[화학식 6]

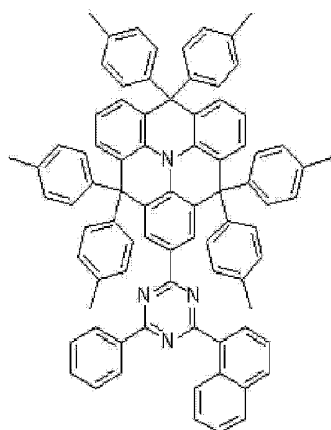


[화학식 7]

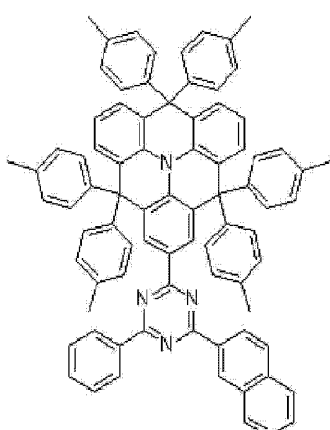


[0044]

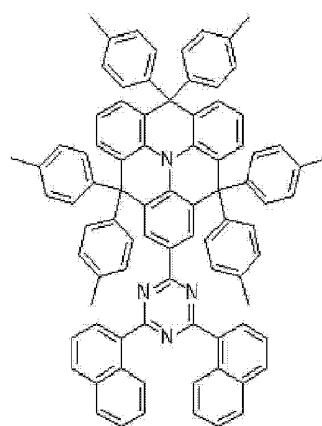
[화학식 8]



[화학식 9]

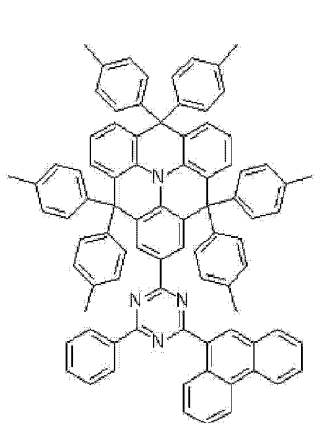


[화학식 10]

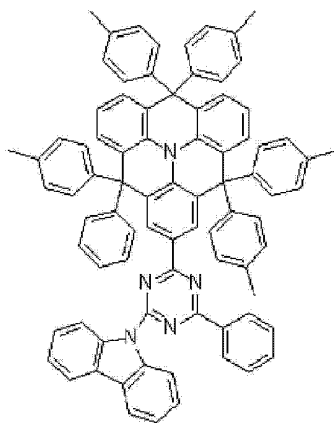


[0045]

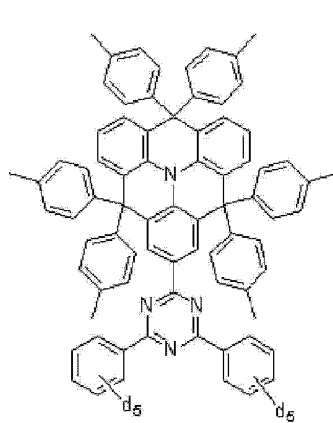
[화학식 11]



[화학식 12]

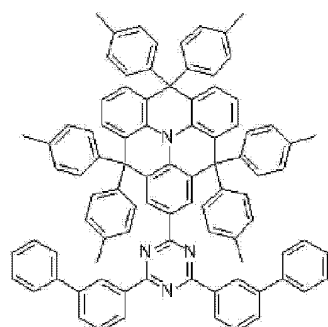


[화학식 13]

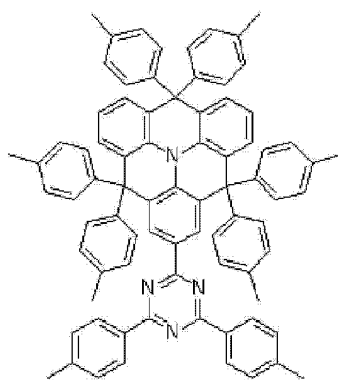


[0046]

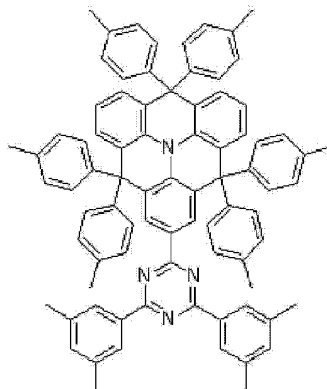
[화학식 14]



[화학식 15]

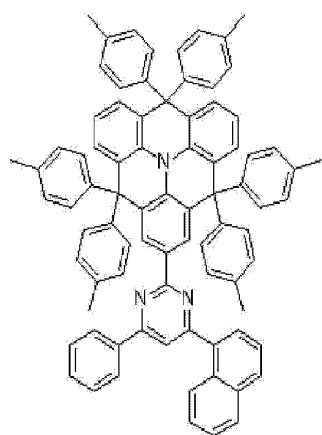


[화학식 16]

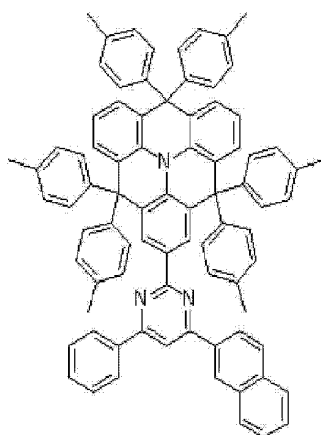


[0047]

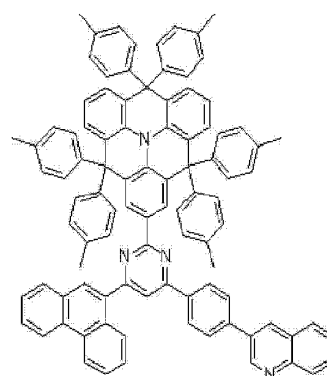
[화학식 17]



[화학식 18]

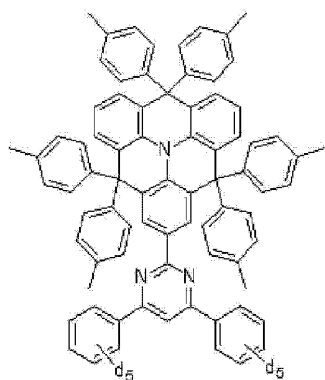


[화학식 19]

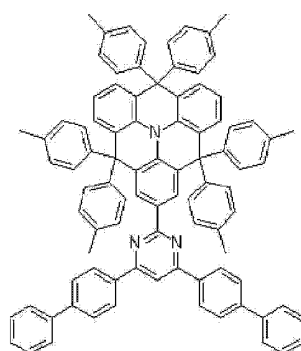


[0048]

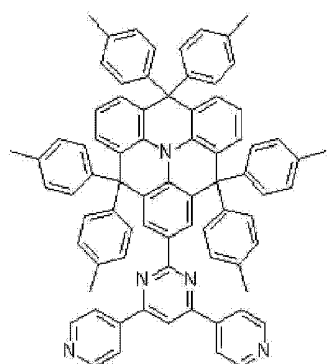
[화학식 20]



[화학식 21]

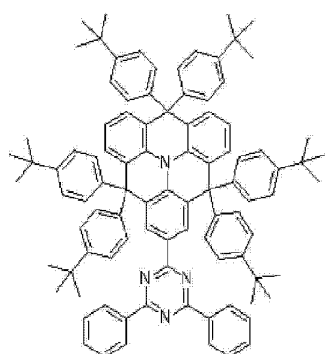


[화학식 22]

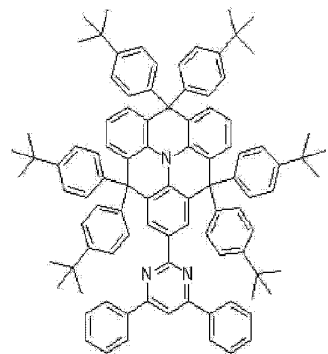


[0049]

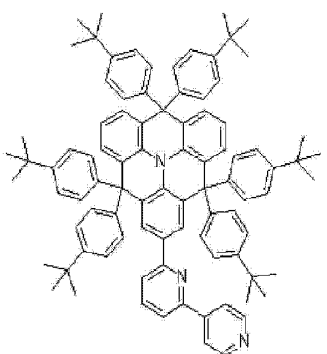
[화학식 23]



[화학식 24]



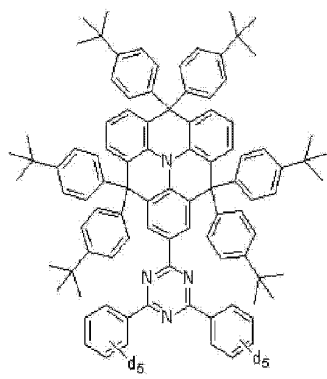
[화학식 25]



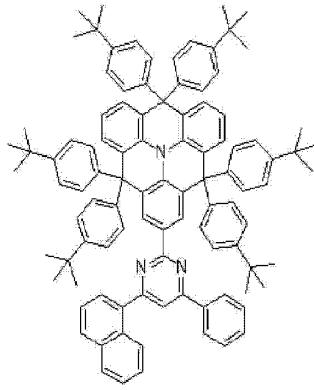
[0050]

[0051]

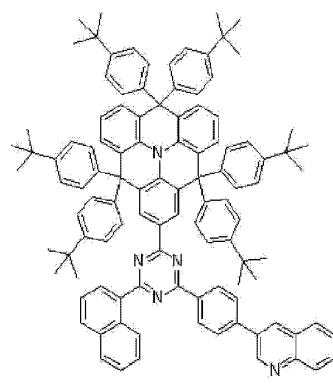
[화학식 26]



[화학식 27]

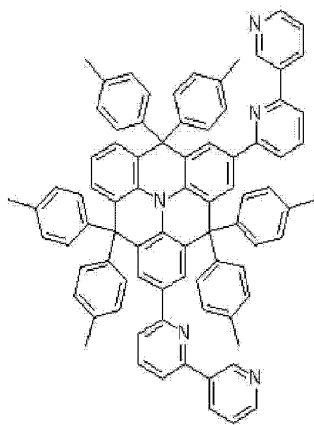


[화학식 28]

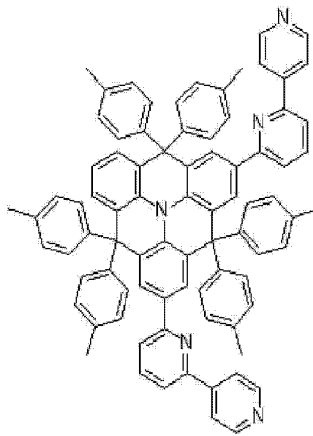


[0052]

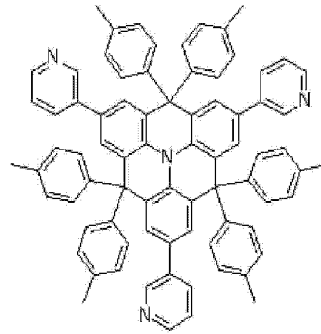
[화학식 29]



[화학식 30]

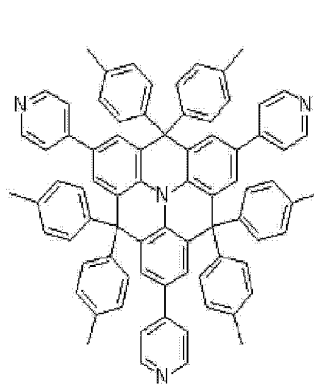


[화학식 31]

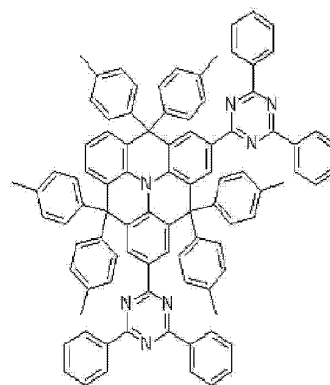


[0053]

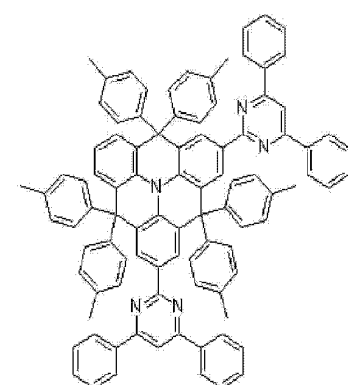
[화학식 32]



[화학식 33]



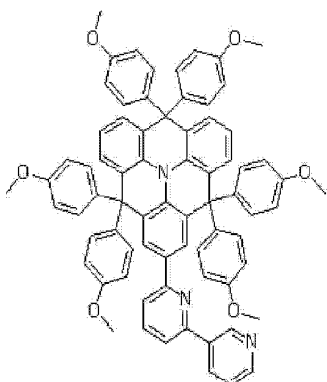
[화학식 34]



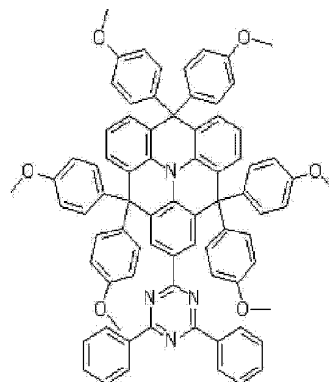
[0054]

[0055]

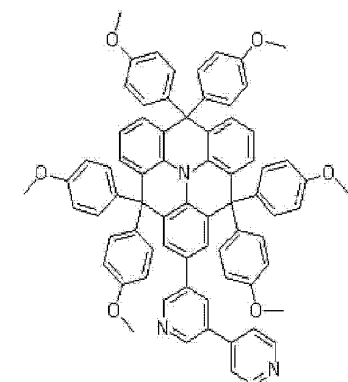
[화학식 35]



[화학식 36]

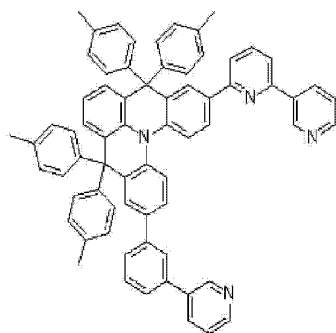


[화학식 37]

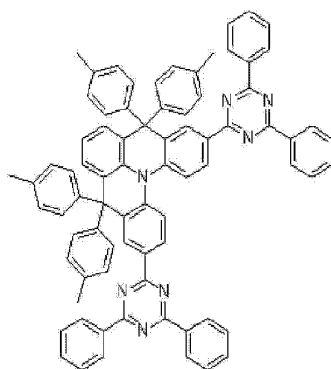


[0056]

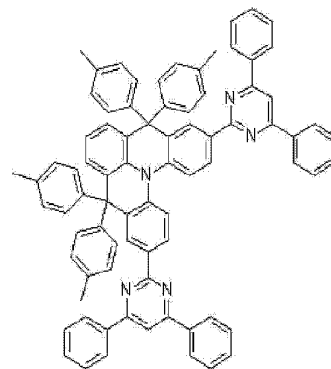
[화학식 38]



[화학식 39]

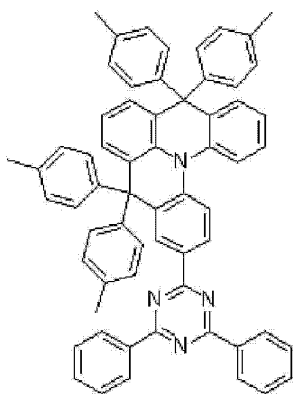


[화학식 40]

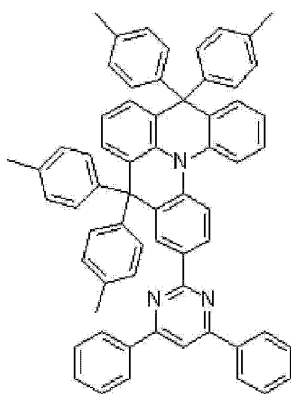


[0057]

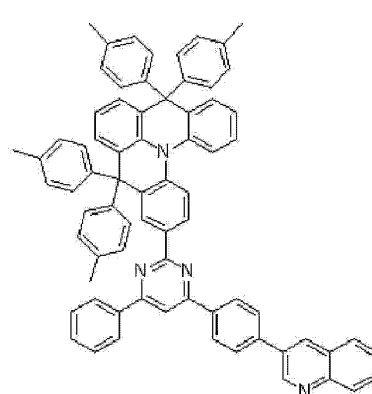
[화학식 41]



[화학식 42]

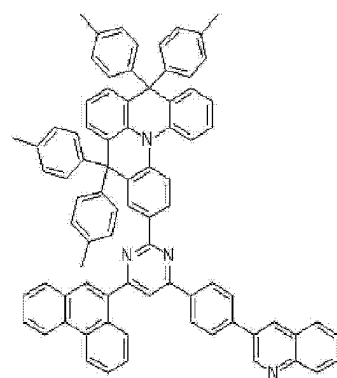


[화학식 43]

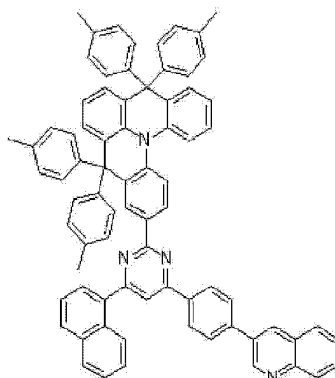


[0058]

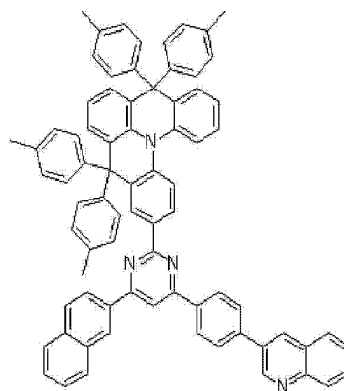
[화학식 44]



[화학식 45]

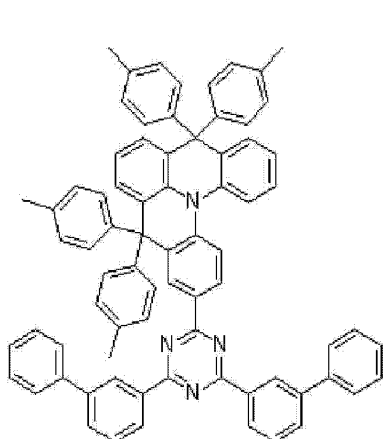


[화학식 46]

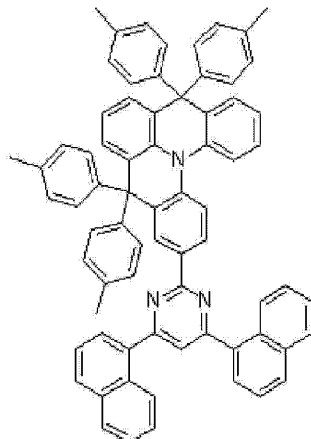


[0059]

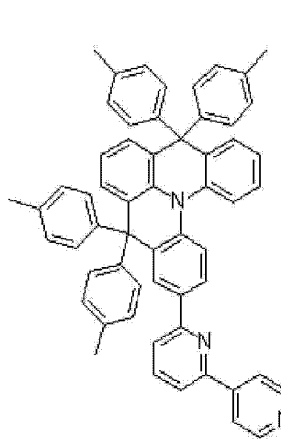
[화학식 47]



[화학식 48]

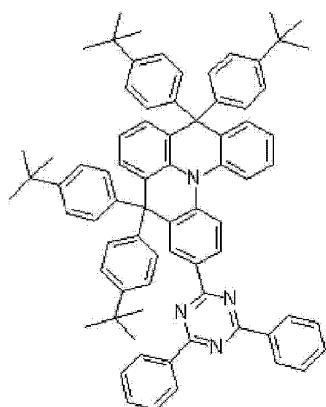


[화학식 49]

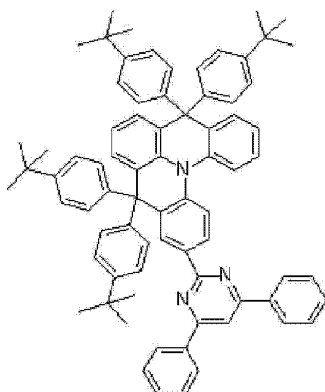


[0060]

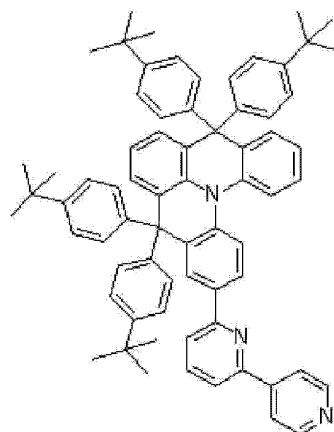
[화학식 50]



[화학식 51]

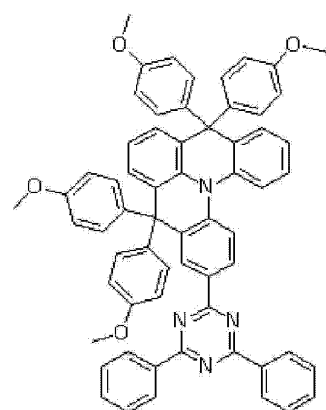


[화학식 52]

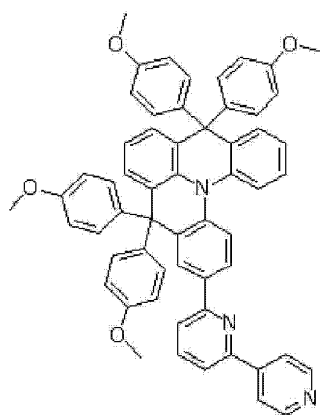


[0061]

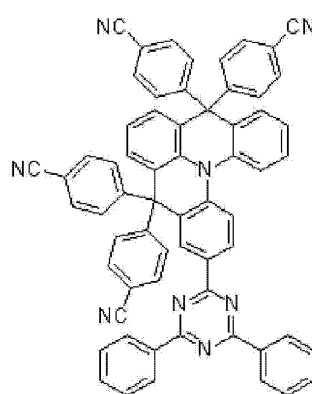
[화학식 53]



[화학식 54]

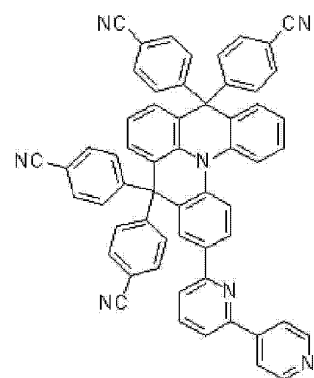


[화학식 55]

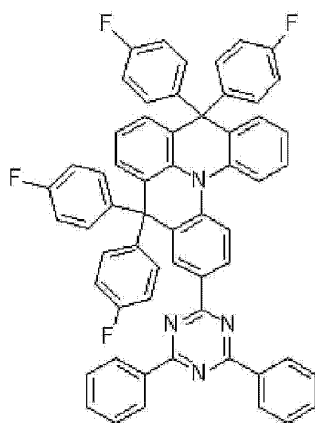


[0062]

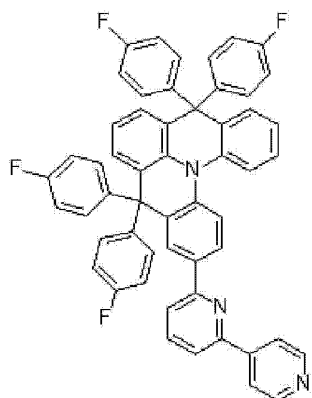
[화학식 56]



[화학식 57]

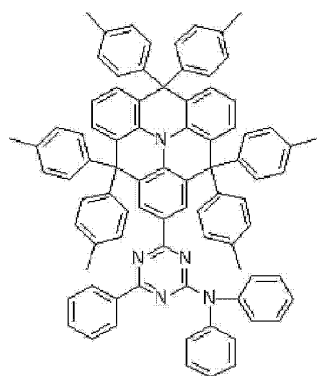


[화학식 58]

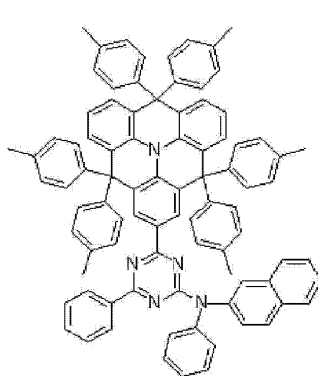


[0063]

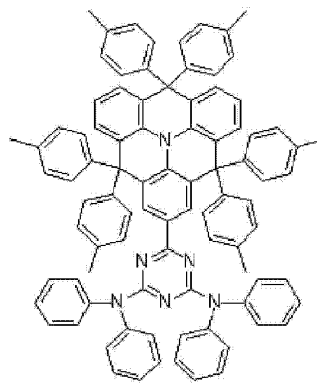
[화학식 59]



[화학식 60]

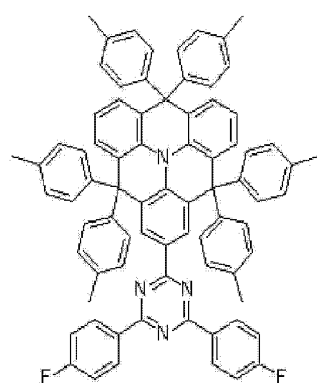


[화학식 61]

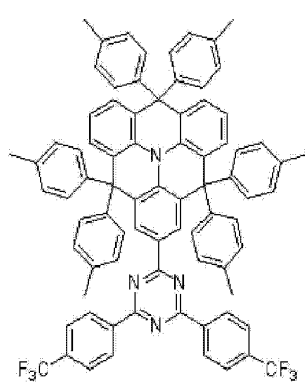


[0064]

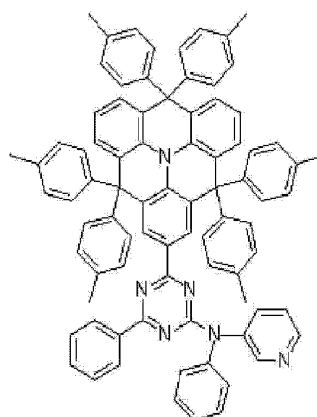
[화학식 62]



[화학식 63]



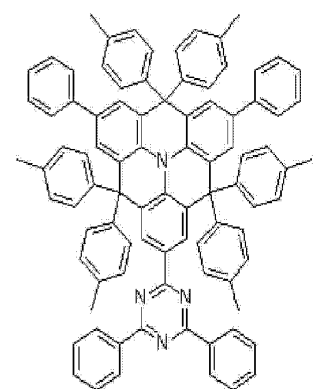
[화학식 64]



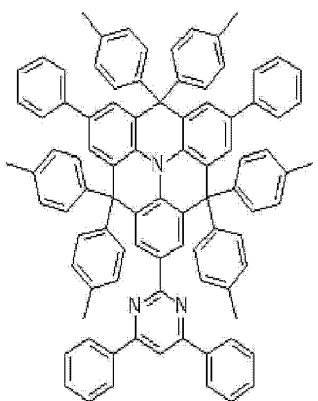
[0065]

[0066]

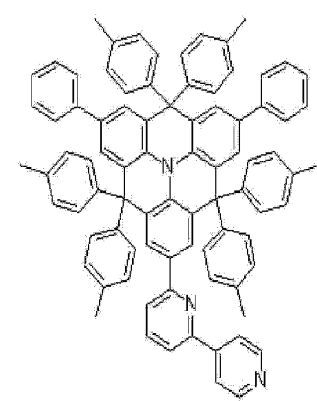
[화학식 65]



[화학식 66]

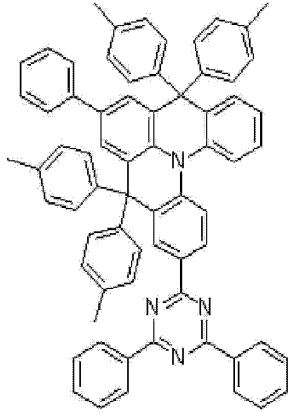


[화학식 67]

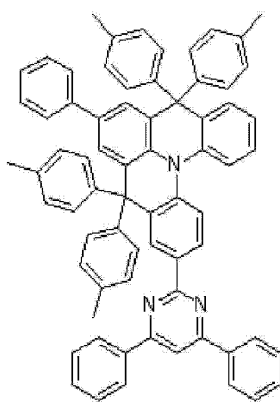


[0067]

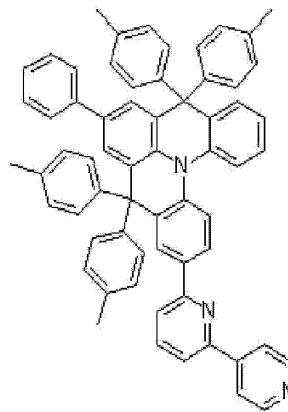
[화학식 68]



[화학식 69]

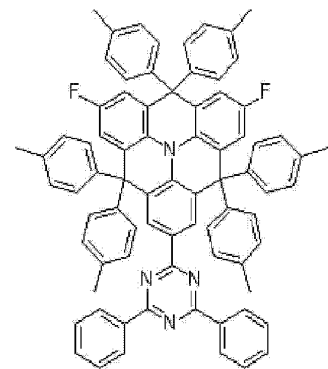


[화학식 70]

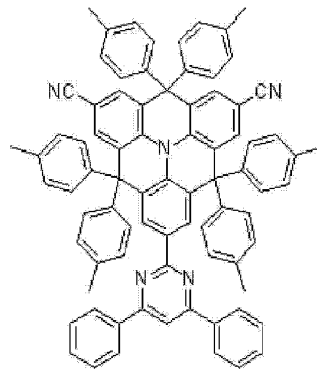


[0068]

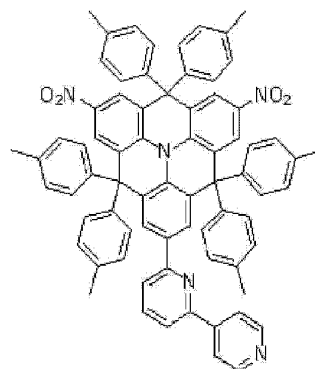
[화학식 71]



[화학식 72]

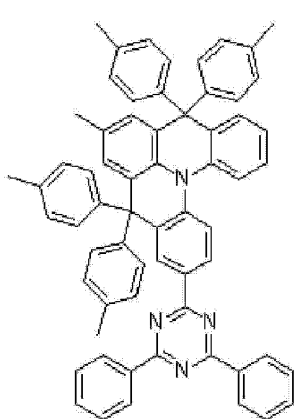


[화학식 73]

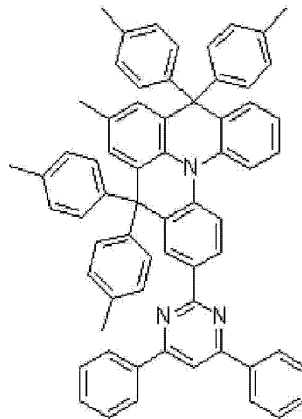


[0069]

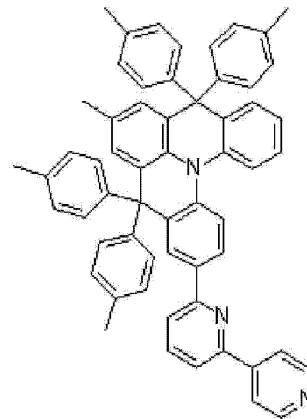
[화학식 74]



[화학식 75]



[화학식 76]



[0070]

[0071]

[화학식 77]

[화학식 78]

[화학식 79]

[0072] 또한, 본 발명은 애노드; 캐소드; 및 상기 애노드 및 캐소드 사이에 개재되며, 상기 화학식 1로 표시되는 축합 방향족 화합물을 포함하는 층을 구비한 유기전계발광소자를 제공한다.

[0073] 이때, 상기 축합방향족 화합물이 함유된 층은 상기 애노드 및 캐소드 사이의 발광층인 것이 바람직하며, 애노드 및 캐소드 사이에는 정공주입층, 정공수송층, 전자저지층, 정공저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 층을 더 포함할 수 있다.

[0074] 또한, 본 발명의 다른 일실시예에 의하면, 상기 발광층의 두께는 50 내지 2,000 Å인 것이 바람직하다.

[0075] 또한 본 발명의 다른 일실시예에 의하면, 상기 애노드 및 캐소드 사이에 정공주입층, 정공수송층, 전자저지층, 정공저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 층을 더 포함할 수 있으며,

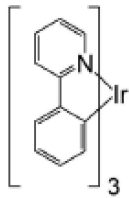
이때 정공주입층, 정공수송층, 발광층, 전자저지층, 정공저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나 이상의 층은 용액공정으로 제조될 수 있다.

[0076] 본 발명에서도 상기 정공수송층의 재료로서 당업계에 통상적으로 사용되는 것인 한 특별히 제한되지 않으며, 예를 들어, N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(TPD) 또는 N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐 벤지딘(a-NPD) 등을 사용할 수 있다.

[0077] 상기 정공수송층의 하부에는 정공주입층(HIL: Hole Injecting Layer)을 추가적으로 더 적층할 수 있는데, 상기 정공주입층 재료 역시 당업계에서 통상적으로 사용되는 것인 한 특별히 제한되지 않고 사용할 수 있으며, 예를 들어 CuPc(copper phthalocyanine) 또는 스타버스트(Starburst)형 아민류인 TCTA(4,4',4"-tri(N-carbazolyl)triphenyl-amine), m-MTDATA(4,4',4"-tris-(3-methylphenylphenylamino)triphenylamine) 등을 사용할 수 있다.

[0078] 또한, 본 발명의 다른 일실시예에 의하면, 상기 발광층의 두께는 50 내지 2,000 Å인 것이 바람직하며, 상기 발광층은 하기 구조식의 Ir(ppy)₃를 추가로 포함할 수 있다.

[0079] [Ir(ppy)₃]



[0080]

[0081] 또한, 본 발명에 따른 유기전계발광소자에 사용되는 상기 전자수송층은 캐소드로부터 공급된 전자를 유기발광층으로 원활히 수송하고 상기 유기발광층에서 결합하지 못한 정공의 이동을 억제함으로써 발광층 내에서 재결합할 수 있는 기회를 증가시키는 역할을 한다. 상기 전자수송층 재료로는 당 기술분야에서 통상적으로 사용되는 것인 한 특별히 제한되지 않고 사용할 수 있음은 물론이며, 예를 들어 옥사디아졸 유도체인 PBD, BMD, BND 또는 Alq₃ 등을 사용할 수 있다.

[0082] 한편, 상기 전자수송층의 상부에는 캐소드로부터의 전자 주입을 용이하게 해주어 궁극적으로 파워효율을 개선시키는 기능을 수행하는 전자주입층(EIL: Electron Injecting Layer)을 더 적층시킬 수도 있는데, 상기 전자주입층 재료 역시 당 기술분야에서 통상적으로 사용되는 것인 한 특별히 제한없이 사용할 수 있으며, 예를 들어, LiF, NaCl, CsF, Li₂O, BaO 등의 물질을 이용할 수 있다.

[0083] 본 발명에 따른 유기전계발광소자는 표시소자, 디스플레이 소자 및 단색 또는 백색 조명용 소자 등에 사용될 수 있다.

[0084] 도 1은 본 발명의 유기전계발광소자의 구조를 나타내는 단면도이다. 본 발명에 따른 유기전계발광소자는 애노드(20), 정공수송층(40), 유기발광층(50), 전자수송층(60) 및 캐소드(80)를 포함하며, 필요에 따라 정공주입층(30)과 전자주입층(70)을 더 포함할 수 있으며, 그 이외에도 1층 또는 2층의 중간층을 더 형성하는 것도 가능하며, 정공저지층 또는 전자저지층을 더 형성시킬 수도 있다.

[0085] 도 1을 참조하여 본 발명의 유기전계발광소자 및 그 제조방법에 대하여 살펴보면, 다음과 같다. 먼저 기판(10) 상부에 애노드 전극용 물질을 코팅하여 애노드(20)를 형성한다. 여기에서 기판(10)으로는 통상적인 유기 EL 소자에서 사용되는 기판을 사용하는데 투명성, 표면 평활성, 취급용이성 및 방수성이 우수한 유기 기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 그리고, 애노드 전극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화인듐아연(IZO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO) 등을 사용한다.

[0086] 상기 애노드(20) 전극 상부에 정공 주입층 물질을 진공열 증착, 또는 스핀 코팅하여 정공주입층(30)을 형성한다. 그 다음으로 상기 정공주입층(30)의 상부에 정공수송층 물질을 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 정공수송층(40)을 형성한다. 이어서, 상기 정공수송층(40)의 상부에 유기발광층(50)을 적층하고 상기 유기발광층(50)의 상부에 선택적으로 정공저지층(미도시)을 진공 증착 방법, 또는 스핀 코팅 방법으로서 박막을 형성할 수 있다. 상기 정공저지층은 정공이 유기발광층을 통과하여 캐소드로 유입되는 경우에는 소자의 수명과 효율이 감소되기 때문에 HOMO(Highest Occupied Molecular Orbital) 레벨이 매우 낮은 물질을 사용함으로써 이러한 문제

를 방지하는 역할을 한다. 이 때, 사용되는 정공 저지 물질은 특별히 제한되지는 않으나 전자수송능력을 가지면서 발광 화합물보다 높은 이온화 포텐셜을 가져야 하며 대표적으로 BAlq, BCP, TPBI 등이 사용될 수 있다.

[0087] 이러한 정공저지층 위에 전자수송층(60)을 진공 증착 방법, 또는 스핀 코팅 방법을 통해 증착한 후에 전자주입층(70)을 형성하고 상기 전자주입층(70)의 상부에 캐소드 형성용 금속을 진공 열증착하여 캐소드(80) 전극을 형성함으로써 유기 EL 소자가 완성된다. 여기에서 캐소드 형성용 금속으로는 리튬(Li), 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘(Ca), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag) 등을 사용할 수 있으며, 전면 발광 소자를 얻기 위해서는 ITO, IZO를 사용한 투과형 캐소드를 사용할 수 있다.

[0088] 또한, 본 발명의 다른 일실시예에 의하면, 상기 정공주입층, 정공수송층, 전자저지층, 발광층, 정공저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로부터 선택된 하나 이상의 층은 단분자 증착방식 또는 용액공정에 의하여 형성될 수 있으며, 본 발명에 따른 유기전계발광소자는 표시소자, 디스플레이 소자 및 단색 또는 백색 조명용 소자에 사용될 수 있다.

[0089] 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명을 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 이에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.

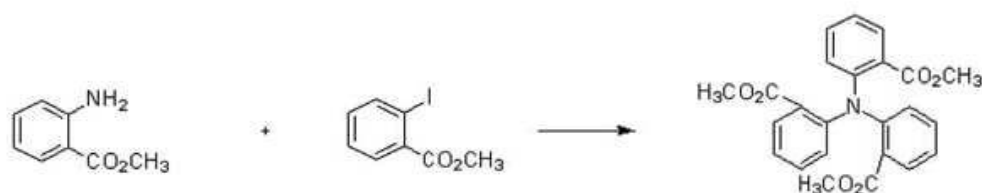
[0090] <실시예>

[0091] <합성예 1> 화학식 10의 화합물의 합성

[0092] 1-1. 화학식 1-a의 합성

[0093] 하기 반응식 1에 의하여 < 1-a >를 합성하였다.

[0094] [반응식 1]



[0095]

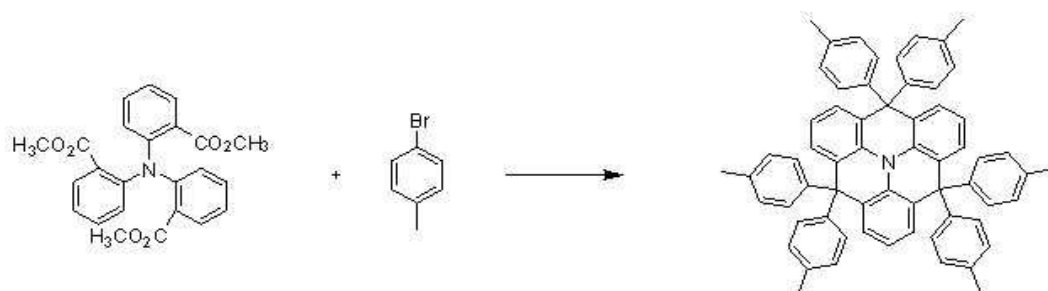
[0096] < 1-a >

[0097] 500ml 둥근 바닥 플라스크에 메틸-2-아미노벤조에이트 29.0 g(0.192 mol), 메틸-2-아이오도벤조에이트 130.71 g(0.499 mol), 구리분말 2.44 g(0.038 mol), 아이오도 구리 3.65 g(0.019 mol), 탄산칼륨 61.00 g(0.44 mol)에 디페닐에테르 240 ml 를 넣은 후, 190도에서 48시간 교반시켰다. 반응이 종료가 되면, 감압 여과하고 헥산과 에틸아세테이트를 전개 용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 < 1-a >를 37.5 g, 46.6 % 얻었다.

[0098] 1-2. 1-b의 합성

[0099] 하기 반응식 2에 의하여 < 1-b >를 합성하였다.

[0100] [반응식 2]



[0101]

[0102] < 1-b >

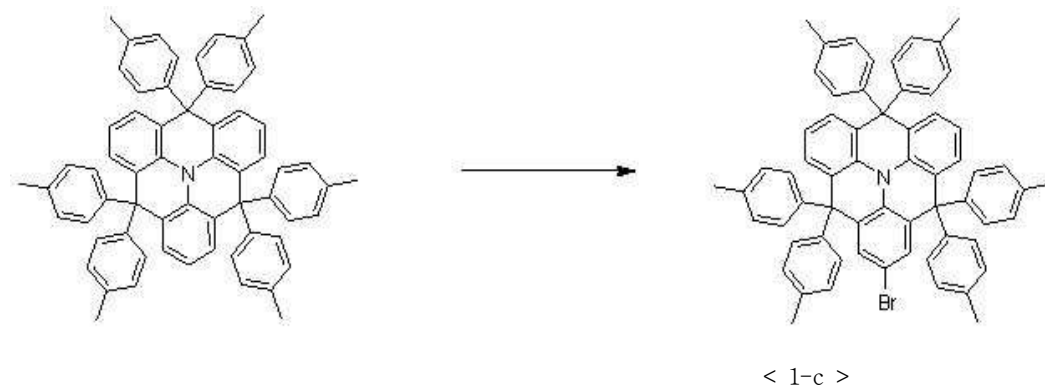
[0103] 5000ml의 둥근바닥 플라스크에 상기 반응 1-1로부터 얻은 < 1-a >을 넣은 후 에틸에테르 1200 mL를 투입하고 질

소 상태에서 30분간 교반을 시키고 반응물의 온도를 -78도까지 내린 후 1.6몰 노르말 부틸리튬 592.3 ml (0.948 mol)을 1시간 동안 적가시킨다. 동일한 온도에서 2시간 동안 교반 후 테트라하이드로퓨란에 녹인 4-브로모 톨루엔 160.56 g(0.940 mol)를 30분 동안 적가시키고 실온에서 12시간 교반 후 소량의 물을 넣는다. 30분간 교반 후 용매를 감압 증류를 실시하고, 생성된 고체를 끓는 에탄올에서 교반 시킨 후 감압 여과를 하고 물, 에탄올과 헥산으로 씻어주고 건조시킨다. 건조된 물질에 아세트산 1200 ml을 넣고 끓이고 염산 120 ml를 천천히 적가시킨 후 3시간 동안 환류 시키고 차가운 물을 넣고 교반 후 생성된 고체를 감압 여과를 하고 에탄올로 씻어주고 헥산과 메틸렌 클로라이드를 전개 용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 < 1-b >를 64.0 g, 81.7 % 얻었다.

[0104] 1-3. 1-c의 합성

[0105] 하기 반응식 3에 의하여 < 1-c >를 합성하였다.

[0106] [반응식 3]

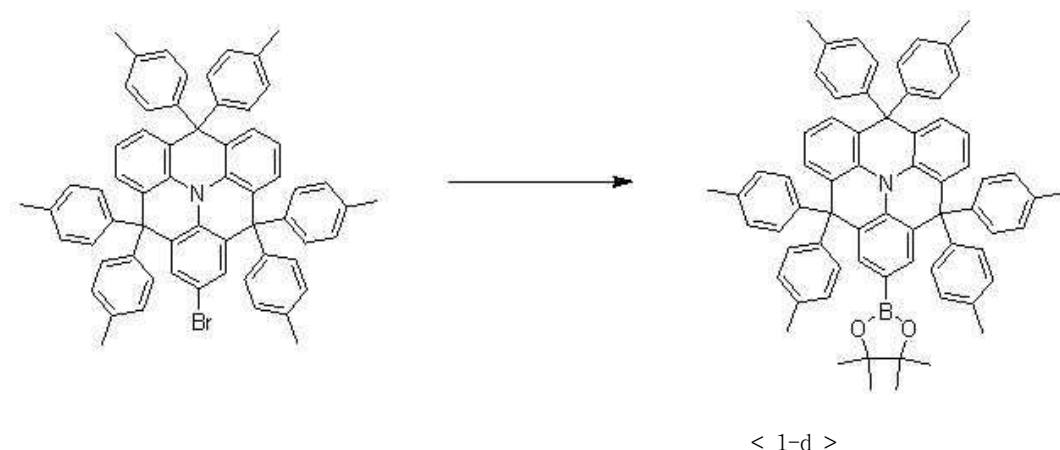


[0109] 2000ml의 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 1-2로부터 얻은 < 1-b > 30.0 g(0.036 mol)을 클로로포름 1200 ml에 녹이고 N-bromosuccinimide 6.5 g(0.036 mol)을 천천히 첨가하고 상온에서 5시간 동안 교반을 시킨다. 반응이 종료되면 상기 용액을 상온에서 유기층을 분리하여 감압 농축한 후, 헥산과 염화메틸렌을 전개용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 < 1-c > 31.8 g, 92 %를 얻었다.

[0110] 1-4. 1-d의 합성

[0111] 하기 반응식4에 의하여 < 1-d >를 합성하였다.

[0112] [반응식 4]

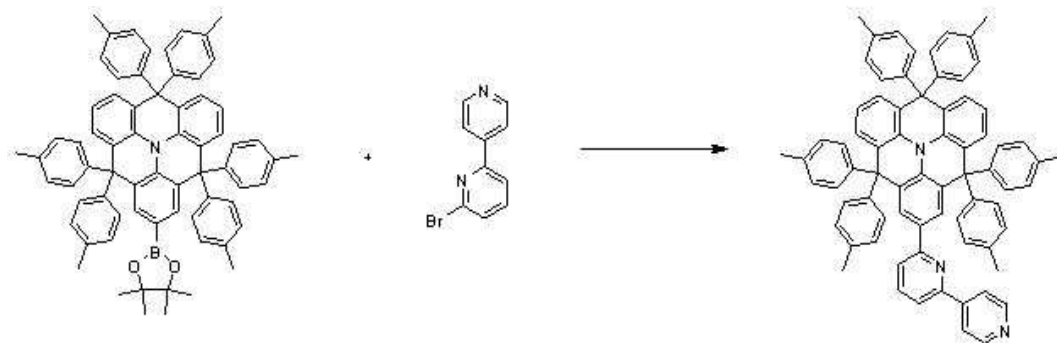


[0115] 500ml 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 1-3으로부터 얻은 < 1-c > 31.8 g(0.035 mol), 비스(피나코레이트) 디보론 13.4 g(0.053mol), PdCl₂(dppf) 0.865 g (0.001 mol), 칼륨아세테이트 8.00 g(0.106 mol)과 톨루엔 320 ml를 넣고 12시간 환류 시킨다. 반응이 종결되면 온도를 상온으로 내리고 톨루엔과 물을 사용해 추출을 실시한다. 유기층을 감압농축후 헥산과 염화메틸렌을 전개용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 < 1-d >를 17.5 g, 52.3 % 얻었다.

[0116] 1-5. 화학식 10의 화합물 합성

[0117] 하기 반응식 5에 의하여 화학식 10을 합성하였다.

[0118] [반응식 5]



[0119]

[0120]

화학식 10

[0121] 250ml 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 1-4로부터 얻은 < 1-d > 5.3 g(0.006 mol), 브로모 비피리딘 1.2 g(0.005 mol), 테트라키스트리페닐포스핀 팔라듐 0.12 g(0.1 mmol)과 탄산칼륨 1.4 g(0.01 mol)에 테트라하이드로퓨란 60 ml, 톨루엔 60 ml과 물 20 ml를 넣고 12시간 환류시킨다. 반응 종료 후 상온으로 온도를 내리고 톨루엔과 물을 사용해 추출을 실시한다. 유기층을 감압 농축 후 헥산과 에틸아세테이트를 전개용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 화학식 10을 3.2 g, 64.1 % 얻었다.

[0122] ^1H NMR (300MHz, CDCl_3) : σ 8.70 (d, 2H), 7.60-7.80(m, 6H), 7.40(d, 1H), 6.90-7.10(m, 18H), 6.60-6.80(m, 12H), 2.50(s, 12H), 2.40(s, 6H)

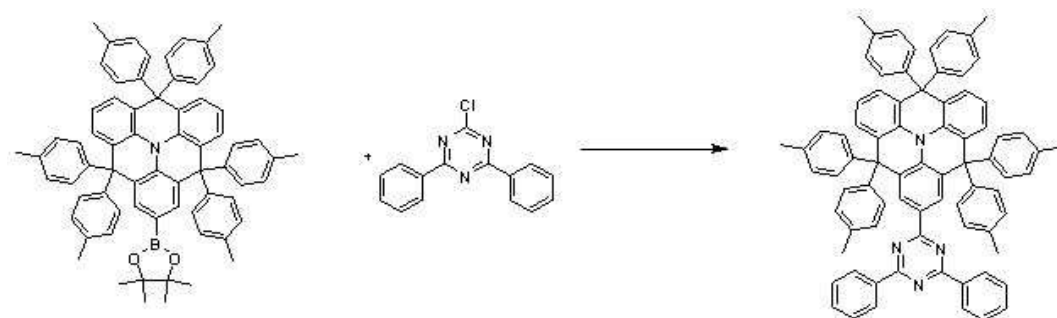
[0123] MS(MALDI-TOF): m/z 975.5 $[\text{M}]^+$

[0124] 2. 합성예: 화학식8의 화합물 합성

[0125] 2-1. 화학식 8의 합성

[0126] 하기 반응식 6에 의하여 화학식 8을 합성하였다.

[0127] [반응식 6]



[0128]

[0129]

화학식 8

[0130] 250ml 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 1-4로부터 얻은 < 1-d > 5.8 g (0.006 mol), 클로로디페닐트리아진 1.5 g(0.005 mol), 테트라키스트리페닐포스핀 팔라듐 0.13 g(0.1 mmol)과 탄산칼륨 1.5 g(0.01 mol)에 테트라하이드로퓨란 60 ml, 톨루엔 60 ml과 물 20 ml를 넣고 12시간 환류시킨다. 반응 종료 후 상온으로 온도를 내리고 톨루엔과 물을 사용해 추출을 실시한다. 유기층을 감압 농축 후 염화메틸렌과 아세톤을 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 화학식 10을 3.3 g, 60.2% 얻었다.

[0131] ^1H NMR (300MHz, CDCl_3) : σ 8.50 (d, 4H), 8.2(s, 2H), 7.45-7.60(m, 6H), 7.05-7.15(m, 4H), 6.85-7.00(m, 14H), 6.60-6.80(m, 12H), 2.40(s, 12H), 2.30(s, 6H)

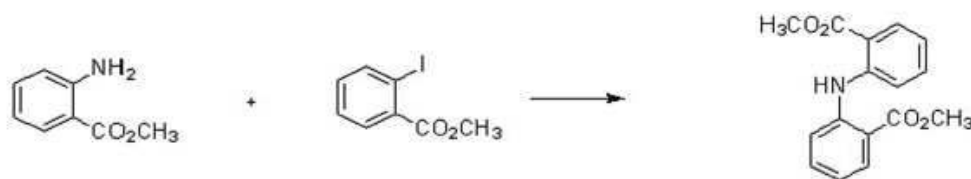
[0132] MS(MALDI-TOF): m/z 1052.5 $[\text{M}]^+$

[0133] 합성예 3. 화학식73의 화합물의 합성

[0134] 3-1. 3-a의 합성

[0135] 하기 반응식 하기 반응식 7에 의하여 < 3-a >를 합성하였다.

[0136] [반응식 7]



[0137]

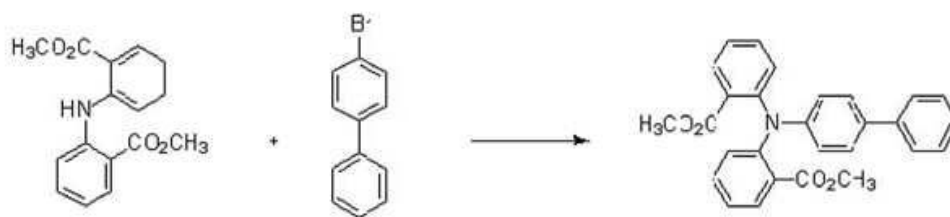
[0138] < 3-a >

[0139] 500ml 둥근 바닥 플라스크에 메틸-2-아미노벤조에이트 25.00 g(0.165 mol), 메틸-2-아이오도벤조에이트 52.01 g(0.198 mol), 구리 1.05 g(0.017 mol), 아이오도 구리 1.57 g (0.008 mol) 탄산칼륨 27.43 g(0.198 mol)에 디페닐에테르 200ml를 넣은 후, 190도에서 48시간 교반시켰다. 반응이 종료가 되면 여과를 하고 헥산과 에틸아세테이트를 전개 용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 < 3-a >를 28.3 g, 60.0 % 얻었다.

[0140] 3-2. 3-b의 합성

[0141] 하기 반응식 하기 반응식 8에 의하여 < 3-b >를 합성하였다.

[0142] [반응식 8]



[0143]

[0144] < 3-b >

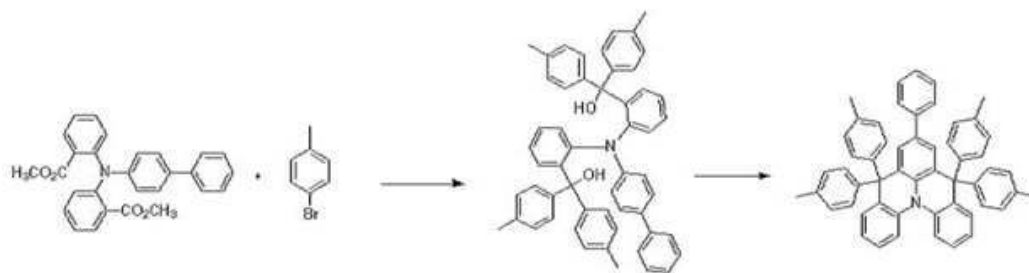
[0145] 500ml의 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 3-1로부터 얻은 < 3-a > 28.0 g(0.098 mol), 4-브로모비페닐 27.45 g(0.118 mol), 구리분말 0.62 g(0.010 mol), 아이오도 구리 0.93 g(0.005 mol), 탄산칼륨 16.28 g(0.118 mol)에 디페닐에테르 200ml를 넣은 후, 190도에서 48시간 교반시켰다. 반응이 종료가 되면 여과를 하고 헥산과 에틸아세테이트를 전개 용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 < 3-b >를 31.5 g, 73.4% 얻었다.

[0146]

[0147] 3-3. 3-c의 합성

[0148] 하기 반응식 9에 의하여 < 3-c >를 합성하였다.

[0149] [반응식 9]



[0150]

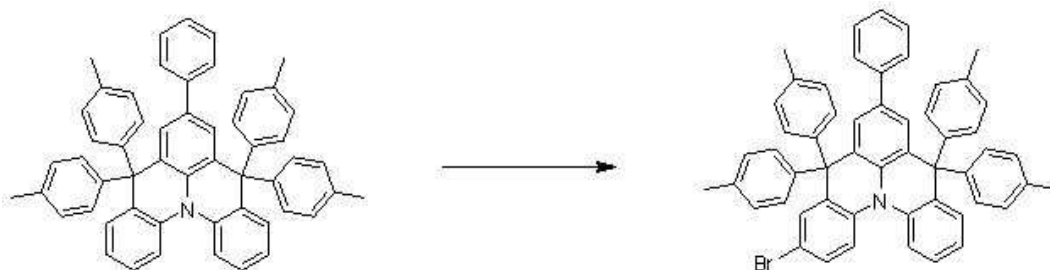
[0151] < 3-c >

[0152] 5000ml의 둥근바닥 플라스크에 상기 반응 3-2로부터 얻은 < 2-b > 31.0 g(0.071 mol)을 넣은 후, 에틸에테르 1200 mL를 투입하고 질소 상태하에서 30분간 교반을 시키고 반응물의 온도를 -78도까지 내린 후 1.6몰 노르말 부틸리튬 310.0 ml(0.496 mol)을 1시간 동안 적가시킨다. 동일한 온도에서 2시간 동안 교반 후 테트라하이드로퓨란에 녹인 4-브로모 톨루엔 84.83 g (0.496 mol)를 30분 동안 적가시키고 실온에서 12시간 교반 후 소량의 물을 넣는다. 30분간 교반 후 용매를 감압 증류를 실시하고, 생성된 고체를 끓는 에탄올에서 교반 시킨 후 감압 여과를 하고 물, 에탄올과 헥산으로 씻어주고 건조시킨다. 건조 된 물질에 아세트산 1200 ml을 넣고 끓이고 염산 120 ml를 천천히 적가시킨 후 3시간 동안 환류 시키고 차가운 물을 넣고 교반 후 생성된 고체를 감압 여과를 하고 에탄올로 씻어주고 헥산과 메틸렌 클로라이드를 전개 용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 < 3-c >를 38.7 g, 77.4 % 얻었다.

[0153] 3-4. 3-d의 합성

[0154] 하기 반응식 10에 의하여 < 3-d >를 합성하였다.

[0155] [반응식 10]



[0156]

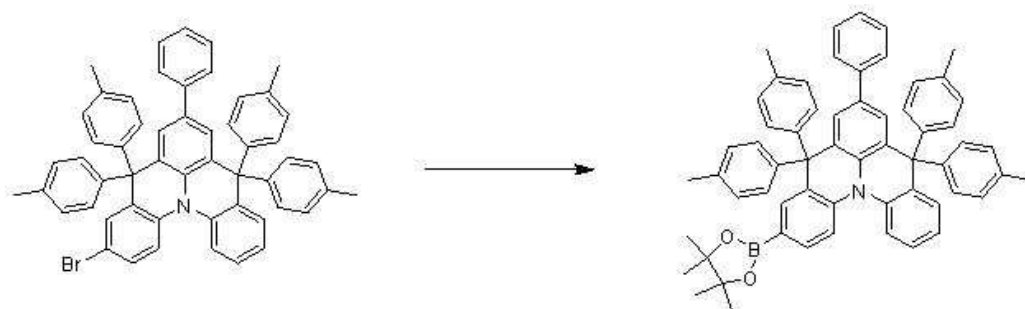
[0157] < 3-d >

[0158] 2000ml의 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 3-3로부터 얻은 < 2-c > 38.0 g(0.054 mol)을 클로로포름 1200 ml에 녹이고 N-bromosuccinimide 9.58 g(0.054 mol)을 천천히 첨가하고 상온에서 5시간 동안 교반을 시킨다. 반응이 종료되면 상기 용액을 상온에서 유기층을 분리하여 감압 농축한 후, 헥산과 염화메틸렌을 전개용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 < 3-d >를 37.6 g, 89 %을 얻었다.

[0159] 3-5. 3-e의 합성

[0160] 하기 반응식 11에 의하여 < 3-e >를 합성하였다.

[0161] [반응식 11]



[0162]

[0163]

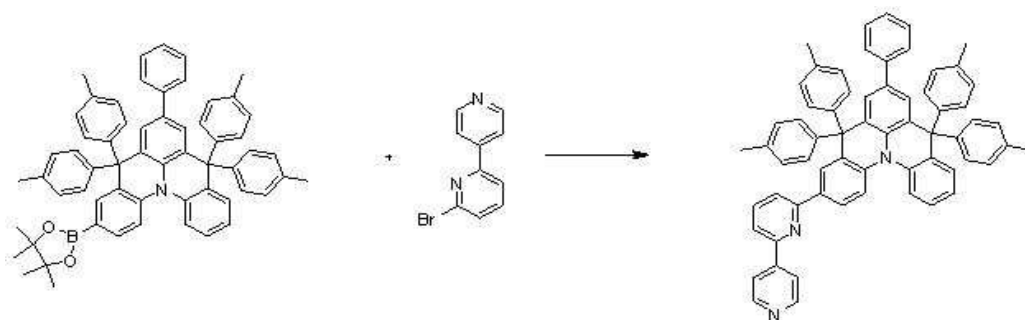
< 3-e >

[0164] 500ml 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 3-4으로부터 얻은 < 3-d > 37.0 g (0.047 mol), 비스(피나코레이트) 디 보론 18.0g(0.071mol), PdCl₂(dppf) 1.155 g(0.001 mol), 칼륨아세테이트 10.71 g(0.141 mol)과 톨루엔 370 ml 를 넣고 12시간 환류 시킨다. 반응이 종결되면 온도를 상온으로 내리고 톨루엔과 물을 사용해 추출을 실시한다. 유기층을 감압 농축 후 헥산과 염화메틸렌을 전개용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조 하여 < 3-e >를 18.2 g, 46.4 % 얻었다.

[0165] 3-6. 화학식 73의 화합물의 합성

[0166] 하기 반응식 12에 의하여 화학식 73을 합성하였다.

[0167] [반응식 12]



[0168]

[0169]

화학식 73

[0170] 250ml 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 3-5로부터 얻은 < 1-d > 9.7 g(0.011 mol), 브로모 바이피리딘 2.5 g(0.012 mol), 테트라키스트리페닐포스핀 팔라듐 0.94 g(0.021 mmol)과 탄산칼륨 2.9 g(0.01 mol)에 테트라하 이드로푸란 60 ml, 톨루엔 60 ml과 물 20 ml를 넣고 12시간 환류시킨다. 반응 종료 후 상온으로 온도를 내리고 톨루엔과 물을 사용해 추출을 실시한다. 유기층을 감압 농축 후 헥산과 에틸아세테이트를 전개용매로 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 화학식 73을 4.8 g, 52.5 % 얻었다.

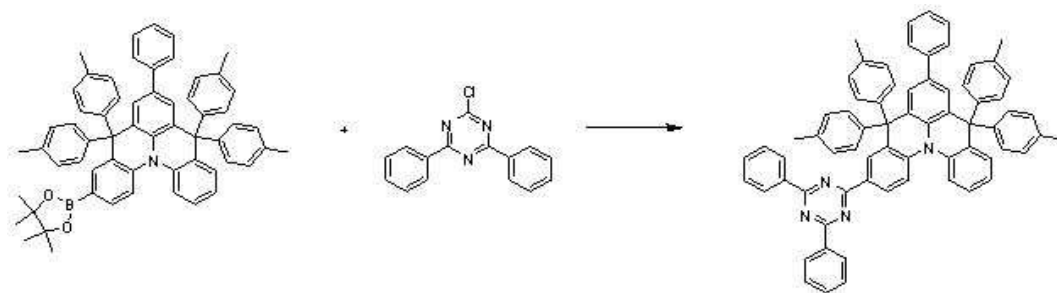
[0171] ¹H NMR (300MHz, CDCl₃) : σ 8.70 (d, 2H), 8.50 (d, 2H), 7.90-8.00(m, 2H), 7.40-7.50(m, 8H), 7.00-7.20 (m, 18H), 6.60-6.80(m, 5H), 2.50(s, 12H)

[0172] MS(MALDI-TOF): m/z 859.4 [M]⁺

[0173] 합성예 4. 화학식 71의 화합물의 합성

[0174] 하기 반응식 13에 의하여 화학식 71을 합성하였다

[0175] [반응식 13]



[0176]

[0177]

화학식71

[0178]

250ml 둥근 바닥 플라스크에 상기 반응 3-5로부터 얻은 < 3-e > 7.5 g(0.009 mol), 클로로디페닐트리아진 2.2 g(0.008 mol), 테트라키스트리페닐포스핀 팔라듐 0.19 g(0.2 mmol)과 탄산칼륨 2.3 g (0.016 mol)에 테트라하이드로퓨란 60 ml, 톨루엔 60 ml과 물 20 ml를 넣고 12시간 환류시킨다. 반응 종료 후 상온으로 온도를 내리고 톨루엔과 물을 사용해 추출을 실시한다. 유기층을 감압 농축 후 염화메틸렌과 아세톤을 사용하여 컬럼크로마토그래피로 분리하고 고체를 건조하여 화학식 71을 3.8 g, 49.3 % 얻었다.

[0179]

^1H NMR (300MHz, CDCl_3) : σ 8.40 (d, 4H), 8.2(s, 1H), 7.40-7.65(m, 9H), 7.15-7.30(m, 5H), 6.80-6.95(m, 16H), 6.60-6.75(m, 5H), 2.40(s, 12H)

[0180]

MS(MALDI-TOF): m/z 936.4 $[\text{M}]^+$

[0181]

합성예 5. 화학식 62의 화합물의 합성

[0182]

상기 화학식 (2-1)에서 클로로디페닐트리아진 대신에 1-클로로-3-디페닐아민-5-페닐 트리아진을 사용하여 화합물 62의 화합물을 합성하였다.

[0183]

^1H NMR (300MHz, CDCl_3) : σ 8.45 (d, 2H), 8.1(d, 2H), 7.40-7.50(m, 3H), 7.10-7.20(m, 4H), 6.85-7.00(m, 24H), 6.60-6.80(m, 12H), 2.40(s, 12H), 2.30(s, 6H)

[0184]

MS(MALDI-TOF): m/z 1143.5 $[\text{M}]^+$

[0185]

실시예: 유기 발광다이오드의 제조

[0186]

ITO 글래스의 발광 면적이 2mm x mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 기관을 진공 챔버에 장착한 후 베이스 압력이 1×10^{-6} torr가 되도록 한 후 유기물을 상기 ITO위에 DNTPD(700Å), NPD(300Å), 상기 합성예에서 합성된 본 발명에 따른 축합방향족 화합물 + Ir(ppy)₃(10%)(300Å), Alq₃ (350Å), LiF(5Å), Al(1,000Å)의 순서로 성막하였으며, 0.4mA에서 측정을 하였다.

[0187]

비교예

[0188]

비교예를 위한 유기발광다이오드 소자는 상기 실시예의 소자구조에서 상기 실시예에 따라 제조된 화합물 대신 CBP를 사용한 점을 제외하고 동일하게 제작하였다.

표 1

[0189]

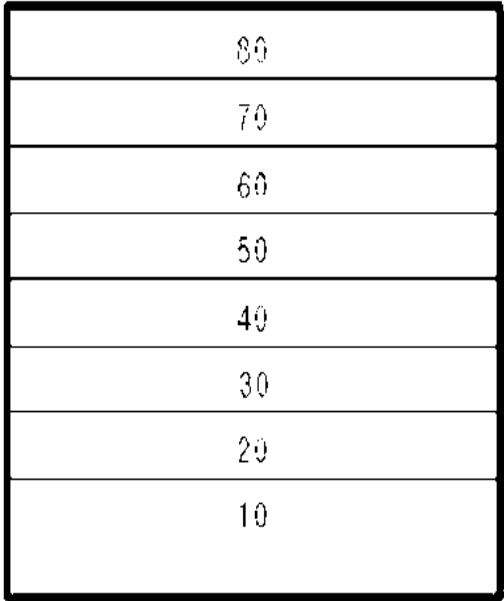
구분	호스트	도펀트	도핑농도%	ETL	V	Cd/A	CIE _x	CIE _y
비교예1	CBP	Ir(ppy) ₃	10	Alq ₃	7.2	36.24	0.29	0.62
실시예1	화합물8	Ir(ppy) ₃	10	Alq ₃	3.45	41.61	0.32	0.61

실시예2	화합물10	Ir(ppy)3	10	Alq3	3.59	41.88	0.32	0.62
실시예3	화합물62	Ir(ppy)3	10	Alq3	3.52	43.35	0.32	0.61
실시예4	화합물71	Ir(ppy)3	10	Alq3	3.51	44.74	0.32	0.61
실시예5	화합물73	Ir(ppy)3	10	Alq3	3.33	43.96	0.32	0.61

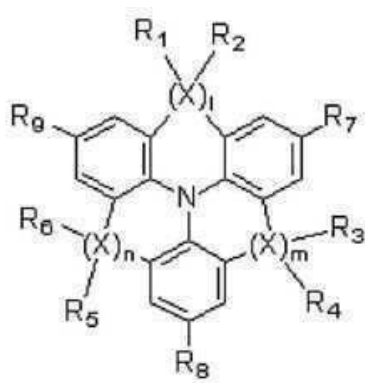
[0190] 상기 표에서 보는 바와 같이 본 발명에 의하여 확보된 유기화합물은 인광발광재료로 많이 쓰이는 CBP에 비하여 구동전압이 낮고, 발광효율이 우수한 특성을 보인다.

도면

도면1



도면2



专利名称(译)	标题：缩合芳族化合物和含有它们的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR101791023B1	公开(公告)日	2017-10-30
申请号	KR1020100030491	申请日	2010-04-02
[标]申请(专利权)人(译)	SFC股份有限公司		
申请(专利权)人(译)	에스에프씨주식회사		
当前申请(专利权)人(译)	에스에프씨주식회사		
[标]发明人	JE JONG TAE 제종태 KWON HYUN JUNG 권현중 CHOI KYU MIN 최규민		
发明人	제종태 권현중 최규민		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50		
CPC分类号	H01L51/0071 H01L51/0072 H01L51/0067 H01L51/5012		
其他公开文献	KR1020110111094A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

用途：由于低驱动电压和优异的发光效率，提供一种熔融芳族化合物，以获得可用于显示器和灯的有机电致发光器件。组成：稠合芳族化合物由化学式1表示。在化学式1中，R₁ -R₉分别选自氢，氘，卤素，取代或未取代的芳基氨基，取代或未取代的C₃-40芳氧基，取代或未取代的C₆-40芳基，取代或未取代的C₃-40杂芳基，锆，磷和硼；X独立地为C或S且相同或不同；l，m和n是0或1的整数；并且l + m + n至少为2或更大。

