

 (19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2014-0006711 (43) 공개일자 2014년01월16일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) <i>C09K 11/06</i> (2006.01) <i>H01L 51/50</i> (2006.01) (21) 출원번호 10-2013-0067993 (22) 출원일자 2013년06월13일 심사청구일자 2013년06월13일 (30) 우선권주장 1020120073488 2012년07월05일 대한민국(KR)	(71) 출원인 (주)씨에스엘솔라 경기도 성남시 중원구 갈마치로 176 (상대원동) (72) 발명자 김복영 경기도 용인시 수지구 상현로 30-9, 218동 601호 (상현동, 상현마을쌍용2차) 안중복 서울특별시 도봉구 우이천로 200 (창동, 창동금 용아파트) 101동 1301호 (뒷면에 계속) (74) 대리인 정중원, 최지연, 이명택

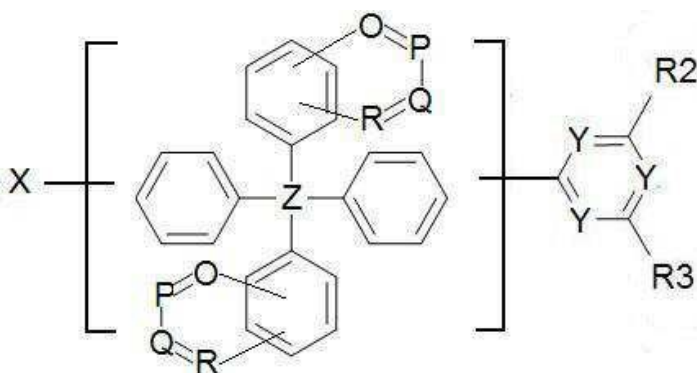
전체 청구항 수 : 총 8 항

(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

안도환

서울특별시 종로구 창신7길 22, 창림아파트 501호
(창신동)

박재교

충청북도 충주시 지현천변1길 13-7 (지현동)

전아람

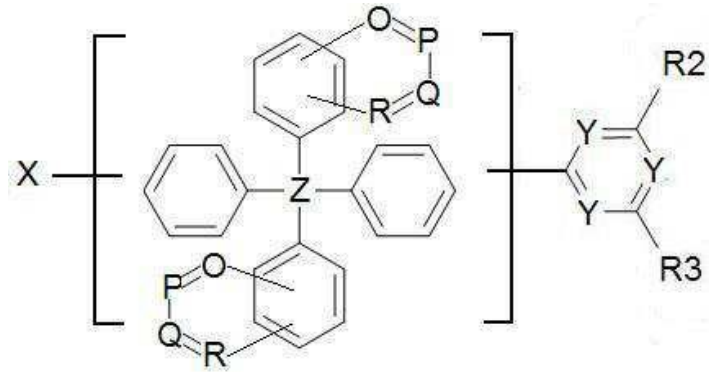
강원도 강릉시 연곡면 영진3길15 부영사랑으로아파트302-203호

특허청구의 범위

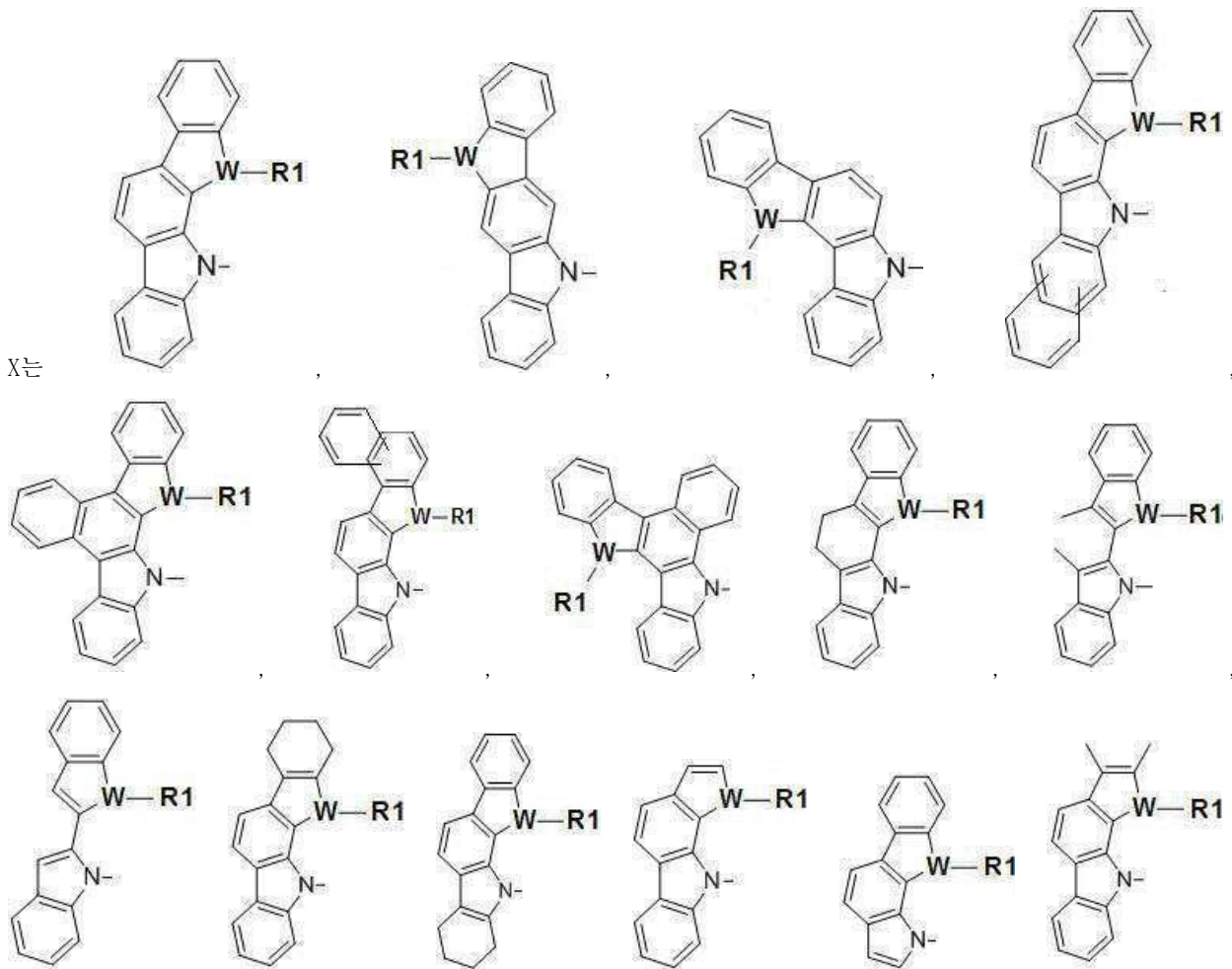
청구항 1

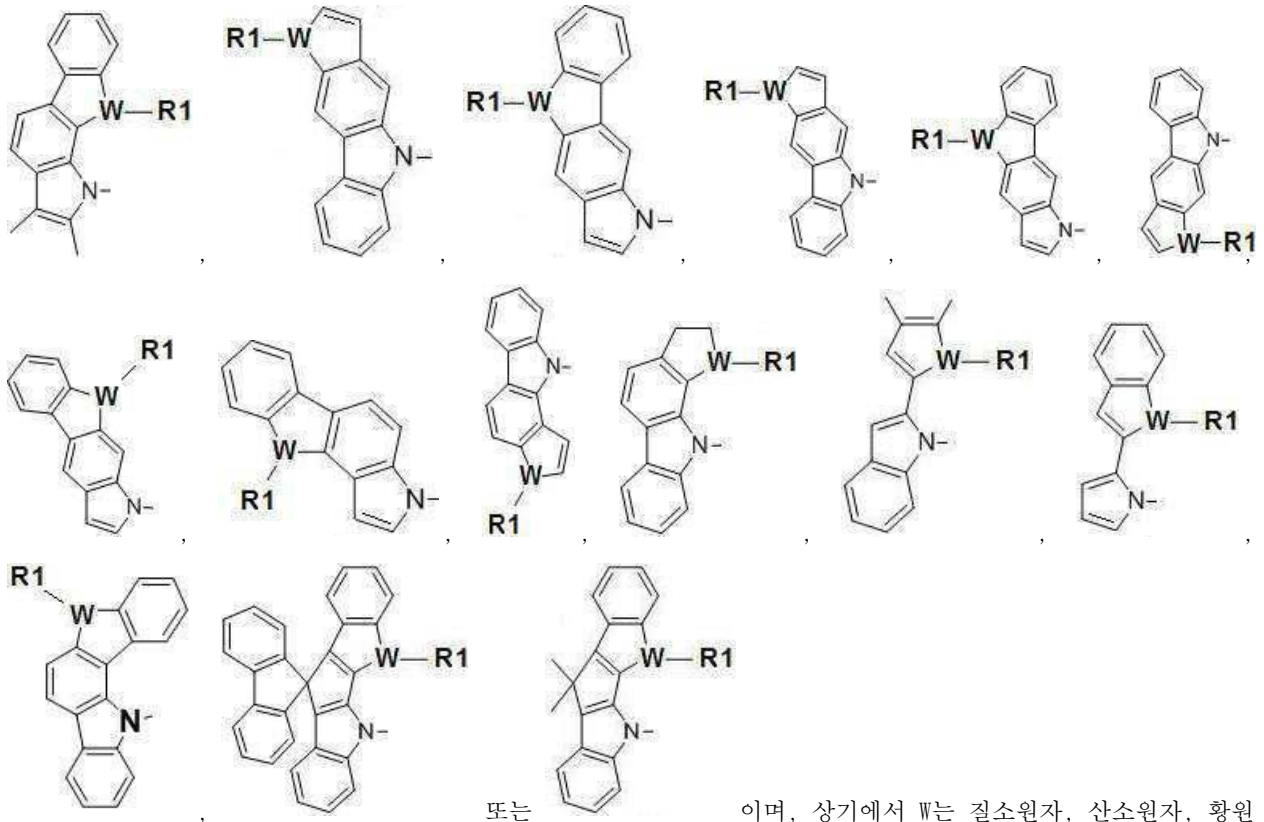
하기 화학식 1로 표시되는 유기발광화합물:

[화학식1]



상기 식에서,





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;

Y는 질소 또는 탄소원자이며;

Z는 Si이거나 탄소원자이며;

O, P, Q 및 R은 탄소원자이거나 부존재이며;

R2 및 R3는 각각 독립적으로 수소원자, 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.

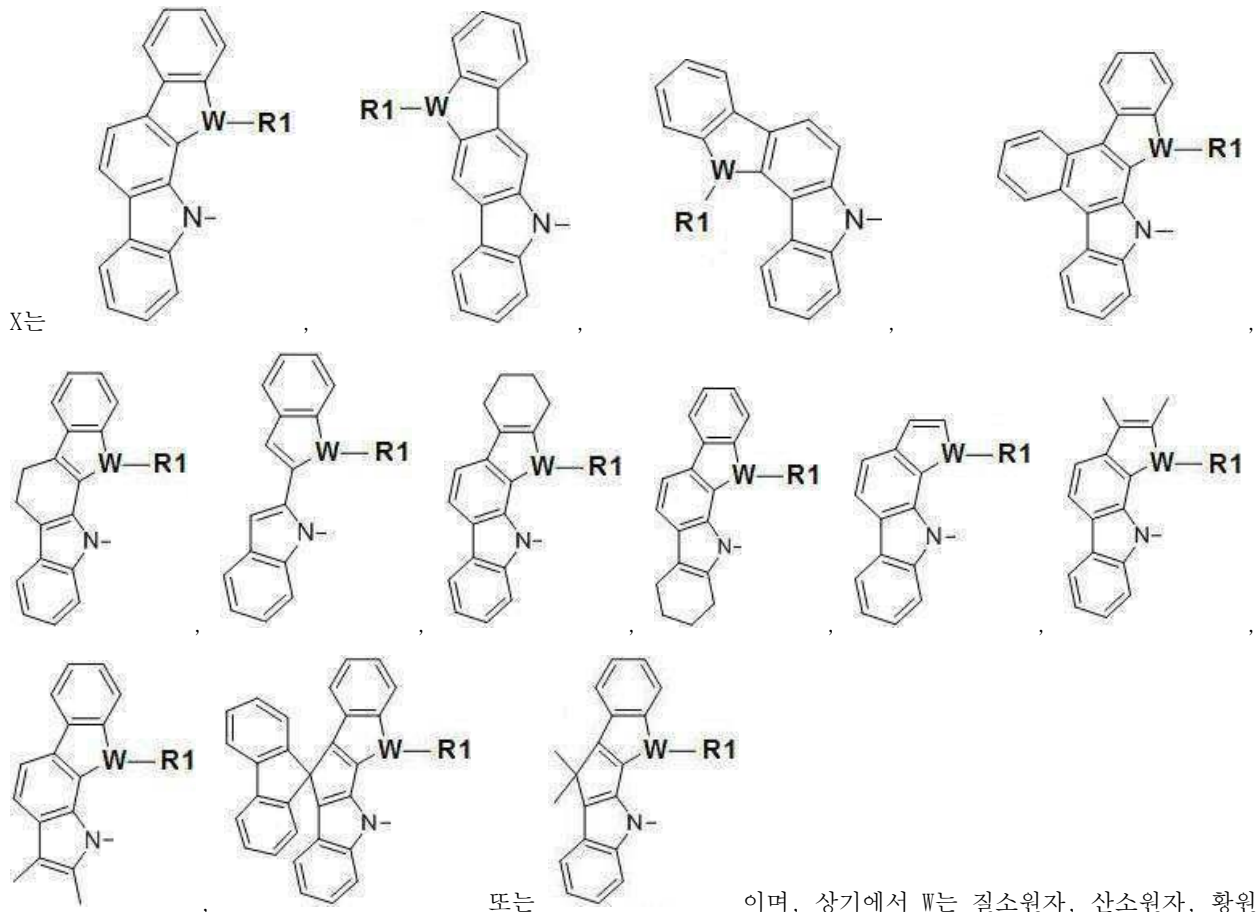
청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 탄소수 6~30의 아릴 또는 탄소수 5~60의 헤테로아릴기는 페닐, 나프틸, 페난트레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 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,



이며, 상기에서 W는 질소원자, 산소원자, 황원자 또는 Si(CH₃)₂이며, R1은 페닐기이며, W가 산소원자, 황원자 또는 Si(CH₃)₂인 경우에 R1은 부존재하며;

Y는 질소 또는 탄소원자이며;

Z는 Si이거나 탄소원자이며;

O, P, Q 및 R은 탄소원자이거나 부존재이며;

R2 및 R3는 각각 독립적으로 페닐기로 치환 또는 비치환된 페닐, 나프틸, 피리디닐 및 9,9-디메틸플루오레닐기인 것을 특징으로 하는 유기발광화합물.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 유기발광화합물은 화합물 1 내지 화합물 65 중의 어느 하나 인 것을 특징으로 하는 유기발광화합물:

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

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			

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 형성되어 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 7 항에 있어서,

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

청구항 8

제 6 항 또는 제 7 항에 있어서,

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

명세서

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 별로 (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 높아야 한다. 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

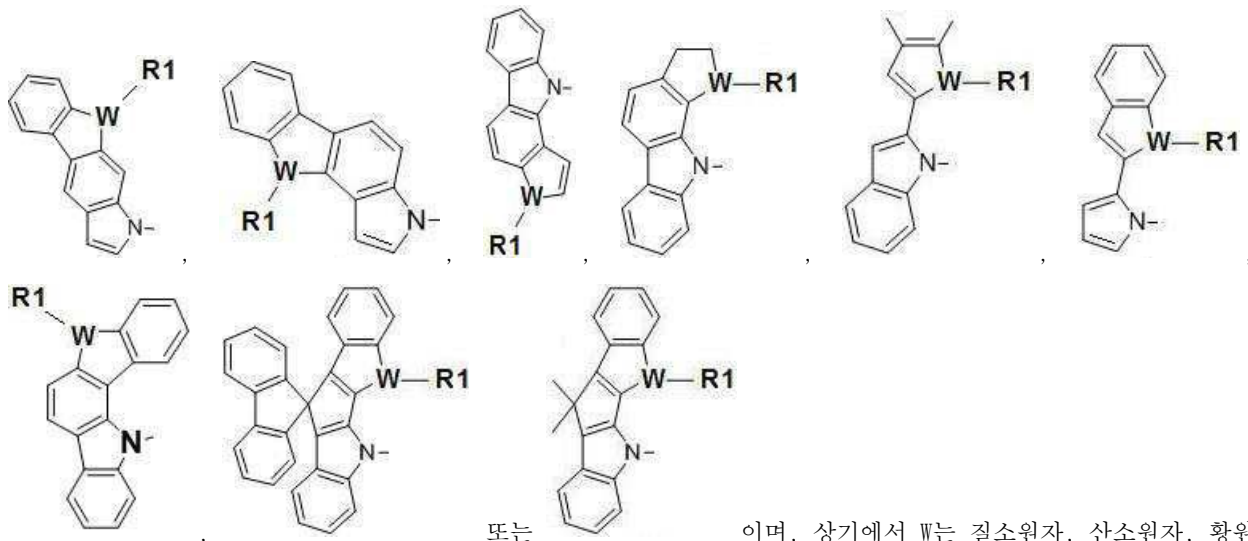
- [0007] 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기발광화합물을 제공한다:

[화학식1]



[0010]

 $X \cong$ 



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;

[0012] Y는 질소 또는 탄소원자이며;

[0013] Z는 Si이거나 탄소원자이며;

[0014] O, P, Q 및 R은 탄소원자이거나 부존재하며;

[0015] R2 및 R3는 각각 독립적으로 수소원자, 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.

[0016]

[0017] 또한, 본 발명은,

[0018] 음극과 양극 사이에 적어도 발광층을 포함하는 일층 또는 복수층으로 이루어지는 유기 박막층이 형성되어 있는 유기전기발광소자에 있어서,

[0019] 상기 유기 박막층 중 적어도 1층이 본 발명의 유기발광화합물을 1종 단독으로 또는 2종 이상의 조합으로 함유하는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자를 제공한다.

발명의 효과

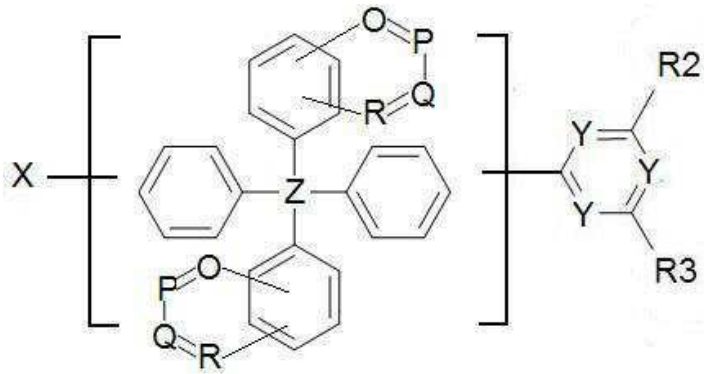
[0020] 본 발명에 따른 유기발광화합물은 인광 녹색 호스트 물질로서 유기 발광 소자에 적용할 수 있으며, 유기 발광 소자에 적용할 경우 구동전압을 낮추며, 발광효율, 휘도, 열적 안정성 및 소자 수명을 향상시킨다.

[0021] 또한, 본 발명의 유기발광화합물을 사용하여 제조되는 유기전기발광 소자는 고효율 및 장수명 특성을 갖는다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

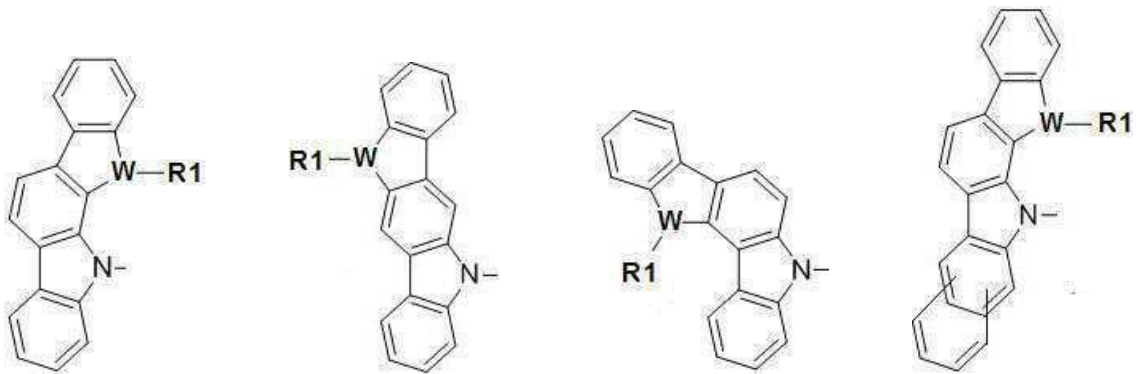
[0022] 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기발광화합물에 관한 것이다:

[0023] [화학식1]

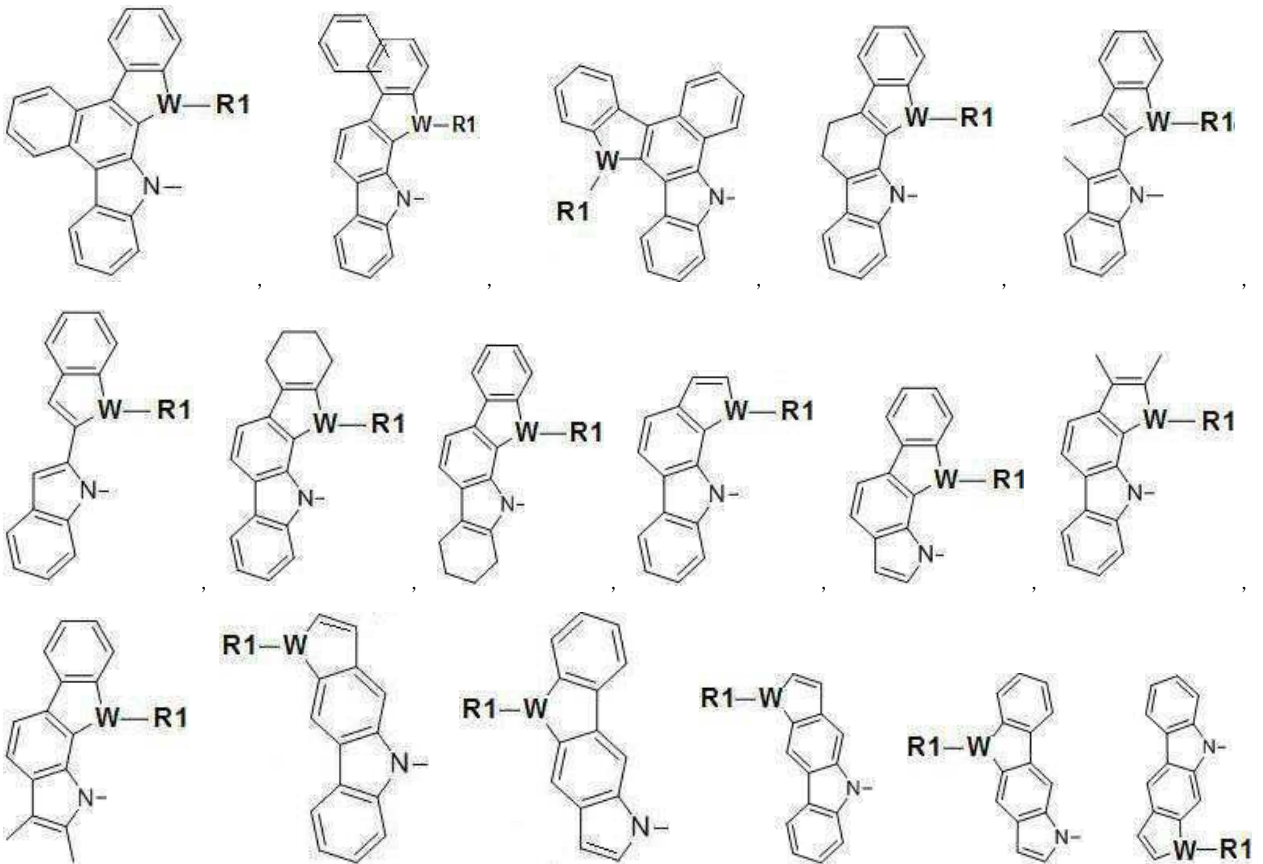


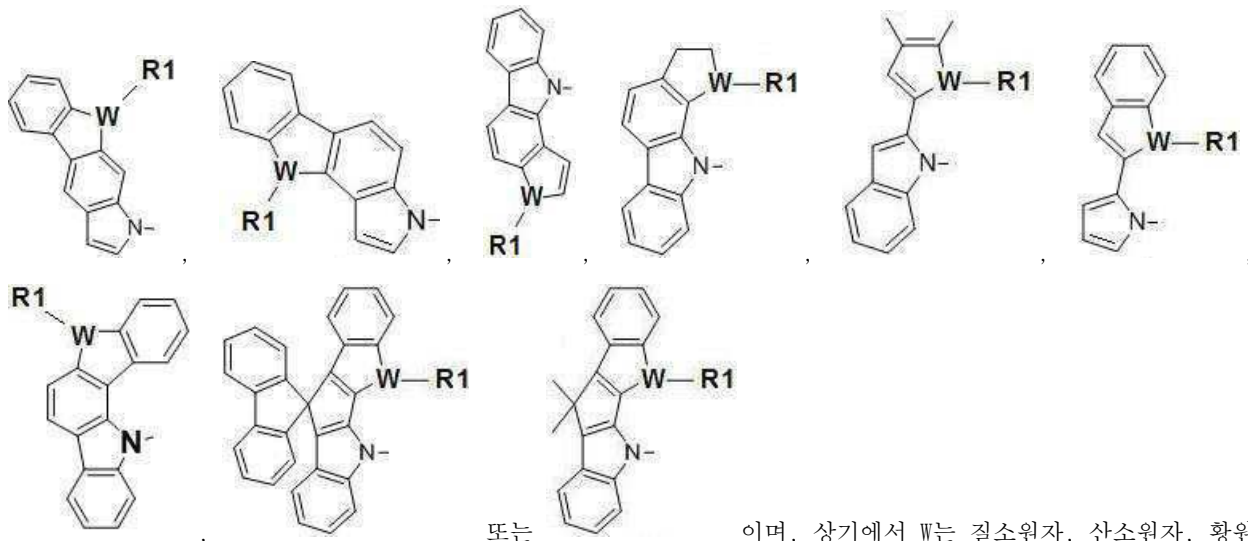
[0024]

[0025] 상기 식에서,



[0026] X는





또는 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;

[0027] Y는 질소 또는 탄소원자이며;

[0028] Z는 Si이거나 탄소원자이며;

[0029] O, P, Q 및 R은 탄소원자이거나 부존재이며;

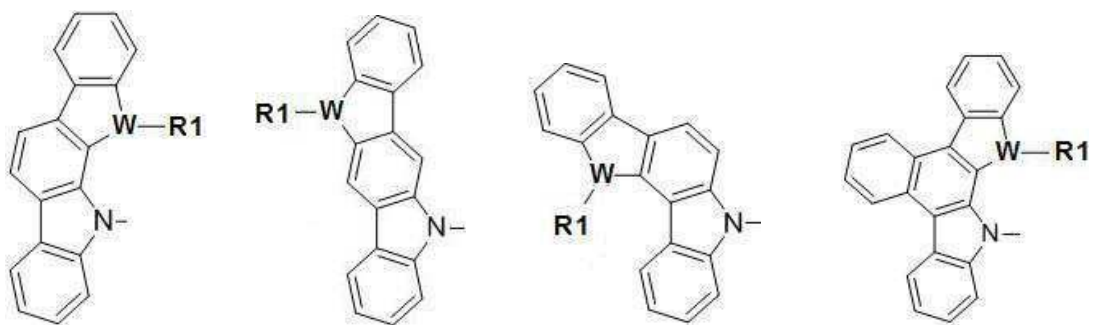
[0030] R2 및 R3는 각각 독립적으로 수소원자, C1~C10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, C1~C10의 알콕시, 할로젠, 니트릴, CF₃, Si(CH₃)₃, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 페난트레닐, 플루오레닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 옥사졸, 옥사디아졸, 티오펜, 티아졸, 티아디아졸, 피라지닐, 피리다지닐, 피리디닐, 피리미디닐 및 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 치환기로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~30의 아릴기 또는 탄소수 5~60의 헤테로아릴기이다.

[0031]

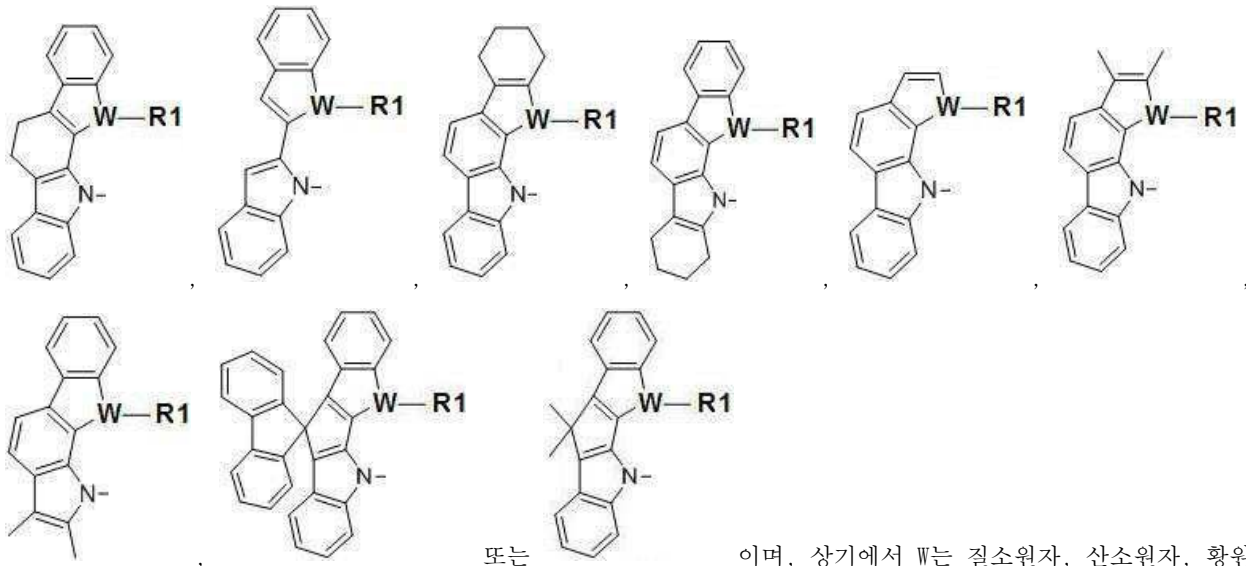
[0032] 바람직하게는, 상기 탄소수 6~30의 아릴 또는 탄소수 5~60의 헤테로아릴기는 페닐, 나프틸, 페난트레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 피롤, 피라졸, 이미다졸, 트리아졸, 옥사졸, 옥사디아졸, 티오펜, 티아졸, 티아디아졸, 피리디닐, 피리미디닐, 피라지닐, 피리다지닐, 트리아지닐, 벤조티오펜, 벤즈이미다졸, 벤조옥사졸, 벤즈티아졸, 카바졸, 퀴놀리닐, 이소퀴놀리닐, 인돌 또는 피레닐일 수 있다.

[0033]

[0034] 더욱 바람직하게는,



[0035] 상기 X는



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;

[0036] Y는 질소 또는 탄소원자이며;

[0037] Z는 Si이거나 탄소원자이며;

[0038] O, P, Q 및 R은 탄소원자이거나 부존재이며;

[0039] R2 및 R3는 각각 독립적으로 페닐기로 치환 또는 비치환된 페닐, 나프틸, 피리디닐 및 9,9-디메틸플루오레닐기일 수 있다.

[0040]

[0041] 본 발명의 유기발광화합물은 인광 녹색 호스트 물질로서 유용하게 사용될 수 있다.

[0042]

[0043] 본 발명의 유기발광화합물은 하기 [제1표군(群)]에 나타난 화학구조를 가질 수 있다.

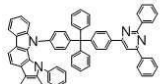
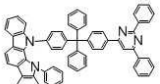
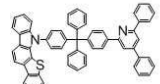
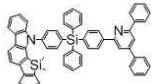
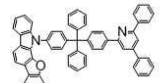
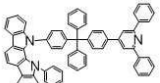
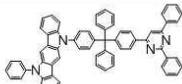
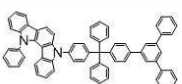
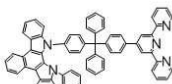
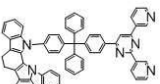
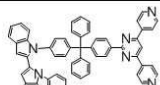
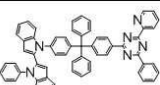
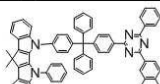
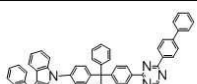
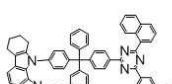
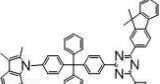
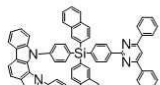
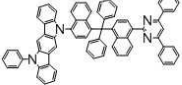
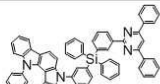
[0044]

[제1표군(群)]

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

[0045]

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			

[0046]

[0047] 본 발명은 또한,

[0048] 음극과 양극 사이에 적어도 발광층을 포함하는 일층 또는 복수층으로 이루어지는 유기 박막층이 협지되어 있는 유기전기발광소자에 있어서,

[0049] 상기 유기 박막층 중 적어도 1층이 본 발명의 유기발광화합물을 1종 단독으로 또는 2종 이상의 조합으로 함유하는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자에 관한 것이다.

[0050] 상기 유기발광화합물은 인광 녹색 호스트 물질로서 유기전기발광소자에 포함될 수 있다.

[0051] 상기 유기전기발광소자는

[0052] 양극, 정공주입층, 정공수송층, 발광층, 전자수송층, 전자주입층 및 음극이 이 순서대로 적층된 구조를 가질 수 있다.

[0053]

[0054] 이하에서, 본 발명의 유기전기발광소자에 대하여 예를 들어 설명한다. 그러나, 하기에 예시된 내용이 본 발명의 유기전기발광소자를 한정하는 것은 아니다.

[0055] 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.

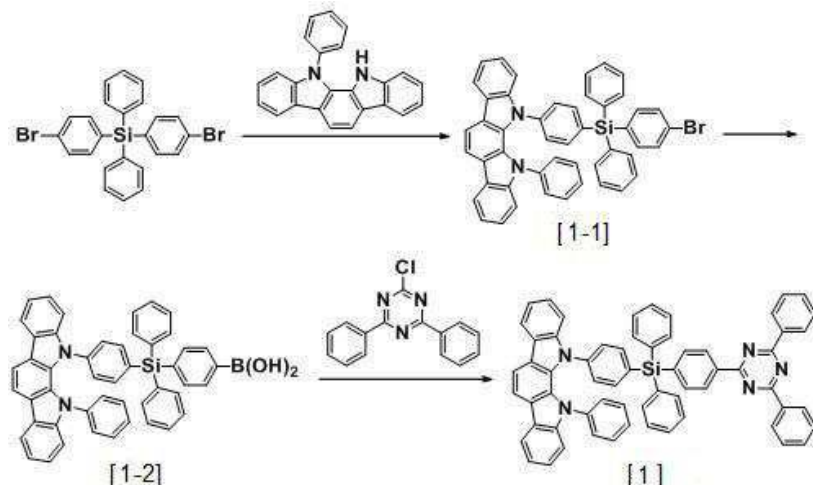
- [0056] 본 발명에 따른 유기전기발광소자의 제조방법으로는, 먼저 기판 표면에 양극용 물질을 통상적인 방법으로 코팅하여 양극을 형성한다. 이때, 사용되는 기판은 투명성, 표면 평활성, 취급 용이성 및 방수성이 우수한 유리기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 또한, 양극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화인듐아연(IZO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO) 등이 사용될 수 있다.
- [0057] 다음으로, 상기 양극 표면에 정공주입층(HIL) 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착 또는 스핀 코팅하여 정공주입층을 형성한다. 이러한 정공주입층 물질로는 구리프탈로시아닌(CuPc), 4,4',4"-트리스(3-메틸페닐아미노)트리페닐아민(m-MTDATA), 4,4',4"-트리스(3-메틸페닐아미노)페녹시벤젠(m-MTDAPB), 스타버스트(starburst)형 아민류인 4,4',4"-트리(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.
- [0058] 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'-다이아민(TPD)을 예로 들 수 있다.
- [0059] 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(Alq₃)가, 청색의 경우 Balq(8-하이드록시퀴놀린베릴륨염), 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.
- [0060] 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.
- [0061] 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(Alq₃)을 사용할 수 있다.
- [0062] 선택적으로는, 발광층과 전자수송층 사이에 정공차단층(HBL)을 추가로 형성하고 발광층에 인광 도펀트를 함께 사용함으로써, 삼중항 여기자 또는 정공이 전자수송층으로 확산되는 현상을 방지할 수 있다.
- [0063] 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-메틸퀴놀리놀나토)-알루미늄비페녹사이드(BAlq), 바췌쿠프로인(bathocuproine, BCP) 및 LiF 등을 사용할 수 있다.
- [0064] 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, Li₂O, BaO, NaCl, CsF 등의 물질을 사용할 수 있다.
- [0065] 마지막으로, 상기 전자주입층 표면에 음극용 물질을 통상적인 방법으로 진공 열증착하여 음극을 형성한다.
- [0066] 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.
- [0067] 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/발

광층/정공수송층/정공주입층/양극의 순서로 제조하여도 무방하다.

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.

화합물 [1]의 제조

[반응식 1]



중간체 화합물 [1-1] 제조

250mL 반응플라스크에 비스(4-브로모페닐)디페닐실란 10.0g (20.23mmol), 11-페닐-11,12-디히드로인돌로[2,3-a]카바졸 7.4g(22.25mmol), 팔라듐(II)아세테이트50mg (0.20mmol), 트리터트부틸포스핀80mg (0.41mmol), 터트부톡시 나트륨 2.9g (30.34mmol)을 투입하고 질소기류하에서 톨루엔100mL로 18시간 동안 환류교반시킨다. 반응종결 후 실온까지 천천히 냉각한 다음 반응액을 포화 염화암모늄 수용액에 붓고 에틸아세테이트로 추출한다. 유기층을 분리하고 무수황산 마그네슘으로 건조하여 여과한다. 여과액은 감압농축하고 컬럼크로마토그래프로 분리정제하여 중간체화합물[1-1] 6.0g(40%)를 수득하였다.

중간체 화합물 [1-2]의 제조

100mL 반응플라스크에 [1-1] 6.0g(8.09mmol), 무수테트라히드로퓨란40mL을 넣고 질소기류 하의 -78℃에서 교반시킨다. n-부틸리튬(2.5M in hexane) 3.9mL(9.71mmol)를 동온도에서 적가시키고 30분 후에 트리메틸 보레이트 1.3g(12.14mmol)을 첨가한다. 반응온도를 상온까지 서서히 8시간 동안 올리고 에틸아세테이트와 포화암모늄 수용액으로 추출하여 유기층을 분리하여 무수황산마그네슘으로 건조 후 여과하여 얻은 유기층을 감압농축 후 디클로로메탄과헥산으로 재결정화하여 중간체 화합물 [1-2] 3.3g(58%)을 수득하였다.

화합물[1]의 제조

100mL 반응플라스크에 중간체 화합물 [1-2] 3.3g(4.70mmol), 2-클로로-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진 1.4g(5.16mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐110mg(0.09mmol), 탄산칼륨 (K_2CO_3)0.9g(6.20mmol)을 투입하고 질소기류하에서 1,4-디옥산20mL, 정제수2mL 로 20시간 동안 환류교반시킨다. 반응종결 후 실온까지 천천히 냉각한 다음 반응액을 여과한다. 여과된 고체는 정제수와 메탄올로 세척하고 디클로로메탄과헥산, 메탄올로 재결정화하여 목적화합물[1] 1.8g(43%)를 수득하였다.

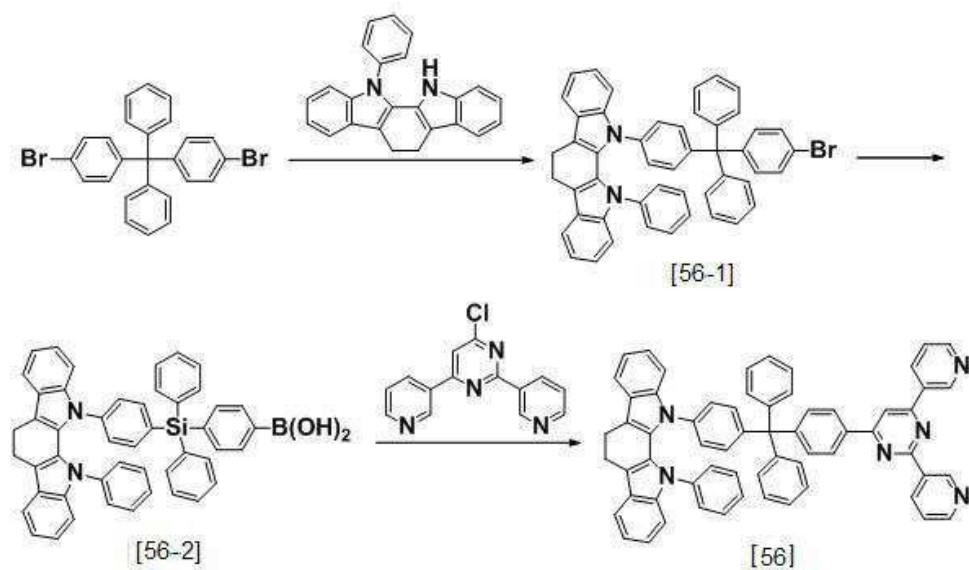
[0083]

[0084]

화합물 [56]의 합성

[0085]

[반응식 2]



[0086]

[0087]

[0088]

화합물[56]의 제조

[0089]

화합물[1]과 동일한 방법으로 진행하여 목적화합물 [56]을 합성하였다.

[0090]

[0091]

상기 반응식 1 내지 2의 방법에 따라, 화합물 1 내지 65의 화합물을 제조하였으며, 하기에 그 결과를 나타내었다.

[0092]

[0093]

[합성예 1] 화합물 [1]의 합성

[0094]

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 2H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.79(m, 4H), 7.62(d, 2H), 7.48~7.15(m, 30H)

[0095]

MS/FAB: 898(M^+)

[0096]

[0097]

[합성예 2] 화합물 [2]의 합성

[0098]

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.79(m, 3H), 7.62(d, 2H), 7.53~7.15(m, 32H)

[0099]

MS/FAB: 898(M^+)

[0100]

[0101]

[합성예 3] 화합물 [3]의 합성

[0102]

^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 2H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.79(m, 4H), 7.62~7.13(m, 32H)

[0103]

MS/FAB: 898(M^+)

[0104]

[0105] [합성예 4] 화합물 [4]의 합성

[0106] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45~8.44(m, 4H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.79(m, 4H), 7.62~7.57(m, 4H), 7.48~7.15(m, 29H)

[0107] MS/FAB: 948(M^+)

[0108]

[0109] [합성예 5] 화합물 [5]의 합성

[0110] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18(d, 4H), 7.83~7.79(m, 4H), 7.62(d, 4H), 7.48~6.75(m, 29H), 2.71(t, 2H),

[0111] MS/FAB: 900(M^+)

[0112]

[0113] [합성예 6] 화합물 [6]의 합성

[0114] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18(d, 4H), 7.84~7.79(m, 6H), 7.62(d, 2H), 7.48~7.23(m, 27H), 6.77(t, 2H), 6.70(s, 2H)

[0115] MS/FAB: 874(M^+)

[0116]

[0117] [합성예 7] 화합물 [7]의 합성

[0118] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18(d, 4H), 7.84~7.79(m, 6H), 7.62(d, 2H), 7.48~7.23(m, 27H), 6.77(t, 2H), 6.70(s, 2H)

[0119] MS/FAB: 874(M^+)

[0120]

[0121] [합성예 8] 화합물 [8]의 합성

[0122] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18(d, 4H), 7.83~7.79(m, 4H), 7.62(d, 4H), 7.48~7.27(m, 27H), 6.75(t, 2H), 1.62(s, 6H)

[0123] MS/FAB: 914(M^+)

[0124]

[0125] [합성예9] 화합물 [9]의 합성

[0126] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.20~8.18(m, 6H), 8.84~7.77(m, 6H), 7.62(d, 2H), 7.48~7.18(m, 33H), 6.57(t, 2H)

[0127] MS/FAB: 1036(M^+)

[0128]

[0129] [합성예10] 화합물 [10]의 합성

[0130] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 8.04(d, 1H), 7.84~7.79(m, 3H), 7.62(d, 2H), 7.49~7.15(m, 28H), 2.66(m, 2H), 2.54(m, 2H), 1.63(m, 4H)

- [0131] MS/FAB: 902(M^+)
- [0132]
- [0133] **[합성예11] 화합물 [11]의 합성**
- [0134] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 8.04(d, 1H), 7.84~7.79(m, 3H), 7.62(d, 2H), 7.49~7.15(m, 28H), 2.19(s, 6H)
- [0135] MS/FAB: 876(M^+)
- [0136]
- [0137] **[합성예12] 화합물 [12]의 합성**
- [0138] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 8.04(d, 1H), 7.84~7.79(m, 3H), 7.62(d, 2H), 7.49~7.15(m, 28H), 2.66(m, 2H), 2.54(m, 2H), 1.63(m, 4H)
- [0139] MS/FAB: 902(M^+)
- [0140]
- [0141] **[합성예13] 화합물 [13]의 합성**
- [0142] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 8.04(d, 1H), 7.84~7.79(m, 3H), 7.62(d, 2H), 7.49~7.15(m, 28H), 2.19(s, 6H)
- [0143] MS/FAB: 876(M^+)
- [0144]
- [0145] **[합성예14] 화합물 [14]의 합성**
- [0146] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.33(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.78(m, 4H), 7.62(d, 2H), 7.50~7.15(m, 28H), 6.42(d, 1H)
- [0147] MS/FAB: 848(M^+)
- [0148]
- [0149] **[합성예15] 화합물 [15]의 합성**
- [0150] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.35(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.95~7.79(m, 5H), 7.62(d, 2H), 7.50~7.15(m, 25H)
- [0151] MS/FAB: 839(M^+)
- [0152]
- [0153] **[합성예16] 화합물 [16]의 합성**
- [0154] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 5H), 7.84~7.79(m, 5H), 7.62(d, 2H), 7.51~7.15(m, 25H), 0.56(s, 6H)
- [0155] MS/FAB: 865(M^+)
- [0156]
- [0157] **[합성예17] 화합물 [17]의 합성**

- [0158] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.79(m, 5H), 7.66~7.62(m, 3H), 7.56~7.15(m, 25H)
- [0159] MS/FAB: 823(M^+)
- [0160]
- [0161] **[합성예18] 화합물 [18]의 합성**
- [0162] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45~8.42(m, 4H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84(d, 2H), 7.48~7.31(m, 12H), 7.23~7.13(m, 16H), 7.01(d, 4H)
- [0163] MS/FAB: 882(M^+)
- [0164]
- [0165] **[합성예19] 화합물 [19]의 합성**
- [0166] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45~8.42(m, 3H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84(d, 1H), 7.53~7.30(m, 15H), 7.23~7.14(m, 15H), 7.01(d, 4H)
- [0167] MS/FAB: 882(M^+)
- [0168]
- [0169] **[합성예20] 화합물 [20]의 합성**
- [0170] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45~8.42(t, 4H), 8.18(d, 4H), 8.02(d, 1H), 7.84(d, 2H), 7.48~7.31(m, 11H), 7.23~7.13(m, 17H), 7.01(d, 4H)
- [0171] MS/FAB: 882(M^+)
- [0172]
- [0173] **[합성예21] 화합물 [21]의 합성**
- [0174] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45~8.42(m, 6H), 8.18(d, 4H), 7.84(d, 2H), 7.57(m, 2H), 7.48~7.31(m, 11H), 7.23~7.13(m, 16H), 7.01(d, 4H)
- [0175] MS/FAB: 932(M^+)
- [0176]
- [0177] **[합성예22] 화합물 [22]의 합성**
- [0178] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.42(d, 2H), 8.18(d, 4H), 7.83(d, 2H), 7.62(m, 2H), 7.48~7.31(m, 13H), 7.23~7.13(m, 12H), 7.01(d, 4H), 6.75(m, 2H), 2.71(s, 4H)
- [0179] MS/FAB: 884(M^+)
- [0180]
- [0181] **[합성예23] 화합물 [23]의 합성**
- [0182] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.42(d, 2H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.83(m, 4H), 7.48~7.31(m, 13H), 7.23~7.13(m, 12H), 7.01(d, 4H), 6.77(m, 2H), 6.70(s, 2H)
- [0183] MS/FAB: 858(M^+)

[0184]

[0185] [합성예24] 화합물 [24]의 합성

[0186] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.46~8.42(m, 3H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.83(m, 2H), 7.48~7.31(m, 12H), 7.23~7.12(m, 15H), 7.01(d, 4H), 6.77(m, 1H), 6.70(s, 1H)

[0187] MS/FAB: 859(M^+)

[0188]

[0189] [합성예25] 화합물 [25]의 합성

[0190] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.42(d, 2H), 8.18(d, 4H), 7.83(d, 2H), 7.62(d, 2H), 7.48~7.31(m, 13H), 7.23~7.13(m, 12H), 7.01(d, 4H), 6.75(m, 2H), 1.62(s, 6H)

[0191] MS/FAB: 898(M^+)

[0192]

[0193] [합성예26] 화합물 [26]의 합성

[0194] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.52(d, 2H), 8.30~8.28(m, 6H), 7.94(d, 2H), 7.87(d, 2H), 7.58~7.23(m, 31H), 7.11(d, 4H), 6.67(t, 2H)

[0195] MS/FAB: 1020(M^+)

[0196]

[0197] [합성예27] 화합물 [27]의 합성

[0198] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55~8.52(t, 3H), 8.28(d, 4H), 8.14(d, 1H), 7.94(d, 1H), 7.59~7.23(m, 26H), 7.11(d, 4H), 2.76(m, 2H), 2.64(m, 2H), 1.73(m, 4H)

[0199] MS/FAB: 886(M^+)

[0200]

[0201] [합성예28] 화합물 [28]의 합성

[0202] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55~8.52(t, 3H), 8.28(d, 4H), 8.14(d, 1H), 7.94(d, 1H), 7.59~7.23(m, 26H), 7.11(d, 4H), 2.29~2.28(d, 6H)

[0203] MS/FAB: 860(M^+)

[0204]

[0205] [합성예29] 화합물 [29]의 합성

[0206] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55~8.52(t, 3H), 8.28(d, 4H), 8.14(d, 1H), 7.94(d, 1H), 7.59~7.23(m, 26H), 7.11(d, 4H), 2.76(m, 2H), 2.64(m, 2H), 1.73(m, 4H)

[0207] MS/FAB: 886(M^+)

[0208]

[0209] [합성예30] 화합물 [30]의 합성

[0210] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.55~8.52(t, 3H), 8.28(d, 4H), 8.14(d, 1H), 7.94(d, 1H), 7.59~7.23(m, 26H),

7.11(d, 4H), 2.29~2.28(m, 6H)

[0211] MS/FAB: 860(M⁺)

[0212]

[0213] [합성예31] 화합물 [31]의 합성

[0214] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.55~8.52(t, 3H), 8.43(d, 1H), 8.28(d, 4H), 7.94~7.88(m, 2H), 7.60~7.23(m, 26H), 7.11(d, 4H), 6.52(d, 1H)

[0215] MS/FAB: 832(M⁺)

[0216]

[0217] [합성예32] 화합물 [32]의 합성

[0218] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.55~8.45(m, 4H), 8.28(d, 4H), 8.05~7.94(m, 3H), 7.60~7.23(m, 23H), 7.11(d, 4H)

[0219] MS/FAB: 823(M⁺)

[0220]

[0221] [합성예34] 화합물 [34]의 합성

[0222] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45~8.42(m, 3H), 8.18(d, 4H), 7.84~7.79(m, 3H), 7.56(d, 1H), 7.43~7.13(m, 23H), 7.01(d, 4H)

[0223] MS/FAB: 806(M⁺)

[0224]

[0225] [합성예35] 화합물 [35]의 합성

[0226] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 2H), 8.13(s, 1H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.79(m, 4H), 7.69~7.62(m, 6H), 7.48~7.15(m, 30H)

[0227] MS/FAB: 897(M⁺)

[0228]

[0229] [합성예36] 화합물 [36]의 합성

[0230] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 1H), 8.13(s, 1H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.79(m, 3H), 7.69~7.62(m, 6H), 7.48~7.15(m, 32H)

[0231] MS/FAB: 897(M⁺)

[0232]

[0233] [합성예37] 화합물 [37]의 합성

[0234] ¹H NMR (300 MHz, CDCl₃): δ 8.45(d, 2H), 8.13(s, 1H), 8.02(d, 1H), 7.84~7.79(m, 4H), 7.69~7.62(m, 6H), 7.48~7.15(m, 30H)

[0235] MS/FAB: 897(M⁺)

[0236]

[0237] [합성예38] 화합물 [38]의 합성

[0238] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45~8.44(m, 4H), 8.13(s, 1H), 7.84~7.79(m, 4H), 7.69~7.15(m, 37H)

[0239] MS/FAB: 947(M^+)

[0240]

[0241] [합성예39] 화합물 [39]의 합성

[0242] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.13(s, 1H), 7.83~7.79(m, 4H), 7.69~7.62(m, 8H), 7.48~7.27(m, 27H), 6.75(t, 2H), 2.71(s, 4H)

[0243] MS/FAB: 899(M^+)

[0244]

[0245] [합성예40] 화합물 [40]의 합성

[0246] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.13(s, 1H), 7.84~7.79(m, 6H), 7.69~7.62(m, 6H), 7.48~7.27(m, 27H), 6.77~6.70(m, 4H)

[0247] MS/FAB: 873(M^+)

[0248]

[0249] [합성예41] 화합물 [41]의 합성

[0250] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.13(s, 1H), 7.84~7.79(m, 6H), 7.69~7.62(m, 6H), 7.48~7.23(m, 27H), 6.77~6.70(m, 4H)

[0251] MS/FAB: 873(M^+)

[0252]

[0253] [합성예42] 화합물 [42]의 합성

[0254] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.18~13(m, 3H), 7.83~7.79(m, 4H), 7.69~7.62(m, 6H), 7.45~7.27(m, 27H), 6.75(m, 2H), 1.62(s, 6H)

[0255] MS/FAB: 913(M^+)

[0256]

[0257] [합성예43] 화합물 [43]의 합성

[0258] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.20~8.13(m, 5H), 7.83~7.77(m, 4H), 7.69(m, 2H), 7.59(d, 2H), 7.48~7.19(m, 31H), 7.01(m, 4H), 6.57(m, 2H)

[0259] MS/FAB: 1019(M^+)

[0260]

[0261] [합성예 44] 화합물 [44]의 합성

[0262] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.45(d, 1H), 8.18~8.13(m, 3H), 8.04(d, 1H), 7.87~7.79(m, 3H), 7.69~7.62(m, 4H), 7.45~7.27(m, 28H), 2.66(t, 2H), 2.54(t, 2H), 1.63(m, 4H)

- [0263] MS/FAB: 901(M^+)
- [0264]
- [0265] **[합성예 45] 화합물 [45]의 합성**
- [0266] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.18~8.13(m, 3H), 8.04(d, 1H), 7.84(d, 1H), 7.69(m, 2H), 7.49~7.23(m, 28H), 7.01(d, 4H), 2.19(s, 6H)
- [0267] MS/FAB: 859(M^+)
- [0268]
- [0269] **[합성예46] 화합물 [46]의 합성**
- [0270] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.18~8.13(m, 3H), 8.04(d, 1H), 7.84~7.79(m, 3H), 7.69~7.62(m, 4H), 7.49~7.23(m, 28H), 2.66(t, 2H), 2.54(t, 2H), 1.63(m, 4H)
- [0271] MS/FAB: 901(M^+)
- [0272]
- [0273] **[합성예47] 화합물 [47]의 합성**
- [0274] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.18~8.13(m, 3H), 8.04(d, 1H), 7.84(d, 1H), 7.69(d, 2H), 7.49~7.23(m, 28H), 7.01(m, 4H), 2.19(s, 6H)
- [0275] MS/FAB: 859(M^+)
- [0276]
- [0277] **[합성예48] 화합물 [48]의 합성**
- [0278] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.33(d, 1H), 8.18~8.13(m, 3H), 7.84~7.78(m, 4H), 7.69~7.62(m, 4H), 7.49~7.23(m, 28H), 6.42(d, 1H)
- [0279] MS/FAB: 847(M^+)
- [0280]
- [0281] **[합성예49] 화합물 [49]의 합성**
- [0282] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.45(d, 1H), 8.35(d, 1H), 8.20(d, 2H), 8.10~8.08(m, 4H), 7.95~7.84(m, 3H), 7.50~7.13(m, 25H), 7.01(m, 4H)
- [0283] MS/FAB: 821(M^+)
- [0284]
- [0285] **[합성예50] 화합물 [50]의 합성**
- [0286] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.54(d, 1H), 8.39(d, 2H), 8.29~8.27(m, 3H), 8.19(s, 2H), 7.93~7.88(m, 3H), 7.71(d, 2H), 7.60~7.24(m, 27H), 0.65(s, 6H)
- [0287] MS/FAB: 863(M^+)
- [0288]
- [0289] **[합성예51] 화합물 [51]의 합성**

- [0290] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(d, 1H), 8.29(d, 2H), 8.19~8.17(m, 4H), 7.93~7.88(m, 3H), 7.65(d, 1H), 7.53~7.22(m, 25H), 7.10(d, 4H)
- [0291] MS/FAB: 804(M^+)
- [0292]
- [0293] **[합성예52] 화합물 [52]의 합성**
- [0294] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(d, 2H), 8.29(d, 4H), 8.19(s, 2H), 8.11(d, 1H), 7.93(d, 2H), 7.57~7.44(m, 12H), 7.32~7.22(m, 18H), 7.10(d, 4H)
- [0295] MS/FAB: 880(M^+)
- [0296]
- [0297] **[합성예53] 화합물 [53]의 합성**
- [0298] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(d, 1H), 8.27~8.22(m, 3H), 8.11(d, 1H), 7.93 (d, 1H), 7.78(d, 2H), 7.66~7.22(m, 32H), 7.10(d, 4H)
- [0299] MS/FAB: 881(M^+)
- [0300]
- [0301] **[합성예54] 화합물 [54]의 합성**
- [0302] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(d, 2H), 8.11(d, 1H), 7.93(d, 2H), 7.65(s, 3H), 7.57~7.22(m, 34H)
- [0303] MS/FAB: 879(M^+)
- [0304]
- [0305] **[합성예55] 화합물 [55]의 합성**
- [0306] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 9.29(d, 2H), 9.14(s, 2H), 8.54~8.52(d, 6H), 7.93(d, 2H), 7.69~7.10(m, 33H)
- [0307] MS/FAB: 932(M^+)
- [0308]
- [0309] **[합성예56] 화합물 [56]의 합성**
- [0310] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 9.23(s, 2H), 8.69~8.64(m, 3H), 8.41(d, 2H), 7.92(d, 2H), 7.71~7.10(m, 29H), 6.84(t, 2H), 2.80(s, 4H)
- [0311] MS/FAB: 885(M^+)
- [0312]
- [0313] **[합성예57] 화합물 [57]의 합성하기**
- [0314] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.74(d, 4H), 8.51(d, 2H), 8.34(s, 1H), 7.98~7.92(m, 8H), 7.57~7.10(m, 23H), 6.86~6.79(m, 4H)
- [0315] MS/FAB: 859(M^+)
- [0316]

- [0317] **[합성예58] 화합물 [58]의 합성**
- [0318] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.58~8.49(m, 4H), 8.37(m, 1H), 8.27(m, 2H), 7.92~7.84(m, 3H), 7.57~7.25(m, 25H), 7.10(m, 4H), 6.86~6.79(m, 2H)
- [0319] MS/FAB: 860(M^+)
- [0320]
- [0321] **[합성예 59] 화합물 [59]의 합성**
- [0322] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 9.08(s, 1H), 8.51~8.48(m, 3H), 8.27(m, 2H), 7.99~7.91(m, 5H), 7.71(m, 2H), 7.58~7.25(m, 24H), 7.10(m, 4H), 6.84(m, 2H), 1.71(s, 6H)
- [0323] MS/FAB: 948(M^+)
- [0324]
- [0325] **[합성예 60] 화합물 [60]의 합성**
- [0326] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.51(m, 2H), 8.29~8.27(m, 4H), 7.93~7.84(m, 6H), 7.51~7.25(m, 35H), 7.10(m, 4H), 6.66(m, 2H)
- [0327] MS/FAB: 1096(M^+)
- [0328]
- [0329] **[합성예 61] 화합물 [61]의 합성**
- [0330] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 9.08(s, 1H), 8.54~8.48(m, 5H), 8.13~7.91(m, 8H), 7.60~7.54(m, 11H), 7.32~7.25(m, 14H), 7.10(m, 4H), 2.75(m, 2H), 2.63(m, 2H), 1.72(m, 4H)
- [0331] MS/FAB: 986(M^+)
- [0332]
- [0333] **[합성예 62] 화합물 [62]의 합성**
- [0334] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54~8.51(m, 3H), 8.13(m, 1H), 7.93~7.86(m, 5H), 7.76(m, 2H), 7.58~7.24(m, 28H), 7.10(m, 4H), 2.28~2.27(s, 6H), 1.71(s, 12H)
- [0335] MS/FAB: 1092(M^+)
- [0336]
- [0337] **[합성예 63] 화합물 [63]의 합성**
- [0338] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54(m, 2H), 8.22(s, 1H), 8.11~8.09(m, 3H), 7.99~7.88(m, 10H), 7.78~7.49(m, 6H), 7.58~7.24(m, 26H)
- [0339] MS/FAB: 997(M^+)
- [0340]
- [0341] **[합성예 64] 화합물 [64]의 합성**
- [0342] ^1H NMR (300 MHz, CDCl_3): δ 8.54~8.51(m, 2H), 8.22~8.04(m, 5H), 7.93(m, 1H), 7.81~7.78(m, 5H), 7.62~7.24(m, 29H), 7.10(m, 6H)

[0343] MS/FAB: 981(M^+)

[0344]

[0345] **[합성예 65] 화합물 [65]의 합성**

[0346] 1H NMR (300 MHz, $CDCl_3$): δ 8.54(m, 2H), 8.37(m, 1H), 8.22(m, 1H), 8.11(m, 1H), 7.93(m, 2H), 7.78~7.75(m, 6H), 7.60~7.24(m, 31H)

[0347] MS/FAB: 897(M^+)

[0348]

[0349] 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.

[0350]

[0351] **비교예 1.**

[0352] 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).

[0353] 애노드는 코닝(Corning)사의 $15\Omega/cm^2$ (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(도핑율: 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.

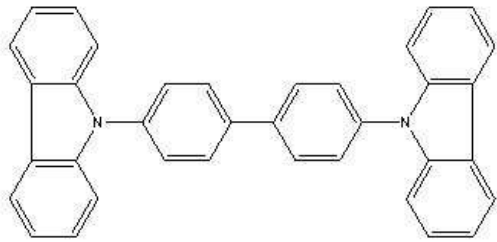
[0354]

[0355] **비교예2.**

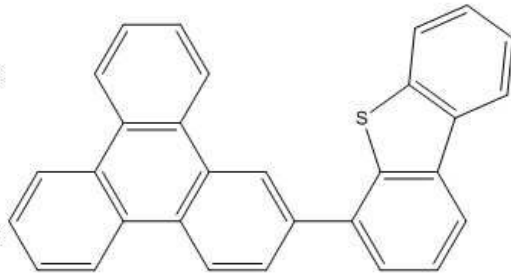
[0356] 하기 화학식 b로 표시되는 화합물을 인광 녹색 호스트로 사용하고, 하기 화학식 c로 표시되는 화합물을 인광 녹색 도판트로 사용하고, 2-TNATA(4,4',4"-tris(N-naphthalen-2-yl)-N-phenylamino)-triphenylamine)을 정공주입층 물질로 사용하고, α -NPD(N,N'-di(naphthalene-1-yl)-N,N'-diphenylbenzidine)을 정공수송층 물질로 사용하여, 다음과 같은 구조를 갖는 유기발광소자를 제작하였다: ITO/2-TNATA(80 nm)/ α -NPD(30 nm)/화합물b+화합물c(30 nm)/Alq₃(30nm)/LiF(0.5nm)/Al(60nm).

[0357] 애노드는 코닝(Corning)사의 $15\Omega/cm^2$ (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 3에 표시된 바와 같은 유기발광소자를 제조하였다. 이를 비교샘플 2라고 한다.

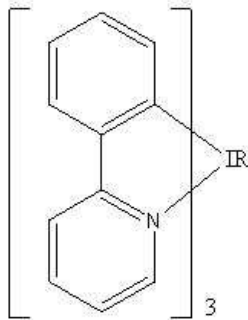
<화학식 a>



<화학식 b>



<화학식 c>



[0358]

[0359]

실시예1~65.

[0360]

상기 비교예 1 중에서, 발광층 인광 호스트 화합물 a 대신 상기 합성예에 개시된 화학식 1~65로 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 1~65 중 하나+화합물c(10%)](30 nm)/Alq₃(30nm)/LiF(0.5nm)/Al(60nm)의 구조를 갖는 유기발광소자를 제조하였다. 이를 각각 샘플1 내지 65로 한다.

[0361]

[0362]

평가예1: 비교샘플1, 2 및 샘플 1~65의 발광 특성평가

[0363]

비교샘플 1, 2 및 샘플 1~65에 대하여, Keithleysourcemeter"2400", KONIKA MINOLTA "CS-2000"을 이용하여 발광 휘도, 발광효율, 발광피크를 각각 평가하여, 그 결과를 하기 [제2표군(群)]에 나타내었다. 상기 샘플들은 511~517nm 범위에서 녹색 발광피크값을 보여주었다.

[0364] [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	5.7	3444	34.44	517
2	2	c	5.1	3466	34.66	514
3	3	c	6.0	3422	34.22	516
4	4	c	5.7	3418	34.18	516
5	5	c	5.0	3489	34.89	512
6	6	c	5.6	3457	34.57	514
7	7	c	6.0	3283	32.83	516
8	8	c	5.3	3454	34.54	517
9	9	c	5.5	3203	32.03	515
10	10	c	5.1	3547	35.47	515
11	11	c	5.0	3585	35.85	514
12	12	c	5.8	3533	35.33	515
13	13	c	5.6	3504	35.04	514
14	14	c	6.0	3461	34.61	511
15	15	c	5.2	3281	32.81	515
16	16	c	5.7	3214	32.14	514
17	17	c	5.2	3549	35.49	514
18	18	c	5.4	3377	33.77	515
19	19	c	5.2	3285	32.85	511
20	20	c	5.7	3503	35.03	511
21	21	c	5.7	3330	33.3	517
22	22	c	5.3	3261	32.61	515
23	23	c	5.9	3409	34.09	513

[0365]

24	24	c	5.5	3485	34.85	511
25	25	c	5.9	3365	33.65	515
26	26	c	5.3	3211	32.11	515
27	27	c	5.6	3252	32.52	512
28	28	c	5.7	3480	34.8	516
29	29	c	5.8	3419	34.19	513
30	30	c	5.9	3325	33.25	515
31	31	c	5.5	3213	32.13	511
32	32	c	5.4	3417	34.17	516
33	33	c	5.7	3328	33.28	514
34	34	c	5.9	3360	33.6	517
35	35	c	6.0	3294	32.94	511
36	36	c	5.1	3357	33.57	516
37	37	c	5.3	3312	33.12	516
38	38	c	5.2	3257	32.57	514
39	39	c	5.3	3475	34.75	512
40	40	c	5.9	3234	32.34	516
41	41	c	5.0	3454	34.54	513
42	42	c	5.1	3535	35.35	516
43	43	c	5.6	3270	32.7	514
44	44	c	5.6	3296	32.96	511
45	45	c	5.5	3269	32.69	515
46	46	c	5.6	3337	33.37	512
47	47	c	5.2	3415	34.15	513
48	48	c	5.3	3593	35.93	511
49	49	c	5.6	3315	33.15	513
50	50	c	5.3	3393	33.93	513

51	51	c	5.3	3474	34.74	512
52	52	c	5.6	3546	35.46	516
53	53	c	5.3	3472	34.72	511
54	54	c	5.7	3370	33.7	514
55	55	c	5.3	3359	33.59	512
56	56	c	5.5	3572	35.72	517
57	57	c	5.6	3570	35.7	513
58	58	c	5.6	3550	35.5	512
59	59	c	5.0	3247	32.47	517
60	60	c	5.4	3553	35.53	517
61	61	c	5.2	3497	34.97	513
62	62	c	5.8	3488	34.88	516
63	63	c	5.4	3579	35.79	512
64	64	c	5.3	3548	35.48	512
65	65	c	5.6	3257	32.57	514

[0366] 상기 [제2표군(群)]로부터 확인되는 바와 같이 샘플 1 내지 65은 비교샘플 1, 2에 비하여 향상된 발광 특성을 나타내었다.

[0367]

[0368] **평가예 2: 비교샘플 1, 2, 및샘플 1 ~ 65의 수명 특성 평가**

[0369] 비교샘플 1, 2 및 샘플 1 ~ 65에대하여, ENC technology사의 LTS-1004AC 수명측정장치를 이용하여 3000 nit를 기준으로 수명이 97%에 도달하는 시간을 각각측정하여, 그 결과를 하기 [제3표군(群)]에 나타내었다.

[0370] [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	97
2	2	c	113
3	3	c	97
4	4	c	95
5	5	c	120
6	6	c	96
7	7	c	90
8	8	c	108
9	9	c	118
10	10	c	112
11	11	c	112
12	12	c	110
13	13	c	95
14	14	c	106
15	15	c	114
16	16	c	110
17	17	c	91
18	18	c	114
19	19	c	116
20	20	c	117
21	21	c	90
22	22	c	100

23	23	c	107
24	24	c	101
25	25	c	96
26	26	c	99
27	27	c	101
28	28	c	98
29	29	c	112
30	30	c	112
31	31	c	114
32	32	c	102
33	33	c	97
34	34	c	104
35	35	c	108
36	36	c	103
37	37	c	94
38	38	c	98
39	39	c	101
40	40	c	116
41	41	c	100
42	42	c	92
43	43	c	93
44	44	c	116
45	45	c	97
46	46	c	116
47	47	c	119
48	48	c	100
49	49	c	114

[0371]

50	50	c	94
51	51	c	108
52	52	c	110
53	53	c	109
54	54	c	116
55	55	c	119
56	56	c	118
57	57	c	113
58	58	c	119
59	59	c	114
60	60	c	96
61	61	c	114
62	62	c	94
63	63	c	92
64	64	c	97
65	65	c	90

[0372] 상기 [제3표군(群)]으로부터 확인되는 바와 같이 샘플 1 내지 65은 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	KR1020140006711A	公开(公告)日	2014-01-16
申请号	KR1020130067993	申请日	2013-06-13
[标]申请(专利权)人(译)	CS ELSOLAR		
申请(专利权)人(译)	CS ELSOLAR CO. , LTD.		
当前申请(专利权)人(译)	CS ELSOLAR CO. , LTD.		
[标]发明人	KIM BOK YOUNG AHN JUNG BOK AHN DO HWAN PARK JAE KYO JEON AH RAM DO HWAN AHN JAE GYO PARK AH RAM JEON JUNG BOK AHN BOK YOUNG KIM		
发明人	KIM, BOK YOUNG AHN, JUNG BOK AHN, DO HWAN PARK, JAE KYO JEON, AH RAM DO HWAN AHN JAE GYO PARK AH RAM JEON JUNG BOK AHN BOK YOUNG KIM		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/50		
CPC分类号	C09K11/06 H01L51/006 H01L51/0071 H01L51/5016 H01L51/504		
代理人(译)	李明博译 一个		
优先权	1020120073488 2012-07-05 KR		
其他公开文献	KR101548359B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供由下述通式 (1) 表示的有机电致发光化合物和包含该化合物的有机电致发光器件：有机发光化合物可以作为磷光绿色主体材料应用于有机电致发光器件，在这种情况下，可以提高有机电致发光器件的发光效率和寿命。

