



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2012-0116282
 (43) 공개일자 2012년10월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) *H01L 51/54* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2011-0033928
 (22) 출원일자 2011년04월12일
 심사청구일자 없음

(71) 출원인
롬엔드하스전자재료코리아유한회사
 충청남도 천안시 서북구 3공단1로 56 (백석동)
 (72) 발명자
신효남
 서울특별시 성북구 동소문로34길 24, 삼성아파트
 101-1111 (돈암동)
이수현
 경기도 수원시 장안구 경수대로976번길 22, 한일
 타운 104동 501호 (조원동)
박경진
 경기도 성남시 중원구 광명로324번길 26-1 (금광
 동)
 (74) 대리인
장훈

전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **신규한 유기 발광 화합물 및 이를 채용하고 있는 유기 전계 발광 소자**

(57) 요약

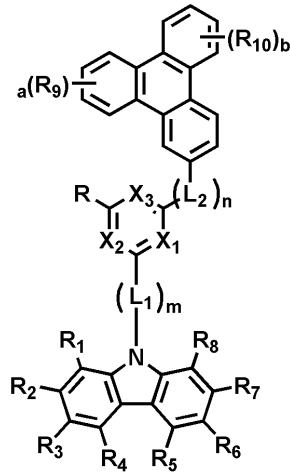
본 발명은 신규한 유기 발광 화합물 및 이를 포함하고 있는 유기 전계 발광 소자 에 관한 것으로, 본 발명에 따
 른 유기 발광 화합물은 기존 재료에 비해 발광 효율이 좋고 재료의 수명특성이 뛰어나 소자의 구동수명이 매우
 우수할 뿐만 아니라 전력효율의 상승을 유도하여 소비전력이 개선된 OLED 소자를 제조할 수 있는 장점이 있다.

특허청구의 범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 유기 발광 화합물.

[화학식 1]



[상기 화학식 1에서,

X₁ 내지 X₃는 각각 독립적으로 CH 또는 N이고, 단 X₁ 내지 X₃가 동시에 CH인 경우는 제외하며;

L₁ 및 L₂는 서로 독립적으로 화학결합, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴렌, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)헤테로아릴렌이고;

R은 수소, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)헤테로아릴이며;

R₁ 내지 R₁₀는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (C3-C30)헤테로아릴, -NR₁₁R₁₂, -SiR₁₃R₁₄R₁₅, -SR₁₆, -OR₁₇, 시아노, 나이트로 또는 하이드록시이고;

R₁₁ 내지 R₁₇는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (C3-C30)헤테로아릴이거나, 인접한 치환체와 융합고리를 포함하거나 포함하지 않는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)알킬렌 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)알케닐렌으로 연결되어 치환족 고리 및 단일환 또는 다환의 방향족 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 치환족 고리 및 단일환 또는 다환의 방향족 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 치환될 수 있으며;

a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수이고, a 및 b가 2 이상의 정수인 경우 동일하거나 상이할 수 있으며;

m 및 n은 각각 독립적으로 1 내지 3의 정수이고, m 및 n이 2 이상의 정수인 경우 동일하거나 상이할 수 있으며;

상기 헤테로시클로알킬 및 헤테로아릴은 B, N, O, S, P(=O), Si 및 P로부터 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 포함한다.]

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 L₁, L₂, R, R₁ 내지 R₁₀ 및 R₁₁ 내지 R₁₇에 더 치환되는 치환기는 중수소, 할로젠, (C1-C30)알킬, 할로젠이 치환된 (C1-C30)알킬, (C6-C30)아릴, (C5-C30)헤테로아릴, (C6-C30)아릴이 치환된 (C5-C30)헤테로아릴, (C3-C30)시클로알킬, 헤테로시클로알킬, 트리(C1-C30)알킬실릴, 트리(C6-C30)아릴실릴, 디(C1-C30)알킬(C6-C30)아릴실릴, (C1-C30)알킬디(C6-C30)아릴실릴, (C2-C30)알케닐, (C6-C30)알키닐, 시아노, 카바졸릴, 디(C1-C30)알킬아미노, 디(C6-C30)아릴아미노, (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴아미노, 디(C6-C30)아릴보로닐, 디(C1-C30)알킬보로닐,

(C1-C30)알킬(C6-C30)아릴보로닐, (C6-C30)아르(C1-C30)알킬, (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴, 카르복실, 니트로 및 히드록시로 이루어진 군으로부터 선택되는 것인 유기 발광 화합물.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 R은 수소, 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐 또는 페릴렌일이고;

L₁ 및 L₂는 서로 독립적으로 화학결합, 페닐렌, 나프틸렌, 비페닐렌, 플루오레닐렌, 안트라세닐렌, 피리디닐렌, 퓨란닐렌, 티오펜일렌, 다이벤조티오펜일렌, , 다이벤조퓨란닐렌 또는 -페닐렌-다이벤조티오펜일렌이고;

R₁ 내지 R₈은 서로 독립적으로 수소, 중수소, 클로로, 플루오르, 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 페릴렌일, 피리딜, 피롤릴, 퓨란일, 티오펜일, 이미다졸릴, 벤조이미다졸릴, 피라진일, 피리미딘일, 피리다진일, 퀴놀릴, 트리아진일, 벤조퓨란일, 다이벤조퓨란일, 벤조티오펜일, 다이벤조티오펜일, 피라졸릴, 인돌릴, 카바졸릴, 티아졸릴, 옥사졸릴, 벤조티아졸릴, 벤조옥사졸릴, 페난트롤린일 또는 N-카바졸릴이고;

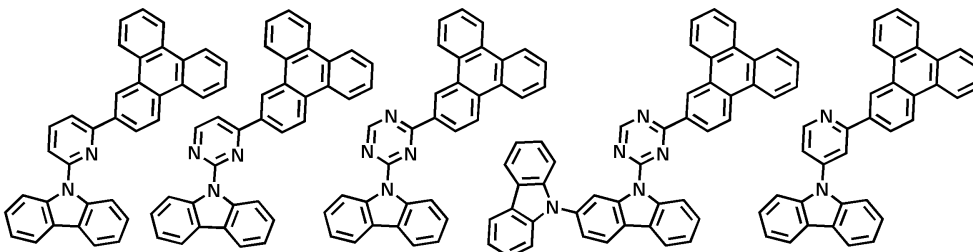
R₉ 및 R₁₀은 서로 독립적으로 수소, 중수소, 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 페릴렌일, 피리딜, 피롤릴, 퓨란일, 티오펜일, 이미다졸릴, 벤조이미다졸릴, 피라진일, 피리미딘일, 피리다진일, 퀴놀릴, 트리아진일, 벤조퓨란일, 다이벤조퓨란일, 다이벤조티오펜일, 벤조티오펜일, 피라졸릴, 인돌릴, 카바졸릴, 티아졸릴, 옥사졸릴, 벤조티아졸릴, 벤조옥사졸릴, 페난트롤린일 또는 N-카바졸릴이고;

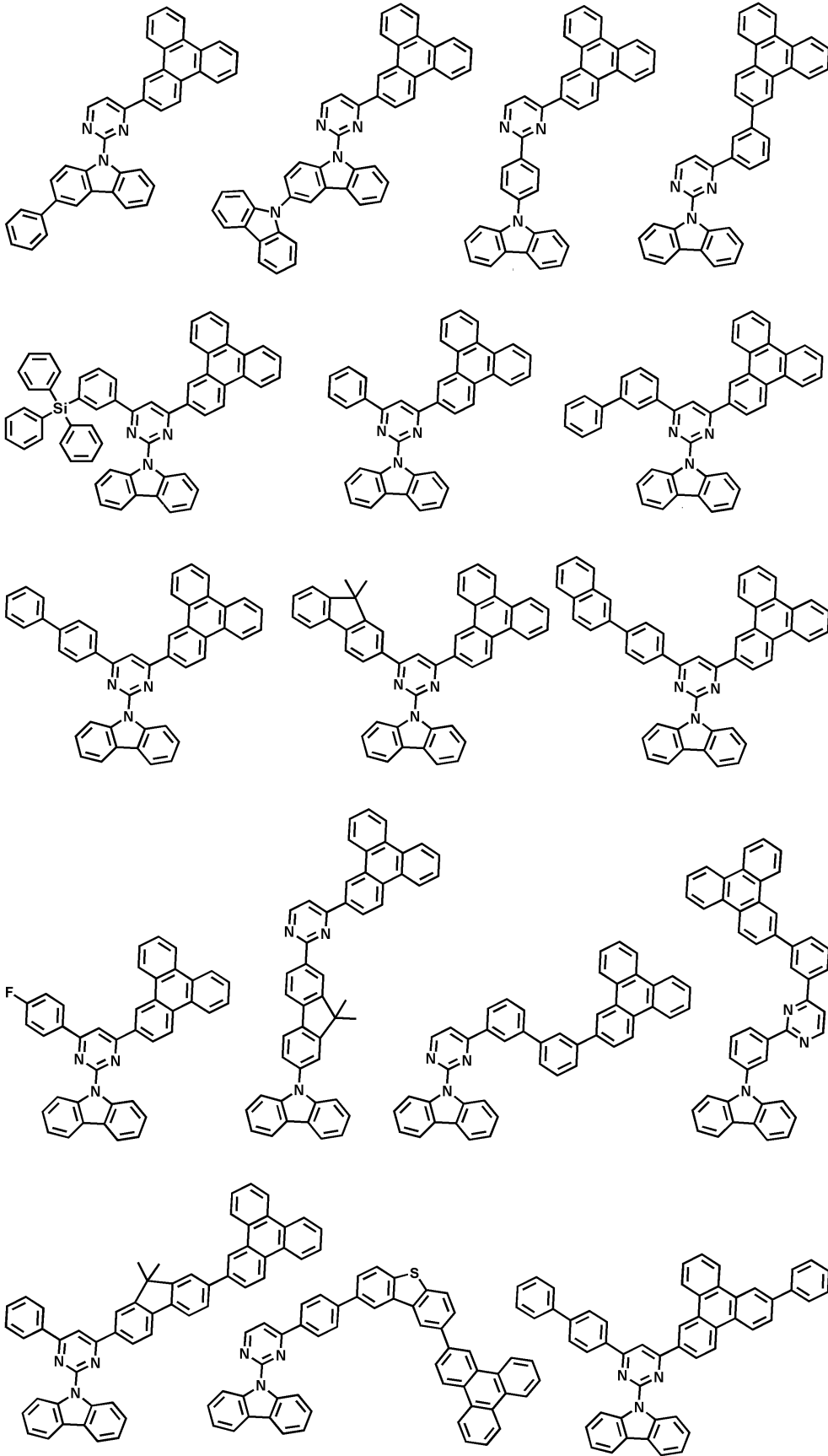
상기 R의 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐 또는 페릴렌일, 및 R₁ 내지 R₁₀의 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 페릴렌일, 피리딜, 피롤릴, 퓨란일, 티오펜일, 이미다졸릴, 벤조이미다졸릴, 피라진일, 피리미딘일, 피리다진일, 퀴놀릴, 트리아진일, 벤조퓨란일, 다이벤조퓨란일, 다이벤조티오펜일, 벤조티오펜일, 피라졸릴, 인돌릴, 카바졸릴, 티아졸릴, 옥사졸릴, 벤조티아졸릴, 벤조옥사졸릴 또는 페난트롤린일은 각각 중수소, 클로로, 메틸, 에틸, n-프로필, i-프로필, n-부틸, i-부틸, t-부틸, n-펜틸, i-펜틸, n-헥실, n-헵틸, n-옥틸, 2-에틸헥실, n-노닐, 데실, 도데실, 헥사데실, 트리플루오르메틸, 퍼플루오르에틸, 트리플루오르에틸, 퍼플루오르프로필, 퍼플루오르부틸, 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 페릴렌일, 트리메틸실릴, 트리에틸실릴, 트리프로필실릴, 트리(t-부틸)실릴, t-부틸디메틸실릴, 디메틸페닐실릴 및 트리페닐실릴로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 치환기로 더 치환될 수 있는 것인 유기 발광 화합물.

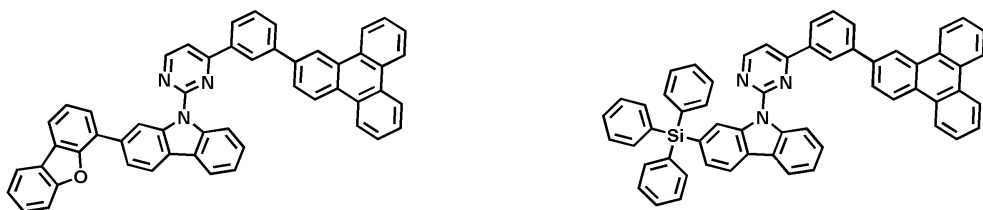
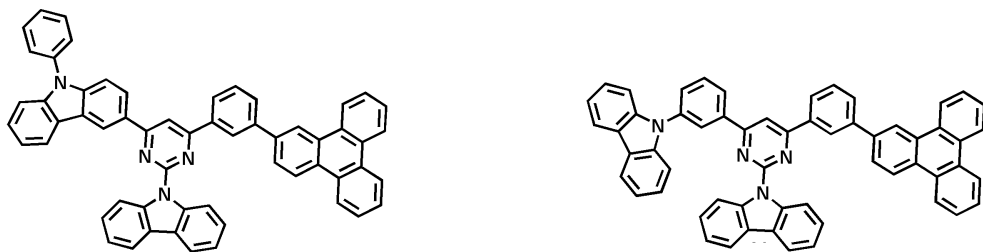
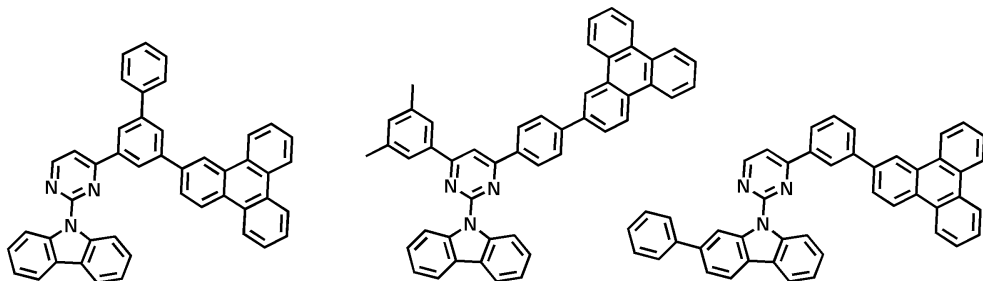
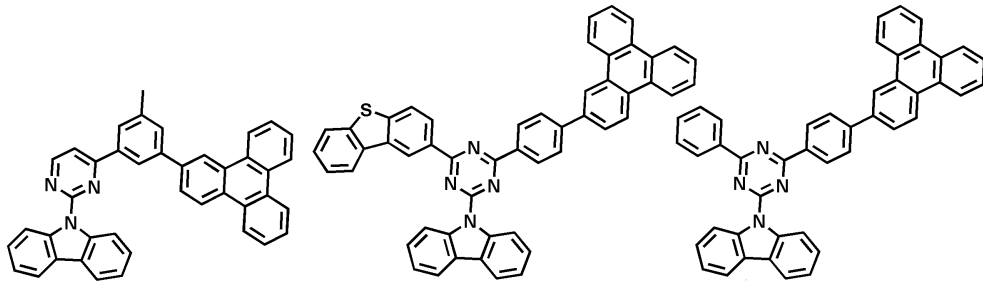
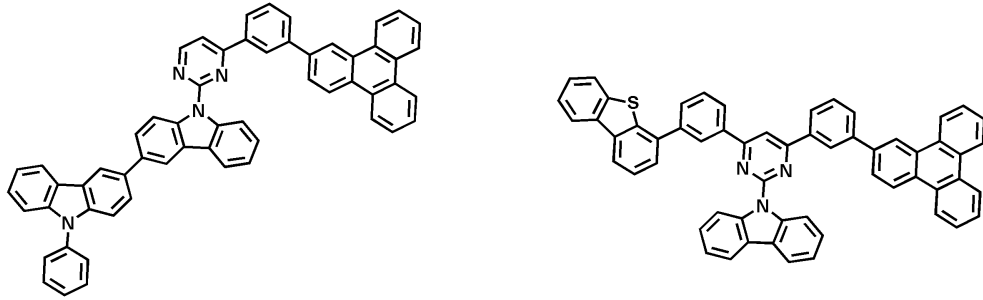
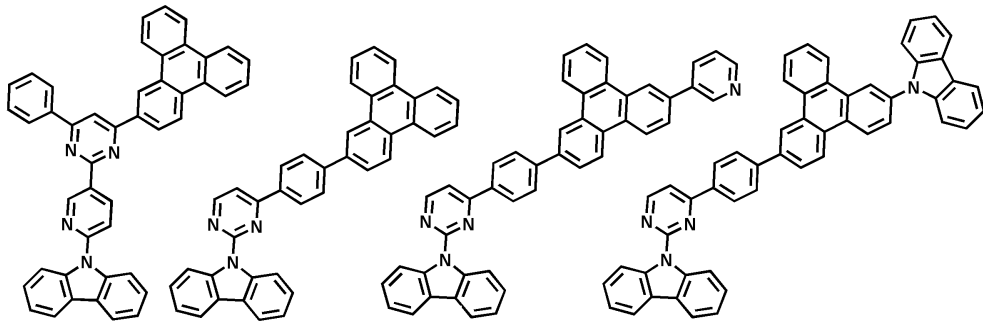
청구항 4

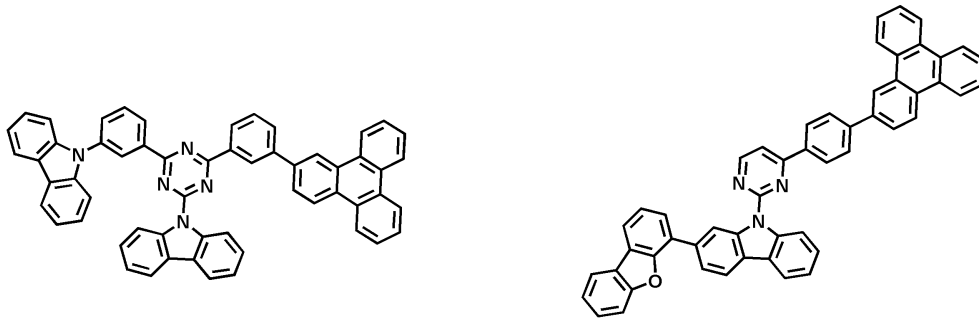
제 1항에 있어서,

하기 화합물로부터 선택되는 유기 발광 화합물.









청구항 5

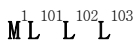
제 1항 내지 제 4항 중 어느 한 항의 유기 발광 화합물을 포함하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 유기 전계 발광 소자가 제1전극; 제2전극; 및 상기 제1전극과 제2전극 사이에 개재되는 1층 이상의 유기물층을 가지며, 이 유기물층이 상기 유기 발광 화합물 중 하나 이상과 하기 화학식 2으로 표시되는 인광도판트 중 하나 이상을 포함하는 것인 유기 전계 발광 소자.

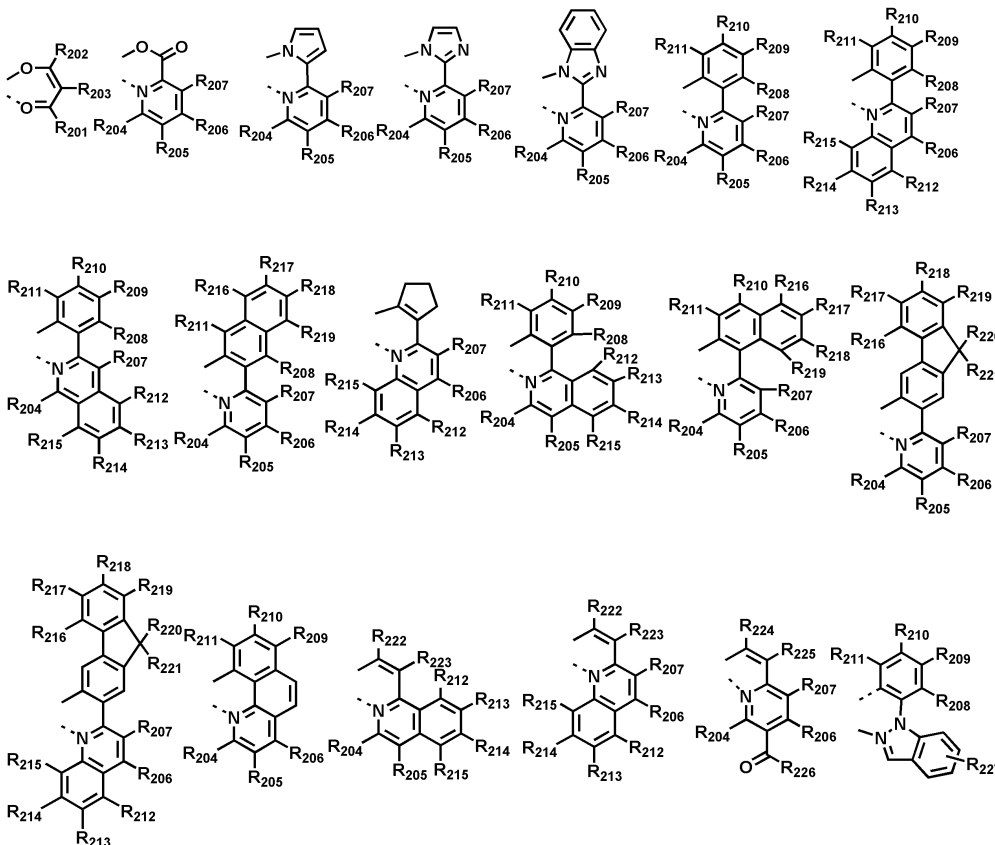
[화학식 2]

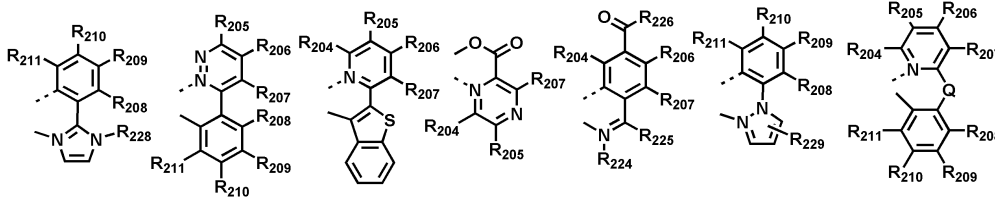


[상기 화학식 2에서,

여기서 M^1 은 Ir, Pt, Pd 및 Os으로 이루어진 군으로부터 선택되고,

리간드 L^{101} , L^{102} 및 L^{103} 는 서로 독립적으로 하기 구조로부터 선택되어진다.





R₂₀₁ 내지 R₂₀₃은 서로 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠이 치환되거나 치환되지 않은 (C1-C30)알킬, (C1-C30)알킬이 치환되거나 치환되지 않은 (C6-C30)아릴 또는 할로젠이고;

R₂₀₄ 내지 R₂₁₉는 서로 독립적으로 수소, 중수소, 치환 또는 비치환된(C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된(C1-C30)알콕시, 치환 또는 비치환된(C3-C30)시클로알킬, 치환 또는 비치환된(C2-C30)알케닐, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 모노 또는 치환 또는 비치환된 디-(C1-C30)알킬아미노, 치환 또는 비치환된 모노 또는 디-(C6-C30)아릴아미노, SF₅, 치환 또는 비치환된 트리(C1-C30)알킬실릴, 치환 또는 비치환된 디(C1-C30)알킬(C6-C30)아릴실릴, 치환 또는 비치환된 트리(C6-C30)아릴실릴, 시아노 또는 할로젠이고;

R₂₂₀ 내지 R₂₂₃는 서로 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠이 치환되거나 치환되지 않은 (C1-C30)알킬 또는 (C1-C30)알킬이 치환되거나 치환되지 않은 (C6-C30)아릴이고;

R₂₂₄ 및 R₂₂₅는 서로 독립적으로 수소, 중수소, 치환 또는 비치환된(C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된(C6-C30)아릴 또는 할로젠이거나, R₂₂₄와 R₂₂₅는 융합고리를 포함하거나 포함하지 않는 (C3-C12)알킬렌 또는 (C3-C12)알케닐렌으로 연결되어 지환족 고리 및 단일환 또는 다환의 방향족 고리를 형성하며;

R₂₂₆은 치환 또는 비치환된(C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된(C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된(C5-C30)헤테로아릴 또는 할로젠이고;

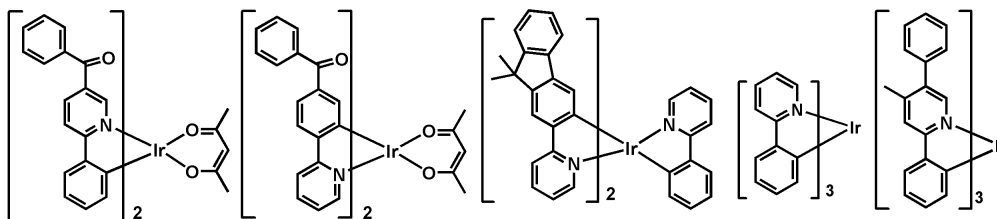
R₂₂₇ 내지 R₂₂₉은 서로 독립적으로 수소, 중수소, 치환 또는 비치환된(C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된(C6-C30)아릴 또는 할로젠이고;

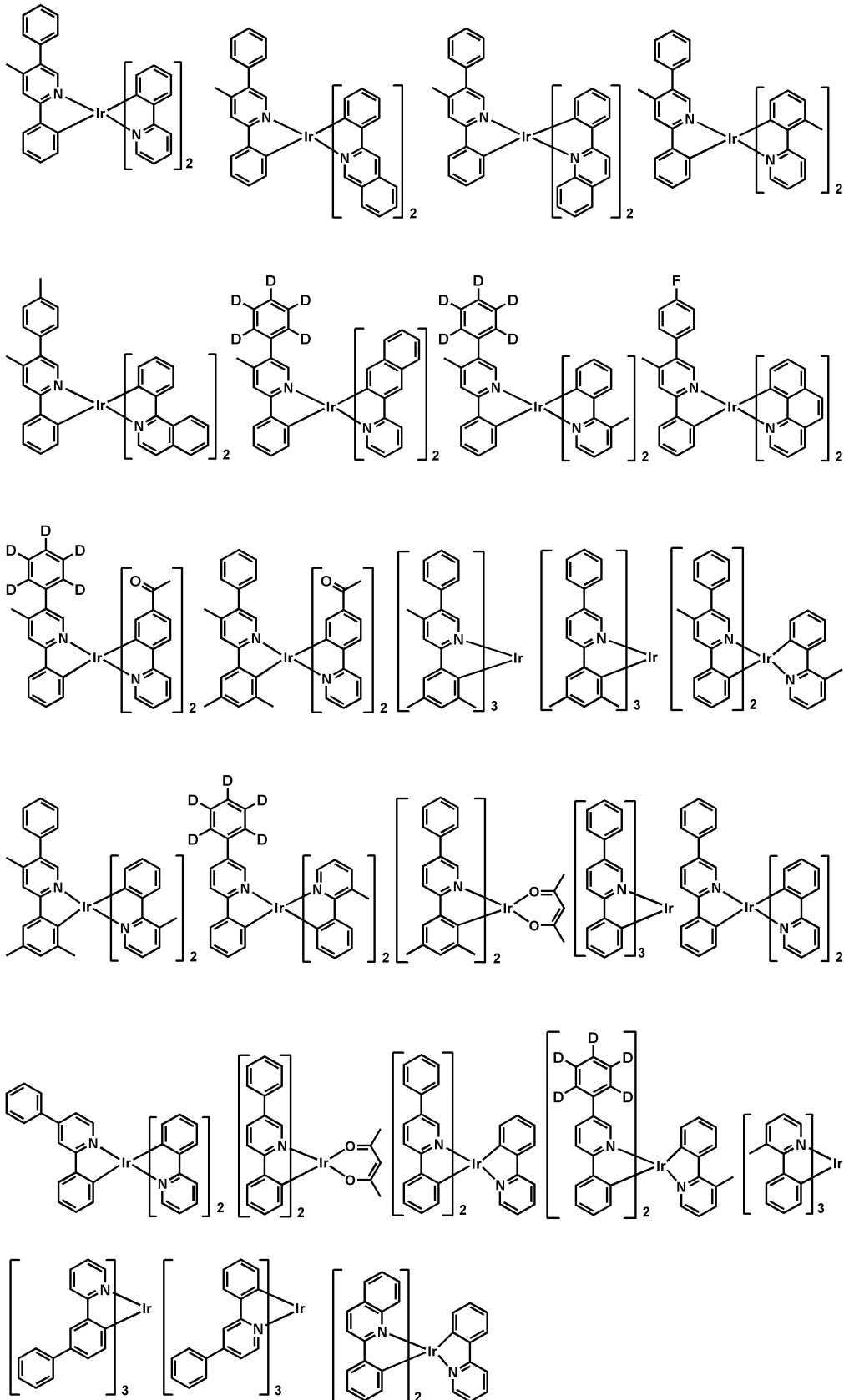
Q는 , 또는 이며, R₂₃₁ 내지 R₂₄₂는 서로 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠이 치환되거나 치환되지 않은 (C1-C30)알킬, (C1-C30)알콕시, 할로젠, 치환 또는 비치환된(C6-C30)아릴, 시아노, 치환 또는 비치환된(C5-C30)시클로알킬이거나, 인접한 치환체와 알킬렌 또는 알케닐렌으로 연결되어 스피로 고리 또는 융합고리를 형성할 수 있거나, R₂₀₇ 또는 R₂₀₈과 알킬렌 또는 알케닐렌으로 연결되어 포화 또는 불포화의 융합고리를 형성할 수 있다.]

청구항 7

제 6항에 있어서,

상기 인광 도판트는 하기 화합물로부터 선택되는 것인 유기 전계 발광 소자.





청구항 8

제 6항에 있어서,

상기 유기물층이 아릴아민계 화합물 또는 스티릴아릴아민계 화합물로 이루어진 균으로부터 선택된 하나 이상의

아민계 화합물(A); 1족, 2족, 4주기, 5주기 전이금속, 란타넘계열금속 및 d-전이원소의 유기금속으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 금속 또는 금속을 포함하는 착체화합물(B); 또는 이들의 혼합물을 포함하는 것인 유기 전계 발광 소자.

청구항 9

제 6항에 있어서,

상기 유기물층이 청색, 적색 또는 녹색 발광을 하는 유기발광층 하나 이상을 더 포함하여 백색 발광을 하는 것인 유기 전계 발광 소자.

명세서

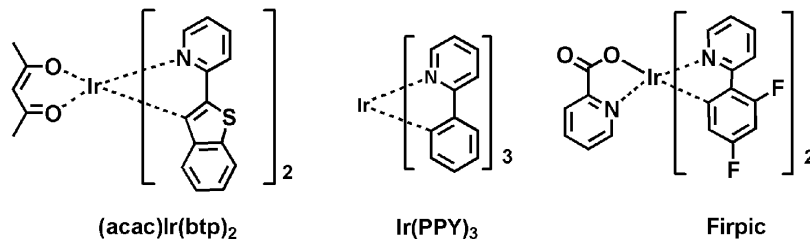
기술분야

[0001] 본 발명은 신규한 유기 발광 화합물 및 이를 포함하고 있는 유기 전계 발광 소자 에 관한 것이다.

배경기술

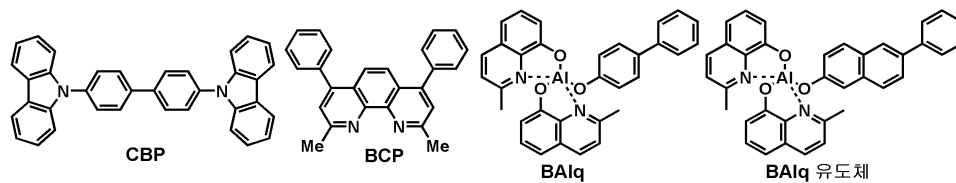
[0002] 표시 소자 중, 전기 발광 소자(electroluminescence device: EL device)는 자체 발광형 표시 소자로서 시야각이 넓고 콘트라스트가 우수할 뿐만 아니라 응답속도가 빠르다는 장점을 가지고 있다. 1987년 이스트만 코닥(Eastman Kodak)사는 발광층 형성용 재료로서 저분자인 방향족 디아민과 알루미늄 착물을 이용하고 있는 유기 EL 소자를 처음으로 개발하였다[Appl. Phys. Lett. 51, 913, 1987].

[0003] 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 별로 (acac)Ir(btp)₂, Ir(ppy)₃ 및 Firpic 등의 재료가 알려져 있다. 특히, 최근 일본, 구미에서 많은 인광 재료들이 연구되고 있다.



[0004]

[0005] 인광 발광체의 호스트 재료로는 현재까지 CBP가 가장 널리 알려져 있고, BCP 및 BAlq 등의 정공차단층을 적용한 고효율의 OLED가 공지되어 있으며, 일본의 파이오니어 등에서는 BAlq 유도체를 호스트로 이용해 고성능의 OLED를 개발한 바 있다.



[0006]

[0007] 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 단점을 갖고 있다. OLED에서 전력효율 = [(π/전압) × 전류효율]의 관계에 있으므로 전력 효율은 전압에 반비례하고, 따라서 OLED의 소비 전력을 낮으려면 전력 효율을 높여야 한다. 실제 인광 발광 재료를 사용한 OLED는 형광 발광 재료를 사용한 OLED에 비해 전류 효율(cd/A)이 상당히 높으나, 인광 발광 재료의 호스트로 사용되던 BAlq 또는 CBP와 같은 종래재료의 경우, 형광재료를 사용한 OLED에 비해 구동 전압이 높아서 전력 효율(lm/w)면에서 큰 이점이 없었다. 또한, OLED 소자에 사용할 경우 수명 측면에서도 만족스럽지 못하였다.

[0008] 한편, 국제특허공보 제W003/078541호에는 카바졸기를 골격에 헤테로아릴이 치환된 유기 전기 발광 소재용 화합

물을 언급하고 있다. 그러나, 상기 문헌에는 카바졸 골격에 트리페닐렌이 치환된 헤테로아릴을 모두 겸비한 화합물을 개시하고 있지 않다.

발명의 내용

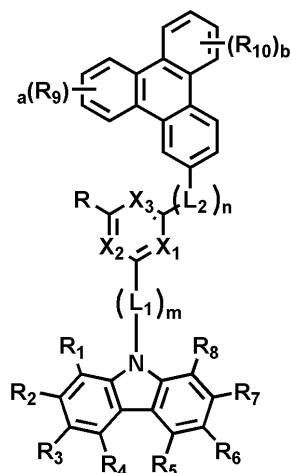
해결하려는 과제

[0009] 따라서 본 발명의 목적은 첫째로, 상기한 문제점들을 해결하기 위하여 기존의 재료보다 발광 효율 및 소자 수명이 좋으며, 적절한 색좌표를 갖는 우수한 골격의 유기 발광 화합물을 제공하는 것이며 둘째로, 상기 유기 발광 화합물을 발광 재료로서 채용하는 고효율 및 장수명의 유기 전계 발광 소자를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기 발광 화합물 및 이를 포함하는 유기 전계 발광 소자에 관한 것으로서, 본 발명에 따른 유기 발광 화합물은 기존 재료에 비해 발광 효율이 좋고 재료의 수명특성이 뛰어나 소자의 구동수명이 매우 우수할 뿐만 아니라 전력효율의 상승을 유도하여 소비전력이 개선된 OLED 소자를 제조할 수 있는 장점이 있다.

[0011] [화학식 1]



- [0012]
- [0013] [상기 화학식 1에서,
- [0014] X₁ 내지 X₃는 각각 독립적으로 CH 또는 N이고, 단 X₁ 내지 X₃가 동시에 CH인 경우는 제외하며;
- [0015] L₁ 및 L₂는 서로 독립적으로 화학결합, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴렌, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)헤테로아릴렌이고;
- [0016] R은 수소, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)헤테로아릴이며;
- [0017] R₁ 내지 R₁₀는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (C3-C30)헤테로아릴, -NR₁₁R₁₂, -SiR₁₃R₁₄R₁₅, -SR₁₆, -OR₁₇, 시아노, 니트로 또는 하이드록시이고;
- [0018] R₁₁ 내지 R₁₇는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (C3-C30)헤테로아릴이거나, 인접한 치환체와 융합고리를 포함하거나 포함하지 않는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)알킬렌 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)알케닐렌으로 연결되어 치환족 고리 및 단일환 또는 다환의 방향족 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 치환족 고리 및 단일환 또는 다환의 방향족 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 치환될 수 있으며;
- [0019] a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수이고, a 및 b가 2 이상의 정수인 경우 동일하거나 상이할 수 있으며;
- [0020] m 및 n은 각각 독립적으로 1 내지 3의 정수이고, m 및 n이 2 이상의 정수인 경우 동일하거나 상이할 수 있으며;
- [0021] 상기 헤테로시클로알킬 및 헤테로아릴은 B, N, O, S, P(=O), Si 및 P로부터 선택된 하나 이상의 헤테로원자를

포함한다.]

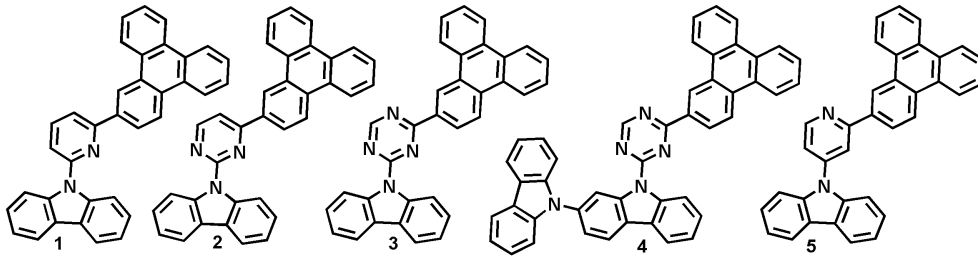
- [0022] 본 발명에 기재된 「알킬」, 「알콕시」 및 그 외 「알킬」부분을 포함하는 치환체는 직쇄 또는 분쇄 형태를 모두 포함하고, 「시클로알킬」은 단일 고리계 뿐만 아니라 치환 또는 비치환된 아다만틸 또는 치환 또는 비치환된 (C7-C30)바이시클로알킬과 같은 여러 고리계 탄화수소도 포함한다. 본 발명에 기재된 「아릴」은 하나의 수소 제거에 의해서 방향족 탄화수소로부터 유도된 유기 라디칼로, 각 고리에 적절하게는 4 내지 7개, 바람직하게는 5 또는 6개의 고리원자를 포함하는 단일 또는 융합고리계를 포함하며, 다수개의 아릴이 단일결합으로 연결되어 있는 형태까지 포함한다. 구체적인 예로서 페닐, 나프틸, 비페닐, 테페닐, 안트릴, 인데닐(indenyl), 플루오레닐, 페난트릴, 트리페닐렌일, 피렌일, 페릴렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 플루오란텐일 등이 있다. 상기 나프틸은 1-나프틸 및 2-나프틸을 포함하며, 안트릴은 1-안트릴, 2-안트릴 및 9-안트릴을 포함하며, 플루오레닐은 1-플루오레닐, 2-플루오레닐, 3-플루오레닐, 4-플루오레닐 및 9-플루오레닐을 모두 포함한다. 본 발명에 기재된 「헤테로아릴」은 방향족 고리 골격 원자로서 B, N, O, S, P(=O), Si 및 P로부터 선택되는 1 내지 4개의 헤테로원자를 포함하고 나머지 방향족 고리 골격 원자가 탄소인 아릴 그룹을 의미하는 것으로, 5 내지 6원 단환 헤테로아릴, 및 하나 이상의 벤젠 환과 축합된 다환식 헤테로아릴이며, 부분적으로 포화될 수도 있다. 또한, 본 발명에서의 헤테로아릴은 하나 이상의 헤테로아릴이 단일결합으로 연결된 형태도 포함한다. 상기 헤테로아릴기는 고리내 헤테로원자가 산화되거나 사원화되어, 예를 들어 N-옥사이드 또는 4차 염을 형성하는 2가 아릴 그룹을 포함한다. 구체적인 예로서 퓨릴, 티오펜일, 피롤릴, 이미다졸릴, 피라졸릴, 티아졸릴, 티아디아졸릴, 이소티아졸릴, 이속사졸릴, 옥사졸릴, 옥사디아졸릴, 트리아진일, 테트라진일, 트리아졸릴, 테트라졸릴, 퓨라잔일, 피리딜, 피라진일, 피리미딘일, 피리다진일 등의 단환 헤테로아릴, 벤조퓨란일, 벤조티오펜일, 이소벤조퓨란일, 벤조이미다졸릴, 벤조티아졸릴, 벤조이소티아졸릴, 벤조이속사졸릴, 벤조옥사졸릴, 이소인돌릴, 인돌릴, 인다졸릴, 벤조티아디아졸릴, 퀴놀릴, 이소퀴놀릴, 신놀리닐, 퀴나졸리닐, 퀴녹살리닐, 카바졸릴, 페난트리딘일, 벤조디옥솔릴, 다이벤조퓨란닐, 다이벤조싸이오페닐 등의 다환식 헤테로아릴 및 이들의 상응하는 N-옥사이드(예를 들어, 피리딜 N-옥사이드, 퀴놀릴 N-옥사이드), 이들의 4차 염 등을 들 수 있다.
- [0023] 또한, 본 발명에 기재되어 있는 「(C1-C30)알킬」 기는 바람직하게는 (C1-C20)알킬이고, 더 바람직하게는 (C1-C10)알킬이며, 「(C6-C30)아릴」 기는 바람직하게는 (C6-C20)아릴이고, 더 바람직하게는 (C6-C12)아릴이다. 「(C3-C30)헤테로아릴」 기는 바람직하게는 (C3-C20)헤테로아릴이고, 더 바람직하게는 (C3-C12)헤테로아릴이다. 「(C3-C30)시클로알킬」 기는 바람직하게는 (C3-C20)시클로알킬이고, 더 바람직하게는 (C3-C7)시클로알킬이다. 「(C2-C30)알케닐 또는 알키닐」 기는 바람직하게는 (C2-C20)알케닐 또는 알키닐이고, 더 바람직하게는 (C2-C10)알케닐 또는 알키닐이다.
- [0024] 또한 본 발명에 기재되어 있는 “치환 또는 비치환”이라는 기재에서 “치환”은 비치환된 치환기에 더 치환되는 경우를 뜻하며, 상기 L₁, L₂, R, R₁ 내지 R₁₀ 및 R₁₁ 내지 R₁₇에 더 치환되는 치환기는 중수소, 할로젠, (C1-C30)알킬, 할로젠이 치환된 (C1-C30)알킬, (C6-C30)아릴, (C5-C30)헤테로아릴, (C6-C30)아릴이 치환된 (C5-C30)헤테로아릴, (C3-C30)시클로알킬, 헤테로시클로알킬, 트리(C1-C30)알킬실릴, 트리(C6-C30)아릴실릴, 디(C1-C30)알킬(C6-C30)아릴실릴, (C1-C30)알킬디(C6-C30)아릴실릴, (C2-C30)알케닐, (C6-C30)알키닐, 시아노, 카바졸릴, 디(C1-C30)알킬아미노, 디(C6-C30)아릴아미노, (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴아미노, 디(C6-C30)아릴보로닐, 디(C1-C30)알킬보로닐, (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴보로닐, (C6-C30)아르(C1-C30)알킬, (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴, 카르복실, 니트로 또는 히드록시로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상인 것을 의미한다.
- [0025] 더욱 구체적으로, 상기 R은 수소, 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐 또는 페릴렌일이고;
- [0026] L₁ 및 L₂는 서로 독립적으로 화학결합, 페닐렌, 나프틸렌, 비페닐렌, 플루오레닐렌, 안트라세닐렌, 피리디닐렌, 퓨란닐렌, 티오펜렌, 다이벤조티오펜렌, 다이벤조퓨란닐렌 또는 -페닐렌-다이벤조티오펜렌이고;
- [0027] R₁ 내지 R₈은 서로 독립적으로 수소, 중수소, 클로로, 플루오르, 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 페릴렌일, 피리딜, 피롤릴, 퓨란일, 티오펜일, 이미다졸릴, 벤조이미다졸릴, 피라진일, 피리미딘일, 피리다진일, 퀴놀릴, 트리아진일, 벤조퓨란일, 다이벤조퓨란일, 벤조티오펜일, 다이벤조티오펜일, 피라졸릴, 인돌릴, 카바졸릴, 티아졸릴, 옥사졸릴, 벤조티아졸릴, 벤조옥사졸릴, 페난트롤린일 또는 N-카바졸릴이고;
- [0028] R₉ 및 R₁₀은 서로 독립적으로 수소, 중수소, 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 페릴렌일, 피리딜, 피롤릴, 퓨란일, 티오펜일,

이미다졸릴, 벤조이미다졸릴, 피라진일, 피리미딘일, 피리다진일, 퀴놀릴, 트리아진일, 벤조퓨란일, 다이벤조퓨란일, 다이벤조티오펜일, 벤조티오펜일, 피라졸릴, 인돌릴, 카바졸릴, 티아졸릴, 옥사졸릴, 벤조티아졸릴, 벤조옥사졸릴, 페난트롤린일 또는 N-카바졸릴이고;

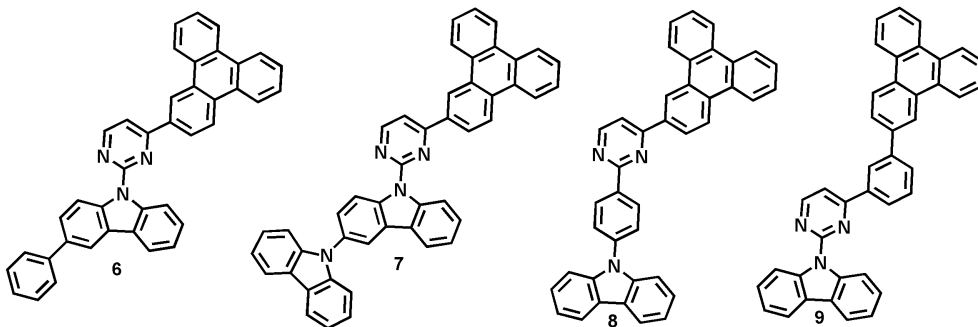
[0029] 상기 R의 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐 또는 페틸렌일, 및 R₁ 내지 R₁₀의 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 페틸렌일, 피리딜, 피롤릴, 퓨란일, 티오펜일, 이미다졸릴, 벤조이미다졸릴, 피라진일, 피리미딘일, 피리다진일, 퀴놀릴, 트리아진일, 벤조퓨란일, 다이벤조퓨란일, 다이벤조티오펜일, 벤조티오펜일, 피라졸릴, 인돌릴, 카바졸릴, 티아졸릴, 옥사졸릴, 벤조티아졸릴, 벤조옥사졸릴 또는 페난트롤린일은 각각 중수소, 클로로, 메틸, 에틸, n-프로필, i-프로필, n-부틸, i-부틸, t-부틸, n-펜틸, i-펜틸, n-헥실, n-헵틸, n-옥틸, 2-에틸헥실, n-노닐, 데실, 도데실, 헥사데실, 트리플루오르메틸, 퍼플루오르에틸, 트리플루오르에틸, 퍼플루오르프로필, 퍼플루오르부틸, 페닐, 나프틸, 비페닐, 플루오레닐, 페난트릴, 안트릴, 플루오란텐일, 트리페닐렌일, 피렌일, 크라이세닐, 나프타세닐, 페틸렌일, 트리메틸실릴, 트리에틸실릴, 트리프로필실릴, 트리(t-부틸)실릴, t-부틸디메틸실릴, 디메틸페닐실릴 및 트리페닐실릴로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 치환기로 더 치환될 수 있다.

[0030] 본 발명에 따른 유기 발광 화합물로는 대표적으로 하기의 화합물을 들 수 있다.

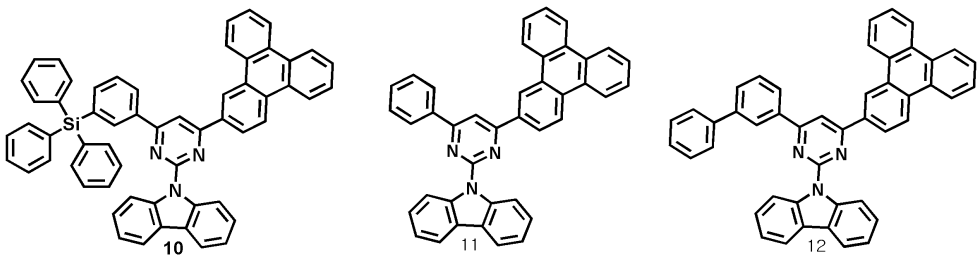
[0031]



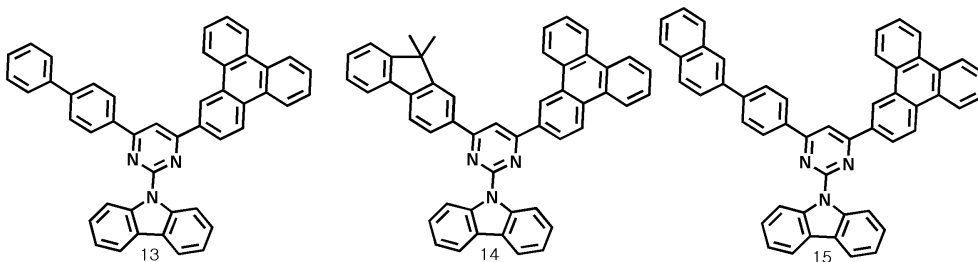
[0032]

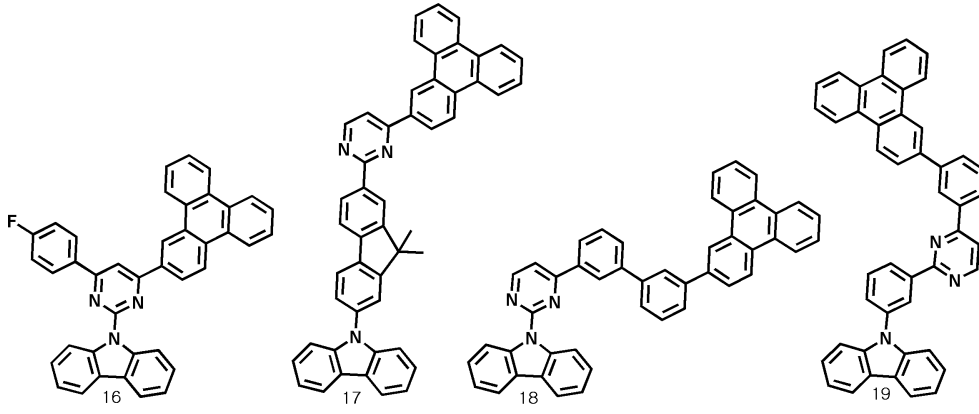


[0033]

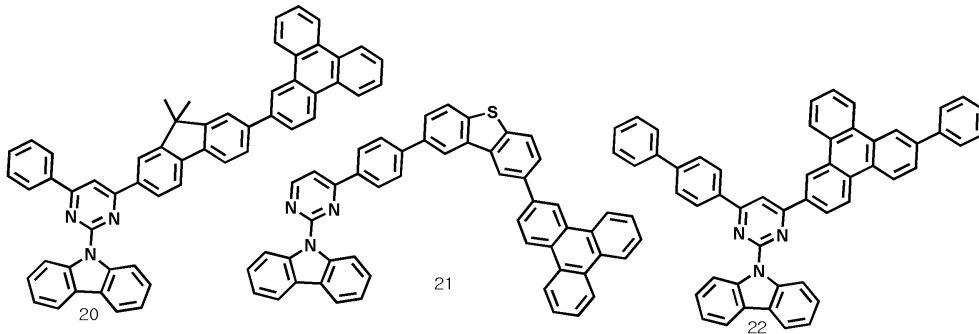


[0034]

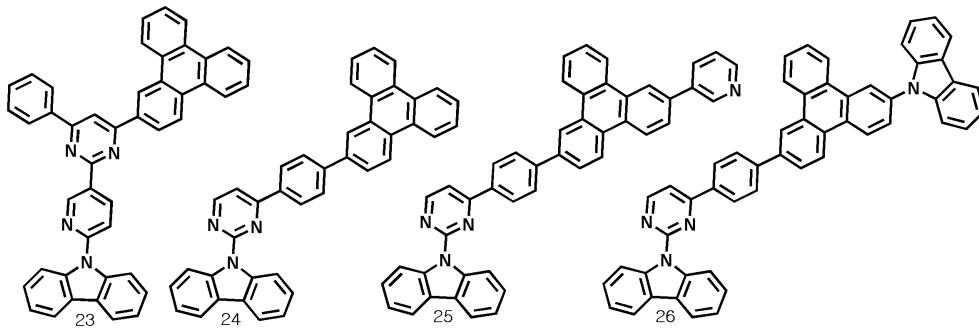




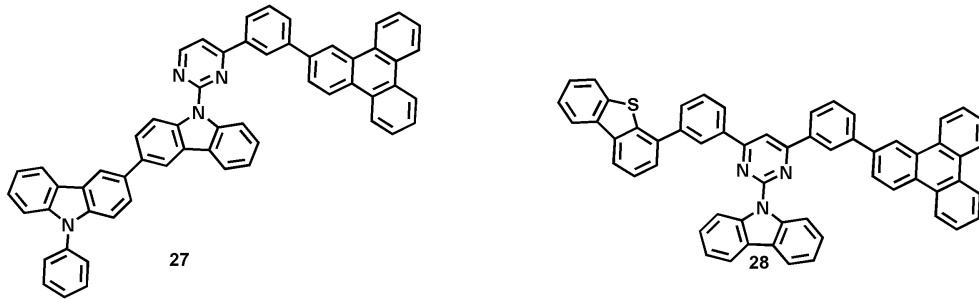
[0035]



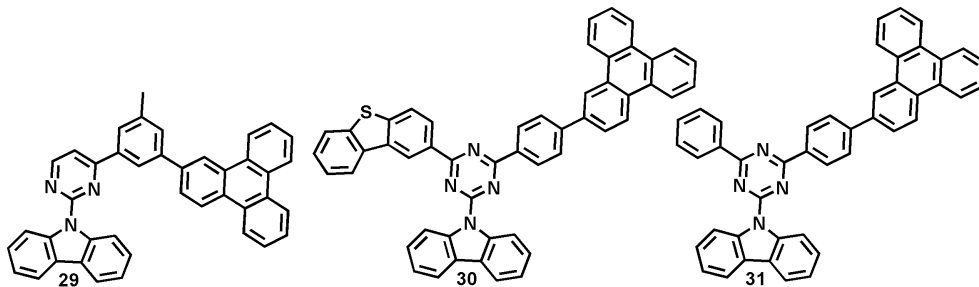
[0036]



[0037]

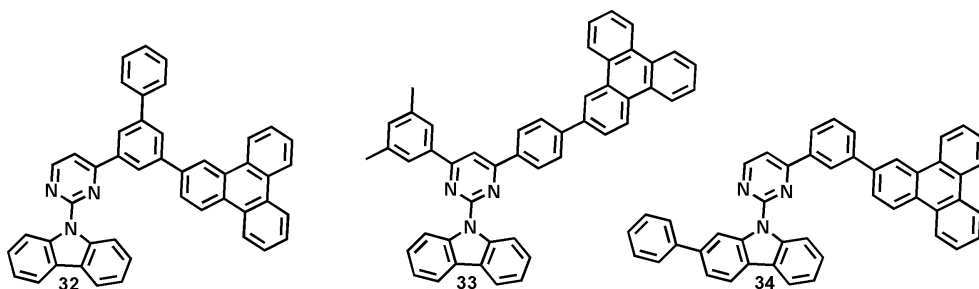


[0038]

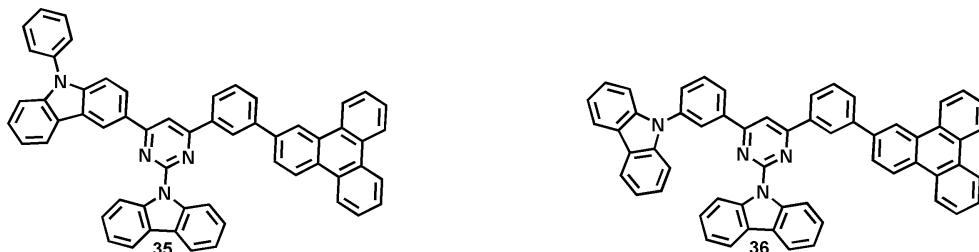


[0039]

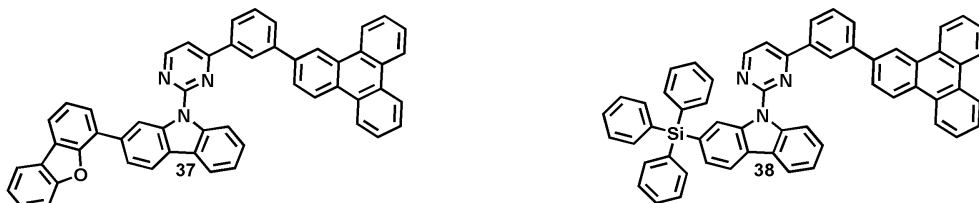
[0040]



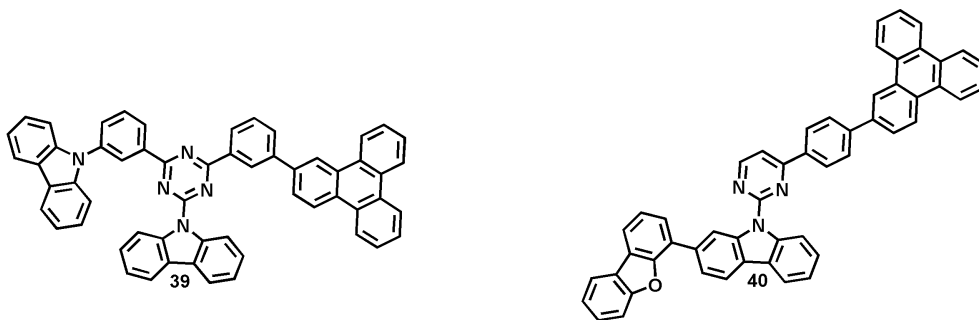
[0041]



[0042]

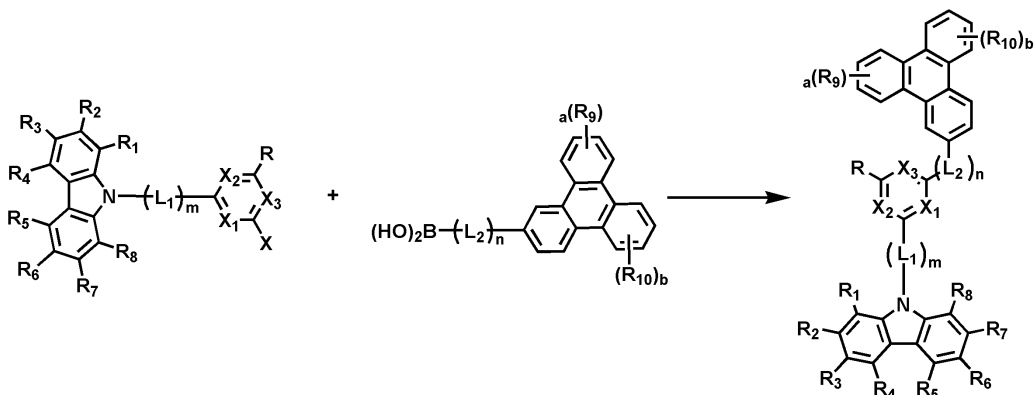


[0043]



[0044] 본 발명에 따른 유기 발광 화합물은 하기 반응식에 나타난 바와 같이 제조될 수 있다.

[0045] [반응식 1]



[0046]

[0047] [상기 반응식 1에서, X₁ 내지 X₃, L₁, L₂, R, R₁ 내지 R₁₀, n, m, a 및 b는 화학식 1에서의 정의와 동일하고, X는 할로젠이다.]

[0048] 또한, 본 발명은 유기 전계 발광 소자를 제공하며, 본 발명에 따른 유기 전계 발광 소자는 제1전극; 제2전극; 및 상기 제1전극 및 제2전극 사이에 개재되는 1층 이상의 유기물층을 갖는 유기 전계 발광 소자에 있어서, 상기

유기물층은 상기 화학식 1의 화합물을 하나 이상 포함한다. 또한 상기 유기물층은 발광층을 포함하고, 이 발광층에서 상기 화학식 1의 화합물을 호스트 물질로 사용할 수 있다.

[0049] 또한 본 발명에 따른 호스트와 함께 사용되는 유기 전계 발광 소자용 인광 도판트에는 대표적으로 하기 화학식 2의 화합물이 있다.

[0050] [화학식 2]

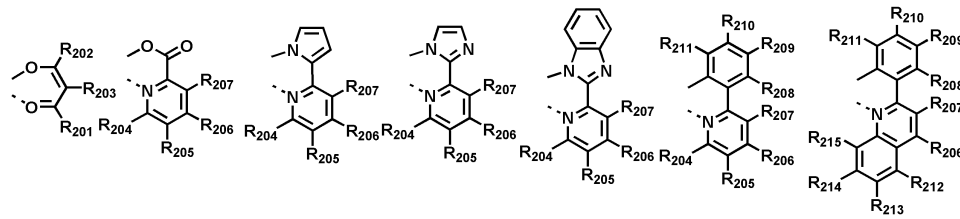


[0052] [상기 화학식 2에서,

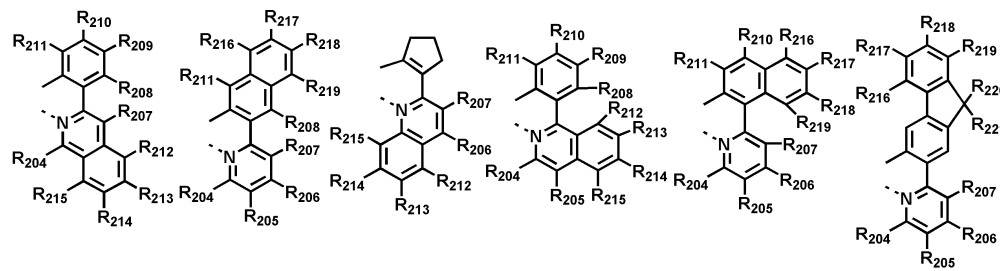
[0053] 여기서 M^1 은 Ir, Pt, Pd 및 Os으로 이루어진 군으로부터 선택되고,

[0054] 리간드 L^{101} , L^{102} 및 L^{103} 는 서로 독립적으로 하기 구조로부터 선택되어진다.

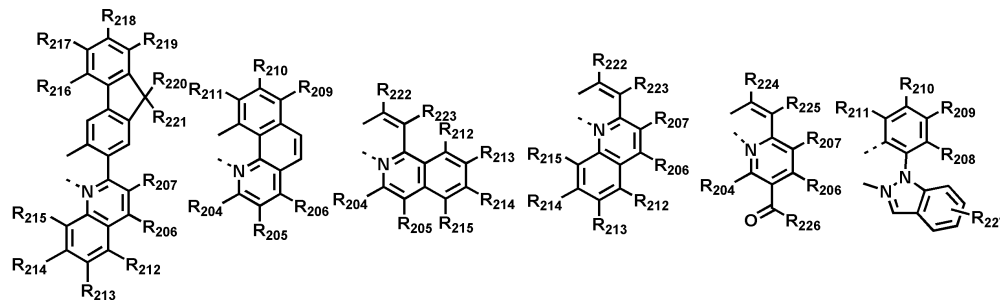
[0055]



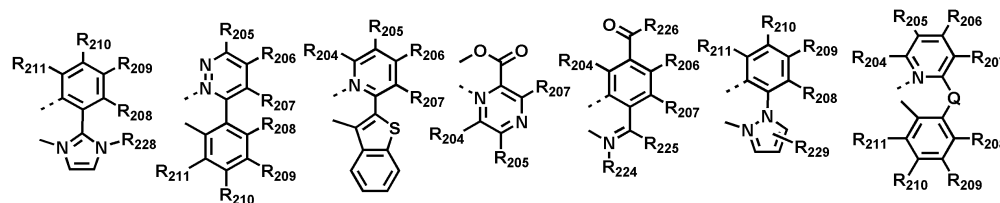
[0056]



[0057]



[0058]



[0059] R_{201} 내지 R_{203} 은 서로 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠이 치환되거나 치환되지 않은 (C1-C30)알킬, (C1-C30)알킬이 치환되거나 치환되지 않은 (C6-C30)아릴 또는 할로젠이고;

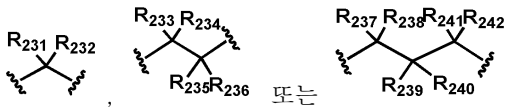
[0060] R_{204} 내지 R_{219} 는 서로 독립적으로 수소, 중수소, 치환 또는 비치환된(C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된(C1-C30)알콕시, 치환 또는 비치환된(C3-C30)시클로알킬, 치환 또는 비치환된(C2-C30)알케닐, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 모노 또는 치환 또는 비치환된 디-(C1-C30)알킬아미노, 치환 또는 비치환된 모노 또는 디-(C6-C30)아릴아미노, SF_5 , 치환 또는 비치환된 트리(C1-C30)알킬실릴, 치환 또는 비치환된 디(C1-C30)알킬(C6-C30)아릴실릴, 치환 또는 비치환된 트리(C6-C30)아릴실릴, 시아노 또는 할로젠이고;

[0061] R₂₂₀ 내지 R₂₂₃는 서로 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠이 치환되거나 치환되지 않은 (C1-C30)알킬 또는 (C1-C30)알킬이 치환되거나 치환되지 않은 (C6-C30)아릴이고;

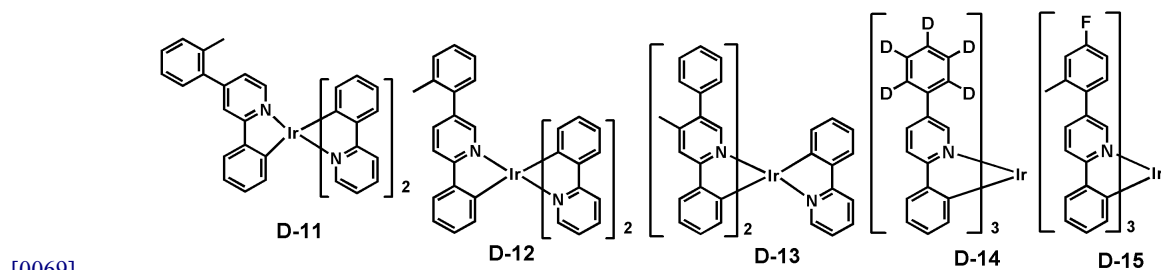
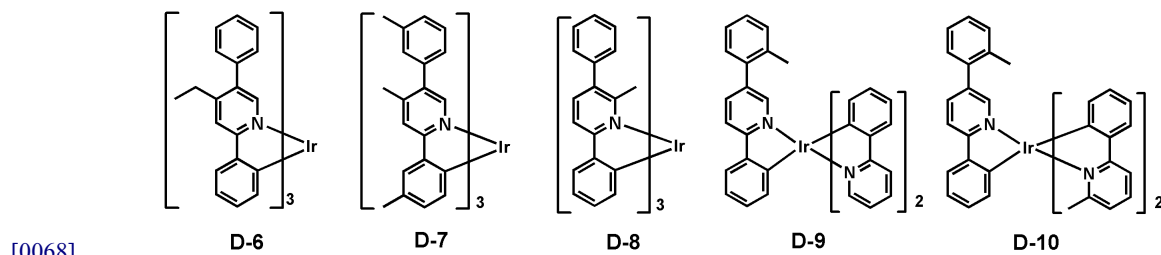
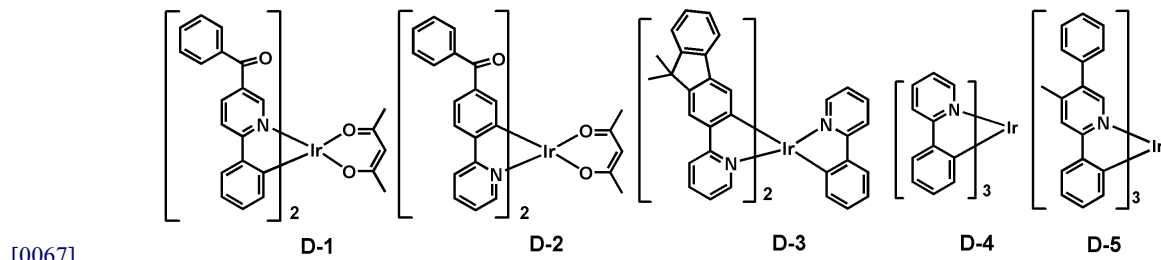
[0062] R₂₂₄ 및 R₂₂₅는 서로 독립적으로 수소, 중수소, 치환 또는 비치환된(C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된(C6-C30)아릴 또는 할로젠이거나, R₂₂₄와 R₂₂₅는 융합고리를 포함하거나 포함하지 않는 (C3-C12)알킬렌 또는 (C3-C12)알케닐렌으로 연결되어 치환족 고리 및 단일환 또는 다환의 방향족 고리를 형성하며;

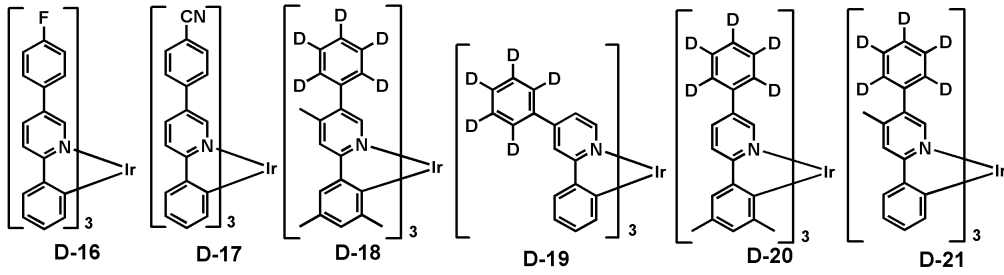
[0063] R₂₂₆은 치환 또는 비치환된(C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된(C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된(C5-C30)헤테로아릴 또는 할로젠이고;

[0064] R₂₂₇ 내지 R₂₂₉은 서로 독립적으로 수소, 중수소, 치환 또는 비치환된(C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된(C6-C30)아릴 또는 할로젠이고;

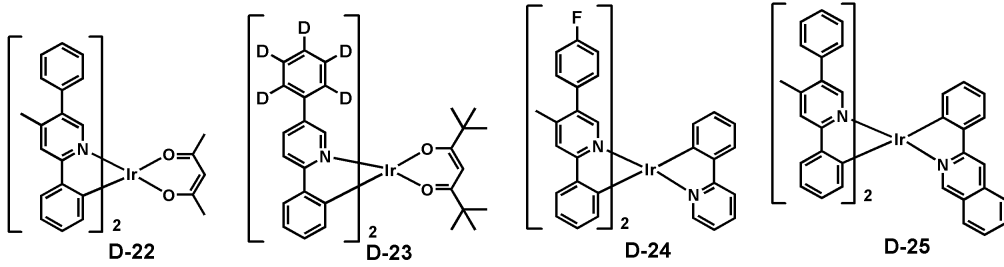
[0065] Q는  이며, R₂₃₁ 내지 R₂₄₂는 서로 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠이 치환되거나 치환되지 않은 (C1-C30)알킬, (C1-C30)알콕시, 할로젠, 치환 또는 비치환된(C6-C30)아릴, 시아노, 치환 또는 비치환된(C5-C30)시클로알킬이거나, 인접한 치환체와 알킬렌 또는 알케닐렌으로 연결되어 스피로 고리 또는 융합고리를 형성할 수 있거나, R₂₀₇ 또는 R₂₀₈과 알킬렌 또는 알케닐렌으로 연결되어 포화 또는 불포화의 융합고리를 형성할 수 있다.]

[0066] 구체적으로 상기 화학식 2의 도판트 화합물로서 다음과 같은 화합물을 사용하는 것이 바람직하다.

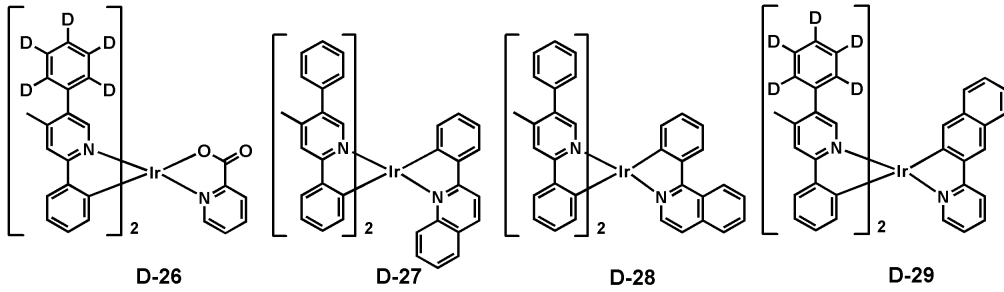




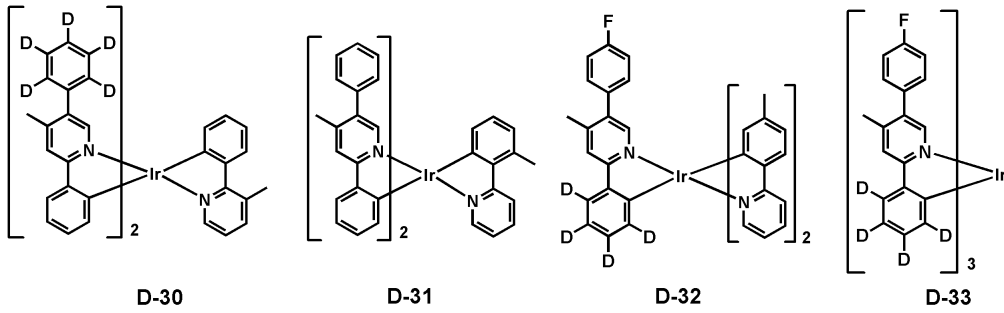
[0070]



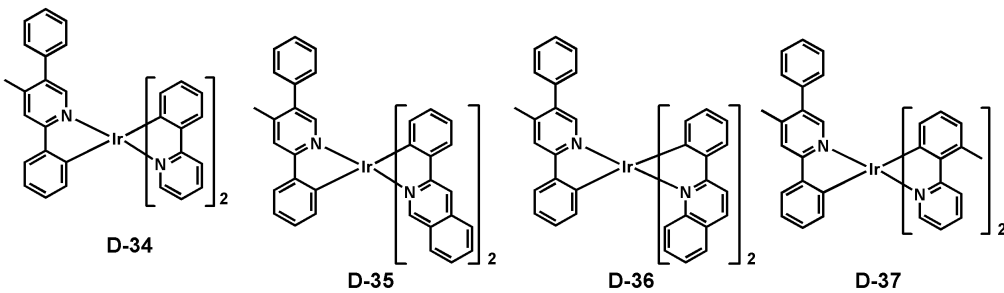
[0071]



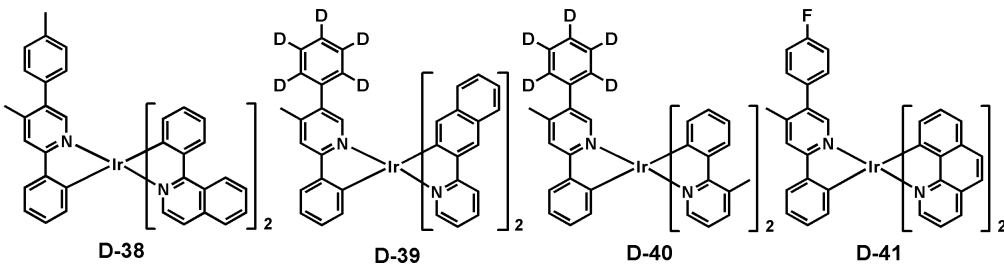
[0072]



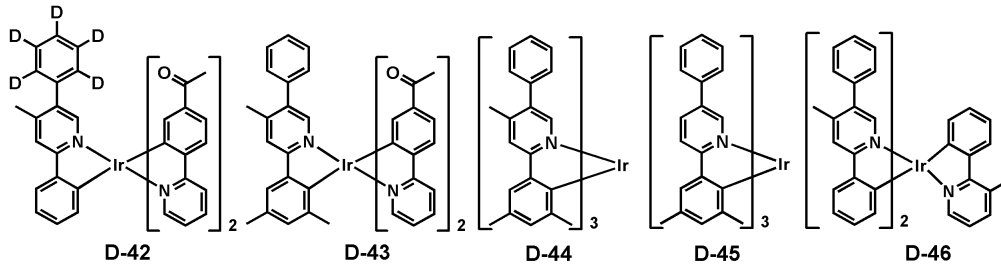
[0073]



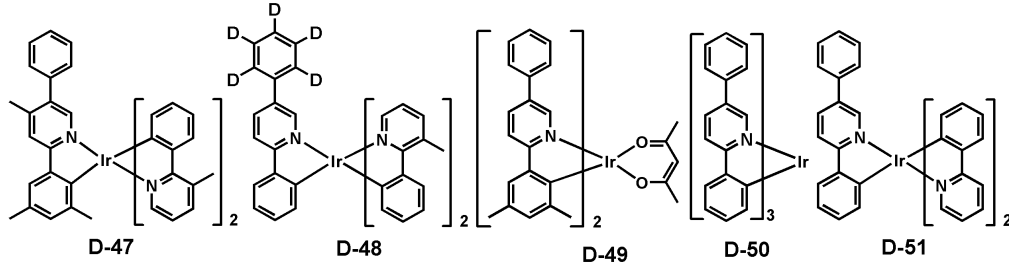
[0074]



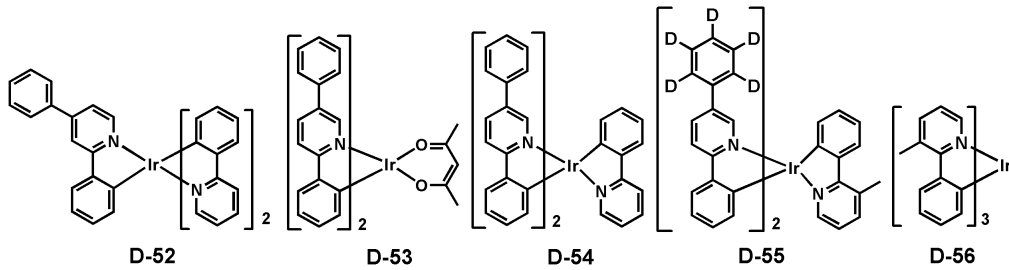
[0075]



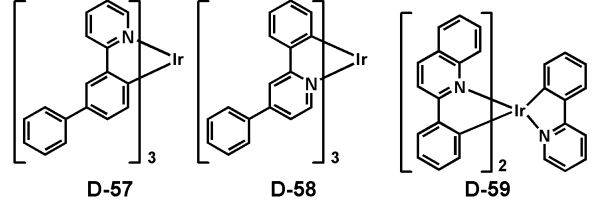
[0076]



[0077]



[0078]



[0079]

본 발명의 유기 전계 발광 소자는 화학식 1의 화합물을 포함하고, 이와 동시에 아릴아민계 화합물 또는 스티릴 아릴아민계 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 화합물을 포함할 수 있다.

[0080]

또한, 본 발명의 유기 전계 발광 소자에 있어서, 유기물층에 상기 화학식 1의 화합물 이외에 1족, 2족, 4주기, 5주기 전이금속, 란타넘계열금속 및 d-전이원소의 유기금속으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 금속 또는 착체화합물을 더 포함할 수도 있고, 나아가 상기 유기물층은 발광층 및 전하생성층을 더 포함할 수 있다.

[0081]

또한, 상기 유기물층은 상기 유기 전자재료용 화합물 이외에 청색, 적색 또는 녹색 발광 화합물을 포함하는 유기발광층 하나 이상을 동시에 포함하여 백색 발광을 하는 유기 전계 발광 소자를 형성할 수 있다.

[0082]

본 발명의 유기 전계 발광 소자에 있어서, 한 쌍의 전극의 적어도 한쪽의 내측표면에, 칼코제나이드(chalcogenide)층, 할로겐화 금속층 및 금속 산화물층으로부터 선택되는 일층(이하, 이들을 “표면층”이라고 지칭함) 이상을 배치하는 것이 바람직하다. 구체적으로는, 발광 매체층 측의 양극 표면에 규소 및 알루미늄의 금속의 칼코제나이드(산화물을 포함한다)층을, 또한 발광매체층 측의 음극 표면에 할로겐화 금속층 또는 금속 산화물층을 배치하는 것이 바람직하다. 이것에 의해 구동의 안정화를 얻을 수 있다. 상기 칼코제나이드의 바람직한 예로는 SiO_x ($1 \leq x \leq 2$), AlO_x ($1 \leq x \leq 1.5$), $SiON$ 또는 $SiAlON$ 등이 있고, 할로겐화 금속의 바람직한 예로는 LiF , MgF_2 , CaF_2 , 불화 회토류 금속 등이 있으며, 금속 산화물의 바람직한 예로는 Cs_2O , Li_2O , MgO , SrO , BaO , CaO 등이 있다.

[0083]

또한, 본 발명의 유기 전계 발광 소자에 있어서, 이렇게 제작된 한 쌍의 전극의 적어도 한쪽의 표면에 전자 전달 화합물과 환원성 도판트의 혼합 영역 또는 정공 전달 화합물과 산화성 도판트의 혼합 영역을 배치하는 것도 바람직하다. 이러한 방식에 의해 전자 전달 화합물이 음이온으로 환원되므로 혼합 영역으로부터 발광 매체에 전자를 주입 및 전달하기 용이해진다. 또한, 정공 전달 화합물은 산화되어 양이온으로 되므로 혼합 영역으로부터

발광 매체에 정공을 주입 및 전달하기 용이해진다. 바람직한 산화성 도판트로서는 각종 루이스산 및 억셉터 (acceptor) 화합물을 들 수 있고, 바람직한 환원성 도판트로는 알칼리 금속, 알칼리 금속 화합물, 알칼리 토류 금속, 희토류 금속 및 이들의 혼합물을 들 수 있다. 또한 환원성 도판트층을 전하생성층으로 사용하여 두 개 이상의 발광층을 가진 백색 유기 전계 발광소자를 제작할 수 있다.

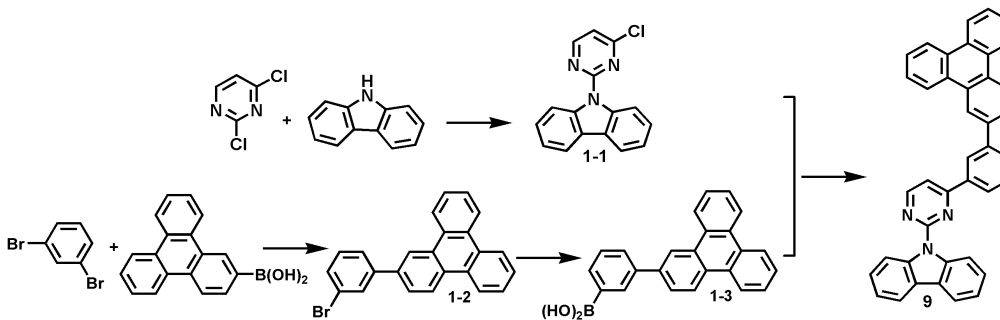
발명의 효과

[0084] 본 발명에 따른 유기 발광 화합물은 발광 효율이 좋고 재료의 수명특성이 뛰어나 소자의 구동수명이 매우 우수한 OLED 소자를 제조할 수 있는 장점이 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0085] 이하에서, 본 발명의 상세한 이해를 위하여 본 발명의 대표 화합물을 들어 본 발명에 따른 유기 발광 화합물, 이의 제조방법 및 소자의 발광특성을 설명한다.

[0086] [제조예 1] 화합물 9의 제조



[0087]

화합물 1-1의 제조

[0088]

[0089] NaH(60% in mineral oil) 3.3g(83.90mmol)을 DMF 10mL에 희석시켰다. 카바졸 11.2g(67.12mmol)을 DMF 60mL에 녹인 후 상기 반응액에 첨가하였다. 1시간동안 상온에서 교반시켰다. 2,4-디클로로피리미딘 10g(67.12mmol)을 DMF 60mL에 녹인 후 상기 반응액에 첨가하였다. 4시간동안 상온에서 교반시킨 후 증류수 40mL를 가하였다. MC로 추출하고 증류수와 NaCl 수용액으로 씻어준 후 무수 MgSO₄로 건조하고 감압 증류시킨 다음, 컬럼(헥산/EA)분리하여 화합물 1-1 4.0g(21%)을 얻었다.

[0090]

화합물 1-2의 제조

[0091]

1,3-다이브로모벤젠 17.8g(75.36mmol), 트리페닐렌-2-일보론산 22.6g(82.89mmol), Pd(PPh₃)₄ 2.4g(3.76mmol), 2M Na₂CO₃ 110mL 및 에탄올 50mL을 톨루엔 300mL에 녹인 후 100℃에서 3시간 동안 환류 교반시켰다. 반응이 끝나면 상온으로 냉각하여 EA로 추출한 뒤 증류수로 세척하고 무수MgSO₄로 잔여 수분을 제거하고 건조시킨 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 화합물 1-2 14.4g(50%)을 얻었다.

[0092]

화합물 1-3의 제조

[0093]

화합물 1-2 3.8g(0.010mol)을 THF 100mL에 녹인 다음 -78℃로 냉각시켰다. n-부틸리튬(2.5M) 6.2mL(0.015mol)을 천천히 첨가하고 1시간 동안 저온을 유지하며 교반한 후 -78℃에서 B(OMe)₃ 1.7mL(0.015mmol)을 첨가하고 12시간 동안 환류 교반시켰다. 반응이 종결되면 1M HCl을 첨가한 후 10분 뒤 증류수로 씻어주고 EA로 추출하였다. 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 후 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 화합물 1-3 1.8g(53%)를 얻었다.

[0094]

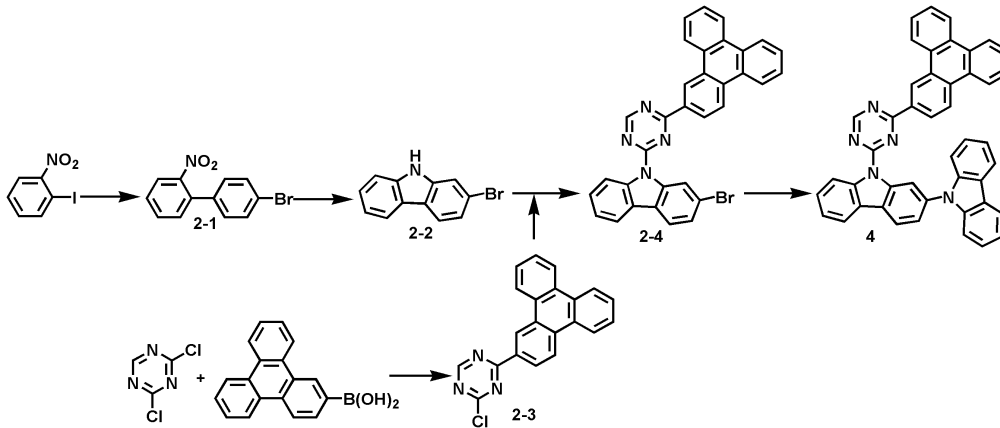
화합물 9의 제조

[0095]

화합물 1-3 8.2g(23.44mmol), 화합물 1-1 9.8g(35.16mmol), Pd(OAc)₂ 790mg(3.51mmol), P(t-Bu)₃ 4.7mL(7.03mmol) 및 2M K₃PO₄ 46mL(93.76mmol)을 혼합하고, 에탄올 46mL 및 톨루엔 200mL를 첨가한 후 120℃로 가열시킨 후 2시간동안 교반시켰다. 반응이 끝나면 증류수로 씻어주고 EA로 추출한 뒤 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 후 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 목적 화합물 9 5.4g(42%)를 얻었다.

[0096] MS/FAB found 548, calculated 547.65

[0097] [제조예 2] 화합물 4의 제조



[0098]

[0099] 화합물 2-1의 제조

[0100] 1-아이오도-2-니트로벤젠 30g(120.4mmol), 4-브로모페닐보론산 26g(132.5mmol), Pd(PPh₃)₄ 6.9g(6.02mmol), 2M Na₂CO₃ 150mL 및 톨루엔 500mL를 혼합하고 100℃에서 4시간동안 교반시킨 다음, 상온으로 냉각시키고 EA로 추출하였다. 증류수로 씻어 주고 무수MgSO₄로 건조시킨 후 감압 증류하고 컬럼(헥산/EA)분리하여 화합물 2-1 28g(100.68mmol, 83,33%)을 얻었다.

[0101] 화합물 2-2의 제조

[0102] 화합물 2-1 28g(100.68mmol)을 트리페닐포스파이트(triethylphosphite) 300mL에 섞고 150℃에서 교반시켰다. 6시간 후 상온으로 냉각하고 감압 증류하였다. EA로 추출하고 증류수로 씻어 주었다. 무수MgSO₄로 건조하고 감압 증류하였다. 컬럼(헥산/EA)분리하여 화합물 2-2 11g(44.69mmol, 44.38%)을 얻었다.

[0103] 화합물 2-3의 제조

[0104] 2,4-다이클로로-1,3,5-트리아진 11.3g(75.36mmol), 트리페닐렌-2-일보론산 22.6g(82.89mmol), Pd(PPh₃)₄ 2.4g(3.76mmol), 2M Na₂CO₃ 110mL, 에탄올 50mL 및 톨루엔 300mL를 혼합한 후 100℃에서 3시간동안 환류 교반시켰다. 반응이 끝나면 상온으로 냉각하여 EA로 추출한 뒤 증류수로 세척하고 무수MgSO₄로 잔여 수분을 제거하고 건조시킨 후 컬럼(헥산/EA)분리하여 화합물 2-3 12.9g(50%)을 얻었다.

[0105] 화합물 2-4의 제조

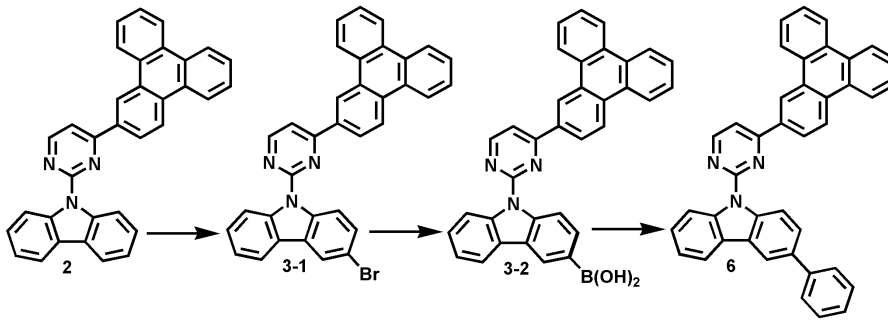
[0106] 화합물 2-3 6.8g(20.0mmol), 화합물 2-2 5.9g(24mmol), Pd(OAc)₂ 0.14g(0.6mmol), P(t-Bu)₃ 1.00mL(2.0mmol), NaOt-Bu 5.9g(60mmol) 및 톨루엔 200mL를 혼합하고 120℃에서 12시간동안 환류 교반시켰다. 반응이 완결되면 증류수로 씻어주고 EA로 추출한 뒤 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 후 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA)분리하고, 재결정하여 화합물 2-4 6.94g(63%)을 얻었다.

[0107] 화합물 4의 제조

[0108] 화합물 2-4 11g(20.0mmol), 9H-카바졸 4g(24mmol), Pd(OAc)₂ 0.14g(0.6mmol), P(t-Bu)₃ 1.00mL(2.0mmol), NaOt-Bu 5.9g(60mmol) 및 톨루엔 200mL를 넣고 120℃에서 12시간동안 환류 교반시켰다. 반응이 완결되면 증류수로 씻어주고 EA로 추출한 뒤 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 후 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA)분리하고 재결정(MeOH/MC)하여 목적 화합물 4 7.7g(63%)을 얻었다.

[0109] MS/FAB found 638, calculated 637.73

[0110] [제조예 3] 화합물 6의 제조



[0111]

[0112] 화합물 3-1의 제조

[0113] 화합물 2 16g(33.98mmol)를 THF 500mL에 녹이고 0°C에서 10분간 교반시켰다. NBS 7.35g(40.78mmol)을 첨가하고 상온에서 하루 동안 교반시켰다. 반응이 종결되면 증류수와 EA로 추출하고 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 다음 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 화합물 3-1 13.7g(73%)를 얻었다.

[0114] 화합물 3-2의 제조

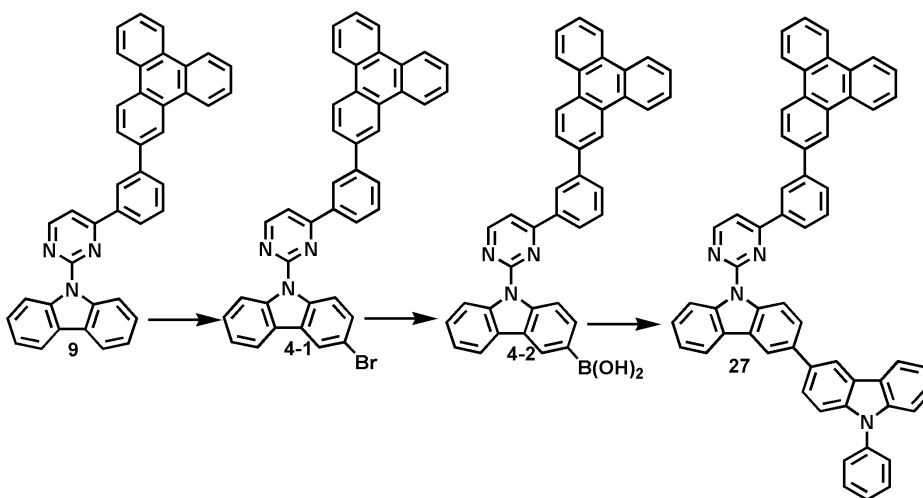
[0115] 화합물 3-1 5.5g(0.010mol)을 THF 100mL에 녹인 다음 -78°C로 냉각시켰다. n-부틸리튬(2.5M) 6.2mL(0.015mol)을 천천히 첨가하고 1시간동안 저운을 유지하며 교반한 후 -78°C에서 B(OMe)₃ 1.7mL(0.015mmol)을 첨가하고 12시간동안 환류 교반시켰다. 반응이 종결되면 1M HCl을 첨가한 후 10분 뒤 증류수로 씻어주고 EA로 추출하였다. 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 후 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 화합물 3-2 2.6g(51%)를 얻었다.

[0116] 화합물 6의 제조

[0117] 화합물 3-2 12.1g(23.44mmol), 브로모벤젠 5.5g(35.16mmol), Pd(oAc)₂ 790mg(3.51mmol), P(t-Bu)₃ 4.7mL(7.03mmol) 및 2M K₃PO₄ 46mL(93.76mmol)을 혼합하고, 에탄올 46mL 및 톨루엔 200mL를 첨가한 후 120°C로 가열시킨 후 2시간동안 교반시켰다. 반응이 끝나면 증류수로 씻어주고 EA로 추출한 뒤 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 후 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 목적 화합물 6 5.5g(43%)를 얻었다.

[0118] MS/FAB found 548, calculated 547.65

[0119] [제조예 4] 화합물 27의 제조



[0120]

[0121] 화합물 4-1의 제조

[0122] 화합물 9 18.6g(33.98mmol)를 THF 500mL에 녹이고 0°C에서 10분간 교반시켰다. NBS 7.35g(40.78mmol)을 첨가하고 상온에서 하루 동안 교반시켰다. 반응이 종결되면 증류수와 EA로 추출하고 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨

다음 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 화합물 **4-1** 15.5g(73%)를 얻었다.

[0123] 화합물 4-2의 제조

[0124] 화합물 **4-1** 6.3g(0.010mol)을 THF 100mL에 녹인 다음 -78°C로 냉각시켰다. n-부틸리튬(2.5M) 6.2mL(0.015mol)을 천천히 첨가하고 1시간 동안 저온을 유지하며 교반한 후 -78°C에서 B(OMe)₃ 1.7mL(0.015mmol)을 첨가하고 12시간 동안 환류 교반시켰다. 반응이 종결되면 1M HCl을 첨가한 후 10분 뒤 증류수로 씻어주고 EA로 추출하였다. 얻어진 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 후 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 화합물 **4-2** 3.1g(53%)를 얻었다.

[0125] 화합물 27의 제조

[0126] 화합물 **4-2** 13.9g(23.44mmol), 3-브로모-9-페닐-9H-카바졸 11.3g(35.16mmol), Pd(OAc)₂ 790mg(3.51mmol), P(t-Bu)₃ 4.7mL(7.03mmol), 2M K₃PO₄ 46mL(93.76mmol)넣고, 에탄올 46mL 및 톨루엔 200mL를 첨가한 후 120°C로 가열시킨 후 2시간동안 교반시켰다. 반응이 끝나면 증류수로 씻어주고 EA로 추출한 뒤 유기층을 무수MgSO₄로 건조시킨 후 회전 증발기로 용매를 제거한 후 컬럼(헥산/EA) 분리하여 화합물 **27** 8.0g(43%)를 얻었다.

[0127] MS/FAB found 789, calculated 788.93

[0128] [실시예1] 본 발명에 따른 유기 전자 재료용 화합물을 이용한 OLED 소자 제작

[0129] 본 발명의 발광 재료를 이용한 구조의 OLED 소자를 제작하였다. 우선, OLED용 글래스(삼성-코닝사 제조)로부터 얻어진 투명전극 ITO 박막(15Ω/□)을, 트리클로로에틸렌, 아세톤, 에탄올, 증류수를 순차적으로 사용하여 초음파 세척을 실시한 후, 이소프로판올에 넣어 보관한 후 사용하였다. 다음으로 진공 증착 장비의 기관 홀더에 ITO 기판을 장착한 후, 진공 증착장비 내의 셀에 N1-(naphthalen-2-yl)-N4,N4-bis(4-(naphthalen-2-yl(phenyl)amino)phenyl)-N1-phenylbenzene-1,4-diamine을 넣고 챔버 내의 진공도가 10E-6 torr에 도달할 때까지 배기시킨 후, 셀에 전류를 인가하여 증발시켜 ITO 기판 위에 60nm 두께의 정공주입층을 증착하였다. 이어서, 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 N,N'-di(4-biphenyl)-N,N'-di(4-biphenyl)-4,4'-diaminobiphenyl을 넣고, 셀에 전류를 인가하여 증발시켜 정공주입층 위에 20nm 두께의 정공전달층을 증착하였다. 정공주입층, 정공전달층을 형성시킨 후, 그 위에 발광층을 다음과 같이 증착시켰다. 진공 증착 장비 내의 한쪽 셀에 호스트로서 화합물 **9**를 넣고, 또 다른 셀에는 도판트로서 화합물 **D-5**를 각각 넣은 후, 두 물질을 다른 속도로 증발시켜 4 내지 20% 중량으로 도핑 함으로서 상기 정공전달층위에 30nm 두께의 발광층을 증착하였다. 이어서 상기 발광층 위에 전자 전달층으로써 한쪽 셀에 이어서 상기 발광층 위에 전자 전달층으로써 한쪽 셀에 9,10-디(1-나프틸)-2-(4-페닐-1-페닐-1H-벤조[d]이미다졸)안트라센[9,10-di(1-naphthyl)-2-(4-phenyl-1-phenyl-1H-benzo[d]imidazole)anthracene]을 넣고, 또다른 셀에는 리튬 퀴놀레이트(Lithium quinolate)를 각각 넣은 후, 두 물질을 다른속도로 증발시켜 30 내지 70%중량으로 도핑 함으로서 30nm의 전자 전달층을 증착하였다. 이어서 전자 주입층으로 Lithium quinolate를 1내지 2nm 두께로 증착한 후, 다른 진공 증착장비를 이용하여 Al 음극을 150nm의 두께로 증착하여 OLED 소자를 제작하였다. 재료 별로 각 화합물은 10⁻⁶ torr 하에서 진공 승화 정제하여 사용하였다.

[0130] 그 결과, 3.6 V의 전압에서 2.14 mA/cm²의 전류가 흘렀으며, 1030 cd/m²의 녹색발광이 확인되었다.

[0131] [실시예2] 본 발명에 따른 유기발광화합물을 이용한 OLED 소자 제작

[0132] 발광재료로서 호스트에는 화합물 **9**, 도판트에는 화합물 **D-58**을 사용한 것 외에는 실시예1과 동일한 방법으로 OLED소자를 제작하였다.

[0133] 그 결과, 4.3 V의 전압에서 2.84 mA/cm²의 전류가 흘렀으며, 1060 cd/m²의 주황색발광이 확인되었다.

[0134] [비교예1] 종래에 발광재료를 이용한 OLED 소자 제작

[0135] 발광재료로서 호스트에는 4,4 '-N,N'-dicarbazole-biphenyl, 도판트에는 화합물 **D-5**을 사용하고 정공전달층위에 30nm 두께의 발광층을 증착하고, 정공 지지층으로 aluminum(III)bis(2-methyl-8-quinolino)4-phenylphenolate을 10nm 두께로 증착한 것 외에는 실시예1과 동일한 방법으로 OLED소자를 제작하였다.

[0136] 그 결과, 4.9 V의 전압에서 2.86 mA/cm²의 전류가 흘렀으며, 1000 cd/m²의 녹색발광이 확인되었다.

- [0137] [비교예2] 종래에 발광재료를 이용한 OLED 소자 제작
- [0138] 발광재료로서 호스트에는 4,4 '-N,N'-dicarbazole-biphenyl, 도판트에는 화합물 **D-58**을 사용하고 정공전달층위에 30nm 두께의 발광층을 증착하고, 정공 저지층으로 aluminum(III)bis(2-methyl-8-quinolino)4-phenylphenolate을 10nm 두께로 증착한 것 외에는 실시예1과 동일한 방법으로 OLED소자를 제작하였다.
- [0139] 그 결과, 4.6 V의 전압에서 3.05 mA/cm²의 전류가 흘렀으며, 1000 cd/m²의 주황색발광이 확인되었다.
- [0140] [비교예3] 발광재료로서 호스트에는 4,4 '-N,N'-dicarbazole-biphenyl, 도판트에는 화합물 **D-59**을 사용하고 정공전달층위에 30nm 두께의 발광층을 증착하고, 정공 저지층으로 aluminum(III)bis(2-methyl-8-quinolino)4-phenylphenolate을 10nm 두께로 증착한 것 외에는 실시예1과 동일한 방법으로 OLED소자를 제작하였다.
- [0141] 그 결과, 5.2 V의 전압에서 8.2 mA/cm²의 전류가 흘렀으며, 1000 cd/m²의 진한주황색발광이 확인되었다.
- [0142] 본 발명에서 개발한 유기 전자 재료용 화합물들의 발광 특성이 종래의 재료 대비 우수한 특성을 보이는 것을 확인할 수 있었다. 또한 본 발명에 따른 유기 전자 재료용 화합물을 발광용 호스트 재료로 사용한 소자는 발광특성이 뛰어난 뿐만 아니라 구동전압을 강하시켜줌으로써 전력효율의 상승을 유도하여 소비전력을 개선시킬 수 있었다.

专利名称(译)	本发明涉及一种新型有机发光化合物和使用该化合物的有机电致发光器件。		
公开(公告)号	KR1020120116282A	公开(公告)日	2012-10-22
申请号	KR1020110033928	申请日	2011-04-12
[标]申请(专利权)人(译)	罗门哈斯电子材料有限公司		
申请(专利权)人(译)	룸엔드하스전자재료코리아유한회사		
当前申请(专利权)人(译)	룸엔드하스전자재료코리아유한회사		
[标]发明人	SHIN HYO NIM 신호님 LEE SU HYUN 이수현 PARK KYOUNG JIN 박경진		
发明人	신호님 이수현 박경진		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/54		
CPC分类号	C09K11/06 C09K2211/1029 C09K2211/1044 C09K2211/1048 C09K2211/1051 C09K2211/1055 C09K2211/1059 C09K2211/1066 H01L51/0071 H01L51/50		
代理人(译)	李昌勋		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及新型有机电致发光化合物和使用该化合物的有机电致发光器件。并且根据本发明的有机发光化合物具有以下优点：与先前存在的材料相比，具有改善的功耗并且发光效率优异的OLED器件与材料的寿命特性良好并且驱动耐久性优异。器件非常出色，可以制造出引起功率效率的上升。

