



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년07월29일

(11) 등록번호 10-1540053

(24) 등록일자 2015년07월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C09K 11/06 (2006.01) C07D 487/04 (2006.01)

H01L 51/50 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-0065493

(22) 출원일자 2013년06월07일

심사청구일자 2013년06월07일

(65) 공개번호 10-2014-0009019

(43) 공개일자 2014년01월22일

(30) 우선권주장

1020120073487 2012년07월05일 대한민국(KR)

(56) 선행기술조사문헌

WO2011060877 A2*

KR1020100073954 A

KR1020060122874 A

KR1020110108221 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

주식회사 엠비케이

경기도 성남시 중원구 갈마치로 176 (상대원동)

(72) 발명자

안도환

경기 성남시 중원구 갈마치로 176

박재교

경기 성남시 중원구 갈마치로 176

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 8 항

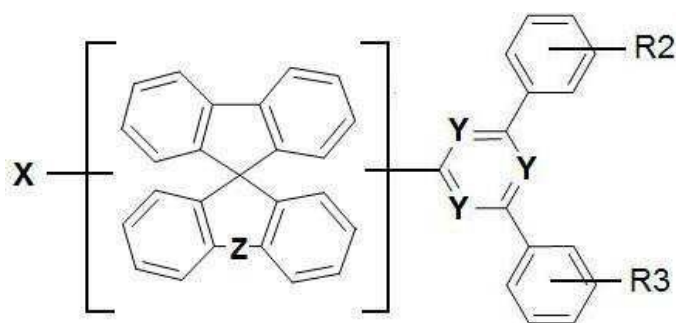
심사관 : 지무근

(54) 발명의 명칭 신규한 유기발광화합물 및 이를 포함하는 유기전기발광소자

(57) 요약

본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기발광화합물 및 이를 포함하는 유기전기발광소자를 제공한다:

[화학식1]



상기 유기발광화합물은 인광 녹색 호스트 물질로서 유기전기발광소자에 적용될 수 있으며, 이 경우 유기전기발광소자의 발광효율 및 소자 수명을 향상시킬 수 있다.

(72) 발명자

전아람

경기 성남시 중원구 갈마치로 176

이대균

경기 성남시 중원구 갈마치로 176

한근희

경기 성남시 중원구 갈마치로 176

현승학

경기 성남시 중원구 갈마치로 176

안중복

경기 성남시 중원구 갈마치로 176

김복영

경기 용인시 수지구 상현로 30-9, 쌍용2차 218동
60호 (상현동, 상현마을쌍용2차C단지)

박노길

경기 성남시 중원구 갈마치로 176

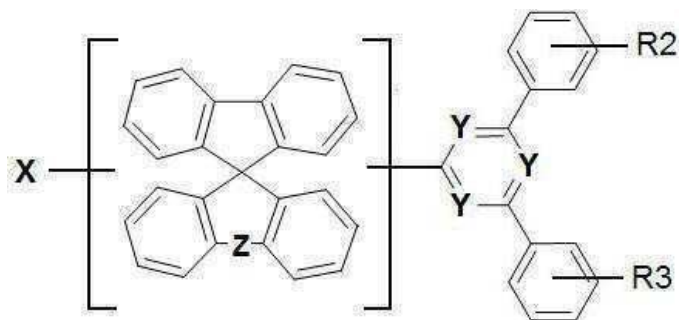
명세서

청구범위

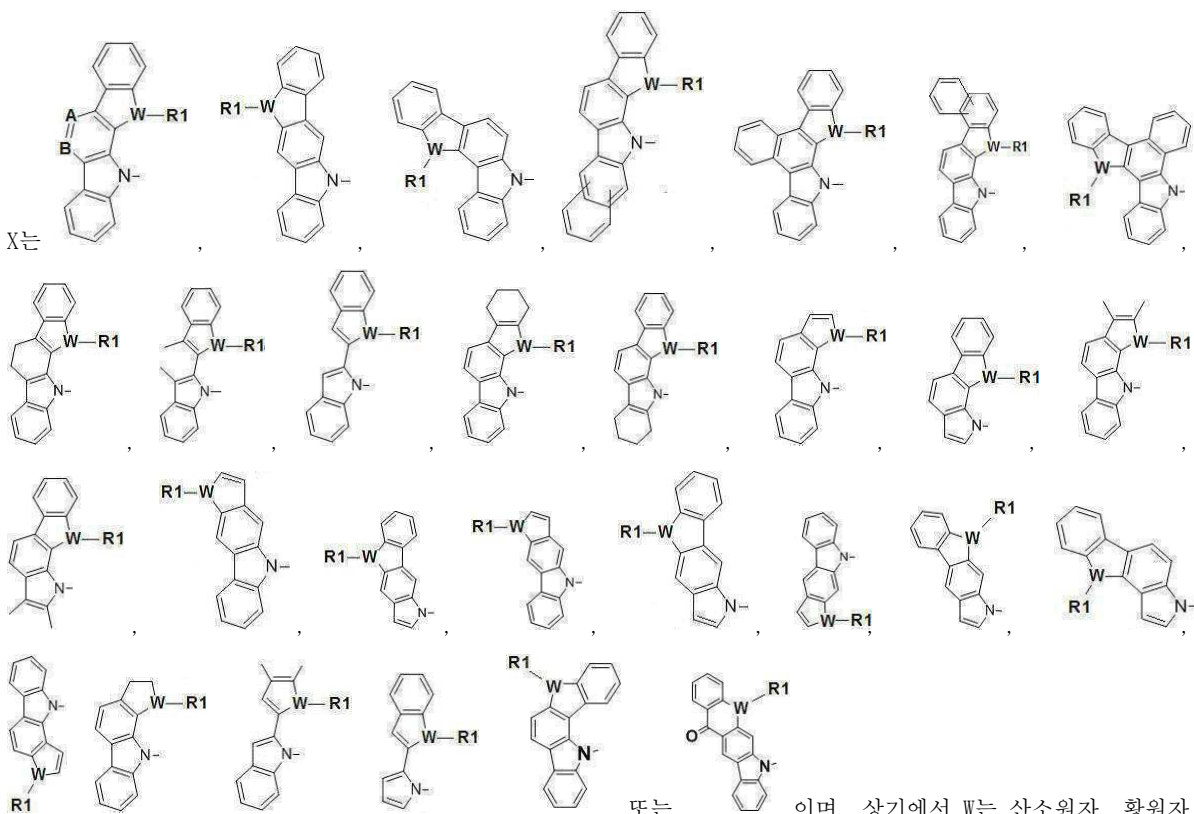
청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 유기발광화합물:

[화학식1]



상기 식에서,



또는 이며, 상기에서 W는 산소원자, 황원자 또는 Si(C1~C5의 알킬)₂이고, R1은 부존재하고, A 및 B는 각각 독립적으로 탄소원자 또는 질소원자이고, A 및 B 중 적어도 하나는 질소원자이며;

Y는 질소 또는 탄소원자이고, Y 중 적어도 하나는 질소원자이며;

Z는 단순결합이며;

R2 및 R3는 각각 독립적으로 수소원자, C1~C10의 직쇄 알킬, C3~C10의 분지쇄 알킬, C1~C10의 알콕시, 할로젠, 니트릴, CF₃또는 Si(CH₃)₃이거나,

중수소원자, C1~C10의 직쇄 알킬, C3~C10의 분지쇄 알킬, C1~C10의 알콕시, 할로젠, 니트릴, CF_3 , $\text{Si}(\text{CH}_3)_3$, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 페난트레닐, 플루오레닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 옥사졸, 옥사디아졸, 티오펜, 티아졸, 티아디아졸, 피라지닐, 피리다지닐, 피리디닐, 피리미디닐 및 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 치환기로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~30의 아릴기 또는 탄소수 5~60의 헤테로아릴기이다.

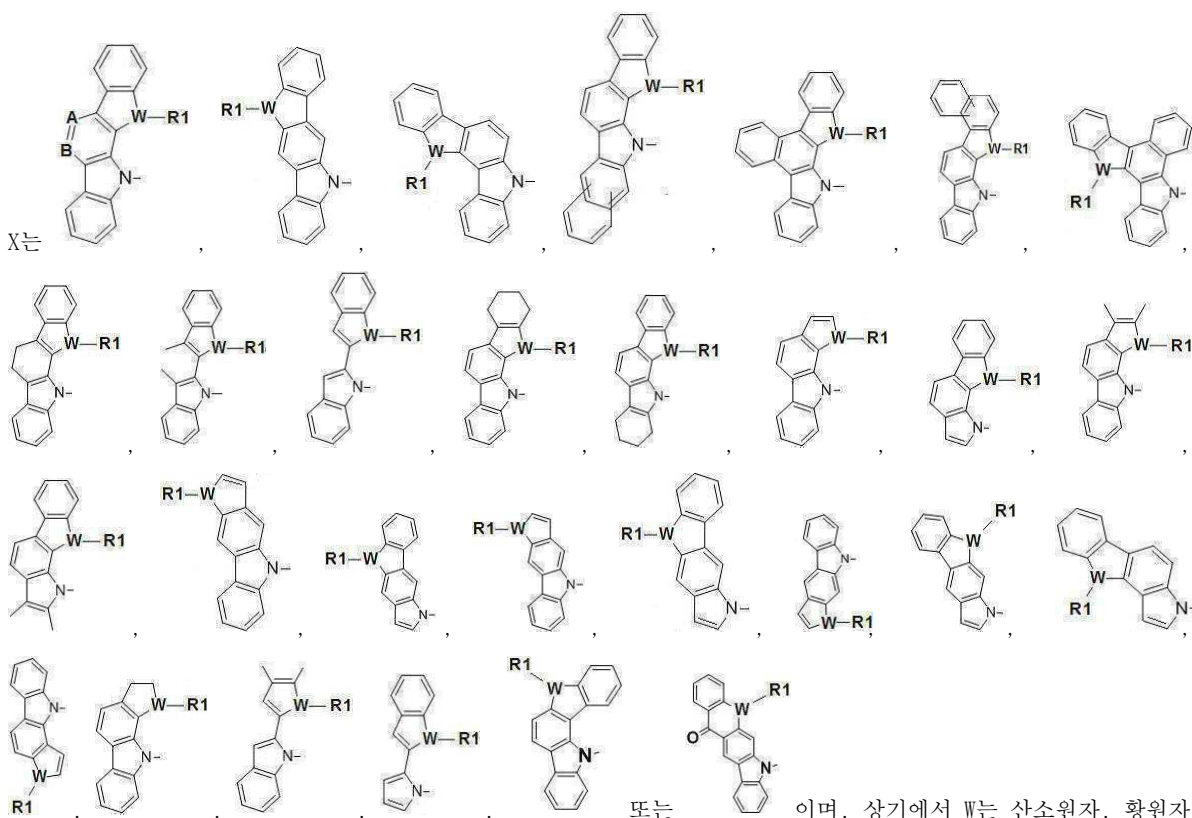
청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 탄소수 6~30의 아릴 또는 탄소수 5~60의 헤테로아릴기는 페닐, 나프틸, 바이페닐, 바이나프틸, 페난트레닐, 플루오레닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 옥사졸, 옥사디아졸, 티오펜, 티아졸, 티아디아졸, 피리디닐, 피리미디닐, 피라지닐, 피리다지닐, 트리아지닐, 벤조티오펜, 벤즈이미다졸, 벤조옥사졸, 벤즈티아졸, 카바졸, 퀴놀리닐, 이소퀴놀리닐, 인돌 또는 피레닐인 것을 특징으로 하는 유기발광화합물.

청구항 3

제 2 항에 있어서,



이때, 상기에서 W는 산소원자, 황원자 또는 $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$ 이고, R1은 부존재하고, A 및 B는 각각 독립적으로 탄소원자 또는 질소원자이고, A 및 B 중 적어도 하나는 질소원자이며;

Y는 질소 또는 탄소원자이고, Y 중 적어도 하나는 질소원자이며;

Z는 단순결합이며;

R2 및 R3는 수소원자인 것을 특징으로 하는 유기발광화합물.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 유기발광화합물은 하기 화합물 17-24, 41-48 및 63-68 중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 유기발광화합물

물.

17		18	
19		20	
21		22	
23		24	
41		42	
43		44	
45		46	
47		48	
63		64	
65		66	
67		68	

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 유기발광화합물은 유기전기발광소자용 재료 중 인광 녹색 호스트 물질인 것을 특징으로 하는 유기발광화합물.

청구항 6

음극과 양극 사이에 적어도 발광층을 포함하는 일층 또는 복수층으로 이루어지는 유기 박막층이 헵지되어 있는 유기전기발광소자에 있어서,

상기 유기 박막층 중 적어도 1층 이상이 청구항 1의 유기발광화합물을 1종 단독으로 또는 2종 이상의 조합으로 함유하는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 유기발광화합물이 인광 녹색 호스트 물질로 함유되는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자.

청구항 8

제 6 항 또는 7 항에 있어서,

상기 유기전기발광소자가

양극, 정공주입층, 정공수송층, 발광층, 전자수송층, 전자주입층 및 음극이 이 순서대로 적층된 구조를 갖는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 신규한 유기발광화합물 및 이를 포함하는 유기전기발광소자에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 인광 녹색 호스트 물질로서 사용되는 신규한 유기발광화합물 및 이를 채용하고 있는 유기 발광 소자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

OLED에서 발광 효율을 결정하는 가장 중요한 요인은 발광 재료이다. 발광 재료로는 현재까지 형광 재료가 널리 사용되고 있으나, 전기발광의 메커니즘 상 인광 재료의 개발은 이론적으로 4배까지 발광 효율을 개선시킬 수 있는 가장 좋은 방법 중 하나이다. 현재까지 이리듐(III)착물 계열이 인광 발광 재료로 널리 알려져 있으며, 각 RGB 별로는 (acac)Ir(btp)₂, Ir(ppy)₃ 및 Firpic 등의 재료가 알려져 있다. 특히, 최근 일본, 구미에서 많은 인광 재료들이 연구되고 있다.

[0003]

인광 발광체의 호스트 재료로는 현재까지 CBP가 가장 널리 알려져 있으며, BCP, BA1q 등의 정공차단층을 적용한 고효율의 OLED가 공지되어 있으며, 일본의 파이오니어 등에서는 BA1q유도체를 호스트로 이용한 고성능의 OLED를 공지한 바 있다.

[0004]

그러나 기존의 재료들은 발광 특성 측면에서는 유리한 면이 있으나, 유리전이온도가 낮고 열적 안정성이 매우 좋지 않아서, 진공 하에서 고온 증착 공정을 거칠 때, 물질이 변하는 등 단점을 갖고 있다. OLED에서 전력효율=(π /전압)×전류효율 이므로, 전력효율은 전압에 반비례하는데, OLED의 소비 전력이 낮으려면 전력 효율이 높아야한다. 실제 인광 발광 재료를 사용한 OLED는 형광 발광 재료를 사용한 OLED에 비해 전류 효율(cd/A)이 상당히 높으나, 인광 발광 재료의 호스트로 BA1q나 CBP 등 종래의 재료를 사용할 경우, 형광재료를 사용한 OLED에 비해 구동 전압이 높아서 전력 효율(lm/w)면에서 큰 이점이 없다. 또한, OLED 소자에서의 수명 측면에서도 결코 만족할만한 수준이 되질 못하여 더욱 안정되고, 더욱 성능이 뛰어난 호스트 재료의 개발이 요구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

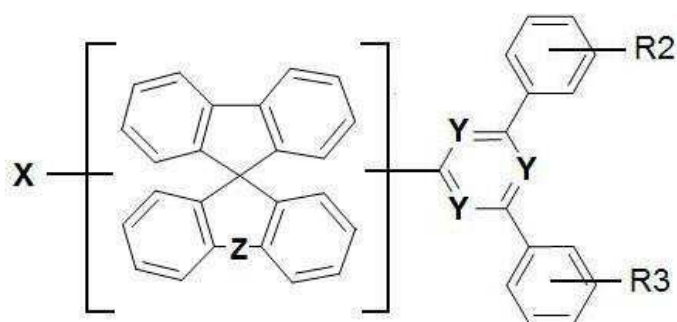
[0005] 본 발명은 인광 녹색 호스트 물질로서 유기 발광 소자에 적용할 수 있고, 유기 발광 소자에 적용할 경우 구동전압을 낮출 수 있으며, 발광효율, 휘도, 열적 안정성 및 소자 수명을 향상시킬 수 있는 유기발광화합물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0006] 또한, 본 발명은 상기 화합물을 이용한 유기 발광 소자를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

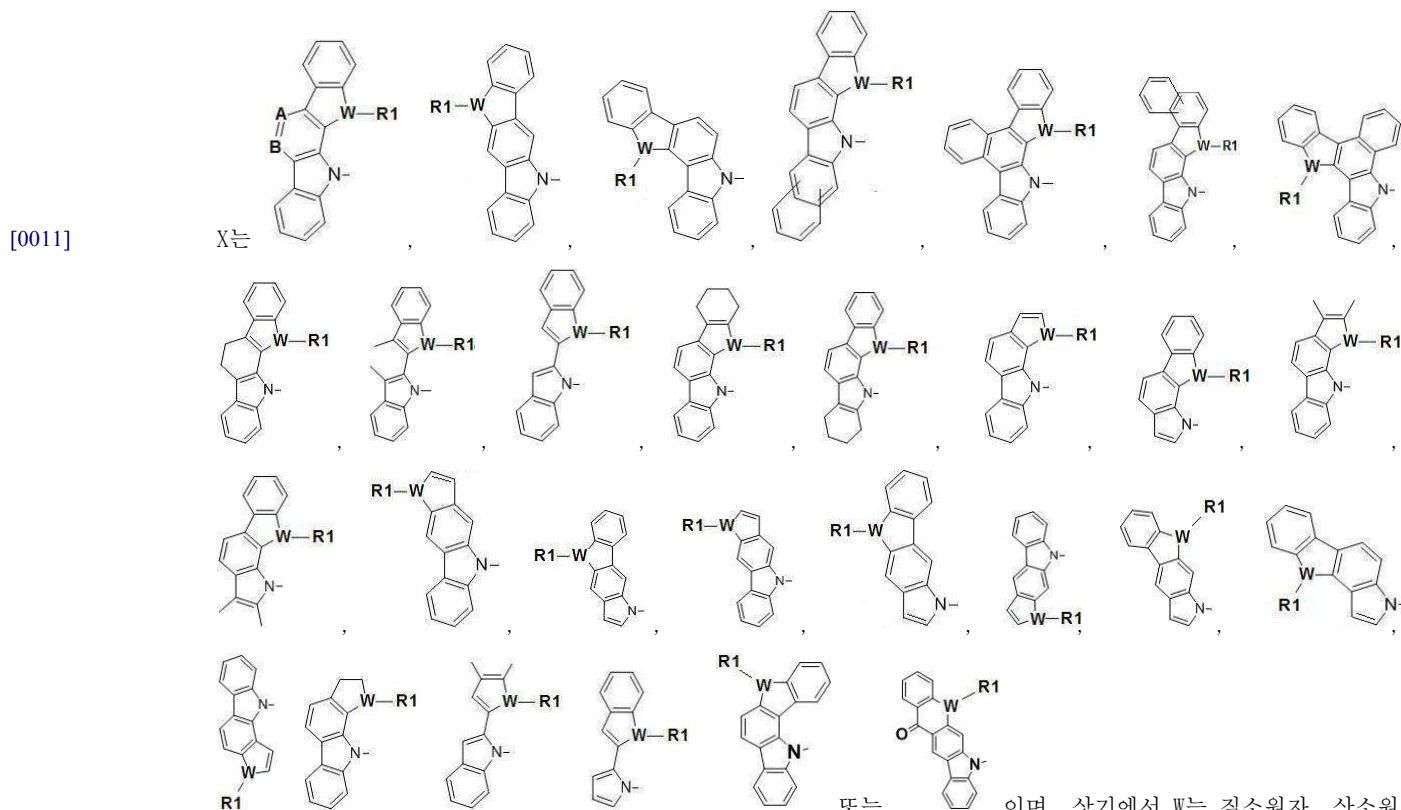
[0007] 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기발광화합물을 제공한다:

[0008] [화학식1]



[0009]

[0010] 상기 식에서,



이며, 상기에서 W는 질소원자, 산소원자, 황원자 또는 Si(C1~C5의 알킬)₂이며, R1은 각각 독립적으로 페닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 피리딘, 피리미딘, 피라지닐, 피리다지닐, 트리아지닐 또는 나프틸기이며, W가 산소원자, 황원자 또는 Si(C1~C5

의 알킬)₂인 경우에 R1은 부존재하며, A 및 B는 각각 독립적으로 탄소원자 또는 질소원자이며;

Y는 질소 또는 탄소원자이며, Y 중 적어도 하나는 질소원자이며;

Z 는 단순결합이거나, 부존재이며;

R2 및 R3는 각각 독립적으로 수소원자, C1-C10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, C1-C10의 알콕시, 할로젠, 니트릴, CF₃ 또는 Si(CH₃)₃이거나,

중수소원자, C1~C10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, C1~C10의 알콕시, 할로젠, 니트릴, CF₃, Si(CH₃)₃, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 페난트레닐, 플루오레닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 옥사졸, 옥사디아졸, 티오페닐, 티아졸, 티아디아졸, 피라지닐, 피리다지닐, 피리디닐, 피리미디닐 및 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 치환기로 치환 또는 비치환된 탄소수 6-30의 아릴기 또는 탄소수 5-60의 헤테로아릴기이다.

또한, 본 발명은,

음극과 양극 사이에 적어도 발광층을 포함하는 일층 또는 복수층으로 이루어지는 유기 박막층이 형성되어 있는 유기전기발광소자에 있어서,

상기 유기 박막층 중 적어도 1층이 본 발명의 유기발광화합물을 1종 단독으로 또는 2종 이상의 조합으로 함유하는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자를 제공한다.

발명의 효과

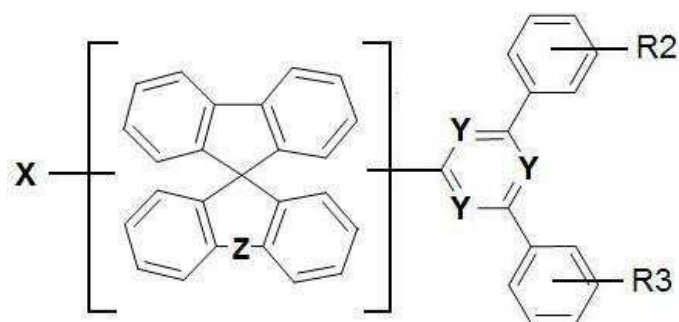
본 발명에 따른 유기발광화합물은 인광 녹색 호스트 물질로서 유기 발광 소자에 적용할 수 있으며, 유기 발광 소자에 적용할 경우 구동전압을 낮추며, 발광효율, 휘도, 열적 안정성 및 소자 수명을 향상시킨다.

또한, 본 발명의 유기발광화합물을 사용하여 제조되는 유기전기발광 소자는 고효율 및 장수명 특성을 갖는다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

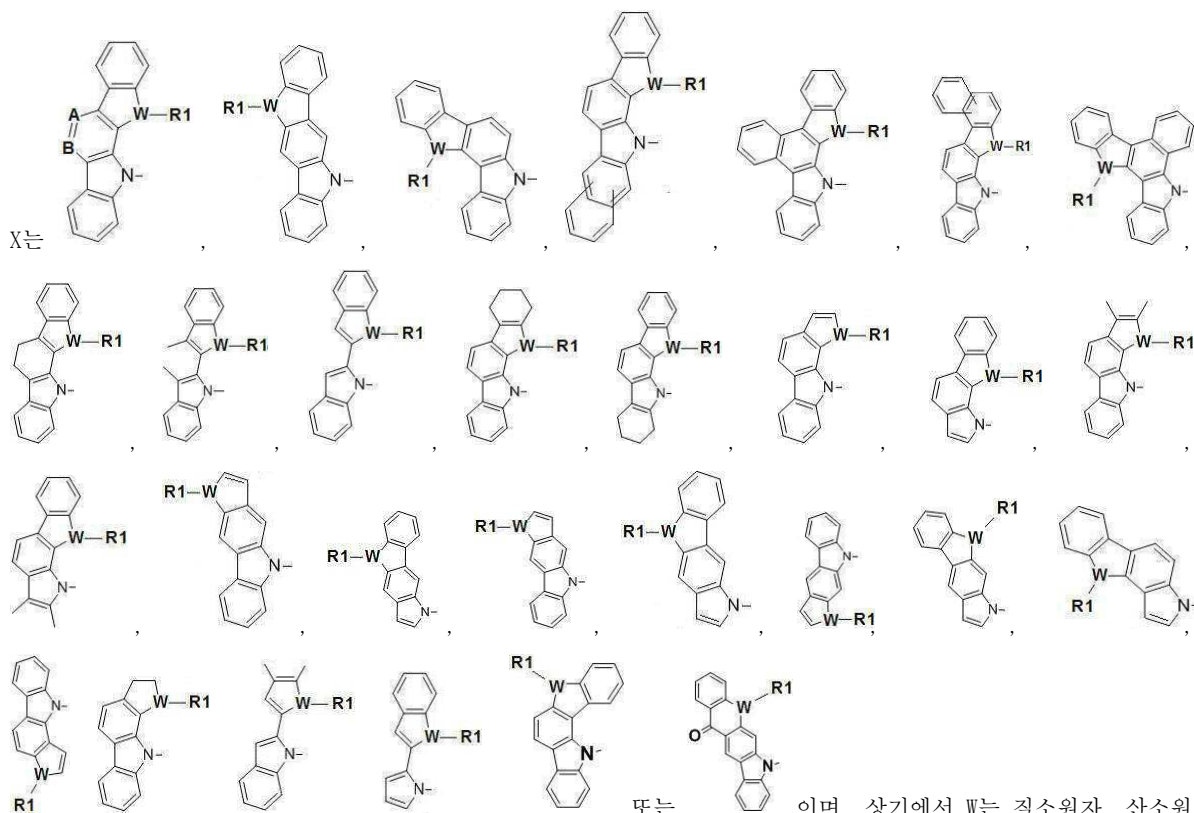
본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기발광화합물에 관한 것이다:

[화학식1]



상기 식에서,

[0026]



이며, 상기에서 W는 질소원자, 산소원자, 황원자 또는 Si(C1-C5의 알킬)₂이며, R1은 각각 독립적으로 페닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 피리디닐, 피리미디닐, 피라지닐, 피리다지닐, 트리아지닐 또는 나프틸기이며, W가 산소원자, 황원자 또는 Si(C1-C5의 알킬)₂인 경우에 R1은 부존재하며, A 및 B는 각각 독립적으로 탄소원자 또는 질소원자이며;

[0027]

Y는 질소 또는 탄소원자이며, Y 중 적어도 하나는 질소원자이며;

[0028]

Z는 단순결합이거나, 부존재이며;

[0029]

R2 및 R3는 각각 독립적으로 수소원자, C1-C10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, C1-C10의 알콕시, 할로젠, 니트릴, CF₃또는 Si(CH₃)₃이거나,

[0030]

중수소원자, C1-C10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, C1-C10의 알콕시, 할로젠, 니트릴, CF₃, Si(CH₃)₃, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 페난트레닐, 플루오레닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 옥사졸, 옥사디아졸, 티오펜, 티아졸, 티아디아졸, 피라지닐, 피리다지닐 피리디닐, 피리미디닐 및 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 치환기로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~30의 아릴기 또는 탄소수 5~60의 헤테로아릴기이다.

[0031]

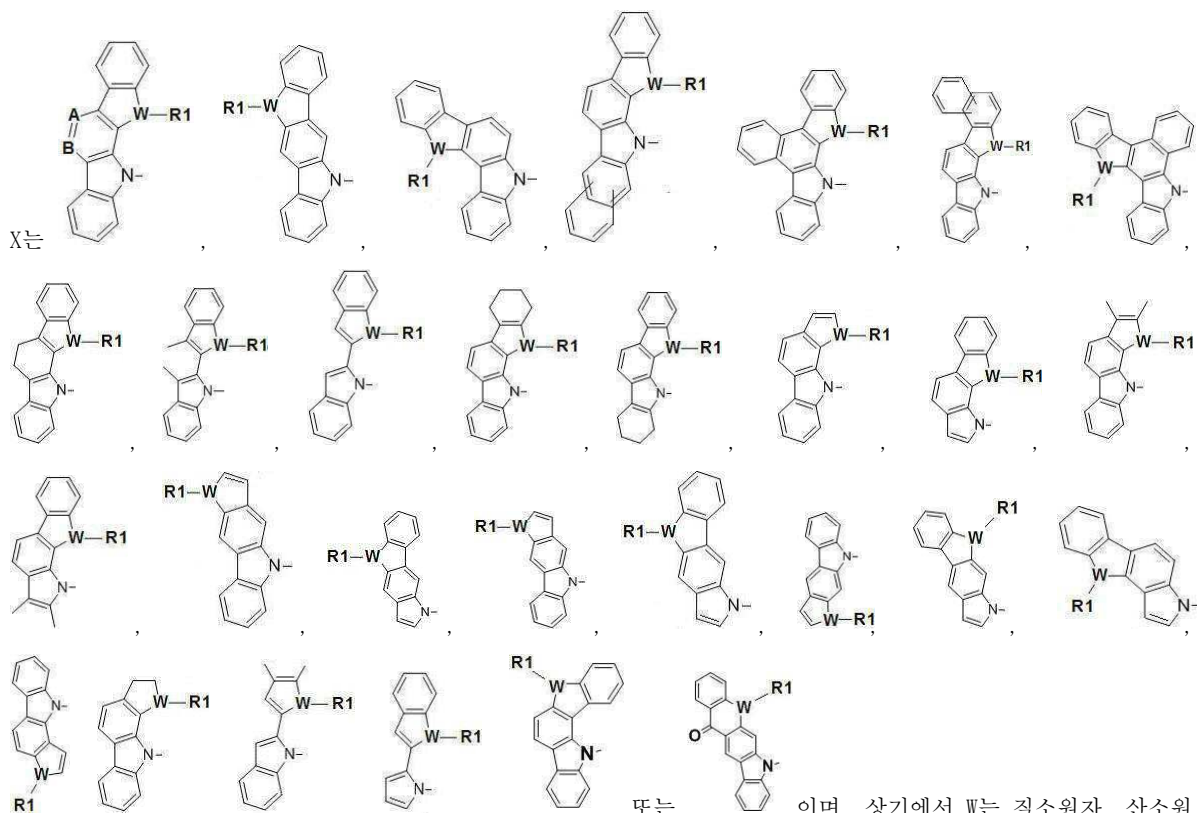
바람직하게는, 상기 탄소수 6~30의 아릴 또는 탄소수 5~60의 헤테로아릴은 페닐, 나프틸, 바이페닐, 바이나프틸, 페난트레닐, 플루오레닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 옥사졸, 옥사디아졸, 티오펜, 티아졸, 티아디아졸, 피리디닐, 피리미디닐, 피라지닐, 피리다지닐, 트리아지닐, 벤조티오펜, 벤즈이미다졸, 벤조옥사졸, 벤즈티아졸, 카바졸, 퀴놀리닐, 이소퀴놀리닐, 인돌 또는 피레닐기일 수 있다.

[0032]

[0033]

상기에서 더욱 바람직하게는,

[0034]



이며, 상기에서 W는 질소원자, 산소원자, 황원자 또는 $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$ 이며, R1은 페닐기이며, W가 산소원자, 황원자 또는 $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$ 인 경우에 R1은 부존재하며, A 및 B는 각각 독립적으로 탄소원자 또는 질소원자이며;

[0035]

Y는 질소 또는 탄소원자이며, Y 중 적어도 하나는 질소원자이며;

[0036]

Z는 단순결합이거나, 부존재이며;

[0037]

R2 및 R3는 수소원자이다.

[0038]

본 발명의 유기발광화합물은 인광 녹색 호스트 물질로서 유용하게 사용될 수 있다.

[0039]

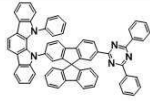
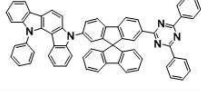
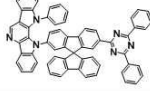
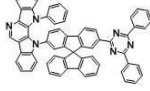
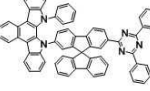
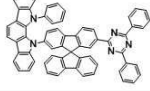
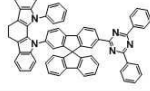
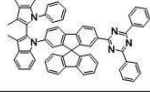
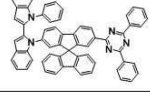
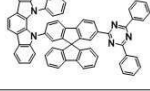
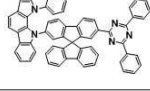
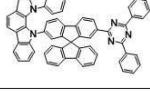
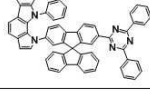
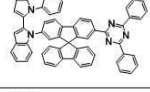
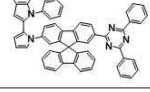
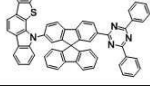
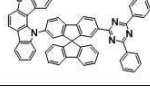
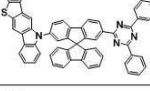
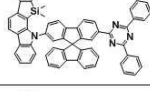
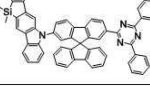
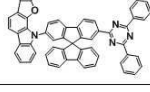
본 발명의 유기발광화합물은 하기 [제1표군(群)]에 나타난 화학구조를 가질 수 있다.

[0040]

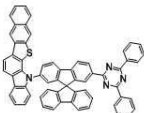
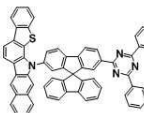
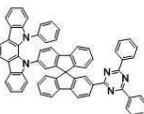
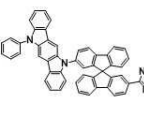
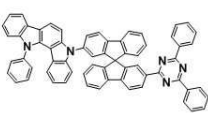
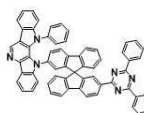
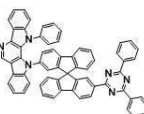
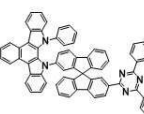
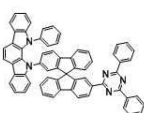
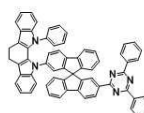
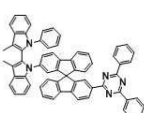
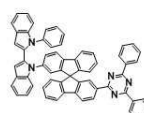
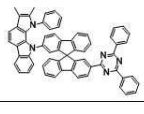
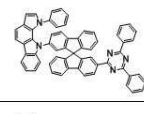
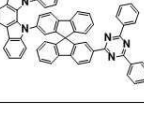
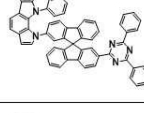
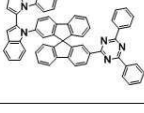
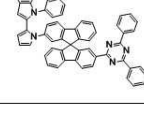
[0041]

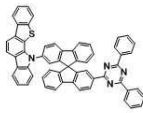
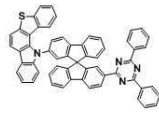
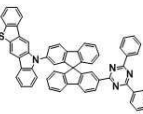
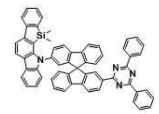
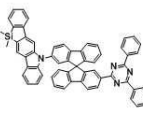
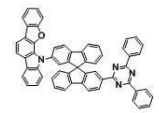
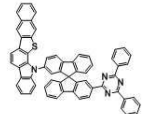
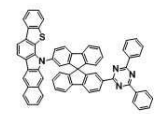
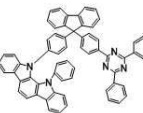
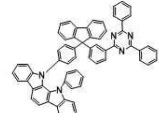
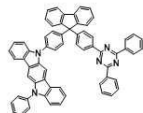
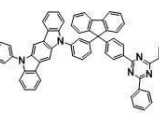
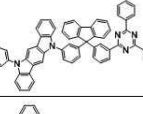
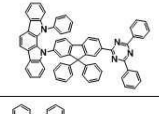
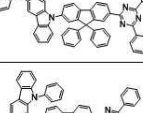
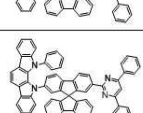
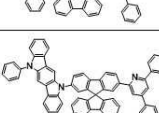
[0042]

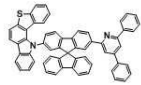
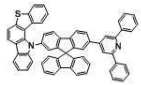
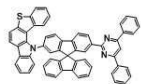
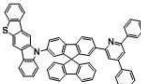
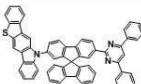
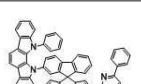
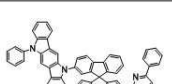
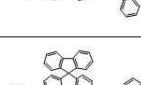
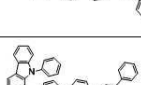
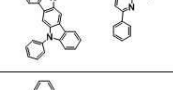
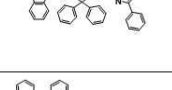
[제1표군(群)]

1		2	
3		4	
5		6	
7		8	
9		10	
11		12	
13		14	
15		16	
17		18	
19		20	
21		22	

[0043]

23		24	
25		26	
27		28	
29		30	
31		32	
33		34	
35		36	
37		38	
39		40	

41		42	
43		44	
45		46	
47		48	
49		50	
51		52	
53		54	
55		56	
57		58	
59		60	

61		62	
63		64	
65		66	
67		68	
69		70	
71		72	
73		74	

- [0044] 본 발명은 또한,
- [0045] 음극과 양극 사이에 적어도 발광층을 포함하는 일층 또는 복수층으로 이루어지는 유기 박막층이 형성되어 있는 유기전기발광소자에 있어서,
- [0046] 상기 유기 박막층 중 적어도 1층이 본 발명의 유기발광화합물을 1종 단독으로 또는 2종 이상의 조합으로 함유하는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자에 관한 것이다.
- [0047] 상기 유기발광화합물은 인광 녹색 호스트 물질로서 유기전기발광소자에 포함될 수 있다.
- [0048] 상기 유기전기발광소자는
- [0049] 양극, 정공주입층, 정공수송층, 발광층, 전자수송층, 전자주입층 및 음극이 이 순서대로 적층된 구조를 가질 수 있다.
- [0050]
- [0051] 이하에서, 본 발명의 유기전기발광소자에 대하여 예를 들어 설명한다. 그러나, 하기에 예시된 내용이 본 발명의 유기전기발광소자를 한정하는 것은 아니다.
- [0052] 본 발명의 유기전기발광소자는 양극(정공주입전극), 정공주입층(HIL) 및/또는 정공수송층(HTL), 발광층(EML) 및 음극(전자주입전극)이 순차적으로 적층된 구조를 가질 수 있으며, 바람직하게는, 양극과 발광층 사이에 전자차단층(EBL)을, 그리고 음극과 발광층 사이에 전자수송층(ETL), 전자주입층(EIL) 또는 정공차단층(HBL)을 추가로 포함할 수 있다.
- [0053] 본 발명에 따른 유기전기발광소자의 제조방법으로는, 먼저 기판 표면에 양극용 물질을 통상적인 방법으로 코팅하여 양극을 형성한다. 이때, 사용되는 기판은 투명성, 표면 평활성, 취급 용이성 및 방수성이 우수한 유리기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 또한, 양극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화인듐아연(IZO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO) 등이 사용될 수 있다.
- [0054] 다음으로, 상기 양극 표면에 정공주입층(HIL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 정공주입층을 형성한다. 이러한 정공주입층 물질로는 구리프탈로시아닌(CuPc), 4,4',4"-트리스(3-메틸페닐아미노)트

리페닐아민(m-MTDATA), 4,4',4"-트리스(3-메틸페닐아미노)페녹시벤젠(m-MTDAPB), 스타버스트(starburst)형 아민류인 4,4',4"-트리스(N-카바졸릴)트리페닐아민(TCTA), 4,4',4"-트리스(N-(2-나프틸)-N-페닐아미노)-트리페닐아민(2-TNATA) 또는 이데미츠사(Idemitsu)에서 구입가능한 IDE406을 예로 들 수 있다.

[0055] 상기 정공주입층 표면에 정공수송층(HTL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 정공수송층을 형성한다. 이때, 정공수송층 물질로는 비스(N-(1-나프틸-n-페닐))벤지딘(α -NPD), N,N'-다이(나프탈렌-1-일)-N,N'-바이페닐-벤지딘(NPB) 또는 N,N'-바이페닐-N,N'-비스(3-메틸페닐)-1,1'-바이페닐-4,4'-다이하민(TPD)을 예로 들 수 있다.

[0056] 상기 정공수송층 표면에 발광층(EML) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 발광층을 형성한다. 이때, 사용되는 발광층 물질 중 단독 발광물질 또는 발광 호스트 물질은 녹색의 경우 본 발명의 유기발광 화합물이 인광 녹색 호스트 물질로 사용될 수 있으며, 이 밖에 트리스(8-하이드록시퀴놀리놀라토)알루미늄(Alq_3)가, 청색의 경우 $BaIq$ (8-하이드록시퀴놀리놀라토)리튬염, DPVBi(4,4'-비스(2,2'-바이페닐에테닐)-1,1'-바이페닐)계열, 스파이로(Spiro)물질, 스파이로-DPVBi(스파이로-4,4'-비스(2,2'-바이페닐에테닐)-1,1'-바이페닐), LiPBO(2-(2-벤조옥사졸릴)-페놀 리튬염), 비스(바이페닐비닐)벤젠, 알루미늄-퀴놀린 금속착체, 이미다졸, 티아졸 및 옥사졸의 금속착체 등이 있다.

[0057] 발광층 물질 중 발광 호스트와 함께 사용될 수 있는 도펀트(dopant)의 경우 형광 도펀트로서 이데미츠사(Idemitsu)에서 구입 가능한 IDE102, IDE105, 인광 도펀트로는 트리스(2-페닐피리딘)이리듐(III)(Ir(ppy) $_3$), 이리듐(III)비스[(4,6-다이플루오로페닐)피리디나토-N,C-2']피콜린산염(FIrpic) (참조문헌[Chihaya Adachi et al., Appl. Phys. Lett., 2001, 79, 3082-3084]), 플라티늄(II)옥타에틸포르피린(PtOEP), TBE002(코비온사) 등을 사용할 수 있다.

[0058] 상기 발광층 표면에 전자수송층(ETL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 전자수송층을 형성한다. 이때, 사용되는 전자수송층 물질의 경우 특별히 제한되지 않으며, 바람직하게는 트리스(8-하이드록시퀴놀리놀라토)알루미늄(Alq_3)을 사용할 수 있다.

[0059] 선택적으로는, 발광층과 전자수송층 사이에 정공차단층(HBL)을 추가로 형성하고 발광층에 인광 도펀트를 함께 사용함으로써, 삼중항 여기자 또는 정공이 전자수송층으로 확산되는 현상을 방지할 수 있다.

[0060] 정공차단층의 형성은 정공차단층 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 및 스핀 코팅하여 실시할 수 있으며, 정공차단층 물질의 경우 특별히 제한되지는 않으나, 바람직하게는 (8-하이드록시퀴놀리놀라토)리튬(Liq), 비스(8-하이드록시-2-메틸퀴놀리놀라토)-알루미늄비페녹사이드($BaIq$), 바쓰쿠프로인(bathocuproine, BCP) 및 LiF 등을 사용할 수 있다.

[0061] 상기 전자수송층 표면에 전자주입층(EIL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 전자주입층을 형성한다. 이때, 사용되는 전자주입층 물질의 경우 특별히 제한되지 않으며, 바람직하게는 LiF, Liq, Li 2 O, BaO, NaCl, CsF 등의 물질을 사용할 수 있다.

[0062] 마지막으로, 상기 전자주입층 표면에 음극용 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착하여 음극을 형성한다.

[0063] 이때, 사용되는 음극용 물질로는 리튬(Li), 알루미늄(Al), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘(Ca), 마그네슘(Mg), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag) 등이 사용될 수 있다. 또한, 전면발광 유기전기발광소자의 경우 산화인듐주석(ITO) 또는 산화인듐아연(IZO)를 사용하여 빛이 투과할 수 있는 투명한 음극을 형성할 수도 있다.

[0064] 본 발명에 따른 유기 전계발광 소자는 상술한 바와 같은 순서, 즉 양극/정공주입층/정공수송층/발광층/정공차단층/전자수송층/전자주입층/음극 순으로 제조하여도 되고, 그 반대로 음극/전자주입층/전자수송층/정공차단층/발광층/정공수송층/정공주입층/양극의 순서로 제조하여도 무방하다.

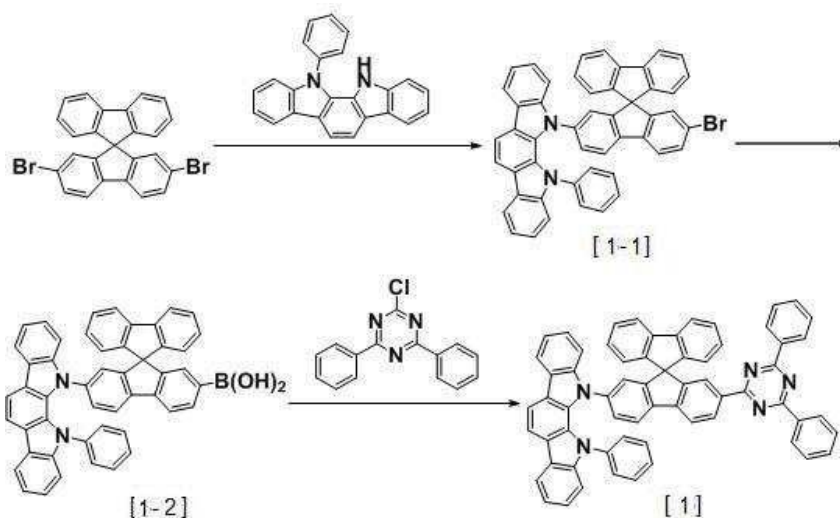
[0065]

[0066] 이하에서, 본 발명의 화합물들의 합성방법을 대표적인 예를 들어 하기에 설명한다. 그러나, 본 발명의 화합물들의 합성방법이 하기 예시된 방법으로 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 화합물들은 하기에 예시된 방법과 이 분야의 공지의 방법에 의해 제조될 수 있다.

[0067]

[0068] **화합물 [1]의 합성**

[0069] [반응식 1]



[0070]

[0071] **중간체 화합물 [1-1]의 제조**

[0072] 250mL 반응플라스크에 2,7-디브로모-9,9'-스피로비[플루오렌] 10.0g (21.09mmol), 11-페닐-11,12-디히드로인돌로[2,3-a]카바졸 7.71g(23.19mmol), 팔라듐(II)아세테이트 47mg (0.21mmol), 트리테르부틸포스핀(50%) 0.2mL (0.42mmol), 터트부톡시 나트륨 3.04g (31.63mmol)을 투입하고 질소기류하에서 톨루엔 100mL로 12시간 동안 환류 교반시킨다. 반응종결 후 실온까지 천천히 냉각한 다음 반응액을 포화 염화암모늄 수용액에 붓고 에틸아세테이트로 추출한다. 유기층을 분리하고 무수황산 마그네슘으로 건조하여 여과한다. 여과액은 감압농축하고 컬럼크로마토그래프로 분리정제하여 흰색고체의 중간체화합물[1-1] 7.2g(47%)를 수득하였다.

[0073]

[0074] 2구 플라스크에 [1-1] 7.0g(0.219mol), 무수테트라히드로퓨란 150mL을 넣고 -78℃에서 교반시킨다. n-부틸리튬 (2.5M in hexane) 4.24mL(10.61mmol)를 동온도에서 적가시키고 30분 후에 트리메틸 보레이트 1.18mL(10.61mmol)을 첨가한다. 반응온도를 상온까지 서서히 6시간 동안 올리고 에틸아세테이트와 포화암모늄 수용액으로 추출하여 유기층을 분리하여 무수황산마그네슘으로 건조 후 여과하여 얻은 유기층을 감압농축 후 디클로로메탄과 헥산으로 재결정화하여 흰색 고체의 중간체 화합물 [1-2] 3.4g(51%)을 수득하였다.

[0075]

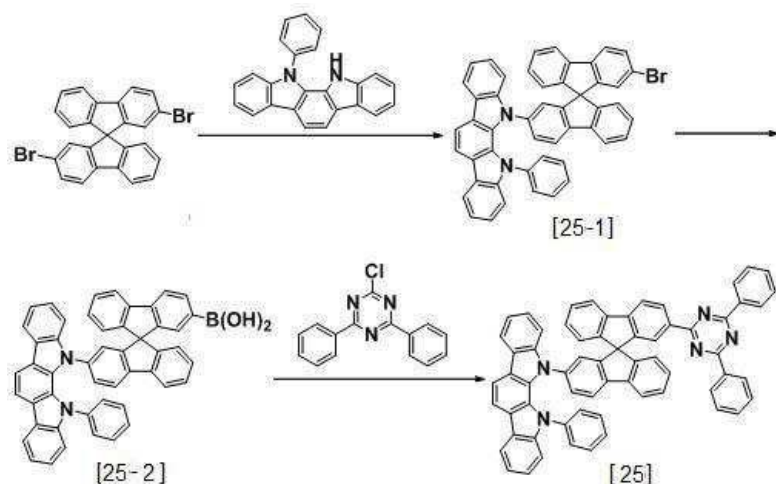
[0076] **화합물[1]의 제조**

[0077] 반응플라스크에 중간체 화합물 [1-2] 3.4g (4.92mmol), 2-클로로-4,6-디페닐-1-1,3,5-트리아진 1.45g(5.41mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐 57mg(0.05mmol), 탄산칼륨 (K_2CO_3)1.02g(7.38mmol)을 투입하고 질소기류하에서 1,4-디옥산 100mL, 정제수 10mL 로 12시간 동안 환류 교반시킨다. 반응종결 후 실온까지 천천히 냉각한 다음 반응액을 여과한다. 여과된 고체는 정제수와 메탄올로 세척하고 디클로로메탄과 메탄올로 재결정화하여 흰색고체의 화합물[1] 2.9g(68%)를 수득하였다.

[0078]

[0079] **화합물 [25]의 합성**

[반응식 2]



화합물[25]의 제조

화합물[1]과 동일한 방법으로 진행하여 목적화합물 [25]를 합성하였다.

상기 반응식 1 내지 2의 방법에 따라, 화합물 1-6 및 8-74의 화합물을 제조하였으며, 그 결과를 하기에 결과를 나타내었다.

[합성예 1] 화합물 [1]의 합성

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 2H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 26H)

MS/FAB: 878(M^+)

[합성예 2] 화합물 [2]의 합성

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.77(m, 3H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 28H)

MS/FAB: 878(M^+)

[합성예 3] 화합물 [3]의 합성

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 2H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 26H)

MS/FAB: 878(M^+)

[합성예 4] 화합물 [4]의 합성

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 9.41(s, 1H), 8.64(d, 1H), 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 25H)

- p>[0100] MS/FAB: 879(M
- ⁺
-)
p>[0101]
p>[0102]
- [합성예 5] 화합물 [5]의 합성**
- p>[0103]
- ¹
- H NMR (300 MHz, CDCl
- ₃
-): δ 9.41(s, 1H), 8.64(d, 1H), 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 25H)
p>[0104] MS/FAB: 879(M
- ⁺
-)
p>[0105]
p>[0106]
- [합성예 6] 화합물 [6]의 합성**
- p>[0107]
- ¹
- H NMR (300 MHz, CDCl
- ₃
-): δ 9.61(s, 1H), 8.84(s, 1H), 8.65(s, 1H), 8.38(s, 4H), 8.04~7.97(m, 4H), 7.85(s, 2H), 7.61~7.26(m, 25H)
p>[0108] MS/FAB: 879(M
- ⁺
-)
p>[0110] 삭제
p>[0111] 삭제
p>[0112] 삭제
p>[0113] 삭제
p>[0114]
- [합성예 8] 화합물 [8]의 합성**
- p>[0115]
- ¹
- H NMR (300 MHz, CDCl
- ₃
-): δ 8.65(s, 2H), 8.38(s, 4H), 8.22(s, 1H), 8.04~7.97(m, 4H), 7.85(s, 2H), 7.68~7.26(m, 26H)
p>[0116] MS/FAB: 878(M
- ⁺
-)
p>[0117]
p>[0118]
- [합성예 9] 화합물 [9]의 합성**
- p>[0119]
- ¹
- H NMR (300 MHz, CDCl
- ₃
-): δ 8.38(s, 4H), 8.03~7.97(m, 4H), 7.85~7.82(m, 4H), 7.73~7
p>[0120] .44(m, 18H), 7.29~7.26(m, 5H), 6.95(t, 2H), 2.91(s, 4H)
p>[0121] MS/FAB: 880(M
- ⁺
-)
p>[0122]
p>[0123]
- [합성예 10] 화합물 [10]의 합성**
- p>[0124]
- ¹
- H NMR (300 MHz, CDCl
- ₃
-): δ 8.38(s, 4H), 8.03~7.97(m, 4H), 7.85~7.82(m, 4H), 7.68~7.45(m, 18H), 7.29~7.26(m, 5H), 6.95(t, 2H), 2.39(s, 6H)
p>[0125] MS/FAB: 882(M
- ⁺
-)

[0126]

[0127] **[합성예 11] 화합물 [11]의 합성**

[0128] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 8.04(d, 1H), 7.83~7.77(m, 3H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 24H), 2.19~2.18(m, 6H)

[0129] MS/FAB: 856(M^+)

[0130]

[0131] **[합성예 12] 화합물 [12]의 합성**

[0132] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.33(d, 1H), 8.18(m, 4H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 24H), 6.42(d, 1H)

[0133] MS/FAB: 827(M^+)

[0134]

[0135] **[합성예 13] 화합물 [13]의 합성**

[0136] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.77(m, 3H), 7.65(d, 2H), 7.53(d, 1H), 7.46~7.05(m, 23H), 6.67(t, 1H), 4.04(m, 2H), 2.95(m, 2H)

[0137] MS/FAB: 829(M^+)

[0138]

[0139] **[합성예 14] 화합물 [14]의 합성**

[0140] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.33(d, 1H), 8.18(m, 4H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.50~7.06(m, 24H), 6.42(d, 1H)

[0141] MS/FAB: 827(M^+)

[0142]

[0143] **[합성예 15] 화합물 [15]의 합성**

[0144] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18(d, 4H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.23(m, 17H), 7.09~7.06(m, 5H), 6.77~6.70(m, 2H), 6.01(s, 1H), 2.04(s, 3H), 1.94(s, 3H)

[0145] MS/FAB: 832(M^+)

[0146]

[0147] **[합성예 16] 화합물 [16]의 합성**

[0148] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18(m, 4H), 7.83~7.77(m, 4H), 7.65(m, 2H), 7.53~7.25(m, 23H), 6.77~6.70 (m, 2H), 6.38(d, 1H), 6.31(t, 1H)

[0149] MS/FAB: 804(M^+)

[0150]

[0151] **[합성예 17] 화합물 [17]의 합성**

[0152] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.35(d, 1H), 8.28(m, 4H), 7.95~7.74(m, 5H), 7.65(m, 2H),

7.50~7.15(m, 21H)

[0153] MS/FAB: 819(M⁺)

[0154]

[0155] **[합성예 18] 화합물 [18]의 합성**

[0156] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 1H), 8.35(d, 1H), 8.18(m, 4H), 7.98(d, 1H), 7.88~7.65(m, 7H), 7.53(d, 1H), 7.41~7.15(m, 19H)

[0157] MS/FAB: 819(M⁺)

[0158]

[0159] **[합성예 19] 화합물 [19]의 합성**

[0160] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 1H), 8.35(d, 1H), 8.18(m, 4H), 7.88~7.76(m, 5H), 7.68(m, 3H), 7.53(d, 1H), 7.46~7.15(m, 19H)

[0161] MS/FAB: 819(M⁺)

[0162]

[0163] **[합성예 20] 화합물 [20]의 합성**

[0164] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 1H), 8.18(m, 5H), 7.88~7.76(m, 5H), 7.65(m, 2H), 7.51~7.15(m, 21H), 0.56(s, 6H)

[0165] MS/FAB: 845(M⁺)

[0166]

[0167] **[합성예 21] 화합물 [21]의 합성**

[0168] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.54(d, 1H), 8.27(d, 4H), 7.93~7.86(m, 5H), 7.74~7.71(m, 3H), 7.62~7.15(m, 21H), 0.65(s, 6H)

[0169] MS/FAB: 845(M⁺)

[0170]

[0171] **[합성예 22] 화합물 [22]의 합성**

[0172] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.54(d, 1H), 8.27(d, 4H), 7.93~7.86(m, 5H), 7.74(d, 2H), 7.65~7.15(m, 22H),

[0173] MS/FAB: 802(M⁺)

[0174]

[0175] **[합성예 23] 화합물 [23]의 합성**

[0176] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.54(d, 1H), 8.27(d, 4H), 8.15(d, 2H), 8.04(d, 1H), 7.93~7.85(m, 4H), 7.77~7.15(m, 24H)

[0177] MS/FAB: 869(M⁺)

[0178]

[0179] **[합성예 24] 화합물 [24]의 합성**

- [0180] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.44(d, 1H), 8.27(d, 4H), 8.15(d, 2H), 8.04~7.86(m, 4H), 7.74~7.33(m, 20H), 7.18~7.15(m, 5H)
- [0181] MS/FAB: 869(M^+)
- [0182]
- [0183] **[합성예 25] 화합물 [25]의 합성**
- [0184] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(d, 2H), 8.27(d, 4H), 8.11(d, 1H), 7.93~7.74(m, 6H), 7.57~7.06(m, 26H)
- [0185] MS/FAB: 878(M^+)
- [0186]
- [0187] **[합성예 26] 화합물 [26]의 합성**
- [0188] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 1H), 8.27(m, 4H), 8.11(m, 1H), 7.93~7.74(m, 5H), 7.62~7.16(m, 28H)
- [0189] MS/FAB: 878(M^+)
- [0190]
- [0191] **[합성예 27] 화합물 [27]의 합성**
- [0192] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 2H), 8.27(m, 4H), 8.11(m, 1H), 7.93~7.74(m, 6H), 7.57~7.16(m, 26H)
- [0193] MS/FAB: 878(M^+)
- [0194]
- [0195] **[합성예 28] 화합물 [28]의 합성**
- [0196] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 9.50(m, 1H), 8.73(m, 1H), 8.54(m, 1H), 8.27(m, 4H), 7.93~7.74(m, 6H), 7.57~7.18(m, 25H)
- [0197] MS/FAB: 879(M^+)
- [0198]
- [0199] **[합성예 29] 화합물 [29]의 합성**
- [0200] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 9.50(m, 1H), 8.73(m, 1H), 8.54(m, 1H), 8.27(m, 4H), 7.93~7.74(m, 6H), 7.57(m, 25H)
- [0201] MS/FAB: 879(M^+)
- [0202]
- [0203] **[합성예 30] 화합물 [30]의 합성**
- [0204] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54~8.53(m, 4H), 8.27(m, 4H), 7.86~7.24(m, 33H)
- [0205] MS/FAB: 928(M^+)
- [0206]
- [0207] **[합성예 31] 화합물 [31]의 합성**

- [0208] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55(d, 2H), 8.28(d, 4H), 8.12(d, 1H), 7.94~7.75(m, 6H), 7.58~7.07(m, 26H)
- [0209] MS/FAB: 878(M^+)
- [0210]
- [0211] **[합성예 32] 화합물 [32]의 합성**
- [0212] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.28(d, 4H), 7.93~7.72(m, 8H), 7.51~7.34(m, 18H), 7.19~7.07(m, 5H), 6.85(t, 2H), 2.81(s, 4H)
- [0213] MS/FAB: 880(M^+)
- [0214]
- [0215] **[합성예 33] 화합물 [33]의 합성**
- [0216] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.28(d, 4H), 7.93~7.72(m, 8H), 7.58~7.34(m, 18H), 7.19~7.07(m, 5H), 6.85(t, 2H), 2.29(s, 6H)
- [0217] MS/FAB: 882(M^+)
- [0218]
- [0219] **[합성예 34] 화합물 [34]의 합성**
- [0220] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.28(d, 4H), 7.94~7.75(m, 8H), 7.58~7.33(m, 18H), 7.19~7.07(m, 5H), 6.87(t, 2H), 6.80(s, 2H)
- [0221] MS/FAB: 854(M^+)
- [0222]
- [0223] **[합성예 35] 화합물 [35]의 합성**
- [0224] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55(d, 1H), 8.28(d, 4H), 8.14(d, 1H), 7.94~7.75(m, 5H), 7.59~7.07(m, 24H), 2.29(d, 6H)
- [0225] MS/FAB: 856(M^+)
- [0226]
- [0227] **[합성예 36] 화합물 [36]의 합성**
- [0228] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.33(d, 1H), 8.18(m, 4H), 7.84~7.65(m, 6H), 7.50~7.07(m, 24H), 6.42(d, 1H)
- [0229] MS/FAB: 828(M^+)
- [0230]
- [0231] **[합성예 37] 화합물 [37]의 합성**
- [0232] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(m, 4H), 7.84~7.65(m, 5H), 7.47~7.05(m, 24H), 6.67(t, 1H), 4.04(t, 2H), 2.95(t, 2H)
- [0233] MS/FAB: 830(M^+)

[0234]

[0235] **[합성예 38] 화합물 [38]의 합성**

[0236] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.33(d, 1H), 8.18(m, 4H), 7.84~7.65(m, 6H), 7.50~7.06(m, 24H), 6.42(t, 1H)

[0237] MS/FAB: 828(M^+)

[0238]

[0239] **[합성예 39] 화합물 [39]의 합성**

[0240] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18(m, 4H), 7.84~7.65(m, 6H), 7.48~7.23(m, 17H), 7.09~7.06(m, 4H), 6.97(t, 1H), 6.77(t, 1H), 6.70(s, 1H), 6.01(s, 1H), 2.04(s, 3H), 1.94(s, 3H)

[0241] MS/FAB: 832(M^+)

[0242]

[0243] **[합성예 40] 화합물 [40]의 합성**

[0244] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18(m, 4H), 7.84~7.65(m, 6H), 7.48~7.06(m, 23H), 6.77(t, 1H), 6.70(s, 1H), 6.48(d, 1H), 6.31(t, 1H)

[0245] MS/FAB: 804(M^+)

[0246]

[0247] **[합성예 41] 화합물 [41]의 합성**

[0248] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.35(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.95~7.65(m, 7H), 7.50~7.06(m, 21H)

[0249] MS/FAB: 818(M^+)

[0250]

[0251] **[합성예 42] 화합물 [42]의 합성**

[0252] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.35(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.98(d, 1H), 7.88~7.65(m, 7H), 7.42~7.07(m, 20H)

[0253] MS/FAB: 818(M^+)

[0254]

[0255] **[합성예 43] 화합물 [43]의 합성**

[0256] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.35(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.88~7.65(m, 8H), 7.42~7.07(m, 20H)

[0257] MS/FAB: 818(M^+)

[0258]

[0259] **[합성예 44] 화합물 [44]의 합성**

[0260] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 5H), 7.84~7.65(m, 7H), 7.51~7.07(m, 21H), 0.56(s, 6H)

[0261] MS/FAB: 845(M^+)

[0262]

[0263] **[합성예 45] 화합물 [45]의 합성**

[0264] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.65(m, 8H), 7.42~7.07(m, 21H), 0.56(s, 6H)

[0265] MS/FAB: 845(M^+)

[0266]

[0267] **[합성예 46] 화합물 [46]의 합성**

[0268] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.83~7.65(m, 7H), 7.56(d, 1H), 7.47~7.22(m, 21H),

[0269] MS/FAB: 802.92(M^+)

[0270]

[0271] **[합성예 47] 화합물 [47]의 합성**

[0272] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 8.06(m, 2H), 7.95(d, 1H), 7.84~7.06(m, 28H)

[0273] MS/FAB: 869.04(M^+)

[0274]

[0275] **[합성예 48] 화합물 [48]의 합성**

[0276] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.35(m, 1H), 8.18(d, 4H), 8.06(m, 2H), 7.95~7.88(m, 2H), 7.77~7.25(m, 22H), 7.09~6.97(m, 5H)

[0277] MS/FAB: 869.04(M^+)

[0278]

[0279] **[합성예 49] 화합물 [49]의 합성**

[0280] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45~8.42(m, 4H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.94~7.77(m, 4H), 7.48~7.14(m, 28H)

[0281] MS/FAB: 880.04(M^+)

[0282]

[0283] **[합성예 50] 화합물 [50]의 합성**

[0284] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 2H), 8.18(d, 4H), 8.02~7.99(m, 2H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.69(d, 1H), 7.48~7.14(m, 27H), 6.97(m, 1H)

[0285] MS/FAB: 880.04(M^+)

[0286]

[0287] **[합성예 51] 화합물 [51]의 합성**

[0288] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54~8.51(m, 3H), 8.28(m, 4H), 8.11(m, 1H), 7.93~7.86(m, 3H), 7.62~7.24(m, 30H)

[0289] MS/FAB: 880(M^+)

[0290]

[0291] **[합성예 52] 화합물 [52]의 합성**

[0292] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54~8.51(m, 3H), 8.28(m, 4H), 8.11(m, 1H), 7.93~7.86(m, 3H), 7.54(m, 1H), 7.62~7.24(m, 29H), 7.28(m, 1H)

[0293] MS/FAB: 880(M^+)

[0294]

[0295] **[합성예 53] 화합물 [53]의 합성**

[0296] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 1H), 8.27(m, 4H), 8.11~8.08(m, 2H), 7.86~7.27(m, 3H), 7.24~7.57(m, 28H), 7.10~7.06(m, 2H)

[0297] MS/FAB: 880(M^+)

[0298]

[0299] **[합성예 54] 화합물 [54]의 합성**

[0300] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 2H), 8.27(m, 4H), 8.11(m, 1H), 7.93~7.86(m, 4H), 7.57~7.10(m, 30H)

[0301] MS/FAB: 880(M^+)

[0302]

[0303] **[합성예 55] 화합물 [55]의 합성**

[0304] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 1H), 8.27(m, 4H), 8.11(m, 1H), 7.93~7.86(m, 3H), 7.39~7.10(m, 32H)

[0305] MS/FAB: 880(M^+)

[0306]

[0307] **[합성예 56] 화합물 [56]의 합성**

[0308] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54~8.48(m, 2H), 8.27(m, 4H), 7.93~7.86(m, 3H), 7.62(m, 1H), 7.55~7.10(m, 25H), 6.90(m, 1H), 6.80~6.72(m, 3H), 6.62(m, 2H)

[0309] MS/FAB: 908(M^+)

[0310]

[0311] **[합성예 57] 화합물 [57]의 합성**

[0312] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 2H), 8.20(d, 2H), 8.10~7.97(m, 5H), 7.86~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.48~7.06(m, 26H)

[0313] MS/FAB: 876(M^+)

[0314]

[0315] **[합성예 58] 화합물 [58]의 합성**

[0316] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 2H), 8.20(d, 4H), 8.10(s, 2H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.77(m, 4H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.35(m, 14H), 7.25~7.07(m, 12H)

- [0317] MS/FAB: 876(M^+)
- [0318]
- [0319] **[합성예 59] 화합물 [59]의 합성**
- [0320] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 2H), 8.13(s, 1H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.69(m, 10H), 7.48~7.06(m, 26H)
- [0321] MS/FAB: 877(M^+)
- [0322]
- [0323] **[합성예 60] 화합물 [60]의 합성**
- [0324] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.20(m, 2H), 8.10~8.02(m, 5H), 7.86~7.77(m, 3H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 28H)
- [0325] MS/FAB: 876(M^+)
- [0326]
- [0327] **[합성예 61] 화합물 [61]의 합성**
- [0328] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.20(m, 4H), 8.10~8.02(m, 3H), 7.86~7.77(m, 3H), 7.65(d, 2H), 7.53~7.06(m, 28H)
- [0329] MS/FAB: 876(M^+)
- [0330]
- [0331] **[합성예 62] 화합물 [62]의 합성**
- [0332] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.13(s, 1H), 8.02(d, 1H), 7.83~7.65(m, 9H), 7.53~7.06(m, 28H)
- [0333] MS/FAB: 877(M^+)
- [0334]
- [0335] **[합성예 63] 화합물 [63]의 합성**
- [0336] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 1H), 8.44(m, 1H), 8.29(m, 2H), 8.19~8.06(m, 5H), 7.97~7.86(m, 4H), 7.79~7.74(m, 3H), 7.53~7.18(m, 20H)
- [0337] MS/FAB: 817(M^+)
- [0338]
- [0339] **[합성예 64] 화합물 [64]의 합성**
- [0340] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 1H), 8.44(m, 1H), 8.29(m, 4H), 8.19(s, 2H), 8.07(m, 1H), 7.97~7.74(m, 7H), 7.53~7.46(m, 10H), 7.34~7.18(m, 10H)
- [0341] MS/FAB: 817(M^+)
- [0342]
- [0343] **[합성예 65] 화합물 [65]의 합성**
- [0344] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 1H), 8.44(m, 1H), 8.22(s, 1H), 8.07(m, 1H), 7.97~7.50(m, 11H),

7.62(m, 1H), 7.55~7.18(m, 19H)

[0345] MS/FAB: 817(M⁺)

[0346]

[0347] **[합성예 66] 화합물 [66]의 합성**

[0348] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.54(d, 1H), 8.44(d, 1H), 8.29(d, 2H), 8.19~8.06(m, 4H), 7.97~7.85(m, 5H), 7.77~7.74(m, 3H), 7.53~7.15(m, 20H)

[0349] MS/FAB: 817(M⁺)

[0350]

[0351] **[합성예 67] 화합물 [67]의 합성**

[0352] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.54(m, 1H), 8.44(m, 1H), 8.29(m, 4H), 8.19(s, 2H), 7.97~7.85(m, 5H), 7.77~7.74(m, 3H), 7.62~7.46(m, 10H), 7.34~7.15(m, 10H)

[0353] MS/FAB: 817(M⁺)

[0354]

[0355] **[합성예 68] 화합물 [68]의 합성**

[0356] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.54(m, 1H), 8.44(m, 1H), 8.22(s, 1H), 7.97~7.74(m, 12H), 7.62(m, 1H), 7.55~7.15(m, 19H)

[0357] MS/FAB: 817(M⁺)

[0358]

[0359] **[합성예 69] 화합물 [69]의 합성**

[0360] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 2H), 8.20(m, 2H), 8.10(s, 2H), 8.02~7.98(m, 2H), 7.84~7.74(m, 6H), 7.65(d, 1H), 7.47~7.31(m, 14H), 7.25~7.06(m, 11H), 6.97(t, 1H)

[0361] MS/FAB: 876(M⁺)

[0362]

[0363] **[합성예 70] 화합물 [70]의 합성**

[0364] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 1H), 8.13(s, 1H), 8.02(d, 1H) 7.84~7.65(m, 9H), 7.53~7.30(m, 17H), 7.25~7.06(m, 10H), 6.97(t, 1H)

[0365] MS/FAB: 877(M⁺)

[0366]

[0367] **[합성예 71] 화합물 [71]의 합성**

[0368] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 1H), 8.20(m, 4H), 8.10(s, 2H), 8.02(d, 1H) 7.84(d, 1H), 7.77(d, 2H), 7.53~7.28(m, 19H), 7.23~7.13(m, 13H)

[0369] MS/FAB: 878(M⁺)

[0370]

[합성예 72] 화합물 [72]의 합성

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55(d, 2H), 8.30(m, 2H), 8.20~8.07(m, 5H), 7.94~7.87(m, 4H), 7.57~7.11(m, 30H)

MS/FAB: 878(M^+)

[합성예 73] 화합물 [73]의 합성

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55(d, 1H), 8.23(s, 1H), 8.12(d, 1H), 7.94~7.79(m, 7H), 7.63~7.11(m, 32H)

MS/FAB: 879(M^+)

[합성예 74] 화합물 [74]의 합성

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55(d, 1H), 8.49(s, 1H), 8.23(s, 1H), 7.94~7.79(m, 7H), 7.63(d, 1H), 7.53~7.11(m, 25H), 6.91(t, 1H), 6.81~6.73(m, 3H), 6.63(d, 2H)

MS/FAB: 907(M^+)

이하에서, 실시예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다. 그러나, 하기의 실시예는 본 발명을 더욱 구체적으로 설명하기 위한 것으로서, 본 발명의 범위가 하기의 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다. 하기의 실시예는 본 발명의 범위 내에서 당업자에 의해 적절히 수정, 변경될 수 있다.

비교예 1.

하기 화학식 a로 표시되는 화합물을 인광 녹색 호스트로 사용하고, 하기 화학식 c로 표시되는 화합물을 인광 녹색 도판트로 사용하고, 2-TNATA(4,4',4"-tris(N-naphthalen-2-yl)-N-phenylamino)-triphenylamine)을 정공주입층 물질로 사용하고, α -NPD(N,N'-di(naphthalene-1-yl)-N,N'-diphenylbenzidine)을 정공수송층 물질로 사용하여, 다음과 같은 구조를 갖는 유기발광소자를 제작하였다:ITO/2-TNATA(80 nm)/ α -NPD(30 nm)/화합물a+화합물c(30 nm)/Alq₃(30nm)/LiF(0.5nm)/Al(60nm).

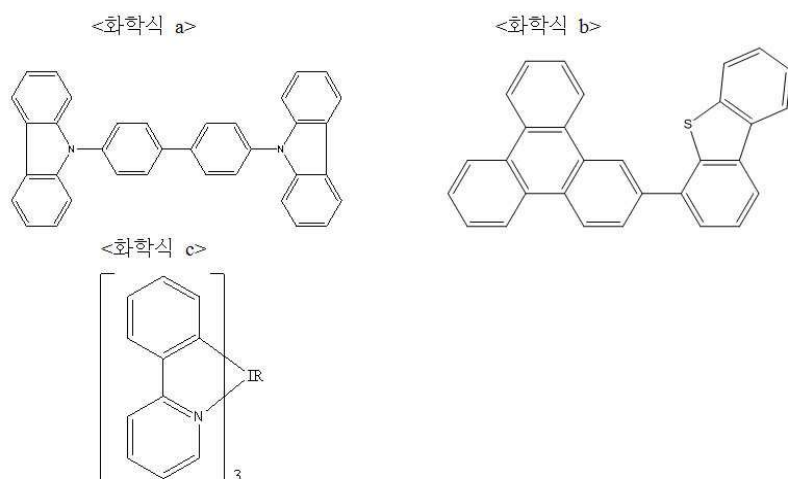
에노드는 코닝(Corning)사의 $15\Omega/\text{cm}^2$ (1000Å) ITO 유리기판을 50mm x 50mm x 0.7mm 크기로 잘라서 아세톤, 이소프로필알콜과 순수한 물속에서 각 15분 동안 초음파 세정을 한 후, 30분동안 UV 오존세정을 하여 사용하였다. 상기 기판 상부에 2-TNATA를 진공증착하여 80 nm 두께의 공주입층을 형성하였다. 상기 정공주입층 상부에, α -NPD를 진공 증착하여 30 nm 두께의 정공수송층을 형성하였다. 상기 정공수송층 상부에 화학식 a로 표시되는 화합물 및 화학식 c로 표시되는 화합물(도핑률:10%)를 진공 증착하여 30 nm두께의 발광층을 형성하였다. 이후, 상기 발광층 상부에 Alq₃화합물을 30 nm의두께로 진공증착하여 전자수송층을 형성하였다. 상기 전자수송층 상부에 LiF0.5 nm(전자주입층)과 Al 60 nm(캐소드)를 순차적으로 진공증착하여, 표 3에 표시된 바와 같은 유기발광소자를 제조하였다. 이를 비교샘플 1이라고 한다.

비교예2.

하기 화학식 b로 표시되는 화합물을 인광 녹색 호스트로 사용하고, 하기 화학식 c로 표시되는 화합물을 인광 녹색 도판트로 사용하고, 2-TNATA(4,4',4"-tris(N-naphthalen-2-yl)-N-phenylamino)-triphenylamine)을 정공주입층 물질로 사용하고, α -NPD(N,N'-di(naphthalene-1-yl)-N,N'-diphenylbenzidine)을 정공수송층 물질로 사용하여, 다음과 같은 구조를 갖는 유기발광소자를 제작하였다:ITO/2-TNATA(80 nm)/ α -NPD(30 nm)/화합물b+화합물

c(30 nm)/Alq₃(30nm)/LiF(0.5nm)/Al(60nm).

에노드는 코닝(Corning)사의 15Ω/cm²(1000Å) ITO 유리기판을 50mm x 50mm x 0.7mm 크기로 잘라서 아세톤, 이소프로필알콜과 순수한 물속에서 각 15분 동안 초음파 세정을 한 후, 30분 동안 UV 오존세정을 하여 사용하였다. 상기 기판 상부에 2-TNATA를 진공 증착하여 80 nm 두께의 정공주입층을 형성하였다. 상기 정공주입층 상부에, α-NPD를 진공 증착하여 30nm 두께의 정공수송층을 형성하였다. 상기 정공수송층 상부에 화학식 a로 표시되는 화합물 및 화학식 c로 표시되는 화합물(도핑율:10%)을 진공 증착하여 30nm 두께의 발광층을 형성하였다. 이후, 상기 발광층 상부에 Alq₃화합물을 30nm의 두께로 진공증착하여 전자수송층을 형성하였다. 상기 전자수송층 상부에 LiF0.5nm(전자주입층)과 Al 60nm(캐소드)를 순차적으로 진공증착하여, 표 2에 표시된 바와 같은 유기발광소자를 제조하였다. 이를 비교샘플 2라고 한다.



실시예1~73.

상기 비교예 1 중에서, 발광층 인광 호스트 화합물 a 대신 상기 합성예에 개시된 화학식 1-6 및 8-74로 표시되는 화합물들을 인광 녹색 호스트 화합물로 각각 이용한 것을 제외하고는 상기 비교예 1과 동일한 방법으로 ITO/2-TNATA(80 nm)/α-NPD(30 nm)/[인광 녹색 호스트 화합물 1-6 및 8-74 중 하나+화합물c(10%)](30 nm)/Alq₃(30nm)/LiF(0.5nm)/Al(60nm)의 구조를 갖는 유기발광소자를 제조하였다. 이를 각각 샘플 1-6 및 8-74라고 한다.

평가예1: 비교샘플1, 2 및 샘플 1-6 및 8-74의 발광 특성평가

비교샘플 1, 2 및 샘플 1-6 및 8-74에 대하여, Keithleysourcemeter"2400", KONIKA MINOLTA "CS-2000"을 이용하여 발광휘도, 발광효율, 발광피크를 각각 평가하여, 그 결과를 하기 [제2표군(群)]에 나타내었다. 상기 샘플들은 511~517nm 범위에서 녹색 발광피크값을 보여주었다.

[0399]

[제2표군(群)]

샘플 No.	호스트 화합물 No.	도판트 화합물 No.	전압 OP. V	휘도 [cd/m ²]	효율 [cd/A]	발광피크 [nm]
비교샘플 1	a	c	6.72	2372	23.7	511
비교샘플 2	b	c	6.41	2813	28.1	513
1	1	c	5.9	3571	35.71	515
2	2	c	5.4	3580	35.8	517
3	3	c	5.2	3262	32.62	514
4	4	c	5.8	3290	32.9	511
5	5	c	5.8	3230	32.3	517
6	6	c	5.3	3276	32.76	511
8	8	c	5.9	3362	33.62	511
9	9	c	5.1	3261	32.61	514
10	10	c	5.8	3215	32.15	515
11	11	c	5.9	3489	34.89	515
12	12	c	5.7	3228	32.28	511
13	13	c	5.2	3364	33.64	513
14	14	c	5.2	3285	32.85	515
15	15	c	5.7	3498	34.98	514
16	16	c	5.7	3260	32.6	516
17	17	c	5.9	3322	33.22	516
18	18	c	5.5	3475	34.75	511
19	19	c	5.7	3362	33.62	511
20	20	c	5.4	3358	33.58	512
21	21	c	5.1	3454	34.54	515
22	22	c	5.9	3278	32.78	515

[0400]

23	23	c	5.0	3222	32.22	511
24	24	c	5.8	3572	35.72	515
25	25	c	5.3	3437	34.37	515
26	26	c	5.6	3592	35.92	513
27	27	c	5.7	3497	34.97	515
28	28	c	5.4	3449	34.49	512
29	29	c	6.0	3493	34.93	514
30	30	c	5.8	3398	33.98	513
31	31	c	5.1	3441	34.41	511
32	32	c	5.9	3322	33.22	512
33	33	c	5.4	3497	34.97	517
34	34	c	6.0	3434	34.34	515
35	35	c	5.4	3520	35.2	516
36	36	c	5.2	3312	33.12	512
37	37	c	5.8	3518	35.18	512
38	38	c	5.3	3489	34.89	515
39	39	c	5.6	3370	33.7	514
40	40	c	5.4	3268	32.68	511
41	41	c	5.6	3416	34.16	512
42	42	c	5.9	3418	34.18	512
43	43	c	5.7	3569	35.69	515
44	44	c	5.1	3509	35.09	514
45	45	c	5.1	3392	33.92	515
46	46	c	5.5	3245	32.45	512
47	47	c	5.9	3581	35.81	513
48	48	c	5.1	3267	32.67	514
49	49	c	6.0	3462	34.62	512

50	50	c	5.1	3410	34.1	513
51	51	c	5.6	3406	34.06	516
52	52	c	5.5	3401	34.01	515
53	53	c	5.5	3483	34.83	514
54	54	c	5.2	3484	34.84	514
55	55	c	5.2	3405	34.05	512
56	56	c	5.8	3455	34.55	511
57	57	c	5.2	3320	33.2	512
58	58	c	5.0	3250	32.5	516
59	59	c	5.9	3415	34.15	514
60	60	c	5.1	3475	34.75	514
61	61	c	5.9	3395	33.95	514
62	62	c	5.8	3573	35.73	516
63	63	c	5.5	3449	34.49	517
64	64	c	5.1	3343	33.43	516
65	65	c	5.5	3339	33.39	517
66	66	c	5.2	3425	34.25	517
67	67	c	5.7	3512	35.12	512
68	68	c	5.6	3501	35.01	511
69	69	c	5.5	3427	34.27	517
70	70	c	5.3	3398	33.98	517
71	71	c	5.1	3299	32.99	517
72	72	c	5.7	3378	33.78	515
73	73	c	5.9	3445	34.45	515
74	74	c	5.3	3501	35.01	511

[0401]

[0402] 상기 [제2표군(群)]부터 확인되는 바와 같이 샘플 1-6 및 8-74는 비교샘플 1, 2에 비하여 향상된 발광 특성을 나타내었다.

[0403]

[0404] **평가예 2: 비교샘플 1, 2 및 샘플 1-6 및 8-74의 수명 특성 평가**

[0405] 비교샘플 1, 2 및 샘플 1-6 및 8-74에 대하여, ENC technology사의 LTS-1004AC 수명측정장치를 이용하여 3000 nit를 기준으로 수명이 97%에 도달하는 시간을 각각 측정하여, 그 결과를 하기 [제3표군(群)]에 나타내었다.

[0406]

[제3표군(群)]

샘플 No.	호스트 화합물 No.	도판트 화합물 No.	수명 Time[Hours]
비교샘플 1	a	c	72
비교샘플 2	b	c	65
1	1	c	118
2	2	c	110
3	3	c	108
4	4	c	101
5	5	c	95
6	6	c	104
8	8	c	95
9	9	c	120
10	10	c	116
11	11	c	116
12	12	c	118
13	13	c	91
14	14	c	108
15	15	c	114
16	16	c	113

17	17	c	116
18	18	c	113
19	19	c	111
20	20	c	91
21	21	c	92
22	22	c	102
23	23	c	94
24	24	c	95
25	25	c	91
26	26	c	92
27	27	c	119
28	28	c	117
29	29	c	105
30	30	c	93
31	31	c	114
32	32	c	101
33	33	c	91
34	34	c	92
35	35	c	114
36	36	c	97
37	37	c	99
38	38	c	115
39	39	c	95
40	40	c	108
41	41	c	107
42	42	c	100
43	43	c	119

[0407]

44	44	c	102
45	45	c	101
46	46	c	115
47	47	c	94
48	48	c	107
49	49	c	97
50	50	c	94
51	51	c	104
52	52	c	115
53	53	c	117
54	54	c	120
55	55	c	96
56	56	c	99
57	57	c	117
58	58	c	113
59	59	c	113
60	60	c	102
61	61	c	97
62	62	c	90
63	63	c	102
64	64	c	100
65	65	c	108
66	66	c	115
67	67	c	99
68	68	c	91
69	69	c	118
70	70	c	105

71	71	c	118
72	72	c	112
73	73	c	117
74	74	c	94

[0408]

상기 [제3표군(群)]로부터 확인되는 바와 같이 샘플 1-6 및 8-74는 비교샘플 1, 2에 비하여 향상된 수명 특성을 나타내었다.

专利名称(译)	标题：有机电致发光化合物和含有它的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR101540053B1	公开(公告)日	2015-07-29
申请号	KR1020130065493	申请日	2013-06-07
[标]申请(专利权)人(译)	皮皮有限公司		
申请(专利权)人(译)	公司与皮肤接触.		
当前申请(专利权)人(译)	公司与皮肤接触.		
[标]发明人	DO HWAN AHN 안도환 JAE GYO PARK 박재교 AH RAM JEON 전아람 DAE KYUN LEE 이대균 KEUN HEE HAN 한근희 SEUNG HAK HYUN 현승학 JUNG BOK AN 안중복 BOK YOUNG KIM 김복영 NO GILL PARK 박노길		
发明人	안도환 박재교 전아람 이대균 한근희 현승학 안중복 김복영 박노길		
IPC分类号	C09K11/06 C07D487/04 H01L51/50		
CPC分类号	C07D487/04 C09K11/06 H01L51/006 H01L51/0071 H01L51/5016 H01L51/504		
优先权	1020120073487 2012-07-05 KR		
其他公开文献	KR1020140009019A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供一种新的由化学式1表示的有机发光化合物和包含该化合物的有机电致发光器件。有机发光化合物是绿色磷光主体材料，可以应用于有机电致发光器件，并且可以提高有机电致发光器件的发光效率和寿命.COPYRIGHT KIPO 2014

