



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2017-0069120  
(43) 공개일자 2017년06월20일

- |  |   |
|--|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)<br/> <i>C09K 11/06</i> (2006.01) <i>C07C 13/72</i> (2006.01)<br/> <i>C07D 209/82</i> (2006.01) <i>C07D 221/02</i> (2006.01)<br/> <i>H01L 51/00</i> (2006.01) <i>H01L 51/50</i> (2006.01)<br/> <i>H05B 33/14</i> (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류<br/> <i>C09K 11/06</i> (2013.01)<br/> <i>C07C 13/72</i> (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2016-0019704<br/>                 (22) 출원일자 2016년02월19일<br/>                 심사청구일자 2016년02월19일<br/>                 (30) 우선권주장<br/>                 1020150175648 2015년12월10일 대한민국(KR)</p> | <p>(71) 출원인<br/> <b>성균관대학교산학협력단</b><br/>                 경기도 수원시 장안구 서부로 2066 (천천동, 성균관대학교내)</p> <p>(72) 발명자<br/> <b>윤승수</b><br/>                 서울특별시 서초구 서초대로1길 34, 205동 604호 (방배동, 방배2차현대홈타운)</p> <p><b>정수진</b><br/>                 경기도 시흥시 옥구천서로373번길 7, 107동 501호 (정왕동, 신호아파트)<br/>                 (뒷면에 계속)</p> <p>(74) 대리인<br/> <b>한선희</b></p> |
|--|---|

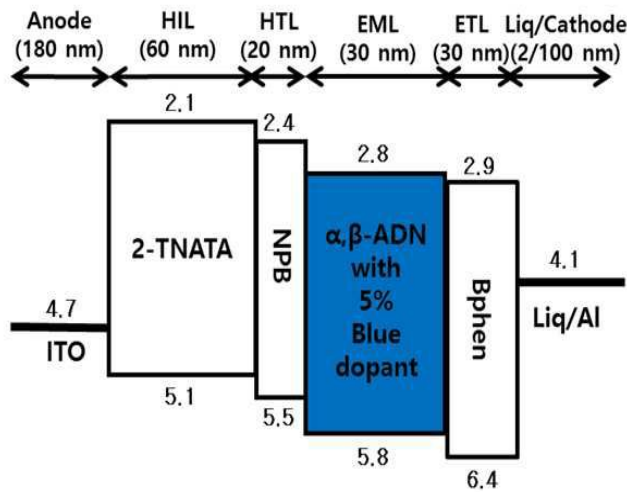
전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 발명의 명칭 **유기 발광 화합물, 이의 제조 방법 및 이를 포함하는 유기 전계 발광 소자**

**(57) 요약**

유기 발광 화합물, 이의 제조 방법, 및 이를 포함하는 유기 전계 발광 소자 및 유기 전계 발광 조성물에 관한 것으로, 인데노피리딘 계열의 도판트 재료에 아릴아민과 같은 전자가 풍부한 그룹을 도입하여 발광층 내에서의 엑시톤 형성 비율을 높임으로서 발광 효율을 향상되고, 인데노피리딘계 화합물을 이용함으로써 열 안정성이 향상된 유기 발광 화합물을 제공한다.

**대표도** - 도1



(52) CPC특허분류

- C07D 209/82 (2013.01)
- C07D 221/02 (2013.01)
- H01L 51/0072 (2013.01)
- H01L 51/5012 (2013.01)
- H05B 33/14 (2013.01)
- C09K 2211/1003 (2013.01)
- C09K 2211/1011 (2013.01)
- C09K 2211/1029 (2013.01)
- H01L 2924/12044 (2013.01)

(72) 발명자

**김세현**

인천광역시 남동구 만수서로 55, 113동 402호 (만수동, 향촌휴먼시아아파트)

**김동영**

충청북도 제천시 대학로12길 8, 103동 1304호 (신월동, 부영사랑으로)

**김좌진**

경기도 수원시 장안구 서부로2106번길 26-62, 1층 102호 (율전동)

**김영석**

대구광역시 북구 구암로 17, 210동 105호 (관음동, 한양수정아파트)

**이현우**

경기도 수원시 장안구 정자천로13번길 41-3, 302호 (천천동)

**김영관**

서울특별시 용산구 이촌로87길 14, 108동 706호 (이촌동, 강촌아파트)

**이호원**

서울특별시 마포구 독막로20길 43-4, 210호 (창전동, 홍익빌딩)

**이송은**

서울특별시 도봉구 시루봉로 71, 106동 308호 (방학동, 청구아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345233539
부처명	교육부
연구관리전문기관	한국연구재단
연구사업명	이공학개인지초연구지원사업 3/3
연구과제명	고효율의 적색 및 청색 발광재료의 개발과 백색 OLED 로의 적용 연구
기 여 율	1/2
주관기관	성균관대학교산학협력단
연구기간	2015.06.01 ~ 2016.05.31이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호	1711026750
부처명	미래창조과학부
연구관리전문기관	정보통신산업진흥원
연구사업명	대학ICT연구센터 육성지원사업 4/4
연구과제명	차세대 AMOLED 핵심원천기술연구 및 인력양성
기 여 율	1/2
주관기관	성균관대학교산학협력단
연구기간	2015.01.01 ~ 2015.12.31

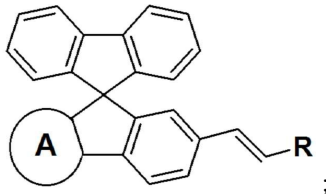
**명세서**

**청구범위**

**청구항 1**

하기 화학식 1로서 표시되는, 유기 발광 화합물:

[화학식 1]



상기 화학식 1에서,

A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고,

R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 및 이들의 조합들로 이루어진 군으로부터 선택되는 고리들에 의해 연결되거나 집합된 다환 고리임.

**청구항 2**

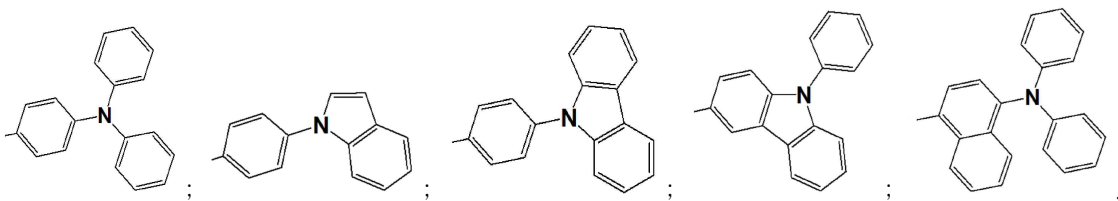
제 1 항에 있어서,

상기 A는 피리딘 고리를 포함하는 것인, 유기 발광 화합물.

**청구항 3**

제 1 항에 있어서,

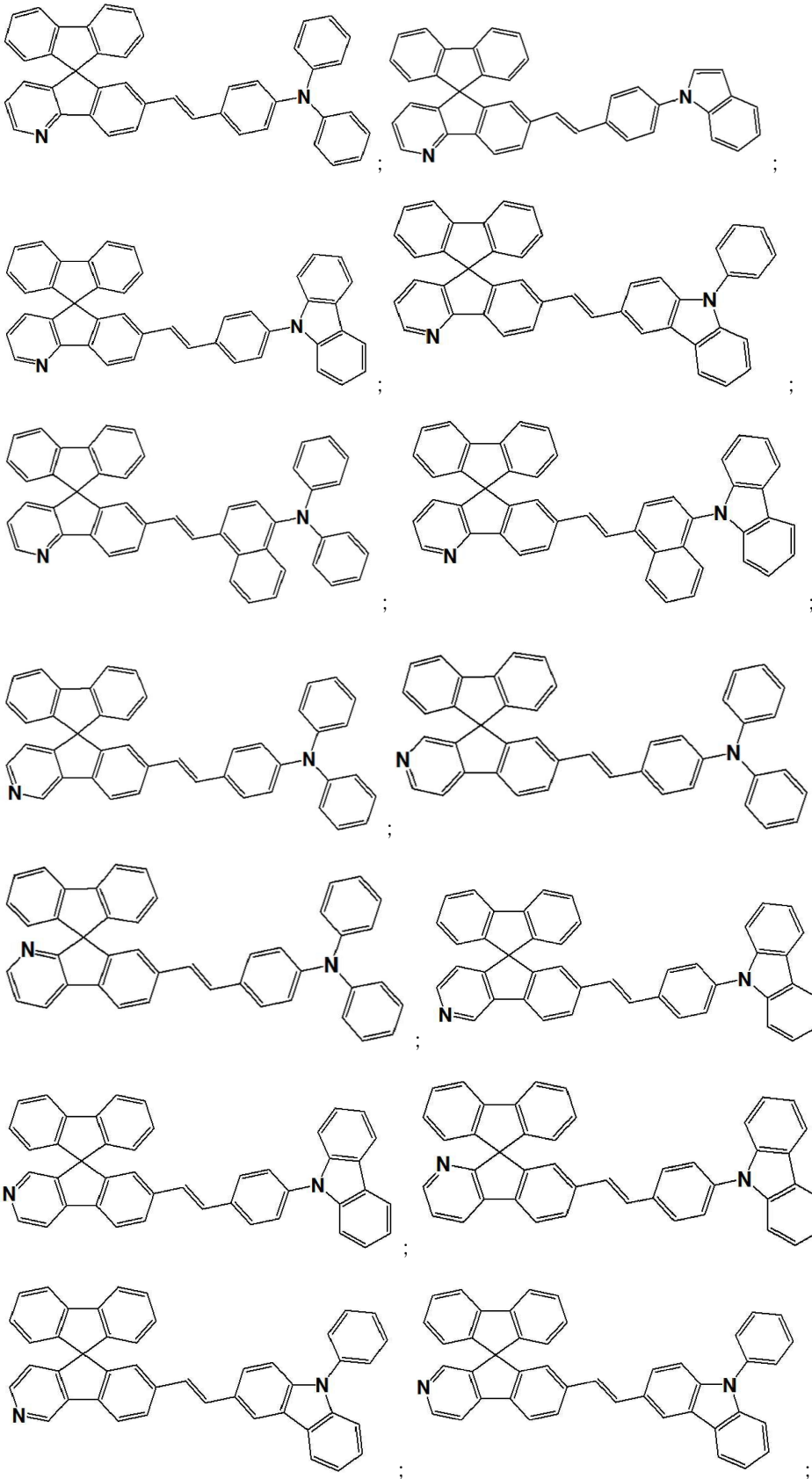
상기 R은 하기 치환기로부터 선택되는 것인, 유기 발광 화합물:

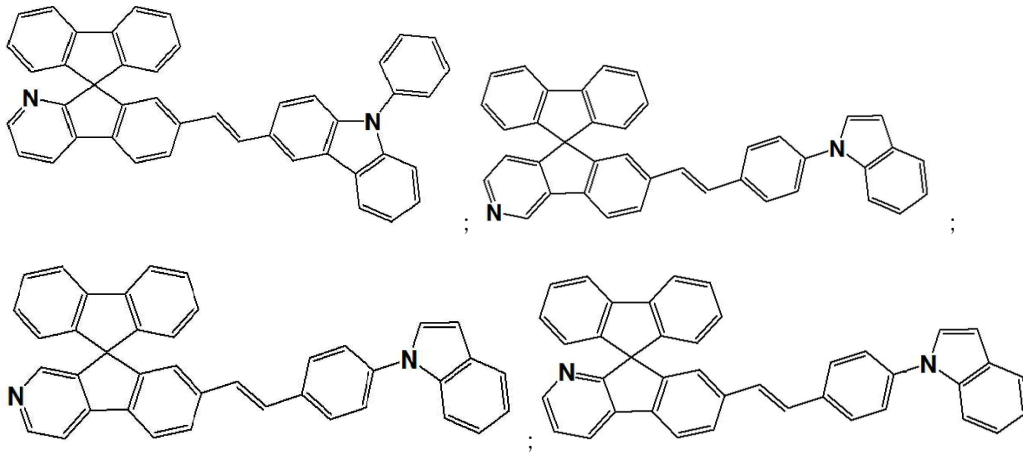


**청구항 4**

제 1 항에 있어서,

상기 유기 발광 화합물은 하기 화합물 중 어느 하나를 포함하는 것인, 유기 발광 화합물:

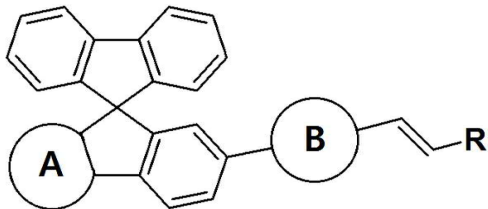




**청구항 5**

하기 화학식 2로서 표시되는, 유기 발광 화합물:

[화학식 2]



상기 화학식 2에서,

A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고,

B는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 집합된 다환고리이고, 및

R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 및 이들의 조합들로 이루어진 군으로부터 선택되는 고리들에 의해 연결되거나 집합된 다환 고리임.

**청구항 6**

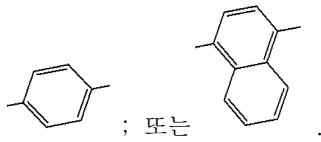
제 5 항에 있어서,

상기 A는 피리딘 고리를 포함하는 것인, 유기 발광 화합물.

**청구항 7**

제 5 항에 있어서,

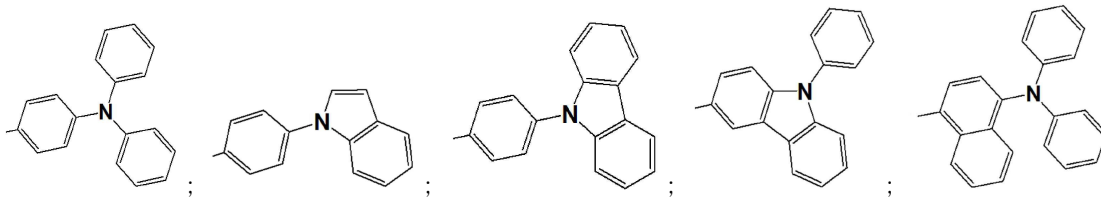
상기 B는 하기 고리기로부터 선택되는 것인, 유기 발광 화합물:



**청구항 8**

제 5 항에 있어서,

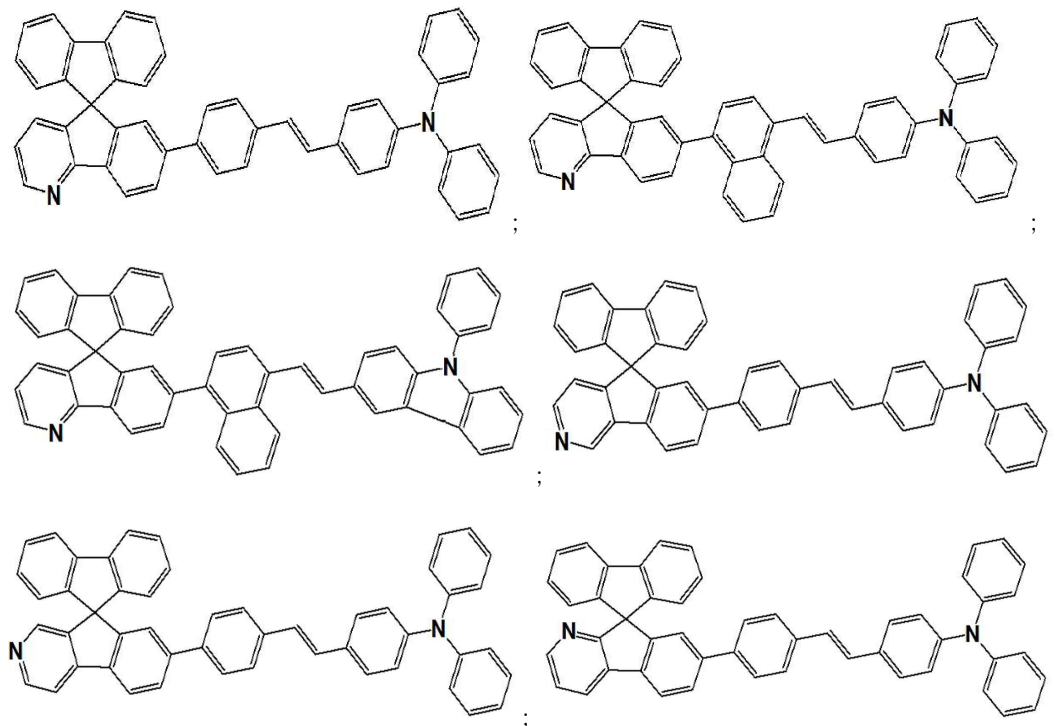
상기 R은 하기 치환기로부터 선택되는 것인, 유기 발광 화합물:



**청구항 9**

제 5 항에 있어서,

상기 유기 발광 화합물은 하기 화합물 중 어느 하나를 포함하는 것인, 유기 발광 화합물:



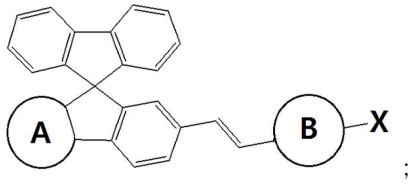
**청구항 10**

하기 화학식 3으로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 4로서 표시되는 화합물과 반응시키거나, 또는

하기 화학식 5로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 6으로서 표시되는 화합물과 반응시키는 것을 포함하는,

제 1 항에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법:

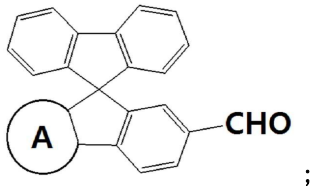
[화학식 3]



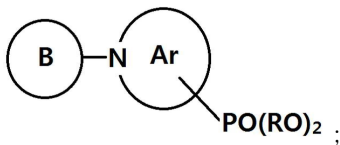
[화학식 4]



[화학식 5]



[화학식 6]



상기 화학식 3 내지 6에서,

A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고,

B는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 접합된 다환고리이고,

X는 할로젠 원소이고,

Ar은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 또는 이들의 조합에 의해 연결되거나 접합된 다환고리이고, 및

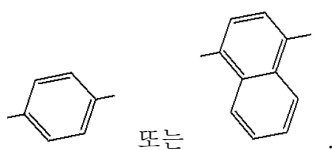
R은 C<sub>1-10</sub> 알킬기임.

청구항 11

제 10 항에 있어서,

상기 A는 피리딘 고리를 포함하는 것이며,

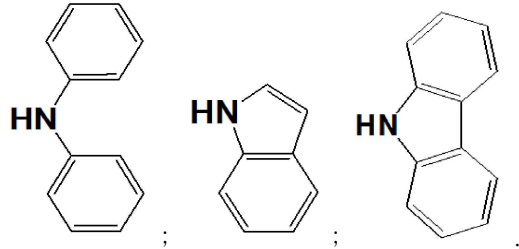
상기 B는 하기 고리기들로부터 선택되는 것인, 제 1 항에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법:



**청구항 12**

제 10 항에 있어서,

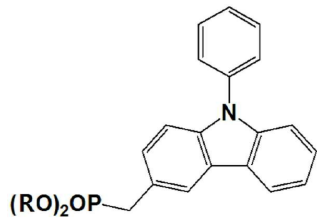
상기 화학식 4로서 표시되는 화합물은 하기 화합물들을 포함하는 것인, 제 1 항에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법:



**청구항 13**

제 10 항에 있어서,

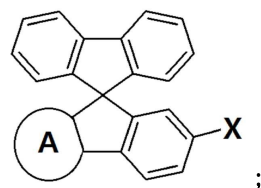
상기 화학식 6으로서 표시되는 화합물은 하기 화합물을 포함하는 것인, 제 1 항에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법:



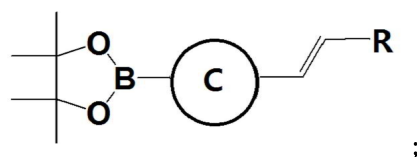
**청구항 14**

하기 화학식 7로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 8로서 표시되는 화합물과 반응시키는 것을 포함하는, 제 5 항에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법:

[화학식 7]



[화학식 8]



상기 식들에서,

A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고,

C는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 집합된 다환고리이고,

X는 할로겐 원소이고,

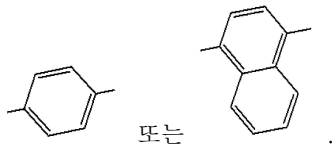
R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 또는 이들의 조합에 의해 연결되거나 접합된 다환고리임.

**청구항 15**

제 14 항에 있어서,

상기 A는 피리딘 고리를 포함하는 것이며,

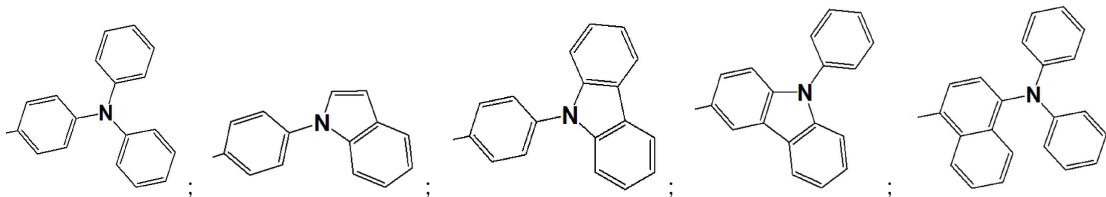
상기 C는 하기 고리기들로부터 선택되는 것인, 제 5 항에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법:



**청구항 16**

제 14 항에 있어서,

상기 R은 하기 치환기로부터 선택되는 것인, 제 5 항에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법:



**청구항 17**

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 따른 유기 발광 화합물을 포함하는, 유기 전계 발광 소자.

**청구항 18**

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 따른 유기 발광 화합물을 포함하는, 유기 전계 발광 조성물.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본원은 유기 발광 화합물, 이의 제조 방법, 및 이를 포함하는 유기 전계 발광 소자 및 유기 전계 발광 조성물에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] '유기 발광 현상'이란 유기 물질의 성질에 의해 전기에너지가 빛 에너지로 변환되는 현상을 말하며, 이러한 현상을 적용한 '유기 발광 다이오드'(OLED, organic light emitting diode)란 스스로 빛을 내는 자체 발광형 유기 발광 소자를 일컫는다. 유기 전계 발광 소자는 다양한 전자 제품의 디스플레이로 사용되고 있으며 대면적 (large-area) 디스플레이 및 플렉서블(flexible) 디스플레이로의 적용 또한 가시화되고 있다. 그러나 이의 상용

화를 위해서는 효율 및 수명 특성 개선을 위해 많은 연구가 필요하다. 보다 더 나은 천연색을 구현하기 위해서는 우수한 특성을 갖는 적색, 녹색, 청색 유기 발광재료가 필요한데, 그 중 무엇보다도 청색 발광물질은 적색, 녹색 발광물질에 비해 색순도와 수명 특성이 떨어지는 등 연구가 많이 뒤쳐져 있는 상황이다. 이러한 문제를 해결하기 위해서 소자 측면에서 호스트(host)/도판트(dopant) 시스템을 이용함으로써 단일 발광물질을 사용하였을 때보다 분자간 상호작용을 줄여 효율 및 색순도를 개선시킬 수 있다. 유기 발광 다이오드의 원리는 다음과 같다. 음극과 양극에 전압을 걸면 각각의 극에서 전자(electron)와 정공(hole)이 주입되고, 주입된 전자와 정공이 각각의 전자수송층 및 정공수송층을 거쳐 발광층에서 결합한다. 결합에 의한 에너지로 인해 발광층의 발광재료가 들뜬 상태가 되며 엑시톤(exciton)이 생성되고, 여기 전자(excited electron)인 엑시톤이 기저상태(ground state)로 돌아갈 때에 그 에너지 간격에 따라 다양한 색의 빛을 발생시킨다. 여기서, 발광층을 형성하는 'A 물질'보다 에너지 간격이 좁은 'B 물질'을 발광층에 소량 혼합하여 소자를 제작하면, 전기에너지를 가했을 때 'A 물질'에서 발생한 엑시톤이 포스터 에너지 전이(Foester energy transfer) 또는 텍스터 에너지 전이(Dexter energy transfer)의 에너지 전이 과정을 통해 'B 물질'로 이동하여 빛을 발생시키는데 이 때 'A 물질'을 호스트, 에너지를 전이 받은 'B 물질'을 도판트라 한다. 이러한 호스트/도판트 계를 이용하면 단일 발광 물질을 사용했을 때보다 분자간 상호작용을 줄이고 보다 더 효율이 높은 빛을 발생시킬 수 있다. 또한 에너지적 측면에서 발광 코어(core)와 사이드(side) 그룹을 변화시키는 방법으로 분자를 디자인하고, 이로서 HOMO(highest occupied molecular orbital) 에너지 및 LUMO(Lowest Unoccupied Molecular Orbital) 에너지에 영향을 주어 전자 주입과 이동을 용이하게 함으로서 빛의 파장을 조절하는 연구가 활발히 진행되고 있다 (대한민국 특허 공개 번호 제10-2015-0026114호). 이와 같이 유기 전계 발광 소자의 특성을 더욱 향상시키기 위해서는 유기 발광 소자에서 사용될 수 있는 보다 안정적이고 효율적인 재료에 대한 연구 및 개발이 지속적으로 요구된다.

[0003] OLED는 이미 LCD를 대체 할 수 있는 차세대 평판디스플레이(flat panel display)로써 상업화에 성공하였다. OLED는 백라이트(back-light)를 사용하는 LCD와는 달리, 자체 발광형 물질을 이용함으로써 시야각이 넓고, 응답 속도가 빠르며 천연색에 가까운 색 구현이 가능하다는 장점이 있다. 그러나 청색 발광재료의 경우, 적색 및 녹색 발광 재료에 비해 물질의 에너지가 높아 불안정하여 다소 효율이 낮고 수명이 짧다는 문제점으로 인해 다른 재료에 비교하여 특성 면에서 현저히 뒤쳐진 상황이다. 또한 풀 컬러(full-color)를 구현하기 위한 세 가지 색상 중 가장 성능이 떨어지는 재료가 그 소자의 전체적인 성능을 결정하게 되므로, 보다 더 나은 특성을 갖는 청색 발광 재료 개발은 유기 전계 발광 소자의 특성을 향상시키는 중요한 과제임이 분명하다.

[0004] 지금까지 고효율의 청색 발광 재료를 개발하기 위한 많은 노력이 이어져왔지만, 청색 재료의 주된 문제점인 짧은 수명 및 낮은 효율면에서 더욱 향상되어야 하기 때문에 앞으로도 더 많은 연구가 필요시되고 있다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

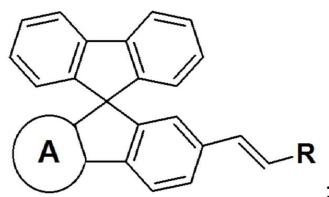
[0005] 본원은, 유기 발광 화합물, 이의 제조 방법, 및 이를 포함하는 유기 전계 발광 소자 및 유기 전계 발광 조성물을 제공하고자 한다.

[0006] 그러나, 본원이 해결하고자 하는 과제는 이상에서 언급한 과제로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

**과제의 해결 수단**

[0007] 본원의 제 1 측면은, 하기 화학식 1로서 표시되는, 유기 발광 화합물을 제공한다:

[0008] [화학식 1]



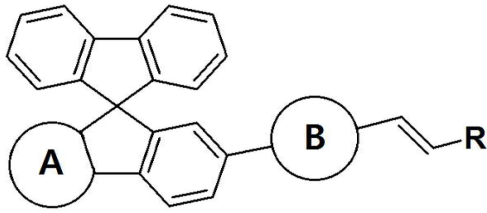
[0009] ;

[0010] 상기 화학식 1에서, A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고, R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로

고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 및 이들의 조합들로 이루어진 군으로부터 선택되는 고리들에 의해 연결되거나 집합된 다환고리임.

[0011] 본원의 제 2 측면은, 하기 화학식 2로서 표시되는, 유기 발광 화합물을 제공한다:

[0012] [화학식 2]

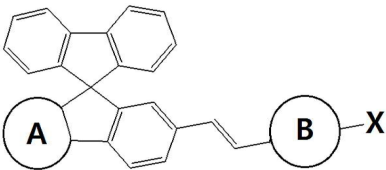


[0013] ;

[0014] 상기 화학식 2에서, A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고, B는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 집합된 다환고리이고, 및 R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 및 이들의 조합들로 이루어진 군으로부터 선택되는 고리들에 의해 연결되거나 집합된 다환고리임.

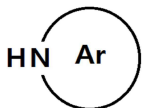
[0015] 본원의 제 3 측면은, 하기 화학식 3으로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 4로서 표시되는 화합물과 반응시키거나, 또는 하기 화학식 5로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 6으로서 표시되는 화합물과 반응시키는 것을 포함하는, 제 1 측면에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법을 제공한다:

[0016] [화학식 3]



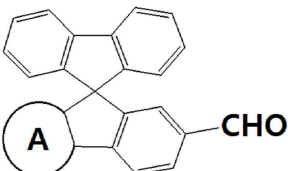
[0017] ;

[0018] [화학식 4]



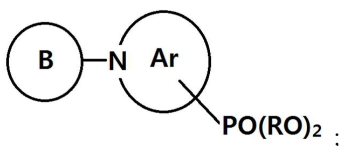
[0019] 또는 Ar-HN-Ar;

[0020] [화학식 5]



[0021] ;

[0022] [화학식 6]



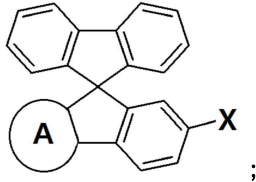
[0023] ;

[0024] 상기 화학식 3 내지 6에서, A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고, B는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 집합된 다환고리이고, X는 할로겐 원소이고, Ar은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 및 이들의 조합들로 이루어진 군으로부터 선택되는 고리들에 의해 연결되거나 집합된 다환고리임.

테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 또는 이들의 조합에 의해 연결되거나 접합된 다환고리이고, 및 R은 C<sub>1-10</sub> 알킬기임.

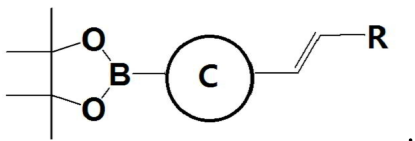
[0025] 본원의 제 4 측면은, 하기 화학식 7로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 8로서 표시되는 화합물과 반응시키는 것을 포함하는, 제 2 측면에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법을 제공한다:

[0026] **[화학식 7]**



[0027]

[0028] **[화학식 8]**



[0029]

[0030] 상기 화학식 7 및 8에서, A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고, C는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 접합된 다환고리이고, X는 할로젠 원소이고, R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 또는 이들의 조합에 의해 연결되거나 접합된 다환고리임.

[0031] 본원의 제 5 측면은, 상기 제 1 측면 또는 제 2 측면에 따른 유기 발광 화합물을 포함하는, 유기 전계 발광 소자를 제공한다.

[0032] 본원의 제 6 측면은, 상기 제 1 측면 또는 제 2 측면에 따른 유기 발광 화합물을 포함하는, 유기 전계 발광 조성물을 제공한다.

**발명의 효과**

[0033] 본원의 일 구현예에 따른 유기 발광 화합물은 안정성 및 색순도 등과 같은 성능이 개선된 새로운 청색 도판트 물질을 제공할 수 있으며, 이를 사용하여 색 순도 및 발광 효율이 향상된 유기 전계 발광 소자를 제공할 수 있다.

[0034] 본원의 일 구현예에 따른 유기 발광 화합물은 인데노피리딘 계열의 도판트 재료에 아릴아민과 같은 전자가 풍부한 그룹을 도입하여 발광층 내에서의 엑시톤 형성 비율을 높임으로서 발광 효율을 향상시킬 수 있다. 또한 인데노피리딘계 화합물은 유리전이온도(T<sub>g</sub>)가 높고 열 안정성이 우수하여 유기 전계 발광 소자의 안정성을 높일 수 있다.

[0035] 이에 따라, 본원의 일 구현예에 따른 유기 발광 화합물은 종래 기술의 문제점을 해결하고 우수한 발광 화합물을 제공함으로써 OLED 산업 발전에 큰 기여를 할 수 있을 것으로 기대된다.

**도면의 간단한 설명**

[0036] 도 1은, 본원의 일 구현예에 따른 유기 전계 발광 소자의 대략도이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0037] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본원이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본원의 실시예를 상세히 설명한다. 그러나 본원은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다. 그리고 도면에서 본원을 명확하게 설명하기 위해서 설명과 관계없는 부분은 생략하였으며, 명세서 전체를 통하여 유사한 부분에 대해서는 유사한 도면 부호를 붙였다.

- [0038] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 다른 부분과 "연결"되어 있다고 할 때, 이는 "직접적으로 연결"되어 있는 경우뿐 아니라, 그 중간에 다른 소자를 사이에 두고 "전기적으로 연결"되어 있는 경우도 포함한다.
- [0039] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부재가 다른 부재 "상에" 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부재가 다른 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부재 사이에 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.
- [0040] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부분이 어떤 구성 요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성 요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.
- [0041] 본원 명세서 전체에서 사용되는 정도의 용어 "약", "실질적으로" 등은 언급된 의미에 고유한 제조 및 물질 허용 오차가 제시될 때 그 수치에서 또는 그 수치에 근접한 의미로 사용되고, 본원의 이해를 돕기 위해 정확하거나 절대적인 수치가 언급된 개시 내용을 비양심적인 침해자가 부당하게 이용하는 것을 방지하기 위해 사용된다.
- [0042] 본원 명세서 전체에서 사용되는 정도의 용어 "~(하는) 단계" 또는 "~의 단계"는 "~를 위한 단계"를 의미하지 않는다.
- [0043] 본원 명세서 전체에서, 마쿠시 형식의 표현에 포함된 "이들의 조합(들)"의 용어는 마쿠시 형식의 표현에 기재된 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상의 혼합 또는 조합을 의미하는 것으로서, 상기 구성 요소들로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상을 포함하는 것을 의미한다.
- [0044] 본원 명세서 전체에서, "A 및/또는 B"의 기재는, "A 또는 B, 또는 A 및 B"를 의미한다.
- [0045] 본원 명세서 전체에서, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리는 당업계에 공지된 모든 5-원 방향족 고리를 포함하며, 하기 <치환기군 G1>에서 선택되는 1 개 이상의 치환기를 가질 수 있다:
- [0046] <치환기군 G1>
- [0047] 수소, 할로젠, 시아노기, 니트로기, 히드록실기, 치환 또는 비치환된 C<sub>1</sub>-C<sub>50</sub> 알킬기, 치환 또는 비치환된 C<sub>1</sub>-C<sub>50</sub> 알콕시기, 치환 또는 비치환된 C<sub>3</sub>-C<sub>50</sub> 사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C<sub>2</sub>-C<sub>50</sub> 헤테로사이클로알킬기, 치환 또는 비치환된 C<sub>6</sub>-C<sub>50</sub> 아릴기, 치환 또는 비치환된 C<sub>5</sub>-C<sub>50</sub> 헤테로아릴기, 아민기, 카르복실기, 산 무수물, 에스테르기, 티오카르복실기, 디티오카르복실기, 술폰산기, 술폰산기, 술펜산기, 술폰닐기, 술펜닐기, 할로젠화 아실기, 카바모일기, 히드라지드기, 이미드기, 아미드기, 아미디노기, 이소시아노기, 시안산 에스테르기, 이소시아산 에스테르기, 티오시아산 에스테르기, 이소티오시아산 에스테르기, 포르밀기, 티오포르밀기, 아실기, 티올기, 아미노기, 이미노기, 히드라지노기, 알콕시기, 아릴옥시기, 에테르기, 술펜피드기, 디술펜피드기, 시릴기, 게르밀기, 스타닐기, 호스피노기 및 보릴기.
- [0048] 본원 명세서 전체에서, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리는, 예를 들어, 벤젠 고리를 들 수 있으며 상기 <치환기군 G1>에서 선택되는 1개 이상의 치환기를 가질 수 있다.
- [0049] 본원 명세서 전체에서, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로 고리는, 예를 들어, N, O, S 및 P로 이루어진 군에서 선택되는 1개 이상의 헤테로 원소를 고리 원소로서 포함하는 5-원 방향족 헤테로고리로서 당업계에 공지된 모든 5-원 방향족 헤테로고리를 포함하며, 상기 <치환기군 G1>에서 선택되는 1 개 이상의 치환기를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 5-원 방향족 헤테로고리는 피롤 고리, 푸릴 고리, 티오펜일 고리, 1H-포스포 고리, 옥사졸 고리, 이미다졸 고리, 이속자졸 고리, 티아졸 고리, 티아디아졸, 티아트리아졸, 아자포스포 고리, 디아자포스포 고리, 옥사포스포 고리, 피라졸 고리, 트리아졸 고리, 테트라졸 고리 등일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0050] 본원 명세서 전체에서, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리는, 예를 들어, N, O, S 및 P로 이루어진 군에서 선택되는 1개 이상의 헤테로 원소를 고리 원소로서 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리로서 당업계에 공지된 모든 6-원 불포화 헤테로고리를 포함하며, 상기 <치환기군 G1>에서 선택되는 1 개 이상의 치환기를 가질 수 있다. 예를 들어, 상기 6-원 방향족 헤테로고리는 피리딘, 피리다진, 피라진, 트리아진, 피리미딘, 포스포닌, 디포스포닌, 아자포스포닌, 디포스포닌, 피리미딘, 아자디포스포닌, 디아자포스포닌 등 일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0051] 본원 명세서 전체에서, 용어 "알킬"은, 각각, 선형 또는 분지형의 C<sub>1-10</sub> 알킬기를 포함하는 것일 수 있으며, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 부틸, 펜틸, 헥실, 헵실, 옥틸, 노닐, 데실, 또는 이들의 가능한 모든 이성질체를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0052] 본원 명세서 전체에서, 용어 "접합"은 두 개 이상의 고리에 관하여, 적어도 한 쌍 이상의 인접 원자가 두 고리에 포함되는 것을 의미한다.

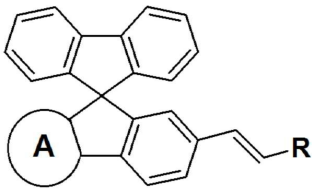
[0053] 본원 명세서 전체에서, 용어 "할로겐"은 염소, 브롬, 불소 또는 요오드를 의미한다.

[0054] 본원 명세서 전체에서, 용어 "다환고리"는 두 개 이상의 방향족 고리 또는 불포화 탄화수소 고리가 접합된 것 및/또는 연결된 것을 의미한다.

[0056] 이하, 본원의 구현예를 상세히 설명하였으나, 본원이 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0058] 본원의 제 1 측면은, 하기 화학식 1로서 표시되는, 유기 발광 화합물을 제공한다:

[0059] [화학식 1]

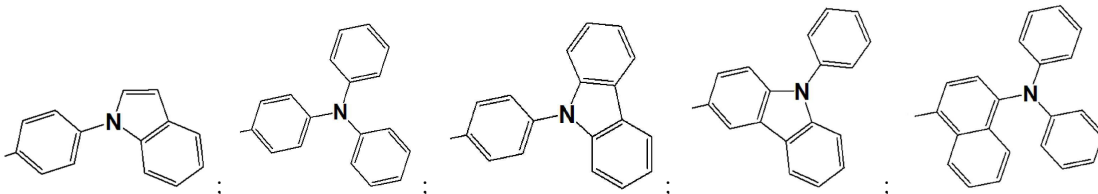


[0060] ;

[0061] 상기 화학식 1에서, A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고, R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 및 이들의 조합들로 이루어진 군으로부터 선택되는 고리들에 의해 연결되거나 접합된 다환고리임.

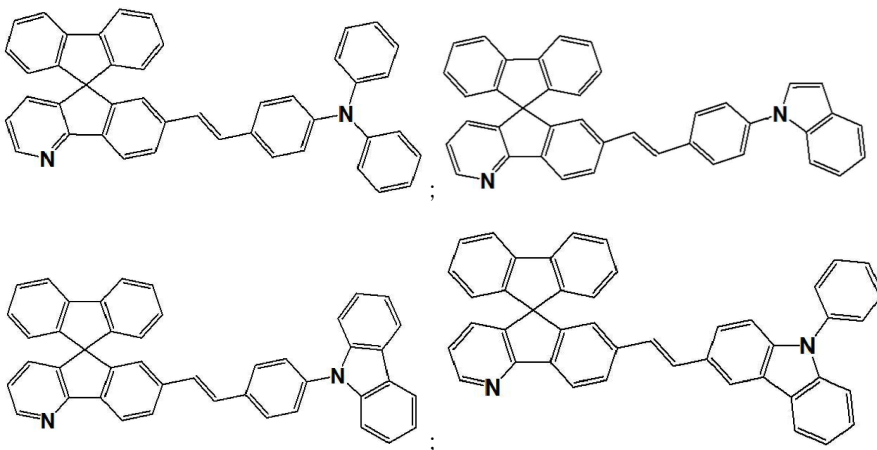
[0062] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 A는 피리딘 고리를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0063] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 R은 하기 치환기로부터 선택되는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:

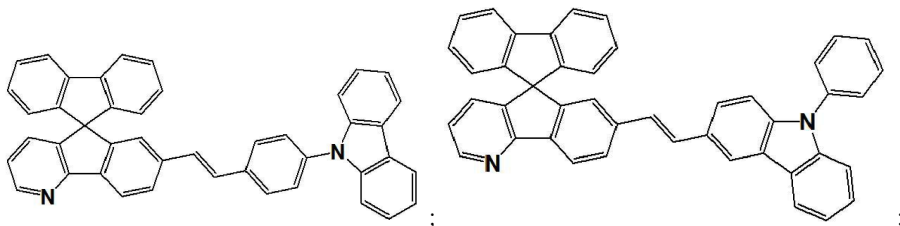


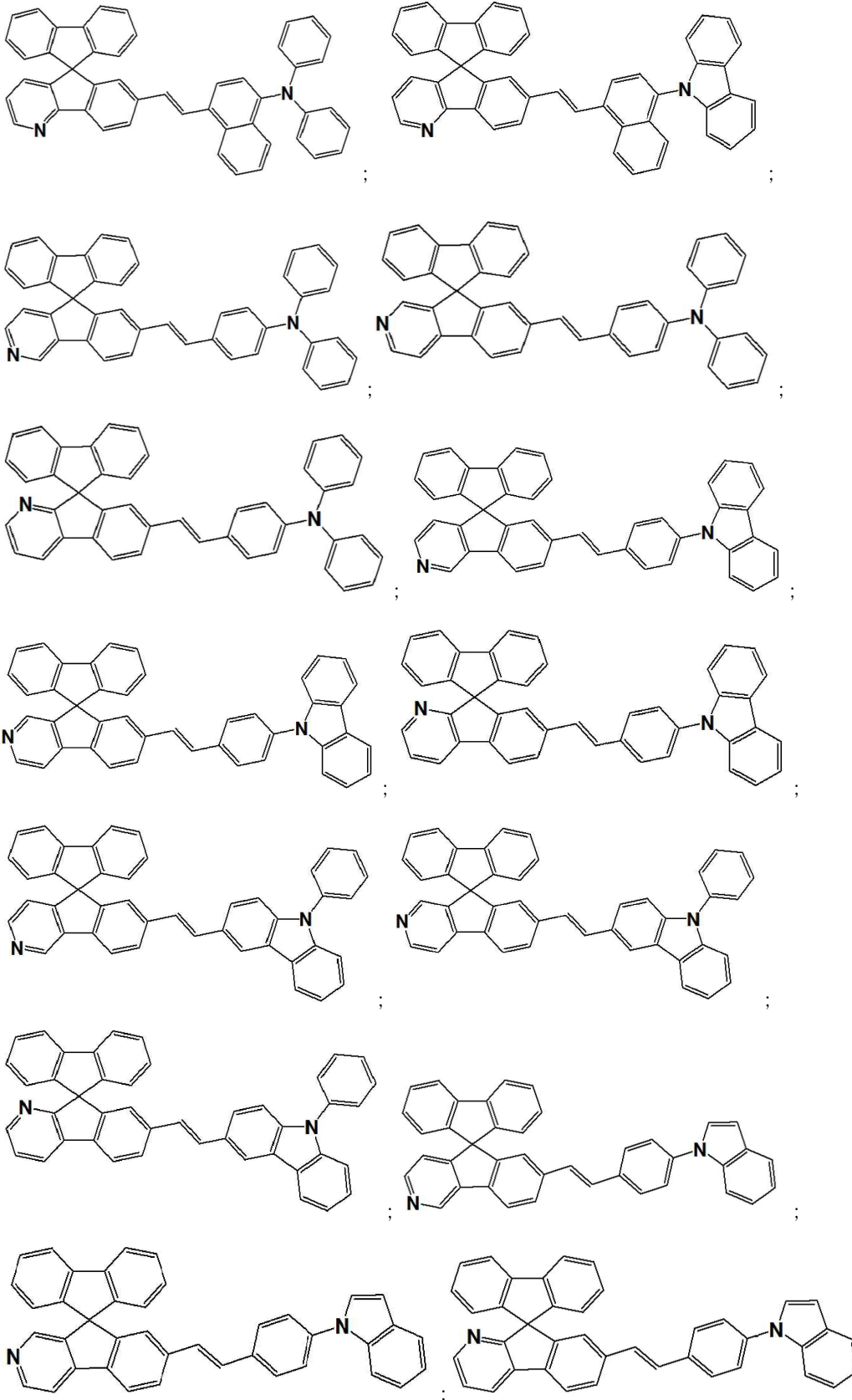
[0064] ;

[0065] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 유기 발광 화합물은 하기 화합물 중 어느 하나를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:



[0066] ;

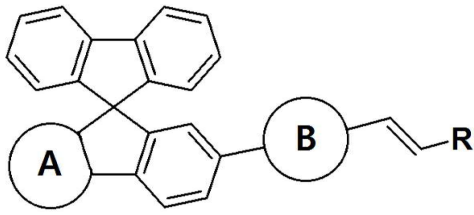




[0067]

[0069] 본원의 제 2 측면은, 하기 화학식 2로서 표시되는, 유기 발광 화합물을 제공한다:

[0070] [화학식 2]



[0071]

;

[0072]

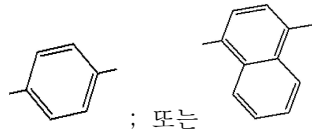
상기 화학식 2에서, A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고, B는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 접합된 다환고리이고, 및 R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 및 이들의 조합들로 이루어진 군으로부터 선택되는 고리들에 의해 연결되거나 접합된 다환고리임.

[0073]

본원의 일 구현예에 있어서, 상기 A는 피리딘 고리를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다.

[0074]

본원의 일 구현예에 있어서, 상기 B는 하기 고리로부터 선택되는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:

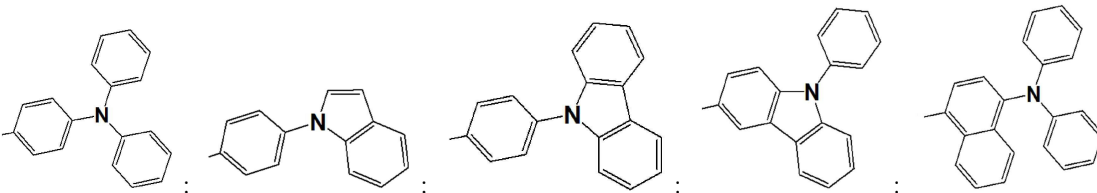


[0075]

; 또는

[0076]

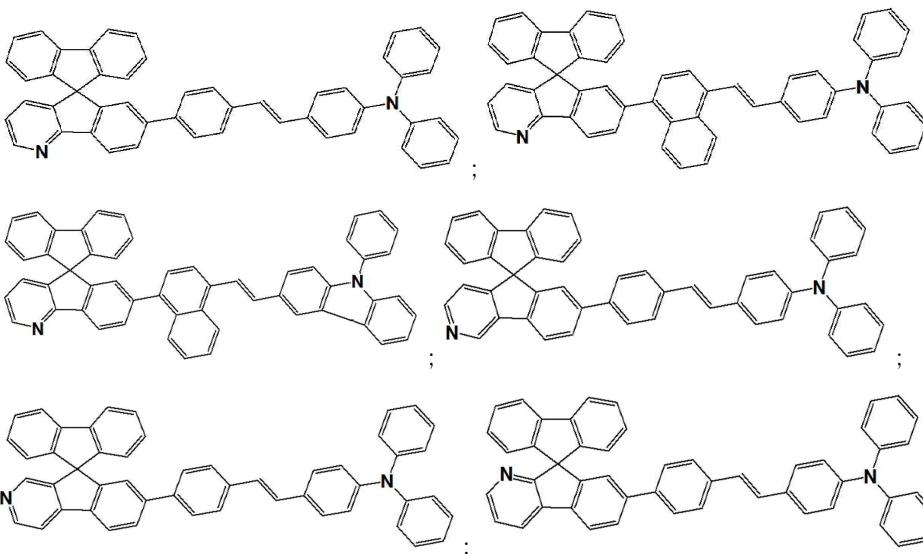
본원의 일 구현예에 있어서, 상기 R은 하기 치환기로부터 선택되는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:



[0077]

[0078]

본원의 일 구현예에 있어서, 상기 유기 발광 화합물은 하기 화합물 중 어느 하나를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:



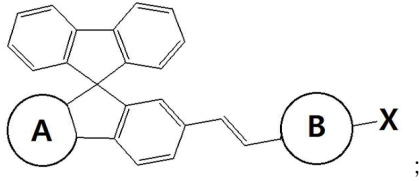
[0079]

[0081]

본원의 제 3 측면은, 하기 화학식 3으로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 4로서 표시되는 화합물과 반응시키거

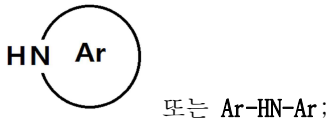
나, 또는 하기 화학식 5로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 6으로서 표시되는 화합물과 반응시키는 것을 포함하는, 제 1 측면에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법을 제공한다:

[0082] [화학식 3]



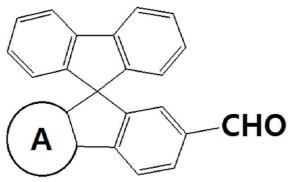
[0083]

[0084] [화학식 4]



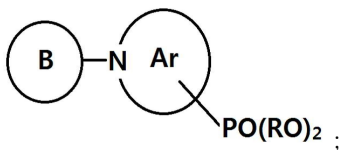
[0085]

[0086] [화학식 5]



[0087]

[0088] [화학식 6]

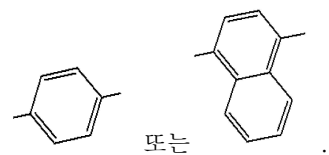


[0089]

[0090] 상기 화학식 3 내지 6에서, A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고, B는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 접합된 다환고리이고, X는 할로겐 원소이고, Ar은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 또는 이들의 조합에 의해 연결되거나 접합된 다환고리이고, 및 R은 C<sub>1-10</sub> 알킬기임.

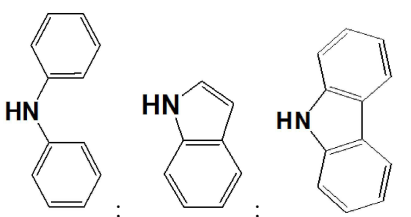
[0091] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 A는 피리딘 고리를 포함하는 것이며, 상기 B는 하기 고리들로부터 선택되는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:

[0092]

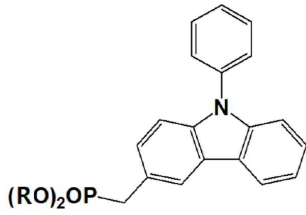


[0093] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 화학식 4로서 표시되는 화합물은 하기 화합물들을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:

[0094]

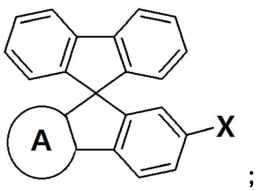


[0095] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 화학식 6으로서 표시되는 화합물은 하기 화합물을 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:

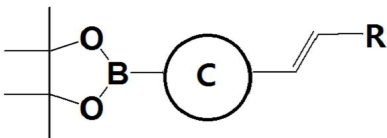


[0098] 본원의 제 4 측면은, 하기 화학식 7로서 표시되는 화합물을 하기 화학식 8로서 표시되는 화합물과 반응시키는 것을 포함하는, 제 2 측면에 따른 유기 발광 화합물의 제조 방법을 제공한다:

[0099] [화학식 7]

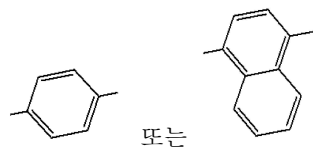


[0101] [화학식 8]

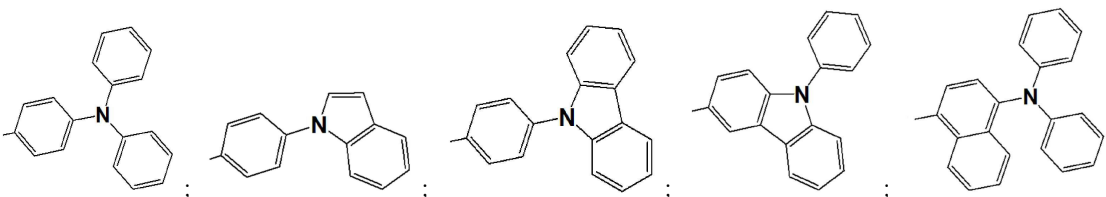


[0103] 상기 화학식 7 및 8에서, A는 질소 원자를 포함하는 6-원 방향족 헤테로고리이고, C는 6-원 방향족 고리 또는 둘 이상의 상기 6-원 방향족 고리가 접합된 다환고리이고, X는 할로젠 원소이고, R은 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 고리, 치환될 수 있는 5-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 5-원 방향족 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 포화 또는 불포화 헤테로고리, 치환될 수 있는 6-원 방향족 헤테로고리, 또는 이들의 조합에 의해 연결되거나 접합된 다환고리임.

[0104] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 A는 피리딘 고리를 포함하는 것이며, 상기 C는 하기 고리기들로부터 선택되는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:



[0106] 본원의 일 구현예에 있어서, 상기 R은 하기 치환기로부터 선택되는 것일 수 있으나, 이에 제한되지 않을 수 있다:



[0109] 본원의 제 5 측면은, 상기 제 1 측면 또는 제 2 측면에 따른 유기 발광 화합물을 포함하는, 유기 전계 발광 소

자를 제공한다. 본 측면에 따른 유기 발광 화합물에 대하여 본원의 제 1 측면 내지 제 4 측면에 기재된 내용이 모두 적용될 수 있다.

[0110] 본원의 일 구현예에 따른 유기 발광 화합물은 안정성 및 색순도 등과 같은 성능이 개선된 새로운 청색 도판트 물질을 제공할 수 있으며, 이를 사용하여 색 순도 및 발광 효율이 향상된 유기 전계 발광 소자를 제공할 수 있다. 구체적으로, 본원의 일 구현예에 따른 유기 발광 화합물은 인데노피리딘 계열의 도판트 재료에 아릴아민과 같은 전자가 풍부한 그룹을 도입하여 발광층 내에서의 엑시톤 형성 비율을 높임으로서 발광 효율을 향상시킬 수 있다. 또한 인데노피리딘계 화합물은 유리전이온도( $T_g$ )가 높고 열 안정성이 우수하여 유기 전계 발광 소자의 안정성을 높일 수 있다. 이에 따라, 본원의 일 구현예에 따른 유기 발광 화합물은 종래 기술의 문제점을 해결하고 우수한 발광 화합물을 제공함으로써 OLED 산업 발전에 큰 기여를 할 수 있을 것으로 기대된다.

[0112] 본원의 제 6 측면은, 상기 제 1 측면 또는 제 2 측면에 따른 유기 발광 화합물을 포함하는, 유기 전계 발광 조성물을 제공한다. 본 측면에 따른 유기 발광 화합물에 대하여 본원의 제 1 측면 내지 제 4 측면에 기재된 내용이 모두 적용될 수 있다.

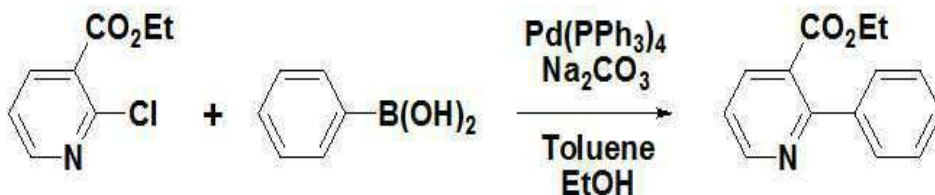
[0114] 이하 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명하고자 하나, 하기의 실시예는 단지 설명의 목적을 위한 것이며 본원의 범위를 한정하고자 하는 것은 아니다.

[0116] [실시예]

[0117] 본 실시예는, 전자를 주는 아릴아민이 치환된 인데노피리딘계 화합물을 제조 및 유기 전계 발광 소자의 발광층의 청색 도판트로서 사용한 것을 특징으로 한다. 보다 자세하게는, 전자가 풍부한 아릴 아민기를 도입하여 정공의 이동도를 증가시키고 HOMO 에너지 레벨을 상승시켜 정공의 주입을 보다 용이하게 하고자 하였으며, 이로써 발광층에서의 엑시톤 형성 비율을 높여 보다 더 나은 발광 효율을 가지도록 하였다. 본 발명은 이를 풀 컬러 디스플레이 패널에 적용될 수 있는 유기 발광 소자 및 유기 발광 화합물, 또는 태양광 발전, 조명등에 적용될 수 있는 유기 발광소자 등 다양한 분야에 사용될 수 있다.

[0119] 실시예 1: 7'-(*N,N*-디페닐-*N*-(4-스타이릴))-스피로[9*H*-플루오렌-9,5'-[5*H*]인데노[1,2-*b*]피리딘 [7'-(*N,N*-diphenyl-*N*-(4-styryl)-spiro[9*H*-fluorene-9,5'-[5*H*]indeno[1,2-*b*]pyridine]의 합성

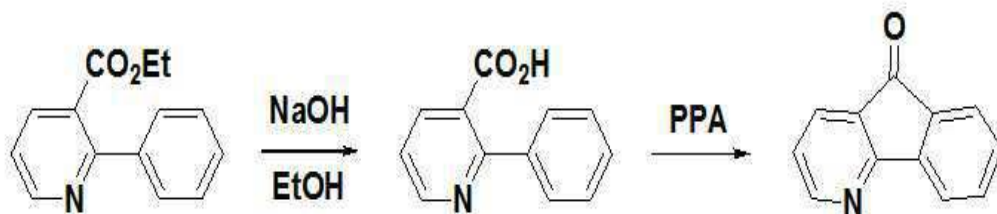
[0120] 실시예 1-(1): 에틸 2-페닐피리딘-3-카르복실레이트의 합성



[0121] 에틸 2-클로로피리딘-3-카르복실레이트(ethyl 2-chloropyridine-3-carboxylate) 2.00 g (1.0 eq, 10.78 mmol) 과 페닐 보론산(phenyl boronic acid) 1.45 g (1.1 eq, 11.86 mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(0) [tetrakis(triphenylphosphine)palladium(0)] 0.49 g (0.04 eq, 0.43 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 톨루엔 32 mL를 상기 반응 용기에 넣어 화합물들을 용해시킨 뒤 에탄올 16 mL와 2.0 M 소듐 카보네이트(sodium carbonate) 수용액 16 mL (3.0 eq, 32.34 mmol)를 첨가하고 80°C에서 3 시간 동안 환류시키며 교반시켰다. 반응 종료 후 증류수로 세척 및 에틸 아세테이트를 이용하여 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘을 이용하여 건조시켜 셀라이트를 통해 여과한 후 용매를 증발시켰다. 이후 컬럼크로마토그래피를 통하여 에틸 2-페닐피리딘-3-카르복실레이트(ethyl 2-phenylpyridine-3-carboxylate) 1.91 g (수율 = 78%)을 수득하였다.

[0123]  $^1\text{H-NMR}$ : 8.74(dd, 1H), 8.09(dd, 1H), 7.53(dd, 2H), 7.40(m, 3H), 7.30(dd, 1H), 4.12(q, 2H), 1.02(t, 3H).  
APCI-MS (m/z) : 226[M<sup>+</sup>]

[0125] 실시예 1-(2): 5H-인덴노[1,2-b]피리딘-5-원의 합성

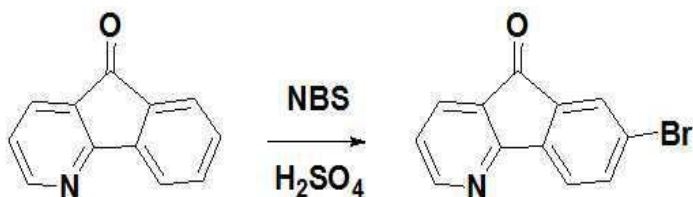


[0126]

[0127] 상기 실시예 1-(1)에서 수득된 에틸 2-페닐피리딘-3-카르복실레이트 1.91 g (1 eq, 8.40 mmol)과 소듐 하이드록사이드(sodium hydroxide) 0.67 g (2 eq, 16.81 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 에탄올 20 mL를 상기 반응 용기에 넣어 화합물들을 용해시킨 뒤 80°C에서 3 시간 동안 환류시키며 교반시켰다. 반응 종료 후 HCl를 천천히 적가하면서 pH를 산성조건으로 맞춘 뒤, 고체 필터(solid filter)를 통해 염을 거른 후 얻은 유기층을 추출하여 메틸렌 클로라이드(methylene chloride)와 헥세인(hexane)을 이용한 재결정 방법을 통해 흰 고체를 수득하였다. 수득된 반응물을 플라스크에 넣고 폴리인산(polyphosphoric acid)를 넣어준 후 190°C에서 환류하며 교반시켰다. 반응 종료 후 5.5 N NaOH로 켄칭(quenching) 후 증류수 및 에틸 아세테이트를 이용하여 추출하고 마그네슘 설페이트(magnesium sulfate)로 건조시켜 셀라이트를 통해 여과한 후 메틸렌 클로라이드와 n-헥세인을 이용한 재결정화를 통해 노란색 고체 5H-인덴노[1,2-b]피리딘-5-원(5H-indeno[1,2-b]pyridin-5-one) 0.88 g (수율 = 74 %)을 수득하였다.

[0128]  $^1\text{H-NMR}$ : 8.63(dd, 1H), 7.91(dd, 1H), 7.87(d, 1H), 7.73(d, 1H), 7.62(dt, 1H), 7.46(dt, 1H), 7.21(dd, 1H).

[0130] 실시예 1-(3): 7-브로모-5H-인덴노[1,2-b]피리딘-5-원의 합성

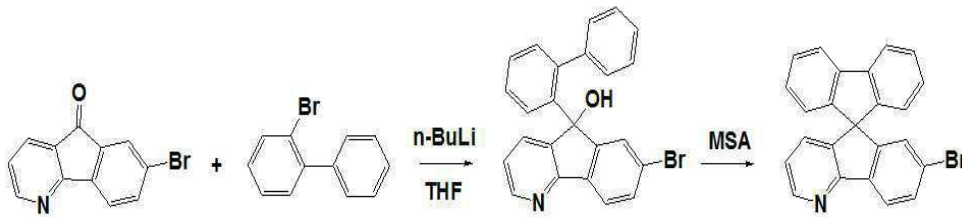


[0131]

[0132] 상기 실시예 1-(2)에서 수득된 5H-인덴노[1,2-b]피리딘-5-원 0.88 g (1 eq, 4.86 mmol)과 N-브로모숙신이미드(N-bromosuccinimide) 0.95 g (1.1 eq, 5.35 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 70% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 37 mL를 상기 반응 용기에 넣고 화합물들을 용해시킨 뒤 50°C에서 6 시간 동안 환류시키며 교반시켰다. 반응 종료 후 증류수로 세척 및 에틸 아세테이트를 이용하여 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 건조시켜 셀라이트를 통해 여과한 후 메틸렌 클로라이드와 n-헥세인을 이용한 재결정화를 통해 노란색 고체 7-브로모-5H-인덴노[1,2-b]피리딘-5-원(7-bromo-5H-indeno[1,2-b]pyridin-5-one) 1.16 g (수율 = 71 %)을 수득하였다.

[0133]  $^1\text{H-NMR}$ : 8.70(dd, 1H), 8.01(dd, 1H), 7.90(dd, 1H), 7.85(d, 1H), 7.76(d, 1H), 7.43(dd, 1H). APCI-MS (m/z) : 260[M<sup>+</sup>]

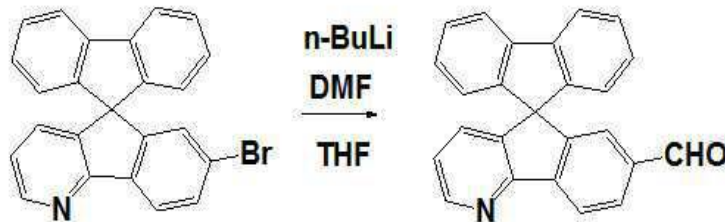
[0135] 실시예 1-(4): 7'-브로모-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘]의 합성



[0136]

[0137] 2-브로모바이페닐 0.75 g (1.05 eq, 3.23 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소 가스를 채웠다. THF 75 mL를 넣고 드라이아이스를 이용하여 -78°C로 용매 및 반응 용기를 냉각한 뒤에 n-BuLi (1.6 M) 4.20 mL (1.1 eq, 3.39 mmol)을 천천히 적가하고 1 시간 30 분 동안 교반시켰다. 그 후 상기 실시예 1-(3)에서 수득된 7-브로모-5H-인덴노[1,2-b]피리딘-5-원 0.80 g (1.00 eq, 3.08 mmol)을 첨가하여 1 시간 동안 교반시킨 후, 다시 상온에서 3 시간 동안 교반시켰다. 반응 종료 후 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조시키고 셀라이트를 통해 여과한 후 메틸렌클로라이드로 재결정하여 얻은 반응물을 반응용기에 넣었다. 이 반응 용기에 메탄술폰산(methanesulfonic acid) 5 mL를 넣고 상온에서 3시간 동안 교반시켰다. 반응 종료 후 5 N NaOH를 이용하여 용액을 중성을 맞추고 아세트산에틸로 추출한 뒤, 아세트산에틸과 n-헥산을 이용하여 재결정화하여 7'-브로모-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘](7'-bromo-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine)) 0.61 g (수율 = 79%)을 수득하였다.

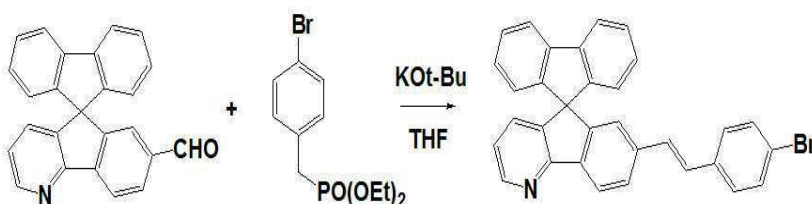
[0139] 실시예 1-(5): 7'-포르밀-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘]의 합성



[0140]

[0141] 상기 실시예 1-(4)에서 수득된 7'-브로모-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘] 0.6 g (1 eq, 1.52 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소 가스를 채웠다. 상기 반응 용기에 THF 12 mL를 넣고 드라이아이스를 이용하여 -78°C로 용매 및 반응 용기를 냉각한 후에 n-BuLi (1.6 M) 1.4 mL (1.5 eq, 2.28 mmol)를 천천히 적가하고 1 시간 동안 교반시켰다. 그 후, DMF 0.18 mL(1.5 eq, 2.28 mmol)를 천천히 적가하고 1 시간 동안 교반시켰다. 반응 종료 후 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조시키고 셀라이트를 통해 여과한 후 아세트산에틸과 n-헥산을 이용한 컬럼크로마토그래피를 통해 7'-포르밀-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘](7'-formyl-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine)) 0.50 g (수율 = 95%)을 수득하였다.

[0143] 실시예 1-(6): 7'-(4-브로모-스타이릴)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘]의 합성

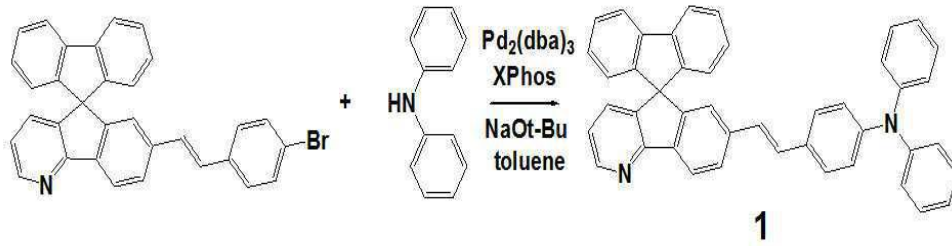


[0144]

[0145] 상기 실시예 1-(5)에서 수득된 7'-포르밀-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘] 0.50 g (1 eq, 1.45 mmol), 디에틸(4-브로모페닐)메틸포스페이트[diethyl(4-bromophenyl)methylphosphonate] 0.45 g (1 eq,

1.45 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소 가스를 채웠다. 상기 반응 용기에 THF 13 mL를 넣고 얼음을 이용하여 0°C로 용매 및 반응 용기를 냉각한 후에 KO<sup>t</sup>Bu 1.8 mL (1.2 eq, 1.74 mmol)를 천천히 적가하고 30 분 동안 교반시켰다. 그 후 상온에서 다시 1 시간 동안 교반시켰다. 반응 종료 후 증류수로 세척 및 아세트산 에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘을 이용하여 유기층을 건조한 후 n-헥산으로 재결정화하여 7'-(브로모-4-스타이릴페닐)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘] (7'-(bromo-4-styrylphenyl)-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine]) 0.71 g (수율 = 98%)을 수득하였다.

[0147] 실시예 1-(7): 7'-(4-(N,N-디페틸)스타이릴)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘]의 합성



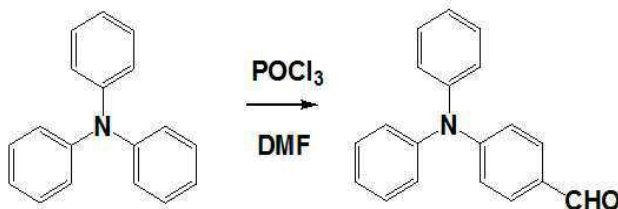
[0148]

[0149] 상기 실시예 1-(6)에서 수득된 7'-(브로모-4-스타이릴페닐)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘] 0.6 g (1 eq, 1.2 mmol), 디페닐아민 0.24 g (1.2 eq, 1.4 mmol), Xphos 0.05 g (0.08 eq, 0.048 mmol), 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐(0) 0.05 g (0.05 eq, 0.06 mmol), 및 소듐 *t*-부톡사이드(sodium tert-butoxide) 0.35 g (3 eq, 3.6 mmol)를 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 상기 반응 용기에 톨루엔 10 mL를 넣고 100°C에서 2 시간 동안 환류시키며 교반하였다. 반응 종료 후 상온으로 온도를 낮춘 뒤 증류수로 세척 및 아세트산 에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조시킨 후 셀라이트를 통해 여과하였다. 그 후 아세트산에틸과 n-헥산을 이용한 컬럼크로마토그래피를 통하여 최종 화합물 7'-(4-(N,N-디페틸)스타이릴)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘](7'-(N,N-diphenyl-N-(4-styrylphenyl)-Spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine]) 0.25 g (수율 = 35 %)을 수득하였다.

[0150] <sup>1</sup>H-NMR: (CDCl<sub>3</sub>, 500 MHz, δ); 8.53 (dd, 1H), 8.12 (d, 1H), 7.82 (d, 2H), 7.56 (d, 1H), 7.32 (t, 2H), 7.16 (m, 6H), 7.06 (t, 2H), 7.01 (d, 4H), 6.94 (m, 3H), 6.89 (m, 3H), 6.84 (m, 2H), 6.74 (d, 1H), 6.72 (d, 2H). APCI-MS (*m/z*): 587 [M<sup>+</sup>]

[0152] 실시예 2: 7'-((4-(N,N-디페닐)스타이릴)-4-페닐)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]pyridine][7'-((4-(N,N-diphenyl)styryl)-4-phenyl)-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine]의 합성

[0153] 실시예 2-(1): 4-(디페닐아미노)벤즈알데하이드의 합성

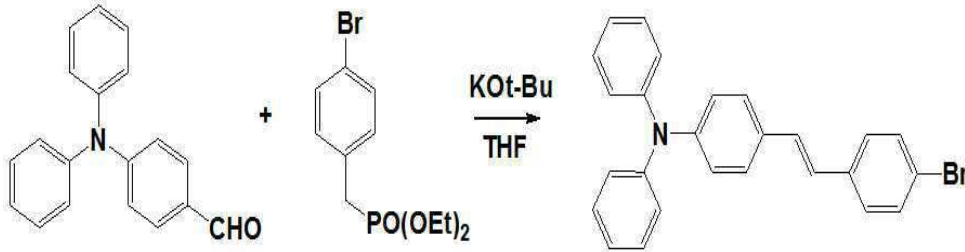


[0154]

[0155] 반응 용기를 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 주사바늘을 이용하여 상기 반응 용기에 디메틸포름아마이드를 넣고, 얼음을 이용하여 반응 용기 및 용매를 0°C로 냉각한 후 염화포스포릴 1.14 mL (1.5 eq, 12.24 mmol)를 주사바늘을 이용하여 천천히 적가하였다. 이 후 상온으로 온도를 올린 후 1 시간 동안 교반하였다. 상기 반응 용기에 트리페닐아민 2.0 g (1 eq, 8.16 mmol)을 넣어준 뒤 50°C에서 20 시간 동안 환류시키며 교반하였다. 반응 종료 후 반응 혼합물을 얼음이 들어있는 비커에 넣어준 뒤 30 분 동안 교반하였다. 혼합물을 필터하여 수득한 고체를 메틸렌클로라이드에 용해시킨 후 무수 황산마그네슘을 이용하여 건조시켰다. 상기 혼합물을 셀라이

트를 통해 여과한 후 메틸렌클로라이드 및 메탄올을 이용해 재결정화하여 4-(디페닐아미노)벤즈알데하이드[4-(diphenylamino)benzaldehyde] 1.84 g (수율 = 82 %)를 수득하였다.

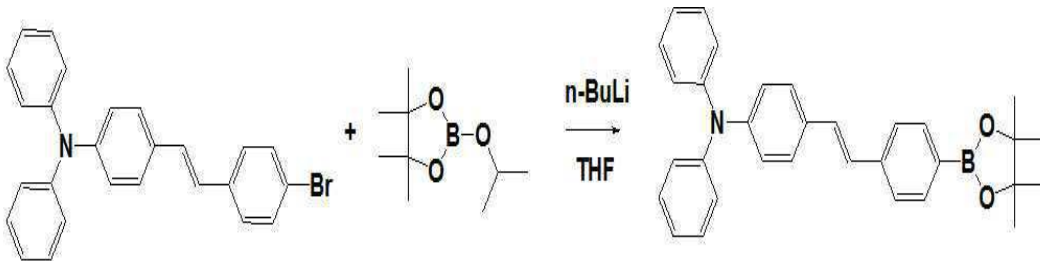
[0157] 실시예 2-(2): *N*-(4-(4-브로모스타이릴)페닐)-*N*-페닐벤젠아민의 합성



[0158]

[0159] 상기 실시예 2-(1)에서 수득한 4-(디페닐아미노)벤즈알데하이드 1.33 g (1 eq, 4.88 mmol)과 디에틸(4-브로모페닐)메틸포스페이트[diethyl(4-bromophenyl)methylphosphonate] 1.5 g (1 eq, 4.88 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소 가스를 채웠다. 주사바늘을 이용하여 상기 반응 용기에 테트라하이드로푸란 30 mL을 넣고 얼음을 이용하여 용매 및 반응 용기를 0°C로 냉각하였다. 그 후 포타슘 *t*-부톡사이드(potassium tert-butoxide) 5.86 mL (1.2 eq, 5.86 mmol)를 천천히 적가하여 30 분 동안 교반시키고, 다시 상온에서 1 시간 동안 교반시켰다. 증류수를 이용하여 반응을 종료시킨 후 증류수로 세척 및 메틸렌클로라이드로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조한 후 셀라이트를 통해 여과시켰다. 그 후 메틸렌클로라이드와 에탄올을 이용한 재결정화를 통하여 *N*-(4-(4-브로모스타이릴)페닐)-*N*-페닐벤젠아민[*N*-(4-(4-bromostyryl)phenyl)-*N*-phenylbenzenamine] 1.80 g (수율 = 87%)을 수득하였다.

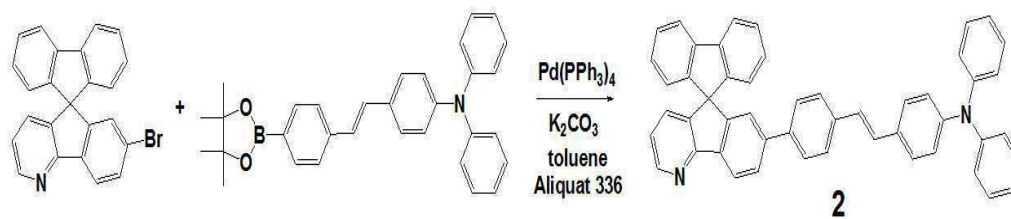
[0161] 실시예 2-(3): *N*-(4-(4-(4,4,5,5-테트라메틸-1,3,2-다이옥사보로란-2-일)스타이릴)페닐)-*N*-페닐벤젠아민의 합성



[0162]

[0163] 상기 실시예 2-(2)에서 수득된 *N*-(4-(4-브로모스타이릴)페닐)-*N*-페닐벤젠아민 1.26 g (1 eq, 2.96 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 테트라하이드로푸란 15 mL를 상기 반응 용기에 넣어 반응 물을 녹인 후 드라이아이스를 이용하여 용매 및 반응 용기를 -78°C로 냉각하였다. 그 후 상기 반응 용기에 *n*-부틸리튬 (1.6 M) 2.77 mL (1.5 eq, 4.43 mmol)를 서서히 적가하여 1 시간 동안 교반하고, 2-아이소프로폭시-4,4,5,5-테트라메틸-1,3,2-다이옥사보로레인 0.90 mL (1.5 eq, 4.43 mmol)를 넣은 뒤, 10 분 동안 교반시켰다. 다시 상온에서 3 시간 교반시킨 후, 증류수를 이용하여 반응을 종료시키고 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조하고 셀라이트를 통해 여과한 뒤, 아세트산에틸 및 *n*-헥산을 이용한 컬럼크로마토그래피를 통해 *N*-(4-(4-(4,4,5,5-테트라메틸-1,3,2-다이옥사보로란-2-일)스타이릴)페닐)-*N*-페닐벤젠아민[*N*-(4-(4-(4,4,5,5-tetramethyl-1,3,2-dioxaborolan-2-yl)styryl)phenyl)-*N*-phenylbenzenamine] 1.10 g (수율 = 79%)을 수득하였다.

[0165] 실시예 2-(4): 7'-(4-(4-(*N,N*-디페닐)스타이릴)페닐)-스피로[9#-플루오렌-9,5'-[5#]인덴노[1,2-*b*]피리딘]의 합성



[0166]

[0167]

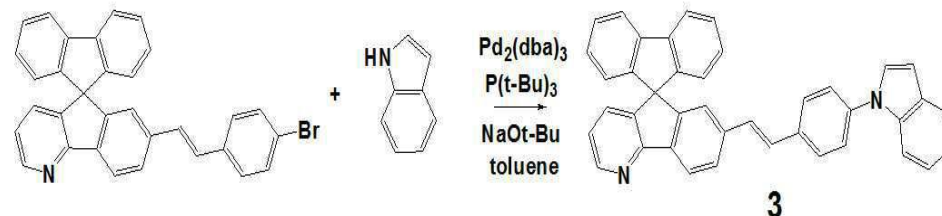
상기 실시예 1-(4)에서 수득된 7'-브로모-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인데노[1,2-b]피리딘] 0.25 g (1 eq, 0.63 mmol), 상기 실시예 2-(3)에서 수득된 N-(4-(4-(4,4,5,5-테트라메틸-1,3,2-다이옥사보로란-2-일)스타이릴)페닐)-N-페닐벤젠아민 0.33 g (1.1 eq, 0.69 mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(0) 0.03 g (0.04 eq, 0.03 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 톨루엔 6.3 mL를 상기 반응 용기에 넣어 화합물들을 용해시킨 뒤 Aliquat 336 0.03 mL (0.1 eq, 0.06 mmol)와 2.0 M 포타슘 카보네이트 3.15 mL (10 eq, 6.3 mmol)를 넣고 90°C에서 2 시간 동안 환류시키며 교반시켰다. 반응 종료 후 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조시키고 셀라이트를 통해 여과한 후, 메틸렌클로라이드 및 n-헥세인을 이용해 재결정화하여 최종 화합물 7'-(4-(4-(N,N-디페닐)-스타이릴)페닐)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인데노[1,2-b]피리딘] [7'-(4-(N,N-diphenyl-N-(4-styrylphenyl)phenyl)-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine]] 0.29 g (수율 = 69%)을 수득하였다.

[0168]

<sup>1</sup>H-NMR : (CDCl<sub>3</sub>, 500 MHz, δ); 8.58 (dd, 1H), 8.21 (d, 1H), 7.86 (d, 2H), 7.73 (dd, 1H), 7.38 (m, 9H), 7.23 (d, 2H), 7.12 (t, 2H), 7.05 (d, 4H), 7.02 (m, 9H), 6.94 (d, 1H), 6.78 (d, 2H). APCI-MS (m/z): 663 [M<sup>+</sup>]

[0170]

실시예 3: 7'-(4-(1H-인돌-1-일)스타이릴)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인데노[1,2-b]피리딘] (7'-(4-(1H-indole-1-yl)styryl)-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine])의 합성



[0171]

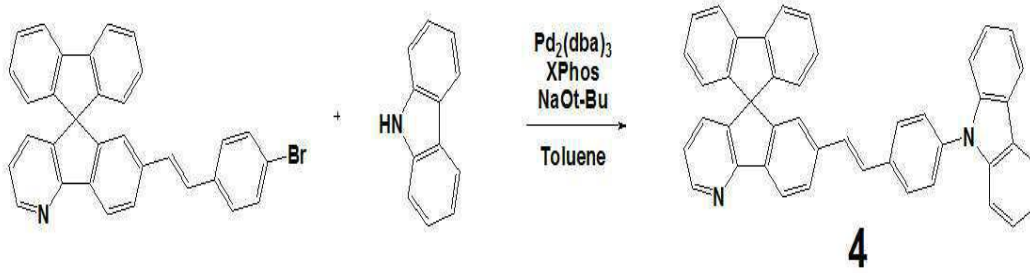
[0172]

상기 실시예 1-(6)에서 수득한 7'-(브로모-(4-스타이릴))-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인데노[1,2-b]피리딘] 0.5 g (1 eq, 0.99 mmol), 인돌 0.18 g (1.5 eq, 1.50 mmol), 트리스(디벤질리텐아세톤)디팔라듐(0) 0.04 g (0.05 eq, 0.045 mmol), Xphos 0.04 g (0.08 eq, 0.080 mmol), 소듐 t-부톡사이드 0.29 g (3 eq, 2.98 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소 가스를 채웠다. 상기 반응 용기에 톨루엔 10 mL를 넣고 100°C에서 2 시간 동안 환류시키며 교반시켰다. 반응 종료 후 상온으로 온도를 낮춘 뒤 증류수로 세척 및 아세트산 에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조시킨 후 셀라이트를 통해 여과하였다. 그 후 아세트산에틸과 n-헥산을 이용한 컬럼크로마토그래피를 통하여 최종 화합물 7'-(인돌-1-일-(4-스타이릴페닐))-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인데노[1,2-b]피리딘] (7'-(indol-1-yl-(4-styrylphenyl))-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine]) 0.35 g (수율 = 66 %)을 수득하였다.

[0173]

<sup>1</sup>H-NMR: (CDCl<sub>3</sub>, 500 MHz, δ); 8.17 (d, 1H), 7.90 (d, 2H), 7.67 (t, 2H), 7.56(d, 1H), 6.53 (d, 2H), 7.44 (m, 4H), 7.31 (d, 1H), 7.21 (t, 1H), 7.16 (m, 4H), 7.05 (d, 1H), 7.02 (m, 3H), 6.94 (s, 1H), 6.80 (d, 2H), 6.67 (d, 1H). APCI-MS (m/z): 535 [M<sup>+</sup>]

[0175] 실시예 4: 7'-(4-(9H-카르바졸-9-일)스타이릴)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘]의 합성



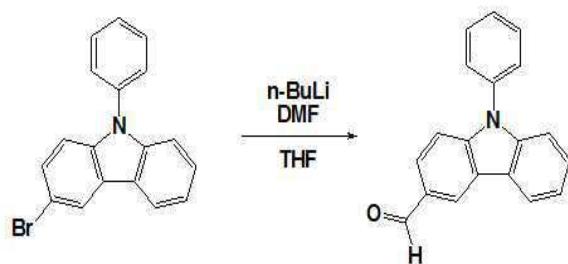
[0176]

[0177] 상기 실시예 1-(6)에서 수득한 7'-(브로모-(4-스타이릴))-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘] 0.50 g (1.0 eq, 1.00 mmol)과 카르바졸 0.20 g (1.2 eq, 1.20 mmol), 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔라듐(0) 0.046 g (0.05 eq, 0.05 mmol), 2-디시클로헥실포스피노-2',4',6'-트리이소프로필바이페닐 0.038 g (0.08 eq, 0.08 mmol), 소듐 *t*-부톡사이드 0.29 g (3.0 eq, 3.01 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 톨루엔 10 mL를 상기 반응 용기에 넣어 화합물들을 용해시킨 뒤 120°C에서 2 시간 동안 환류시키며 교반시켰다. 반응 종료 후 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조시키고 셀라이트를 통해 여과한 후 아세트산에틸 및 *n*-헥산을 이용한 컬럼 크로마토그래피를 통해 최종 화합물 7'-(4-(9H-카르바졸-9-일)스타이릴)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘] (7'-(4-(9H-carbazol-9-yl)styryl)-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine]) 0.40 g (수율 = 68 %)을 수득하였다.

[0178] <sup>1</sup>H-NMR : 8.60 (dd, 1H), 8.17 (d, 1H), 8.13 (d, 2H), 7.91 (d, 2H), 7.68 (dd, 1H), 7.61 (d, 2H), 7.50 (d, 2H), 7.41 (m, 6H), 7.28 (m, 2H), 7.17 (dt, 2H), 7.04 (m, 4H), 6.96 (s, 1H), 6.81 (d, 2H). APCI-MS (*m/z*) : 585[M<sup>+</sup>]

[0180] 실시예 5: 7-((E)-2-(9-페닐-9H-카르바졸-3-일)비닐)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘] [7-((E)-2-(9-phenyl-9H-carbazol-3-yl)vinyl)-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]indeno[1,2-b]pyridine]의 합성

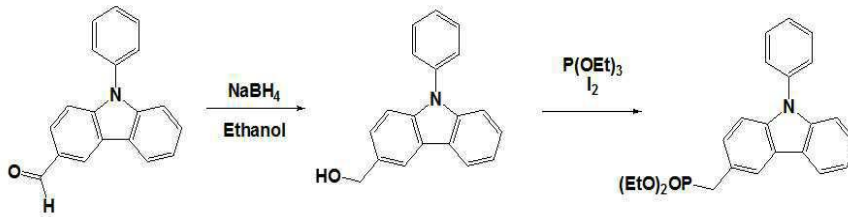
[0181] 실시예 5-(1): 9-페닐-9H-카르바졸-3-카르브알데하이드의 합성



[0182]

[0183] 3-브로모-9-페닐-9H-카르바졸 0.50 g (1.0 eq, 1.55 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 테트라하이드로퓨란 5 mL를 상기 반응 용기에 넣어 반응물을 용해시킨 후 드라이아이스를 이용하여 용매 및 반응 용기를 -78°C로 냉각시켰다. 상기 반응 용기에 1.6 M *n*-부틸리튬 1.45 mL (1.5 eq, 2.33 mmol)을 천천히 적가하고 1시간 동안 교반시켰다. 디메틸포름알데하이드 0.18 mL (1.5 eq, 2.33 mmol)을 넣고 1시간 동안 교반시켰다. 반응 종료 후 상온에서 30 분 동안 교반시키고 혼합물을 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조시키고 셀라이트를 통해 여과하였다. 그 후 아세트산에틸과 *n*-헥산을 이용한 컬럼 크로마토그래피 및 *n*-헥산과 에탄올을 이용한 재결정화를 통해 9-페닐-9H-카르바졸-3-카르브알데하이드 [9-phenyl-9H-carbazole-3-carbaldehyde] 0.27 g (수율 = 64 %)을 수득하였다.

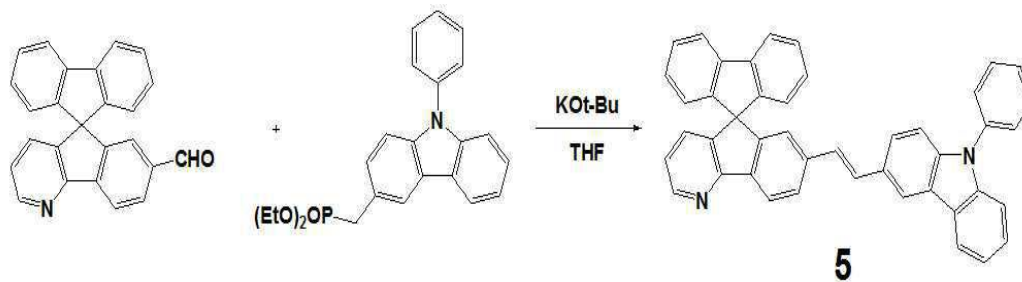
[0185] 실시예 5-(2): 디에틸(9-페닐-9H-카르바졸-3-일)메틸포스포네이트의 합성



[0186]

[0187] 상기 실시예 5-(1)에서 수득한 9-페닐-9H-카르바졸-3-카르보알데하이드 1.0 g (1.0 eq, 3.69 mmol)과 소듐 보로하이드라이드(sodium borohydride) 0.56 g (4.0 eq, 14.74 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 상기 반응 용기에 에탄올 20 mL를 넣어 화합물들을 용해시킨 뒤, 78℃에서 3시간 동안 환류시키며 교반시켰다. 반응 종료 후, 얼음을 이용하여 0℃로 냉각시킨 후, 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘으로 유기층을 건조시킨 후 셀라이트를 통해 여과하였다. 그 후 메틸렌클로라이드와 n-헥산을 이용한 재결정화를 통해 수득한 화합물을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 트리에틸 포스파이트(triethyl phosphite) 0.61 g (2.0 eq, 3.66 mmol)를 상기 반응 용기에 넣어 반응물을 용해시킨 후, 얼음을 이용하여 0℃로 냉각시켰다. 아이오딘 0.46 g (1.0 eq, 1.83 mmol)을 상기 반응 용기에 넣어 30 분 동안 교반시킨 후, 다시 상온에서 12 시간 동안 교반시켰다. 반응 종료 후, 진공 분별 증류를 통해 과량의 트리에틸 포스파이트를 제거한 후, 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하고 컬럼 크로마토그래피를 통하여 디에틸(9-페닐-9H-카르바졸-3-일)메틸포스포네이트[diethyl(9-phenyl-9H-carbazol-3-yl)methylphosphonate] 0.46 g (수율 = 64%)을 수득하였다.

[0189] 실시예 5-(3): 7-((E)-2-(9-페닐-9H-카르바졸-3-일)비닐)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]-인덴노[1,2-b]피리딘]의 합성



[0190]

[0191] 상기 실시예 1-(5)에서 수득한 7'-포르밀-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]인덴노[1,2-b]피리딘] 0.30 g (1 eq, 0.87 mmol)과 디에틸(9-페닐-9H-카르바졸-3-일)메틸포스포네이트 0.34 g (1.0 eq, 0.87 mmol)을 반응 용기에 넣고 진공 건조한 후 질소가스를 채웠다. 테트라하이드로퓨란 6 mL를 상기 반응 용기에 넣어 화합물들을 용해시킨 후 얼음을 이용하여 반응물 및 반응 용기를 0℃로 냉각시켰다. 상기 반응 용기에 소듐 t-부톡사이드 1.04 mL (1.2 eq, 1.04 mmol)를 천천히 적가하여 30 분 동안 교반시킨 후, 다시 상온에서 40 분 동안 교반시켰다. 반응 종료 후 증류수로 세척 및 아세트산에틸로 유기층을 추출하였다. 무수 황산마그네슘을 이용하여 유기층을 건조시키고 셀라이트를 통해 여과하였다. 그 후 메틸렌클로라이드와 n-헥산을 이용한 컬럼 크로마토그래피 및 재결정화를 통해 최종 화합물 7-((E)-2-(9-페닐-9H-카르바졸-3-일)비닐)-스피로[9H-플루오렌-9,5'-[5H]-인덴노[1,2-b]피리딘] [7-((E)-2-(9-phenyl-9H-carbazol-3-yl)vinyloxy)-spiro[9H-fluorene-9,5'-[5H]-indeno[1,2-b]pyridine] 0.38 g (수율 = 74.5%)을 수득하였다.

[0192] <sup>1</sup>H-NMR : 8.59 (dd, 1H), 8.15 (d, 2H), 8.09 (d, 1H), 7.90 (d, 2H), 7.67 (dd, 1H), 7.59 (t, 2H), 7.53 (dd, 2H), 7.49 (dd, 1H), 7.42 (m, 5H), 7.31 (d, 1H), 7.28 (dd, 1H), 7.20 (d, 1H), 7.16 (dt, 2H), 7.02 (m, 3H), 6.95 (s, 1H), 6.81 (d, 2H). APCI-MS (m/z) : 585[M<sup>+</sup>]

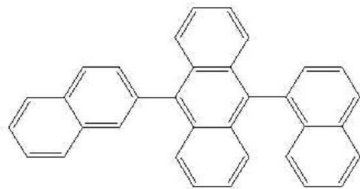
[0194] 실험예 1: 청색 유기 전계 발광 소자의 특성 측정

[0195] OLED 제조를 위해 ITO(indium tin oxide) 박막이 코팅된 유리 기제가 사용되었으며, 유리 기제의 시트 저항은 12 Ω/square이고 두께는 180 nm이었다. ITO-코팅된 유리를 초음파 배스(bath)에서 아세톤, 메틸 알콜, 및 증류수의 순서대로 초음파 세척한 후, 이소프로필 알코올에서 20 분 동안 방치하고 N<sub>2</sub> 가스 층을 이용하여 건조하였다. 상기 기제를 Ar 분위기에서 O<sub>2</sub> 플라즈마로 처리하였다. 진공 증착 장비의 기관 폴더에 상기 ITO-코팅된 유리를 장착하고, 진공 증착 장비 내의 셀에 2-TNATA (4,4',4''-트리스[2-나프틸(페닐)아미노]트리페닐아민)를 넣었다. 챔버내의 진공도가 5.0 × 10<sup>-7</sup> Torr에 도달할 때까지 배기시킨 후, 셀에 전류를 인가하여 2-TNATA를 증발시켜 ITO 기제 상에 60 nm 두께의 정공 주입층을 증착하였다. 그 후 NPB (4,4'-비스[N-(1-나프틸)-N-페닐아미노]-바이페닐)를 같은 방법으로 증발시켜 20 nm 두께의 정공 수송층을 증착하였다. 또한, 상기 진공 증착 장비 내에 호스트로서 α,β-ADN과 상기 실시예에서 제조한 화합물 1 내지 화합물 5를 95:5 중량으로 도핑함으로써 1.0 Å/sec 속도로 증발시켜 상기 정공 전달층 상에 30 nm 두께의 발광층을 증착하였다. 이 후에 비슷한 조건에서 Bphen(4,7-디페닐-1,10-페난트롤린)과 Liq(리튬 퀴놀레이트)를 순차적으로 증발시켜 각각 30 nm와 2 nm 두께의 전자 수송층과 전자 주입층을 증착하였다. 모든 유기 물질 및 금속은 높은 진공(5.0×10<sup>-7</sup> Torr) 하에서 증착되었다. 그런 다음, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al음극을 100 nm 두께로 증착하여 OLED를 제조하였다.

[0196] 본 실험예에 따른 OLED는 다음과 같은 순서로 제조하였다: ITO(180 nm)/ 4,4',4''-트리스[2-나프틸(페닐)아미노]트리페닐아민(2-TNATA, HIL)(60 nm)/ 4,4'-비스[N-(1-나프틸)-N-페닐아미노]-바이페닐(NPB, HTL)(20 nm)/ α,β-ADN : 5% 청색도판트 1-5(30 nm, EML)/ 4,7-디페닐-1,10-페난트롤린(Bphen, ETL)(30 nm)/ 리튬 퀴놀레이트(Liq)(2 nm)/ Al(100 nm).

[0197] 상기 제조된 OLED의 발광특성 및 광발광 (EL) 스펙트럼을 Keithley 2400 소스 측정 유닛 및 CS1000A 분광 측광기를 이용하여 측정하고 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

[0198] 한편, 호스트로 사용한 α,β-ADN의 구조는 다음과 같다.



α,β-ADN

[0199]

[0200] 하기 표 1은 α,β-ADN을 호스트로, 상기 실시예에서 합성한 화합물 1 내지 화합물 5를 도판트로 사용한 소자에 대한 유기 전계 발광 특성이다.

[0201] [표 1]

	Material	LE <sup>a/b</sup> [cd/A]	PE <sup>a/b</sup> [lm/W]	EQE <sup>a/b</sup> [%]	EL <sup>c</sup> [nm]	CIE(x,y)
실시예1	1	9.92 / 6.88	4.56 / 2.91	4.01 / 2.55	457, 484	(0.15, 0.25)
실시예2	2	7.14 / 6.41	6.71 / 2.89	3.57 / 3.48	459, 486	(0.16, 0.27)
실시예3	3	1.92 / 1.00	1.72 / 0.35	1.63 / 1.04	426, 441	(0.15, 0.12)
실시예4	4	1.36 / 0.87	1.22 / 0.31	1.22 / 0.94	425, 444	(0.15, 0.11)
실시예5	5	1.73 / 1.19	1.81 / 0.43	1.42 / 1.09	427, 450	(0.15, 0.14)

a. Maximum value. b. At 1000 cd/m<sup>2</sup>. c. at 8 V.

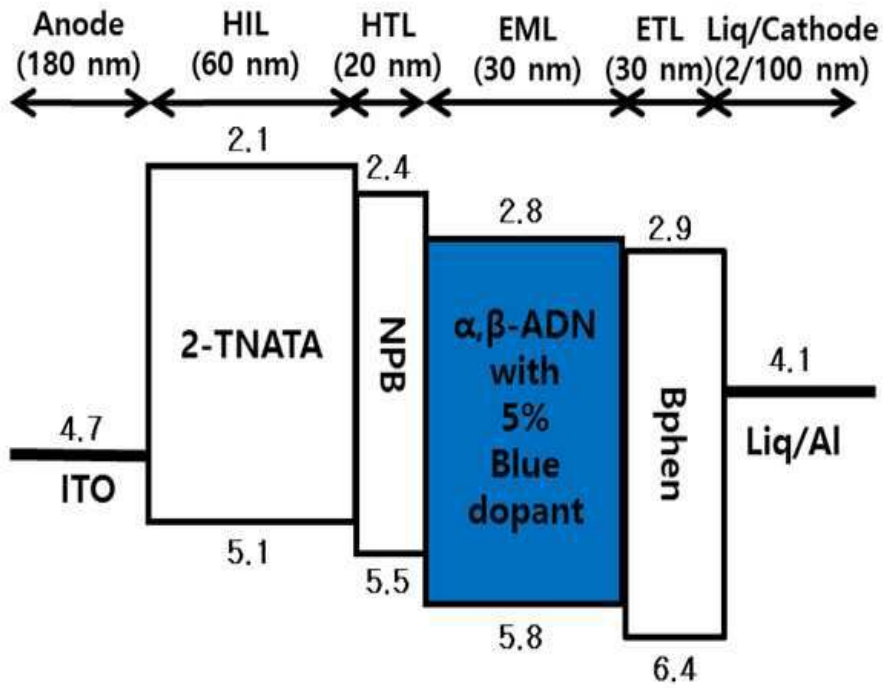
[0202]

[0204] 전술한 본원의 설명은 예시를 위한 것이며, 본원이 속하는 기술분야의 통상의 지식을 가진 자는 본원의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 쉽게 변형이 가능하다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 예를 들어, 단일형으로 설명되어 있는 각 구성 요소는 분산되어 실시될 수도 있으며, 마찬가지로 분산된 것으로 설명되어 있는 구성 요소들도 결합된 형태로 실시될 수도 있다.

[0205] 본원의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위, 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본원의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

도면1



专利名称(译)	标题：有机发光化合物，其制备方法以及含有该有机发光化合物的有机电致发光器件		
公开(公告)号	<a href="#">KR1020170069120A</a>	公开(公告)日	2017-06-20
申请号	KR1020160019704	申请日	2016-02-19
[标]申请(专利权)人(译)	成均馆大学校产学协力团		
申请(专利权)人(译)	韩国成均馆大学学术交流		
[标]发明人	YOON SEUNG SOO 윤승수 JEONG SUJIN 정수진 KIM SE HYUN 김세현 KIM DONG YOUNG 김동영 KIM JWA JIN 김좌진 KIM YOUNG SEOK 김영석 LEE HYUN WOO 이현우 KIM YOUNG KWAN 김영관 LEE HO WON 이호원 LEE SONG EUN 이송은		
发明人	윤승수 정수진 김세현 김동영 김좌진 김영석 이현우 김영관 이호원 이송은		
IPC分类号	C09K11/06 C07C13/72 C07D209/82 C07D221/02 H01L51/00 H01L51/50 H05B33/14		
CPC分类号	C09K11/06 C07D221/02 C07D209/82 C07C13/72 H01L51/5012 H01L51/0072 H05B33/14 C09K2211/1029 C09K2211/1003 C09K2211/1011 H01L2924/12044		
代理人(译)	Hanseonhui		
优先权	1020150175648 2015-12-10 KR		
其他公开文献	KR101802924B1		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		
摘要(译)			

本发明涉及有机发光化合物，其制备方法，包含其的有机电致发光器件和有机电致发光组合物。更具体地，提供有机发光化合物。通过将诸如芳基胺的富电子基团引入到基于茚并吡啶的掺杂剂材料中以试图增加发光层中的激子形成速率，可以通过使用基于茚并吡啶的化合物来提高发光效率以及热稳定性。

