



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년04월08일
(11) 등록번호 10-1382373
(24) 등록일자 2014년04월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) H01L 51/54 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0036000
(22) 출원일자 2011년04월19일
심사청구일자 2012년04월04일
(65) 공개번호 10-2012-0118563
(43) 공개일자 2012년10월29일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020080015865 A
KR1020080003413 A
KR1020080017562 A

(73) 특허권자
단국대학교 산학협력단
경기 용인시 수지구 죽전로 152, 내 (죽전동, 단국대학교)
(72) 발명자
이준엽
경기도 성남시 분당구 정자일로 55, 분당두산위브아파트 105동 304호 (금곡동)
조용주
서울특별시 양천구 목동남로4길 6-23, 우성아파트 207동 207호 (신정동)
(74) 대리인
이수열

전체 청구항 수 : 총 13 항

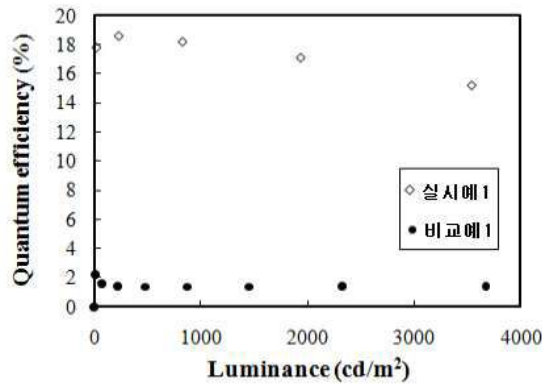
심사관 : 오세주

(54) 발명의 명칭 시클로펜타플루오렌계 화합물 및 이를 포함하는 유기전계 발광소자

(57) 요약

본 발명은 시클로펜타플루오렌계 화합물 및 이를 포함하는 유기전계 발광소자에 관한 발명으로서, 본 발명에 따르면, 기존의 유기전계 발광소자용 화합물과 비교하여 우수한 양자효율을 나타내며, 열적 안정성 및 막안정성이 우수한 유기전계 발광소자용 시클로펜타플루오렌계 화합물 및 이를 포함하는 유기전계 발광소자를 제공한다.

대표도 - 도2

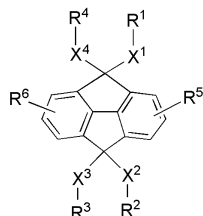


특허청구의 범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 유기전계 발광소자용 시클로펜타플루오렌계 화합물.

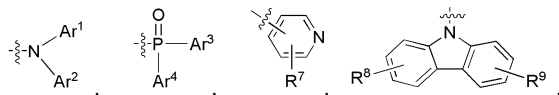
[화학식 1]



상기 화학식 1에서,

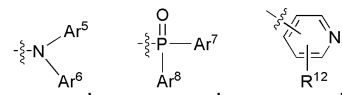
X^1 내지 X^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 원자가 결합, C_{6-30} 의 아릴렌기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴렌기이고,

R^1 내지 R^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로



R^{10} 내지 R^{11} , C_{2-9} 의 알킬기, C_{6-30} 의 아릴기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴기이거나, 이웃한 벤젠고리의 탄소원자와 결합하여 함께 C_{6-30} 의 접합된 방향족 고리 또는 C_{5-30} 의 접합된 헤테로 방향족 고리를 형성할 수 있으며, Y^1 은 산소원자 또는 황원자이고,

R^5 및 R^6 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자,



R^{13} 내지 R^{14} , R^{15} 내지 R^{16} , C_{1-9} 의 알킬기, C_{6-30} 의 아릴기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴기이거나, 이웃한 벤젠고리의 탄소원자와 결합하여 함께 C_{6-30} 의 접합된 방향족 고리 또는 C_{5-30} 의 접합된 헤테로 방향족 고리를 형성할 수 있으며, Y^2 는 산소원자 또는 황원자이고,

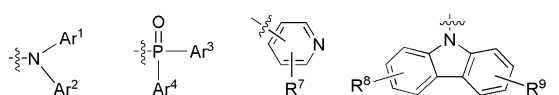
상기 Ar^1 내지 Ar^8 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, C_{6-30} 의 아릴기 또는 C_{5-30} 의 헤테로아릴기이며,

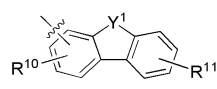
상기 R^7 내지 R^{16} 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자 또는 C_{1-9} 의 알킬기이다.

청구항 2

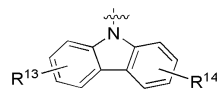
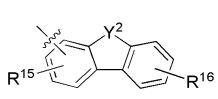
제1항에 있어서, X^1 내지 X^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 원자가 결합, C_{6-14} 의 아릴렌기 또는 C_{5-14} 의 헤테로 아릴렌기이고,

R^1 내지 R^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로



 , C₂₋₆의 알킬기이며, Y¹은 산소원자 또는 황원자이고,

R⁵ 및 R⁶은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자,  ,  ,  ,

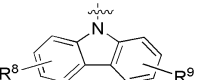
 ,  , 또는 C₁₋₆의 알킬기이며, Y²는 산소원자 또는 황원자이고,

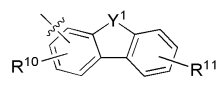
상기 Ar¹ 내지 Ar⁸은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, C₆₋₁₄의 아릴기 또는 C₅₋₁₄의 헤테로아릴기이며,

상기 R⁷ 내지 R¹⁶은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자 또는 C₁₋₆의 알킬기인 것을 특징으로 하는 시클로펜타플루오렌계 화합물.

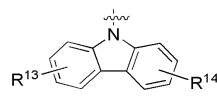
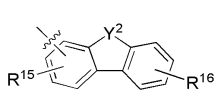
청구항 3

제2항에 있어서, X¹ 내지 X⁴는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 원자가 결합, C₆₋₁₀의 아릴렌기 또는 C₅₋₁₀의 헤테로아릴렌기이고,

R¹ 내지 R⁴는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로  ,  ,  ,  ,

 , 또는 C₂₋₃의 알킬기이며, Y¹은 산소원자 또는 황원자이고,

R⁵ 및 R⁶은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자,  ,  ,  ,

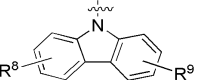
 ,  , 또는 C₁₋₃의 알킬기이며, Y²는 산소원자 또는 황원자이고,

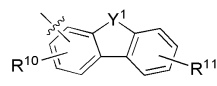
상기 Ar¹ 내지 Ar⁸은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, C₆₋₁₀의 아릴기 또는 C₅₋₁₀의 헤테로아릴기이며,

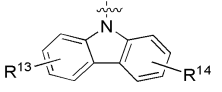
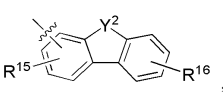
상기 R⁷ 내지 R¹⁶은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자 또는 C₁₋₃의 알킬기인 것을 특징으로 하는 시클로펜타플루오렌계 화합물.

청구항 4

제3항에 있어서, X¹ 내지 X⁴는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 원자가 결합 또는 C₆₋₁₀의 아릴렌기이고,

R¹ 내지 R⁴는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로  ,  ,  ,  ,

 , C₂₋₃의 알킬기이며, Y¹은 황원자이고,

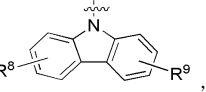
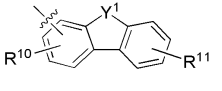
R^5 및 R^6 은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, , , , , , 또는 C_{1-3} 의 알킬기이며, Y^2 는 황원자이고,

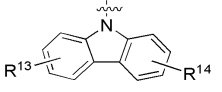
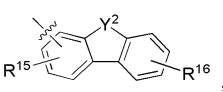
상기 Ar^1 내지 Ar^8 은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자 또는 C_{6-10} 의 아릴기이고,

상기 R^7 내지 R^{16} 은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자 또는 C_{1-2} 의 알킬기인 것을 특징으로 하는 시클로펜타플루오렌계 화합물.

청구항 5

제4항에 있어서, X^1 내지 X^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 원자가 결합 또는 페닐렌기이고,

R^1 내지 R^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 , , , , , 또는 C_{2-3} 의 알킬기이며, Y^1 는 황원자이고,

R^5 및 R^6 은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, , , , , , 또는 C_{1-3} 의 알킬기이며, Y^2 는 황원자이고,

상기 Ar^1 내지 Ar^8 은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자 또는 페닐기이고,

상기 R^7 내지 R^{16} 은 수소원자인 것을 특징으로 하는 시클로펜타플루오렌계 화합물.

청구항 6

제1전극; 상기 제1전극과 마주하여 형성되는 제2전극; 및 상기 제1전극과 상기 제2전극 사이에 형성되는 유기물층을 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서,

상기 유기물층은 제1항에 따른 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자.

청구항 7

제1전극, 제2전극, 발광층, 정공수송층 및 전자수송층을 포함하고, 상기 발광층은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서,

상기 정공수송층은 제1항에 따른 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 전자수송층은 제1항에 따른 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자.

청구항 9

제7항에 있어서, 상기 호스트는 제1항에 따른 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유

기전계 발광소자.

청구항 10

제1전극, 제2전극, 발광층, 정공수송층 및 전자수송층을 포함하고, 상기 발광층은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서,

상기 전자수송층은 제1항에 따른 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자.

청구항 11

제1전극, 제2전극, 발광층, 정공수송층 및 전자수송층을 포함하고, 상기 발광층은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서,

상기 호스트는 제1항에 따른 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자.

청구항 12

제6항, 제7항, 제10항 및 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 유기전계 발광소자는 정공주입층을 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자.

청구항 13

제6항, 제7항, 제10항 및 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 유기전계 발광소자는 전자주입층을 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 시클로펜타플루오렌계 화합물에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 높은 양자효율을 나타내며, 열적 안정성이 우수한 시클로펜타플루오렌계 화합물 및 이를 포함하는 유기전계 발광소자에 관한 발명이다.

배경기술

[0002] 유기전계 발광소자는 기존 액정 표시 장치(LCD), 플라즈마 디스플레이 패널(PDP) 그리고 전계 방출 디스플레이(FED)등의 타 평판 표시 소자에 비해 구조가 간단하고, 제조 공정상 다양한 장점이 있으며 높은 휘도 및 시야각 특성이 우수하며, 응답속도가 빠르고 구동전압이 낮아 벽걸이 TV등의 평판 디스플레이 또는 디스플레이의 배면광, 조명, 광고판 등의 광원으로 사용되도록 활발하게 개발이 진행되고 있다.

[0003] 유기전계 발광소자는 일반적으로 직류 전압을 인가하였을 때 양극으로부터 주입된 정공과 음극으로부터 주입된 전자가 재결합하여 전자-정공 쌍인 엑시톤을 형성하며 이 엑시톤이 안정한 바닥 상태로 돌아오면서 그에 해당하는 에너지를 발광 재료에 전달함에 의해 빛으로 변환된다.

[0004] 유기전계 발광소자의 효율과 안정성을 높이기 위해 이스트만 코닥사의 탕(C. W. Tang) 등에 의해 두 개의 반대 전극 사이에 적층형 유기물 박막을 구성하여 저전압 구동 유기전계 발광소자가 보고(C. W. Tang, S. A. Vanslyke, Applied Physics Letters, 51권 913페이지, 1987년)된 이래, 다층 박막 구조형 유기전계 발광소자용 유기 재료에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 이러한 적층형 유기전계 발광소자의 효율과 수명은 박막을 구성하는 재료의 분자구조와 관련이 깊다. 예컨대, 박막을 구성하는 재료 중 호스트물질, 정공수송층 물질, 또는 전자수송층 물질등의 구조에 따라 양자효율이 크게 영향을 받으며, 열안정성이 떨어질 경우 고온 또는 구동온도에서 재료의 결정화가 이루어져 소자의 수명을 단축시키는 원인이 되고 있다.

[0005] 유기전계 발광소자에 사용될 수 있는 기존의 플루오렌계 화합물로서는 다양한 화합물이 알려져 있다. 그러나 기존의 플루오렌계 화합물은 양자효율 및 열적 안정성이 낮은 문제점이 있다.

발명의 내용

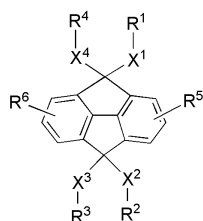
해결하려는 과제

- [0006] 따라서 본 발명이 이루고자 하는 첫 번째 기술적 과제는 상기 종래기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로 유기전계 발광소자의 정공수송 물질, 발광층의 호스트 물질, 전자수송 물질, 형광재료의 호스트, 형광소자 및 인광소자 등에 적용 시 우수한 양자효율을 나타내는 시클로펜타플루오렌계 화합물을 제공하는 것이다.
- [0007] 본 발명이 이루고자 하는 두 번째 기술적 과제는 플루오렌 구조에 비하여 보다 강직한 구조로 되어 있고, 결정화가 어려운 구조로 되어 있어, 막 형성시 결정화를 방지할 수 있으며, 이에 따라 열적 안정성도 개선할 수 있는 시클로펜타플루오렌계 화합물을 제공하는 것이다.
- [0008] 본 발명이 이루고자 하는 세 번째 기술적 과제는 소자의 양자효율이 높고 구동 수명이 길며 열적 안정성이 높은, 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 유기전계 발광소자를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0009] 본 발명의 하나의 양태는 하기 화학식 1로 표시되는 유기전계 발광소자용 시클로펜타플루오렌계 화합물을 제공한다.

- [0010] [화학식 1]

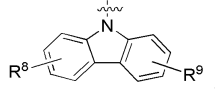
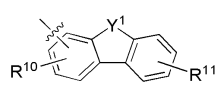


- [0011]

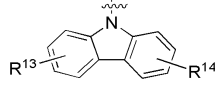
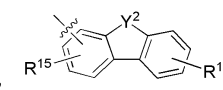
- [0012] 상기 화학식 1에서,

- [0013] X^1 내지 X^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 원자가 결합, C_{6-30} 의 아릴렌기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴렌기이고,

- [0014] R^1 내지 R^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, , , ,

, , C_{1-9} 의 알킬기, C_{6-30} 의 아릴기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴기이거나, 이웃한 벤젠고리의 탄소원자와 결합하여 함께 C_{6-30} 의 접합된 방향족 고리 또는 C_{5-30} 의 접합된 헤테로 방향족 고리를 형성할 수 있으며, Y^1 은 산소원자 또는 황원자이고,

- [0015] R^5 및 R^6 은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, , , ,

, , C_{1-9} 의 알킬기, C_{6-30} 의 아릴기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴기이거나, 이웃한 벤젠고리의 탄소원자와 결합하여 함께 C_{6-30} 의 접합된 방향족 고리 또는 C_{5-30} 의 접합된 헤테로 방향족 고리를 형성할 수 있으며, Y^2 은 산소원자 또는 황원자이고,

- [0016] 상기 Ar^1 내지 Ar^8 은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, C_{6-30} 의 아릴기 또는 C_{5-30} 의 헤테로아릴기이며,

- [0017] 상기 R^7 내지 R^{16} 은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자 또는 C_{1-9} 의 알킬기이다.
- [0018] 본 발명의 다른 양태는, 제1전극; 상기 제1전극과 마주하여 형성되는 제2전극; 및 상기 제1전극과 상기 제2전극 사이에 형성되는 유기물층을 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서, 상기 유기물층은 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자를 제공한다.
- [0019] 본 발명의 다른 양태는, 제1전극, 제2전극, 발광층, 정공수송층 및 전자수송층을 포함하고, 상기 발광층은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서, 상기 정공수송층은 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자를 제공한다.
- [0020] 본 발명의 다른 양태는, 제1전극, 제2전극, 발광층, 정공수송층 및 전자수송층을 포함하고, 상기 발광층은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서, 상기 전자수송층은 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자를 제공한다.
- [0021] 본 발명의 다른 양태는, 제1전극, 제2전극, 발광층, 정공수송층 및 전자수송층을 포함하고, 상기 발광층은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서, 상기 호스트는 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자를 제공한다.

발명의 효과

- [0022] 본 발명은 유기전계 발광소자의 정공수송 물질, 발광층의 호스트 물질, 전자수송 물질, 형광재료의 호스트, 형광소자 및 인광소자 등에 적용시 우수한 양자효율을 나타내는 시클로펜타플루오렌계 화합물을 제공할 수 있다.
- [0023] 또한 본 발명은 플루오렌 구조에 비하여 보다 강직한 구조로 되어 있고, 결정화가 어려운 구조로 되어 있어, 막 형성시 결정화를 방지할 수 있으며, 이에 따라 열적 안정성도 개선할 수 있는 시클로펜타플루오렌계 화합물을 제공할 수 있다.
- [0024] 또한 본 발명은 소자의 양자 효율이 높고 구동 수명이 길며 열적 안정성이 높은, 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 유기전계 발광소자를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 본 발명에 따른 유기전계 발광소자의 구조를 개략적으로 나타낸 도면이다.
- 도 2는 본 발명에 따른 실시예 1과 비교예 1의 양자효율과 휘도와의 관계를 나타낸 도면이다.
- 도 3은 본 발명에 따른 실시예 2와 비교예 2의 양자효율과 휘도와의 관계를 나타낸 도면이다.
- 도 4는 본 발명에 따른 실시예 3과 비교예 3의 양자효율과 휘도와의 관계를 나타낸 도면이다.

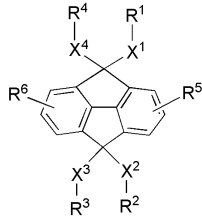
발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 이하 본 발명에 따른 유기전계 발광소자용 시클로펜타플루오렌계 화합물 및 이를 포함하는 유기전계 발광소자의 바람직한 실시예를 화학식 및 첨부도면을 참조하여 상세히 설명하기로 하되, 첨부도면을 참조함에 있어서 동일하거나 대응하는 구성요소는 동일한 도면번호를 부여하고 이에 대한 중복되는 설명은 생략하기로 한다.
- [0027] 그러나 이하의 설명은 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변환, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명을 생략한다.
- [0028] 또한, 이하에서 사용될 제1, 제2 등과 같이 서수를 포함하는 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되지는 않는다. 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다. 예를 들어, 본 발명의 권리 범위를 벗어나지 않으면서 제1 구성요소는 제2 구성요소로 명명될 수 있고, 유사하게 제2 구성요소도 제1 구성요소로 명명될 수 있다.
- [0029] 또한, 어떤 구성요소가 다른 구성요소 상에 "형성되어" 있다거나 "적층되어" 있다고 언급된 때에는, 그 다른 구성요소의 표면 상의 전면 또는 일면에 직접 부착되어 형성되어 있거나 적층되어 있을 수도 있지만, 중간에 다른 구성요소가 더 존재할 수도 있다고 이해되어야 할 것이다.

[0030] 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0031] 상술한 기술적 과제를 달성하기 위한 기술적 수단으로서, 본 발명의 하나의 측면은 하기 화학식 1로 표시되는 유기전계 발광소자용 시클로펜타플루오렌계 화합물을 제공한다.

[0032] [화학식 1]

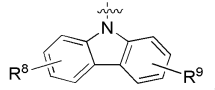
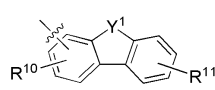


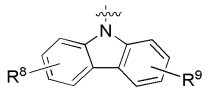
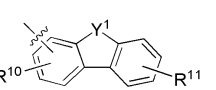
[0033]

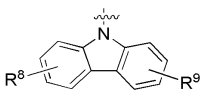
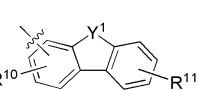
[0034] 상기 화학식 1에서,

[0035] X^1 내지 X^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 원자가 결합, C_{6-30} 의 아릴렌기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴렌기, 바람직하게는 원자가 결합, C_{6-14} 의 아릴렌기 또는 C_{5-14} 의 헤테로 아릴렌기, 더욱 바람직하게는 원자가 결합, C_{6-10} 의 아릴렌기 또는 C_{5-10} 의 헤테로 아릴렌기, 보다 더욱 바람직하게는 원자가 결합 또는 C_{6-10} 의 아릴렌기, 보다 더욱 더 바람직하게는 원자가 결합 또는 페닐렌기이고,

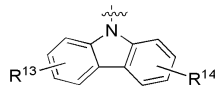
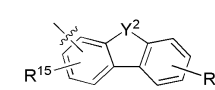
[0036] R^1 내지 R^4 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, , , , R^7 ,

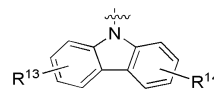
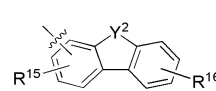
, , C_{1-9} 의 알킬기, C_{6-30} 의 아릴기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴기, 바람직하게

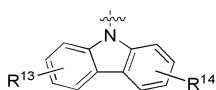
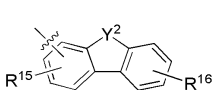
는 수소원자, , , , R^7 , , , C_{1-6} 의 알킬기, 보다 바

람직하게는 수소원자, , , , R^7 , , , 또는 C_{1-3} 의 알킬기이거나, 이웃한 벤젠고리의 탄소원자와 결합하여 함께 C_{6-30} 의 접합된 방향족 고리 또는 C_{5-30} 의 접합된 헤테로 방향족 고리를 형성할 수 있으며, Y^1 는 산소원자 또는 황원자, 바람직하게는 황원자이고,

[0037] R^5 및 R^6 는 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, , , , R^{12} ,

, , C_{1-9} 의 알킬기, C_{6-30} 의 아릴기 또는 C_{5-30} 의 헤테로 아릴기, 바람직하

게는 수소원자, , , , R^{12} , , , 또는 C_{1-6} 의 알킬기,

보다 바람직하게는 수소원자, , , , R^{12} , , , 또는 C_{1-3} 의 알킬기이거나, 이웃한 벤젠고리의 탄소원자와 결합하여 함께 C_{6-30} 의 접합된 방향족 고리 또는 C_{5-30} 의 접합된

헤테로 방향족 고리를 형성할 수 있으며, Y²는 산소원자 또는 황원자, 보다 바람직하게는 황원자이고,

[0038] 상기 Ar¹ 내지 Ar⁸은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자, C₆₋₃₀의 아릴기 또는 C₅₋₃₀의 헤테로아릴기, 바람직하게는 수소원자, C₆₋₁₄의 아릴기 또는 C₅₋₁₄의 헤테로아릴기, 보다 바람직하게는 수소원자, C₆₋₁₀의 아릴기 또는 C₅₋₁₀의 헤테로아릴기, 보다 더욱 바람직하게는 수소원자 또는 C₆₋₁₀의 아릴기, 보다 더욱 더 바람직하게는 수소원자 또는 페닐기이며,

[0039] 상기 R⁷ 내지 R¹⁶은 서로 같거나 다를 수 있고, 각각 독립적으로 수소원자 또는 C₁₋₉의 알킬기, 바람직하게는 수소원자 또는 C₁₋₆의 알킬기, 보다 바람직하게는 수소원자 또는 C₁₋₃의 알킬기, 보다 더욱 바람직하게는 수소원자 또는 C₁₋₂의 알킬기, 보다 더욱 더 바람직하게는 수소원자이다.

[0040] 상기 R¹ 내지 R⁶ 및 Ar¹ 내지 Ar⁸의 C₆₋₃₀의 아릴기로서의 구체적인 예로서는, 페닐기, 1-나프틸기, 2-나프틸기, 1-안트릴기, 2-안트릴기, 9-안트릴기, 1-페난트릴기, 2-페난트릴기, 3-페난트릴기, 4-페난트릴기, 9-페난트릴기, 1-나프타센일기, 2-나프타센일기, 9-나프타센일기, 1-피렌일기, 2-피렌일기, 4-피렌일기, 2-바이페닐일기, 3-바이페닐일기, 4-바이페닐일기, p-터페닐-4-일기, p-터페닐-3-일기, p-터페닐-2-일기, m-터페닐-4-일기, m-터페닐-3-일기, m-터페닐-2-일기, o-톨릴기, m-톨릴기, p-톨릴기, p-tert-뷰틸페닐기, p-(2-페닐프로필)페닐기, 3-메틸-2-나프틸기, 4-메틸-1-나프틸기, 4-메틸-1-안트릴기, 4-메틸바이페닐일기 또는 4-tert-뷰틸-p-터페닐-4-일기 등을 들 수 있다.

[0041] 또한 상기 R¹ 내지 R⁶ 및 Ar¹ 내지 Ar⁸의 C₆₋₃₀의 헤테로아릴기의 구체적인 예로서는 1-피롤릴기, 2-피롤릴기, 3-피롤릴기, 피라진일기, 페리미딜기, 페리다질기, 2-피리딘일기, 3-피리딘일기, 4-피리딘일기, 1-인돌릴기, 2-인돌릴기, 3-인돌릴기, 4-인돌릴기, 5-인돌릴기, 6-인돌릴기, 7-인돌릴기, 1-아이소인돌릴기, 2-아이소인돌릴기, 3-아이소인돌릴기, 4-아이소인돌릴기, 5-아이소인돌릴기, 6-아이소인돌릴기, 7-아이소인돌릴기, 2-퓨릴기, 3-퓨릴기, 2-벤조퓨란일기, 3-벤조퓨란일기, 4-벤조퓨란일기, 5-벤조퓨란일기, 6-벤조퓨란일기, 7-벤조퓨란일기, 1-아이소벤조퓨란일기, 3-아이소벤조퓨란일기, 4-아이소벤조퓨란일기, 5-아이소벤조퓨란일기, 6-아이소벤조퓨란일기, 7-아이소벤조퓨란일기, 1-다이벤조퓨란일기, 2-다이벤조퓨란일기, 3-다이벤조퓨란일기, 6-다이벤조퓨란일기, 7-다이벤조퓨란일기, 8-다이벤조퓨란일기, 9-다이벤조퓨란일기, 2-벤조사이오펜, 3-벤조사이오펜, 4-벤조사이오펜, 5-벤조사이오펜, 6-벤조사이오펜, 7-벤조사이오펜, 1-다이벤조사이오펜, 2-다이벤조사이오펜, 3-다이벤조사이오펜, 4-다이벤조사이오펜, 6-다이벤조사이오펜, 7-다이벤조사이오펜, 8-다이벤조사이오펜, 9-다이벤조사이오펜, 2-벤조포스폴, 3-벤조포스폴, 4-벤조포스폴, 5-벤조포스폴, 6-벤조포스폴, 7-벤조포스폴, 1-다이벤조포스폴, 2-다이벤조포스폴, 3-다이벤조포스폴, 4-이벤조포스폴, 6-이벤조포스폴, 7-다이벤조포스폴, 8-다이벤조포스폴, 9-이벤조포스폴, 2-벤조포스폴옥사이드, 3-벤조포스폴옥사이드, 4-벤조포스폴옥사이드, 5-벤조포스폴옥사이드, 6-벤조포스폴옥사이드, 7-벤조포스폴옥사이드, 1-다이벤조포스폴옥사이드, 2-다이벤조포스폴옥사이드, 3-다이벤조포스폴옥사이드, 4-다이벤조포스폴옥사이드, 6-다이벤조포스폴옥사이드, 7-다이벤조포스폴옥사이드, 8-다이벤조포스폴옥사이드, 9-다이벤조포스폴옥사이드, 퀴놀릴기, 3-퀴놀릴기, 4-퀴놀릴기, 5-퀴놀릴기, 6-퀴놀릴기, 7-퀴놀릴기, 8-퀴놀릴기, 1-아이소퀴놀릴기, 3-아이소퀴놀릴기, 4-아이소퀴놀릴기, 5-아이소퀴놀릴기, 6-아이소퀴놀릴기, 7-아이소퀴놀릴기, 8-아이소퀴놀릴기, 2-퀴녹살린일기, 5-퀴녹살린일기, 6-퀴녹살린일기, 1-페난트리딘일기, 2-페난트리딘일기, 3-페난트리딘일기, 4-페난트리딘일기, 6-페난트리딘일기, 7-페난트리딘일기, 8-페난트리딘일기, 9-페난트리딘일기, 10-페난트리딘일기, 1-아크리딘일기, 2-아크리딘일기, 3-아크리딘일기, 4-아크리딘일기, 9-아크리딘일기, 1,7-페난트룰린-2-일기, 1,7-페난트룰린-3-일기, 1,7-페난트룰린-4-일기, 1,7-페난트룰린-5-일기, 1,7-페난트룰린-6-일기, 1,7-페난트룰린-8-일기, 1,7-페난트룰린-9-일기, 1,7-페난트룰린-10-일기, 1,8-페난트룰린-2-일기, 1,8-페난트룰린-3-일기, 1,8-페난트룰린-4-일기, 1,8-페난트룰린-5-일기, 1,8-페난트룰린-6-일기, 1,8-페난트룰린-7-일기, 1,8-페난트룰린-9-일기, 1,8-페난트룰린-10-일기, 1,9-페난트룰린-2-일기, 1,9-페난트룰린-3-일기, 1,9-페난트룰린-4-일기, 1,9-페난트룰린-5-일기, 1,9-페난트룰린-6-일기, 1,9-페난트룰린-7-일기, 1,9-페난트룰린-8-일기, 1,9-페난트룰린-10-일기, 1,10-페난트룰린-2-일기, 1,10-페난트룰린-3-일기, 1,10-페난트룰린-4-일기, 1,10-페난트룰린-5-일기, 2,9-페난트룰린-1-일기, 2,9-페난트룰린-3-일기, 2,9-페난트룰린-4-일기, 2,9-페난트룰린-5-일기, 2,9-페난트룰린-6-일기, 2,9-페난트룰린-7-일기, 2,9-페난트룰린-8-일기, 2,9-페난트룰린-10-일기, 2,8-페난트룰린-1-일기, 2,8-페난트룰린-3-일기, 2,8-페난트룰린-4-일기, 2,8-페난트룰린-5-일기, 2,8-페난트룰-

린-6-일기, 2,8-페난트롤린-7-일기, 2,8-페난트롤린-9-일기, 2,8-페난트롤린일기, 2,7-페난트롤린-1-일기, 2,7-페난트롤린-3-일기, 2,7-페난트롤린-4-일기, 2,7-페난트롤린-5-일기, 2,7-페난트롤린-6-일기, 2,7-페난트롤린-8-일기, 2,7-페난트롤린-9-일기, 2,7-페난트롤린-10-일기, 1-페나진일기, 2-페나진일기, 1-페노싸이아진일기, 2-페노싸이아진일기, 3-페노싸이아진일기, 4-페노싸이아진일기, 10-페노싸이아진일기, 1-페녹사진일기, 2-페녹사진일기, 3-페녹사진일기, 4-페녹사진일기, 10-페녹사진일기, 2-옥사졸릴기, 4-옥사졸릴기, 5-옥사졸릴기, 2-옥사다이하졸릴기, 5-옥사다이하졸릴기, 3-푸라잔일기, 2-싸이엔일기, 3-싸이엔일기, 2-메틸피롤-1-일기, 2-메틸피롤-3-일기, 2-메틸피롤-4-일기, 2-메틸피롤-5-일기, 3-메틸피롤-1-일기, 3-메틸피롤-2-일기, 3-메틸피롤-4-일기, 3-메틸피롤-5-일기, 2-tert-부틸피롤-4-일기, 3-(2-페닐프로필)피롤-1-일기, 2-메틸-1-인돌릴기, 4-메틸-1-인돌릴기, 2-메틸-3-인돌릴기, 4-메틸-3-인돌릴기, 2-tert-부틸-1-인돌릴기, 4-tert-부틸-1-인돌릴기, 2-tert-부틸-3-인돌릴기 또는 4-tert-부틸-3-인돌릴기 등을 들 수 있다.

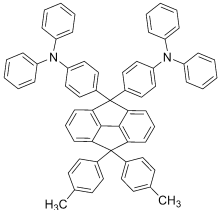
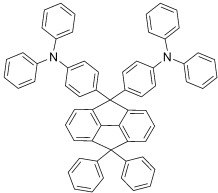
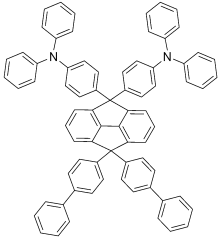
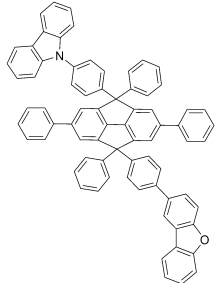
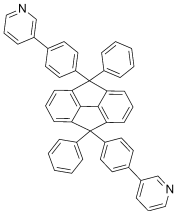
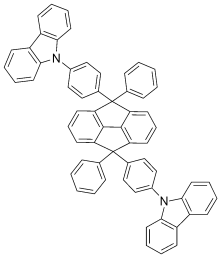
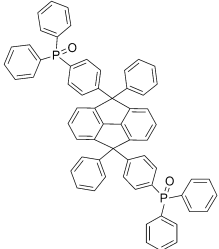
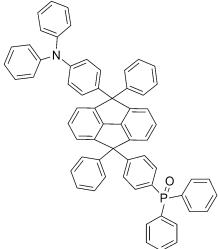
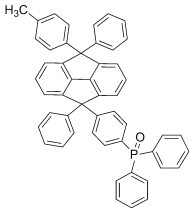
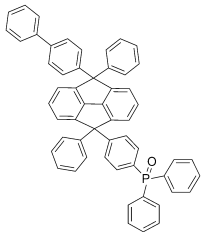
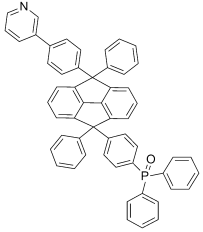
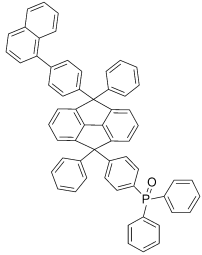
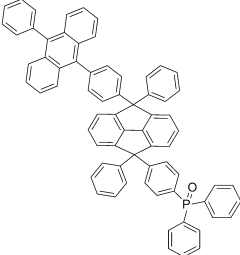
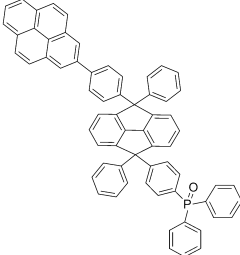
[0042] 또한 상기 R¹ 내지 R⁶의 C₁₋₉의 알킬기의 구체적인 예로서는 메틸, 에틸, n-프로필, n-펜틸기, n-부틸, n-헥실기, n-헵틸기, n-옥틸기, 아이소프로필기, sec-부틸기, 아이소부틸기, tert-부틸기 등을 들 수 있다.

[0043] 기존의 플루오렌(fluorene) 구조를 포함하는 플루오렌계 화합물의 문제점을 개선하기 위하여 본 발명에서는 플루오렌 구조의 장점을 가지고 우수한 양자효율을 나타내고, 열적 안정성 및 막안정성이 개선된 새로운 재료로서 시클로펜타플루오렌 구조를 갖는 유기화합물 제조하였다. 시클로펜타플루오렌 구조의 경우는 플루오렌 구조 보다 더욱 강직한 구조로 되어 있고, 결정화가 어려운 구조로 되어 있어, 막 형성시 결정화를 방지할 수 있으며, 이에 따라 열적 안정성도 개선할 수 있었고 우수한 양자효율을 나타내었다.

[0044] 이하에서, 본 발명의 시클로펜타플루오렌계 화합물 1 내지 737의 구조식을 표 1 내지 표 8에 예시하지만, 본 발명이 이들 화합물로 한정되는 것은 아니다.

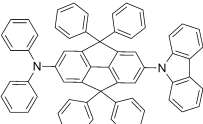
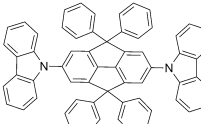
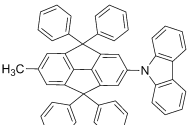
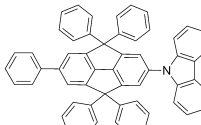
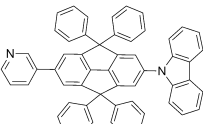
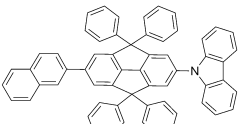
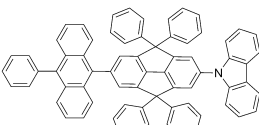
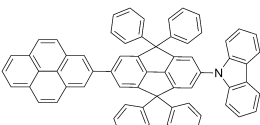
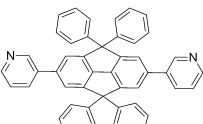
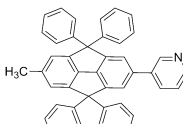
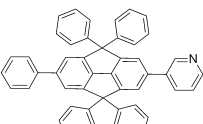
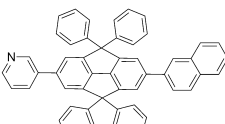
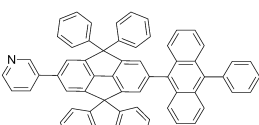
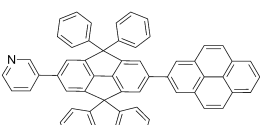
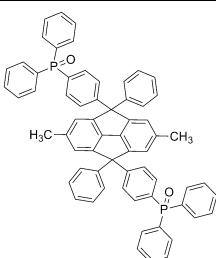
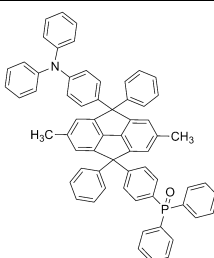
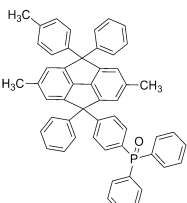
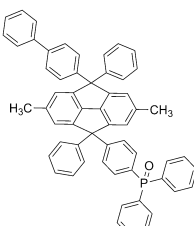
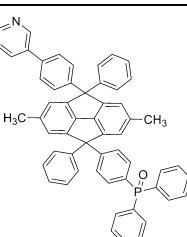
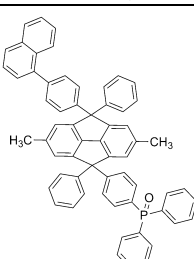
표 1

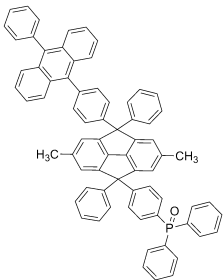
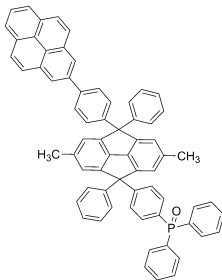
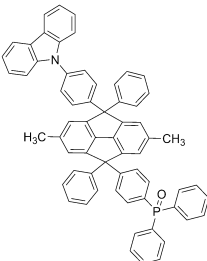
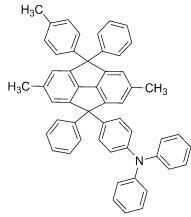
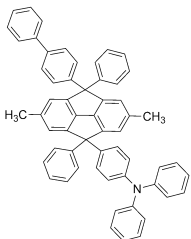
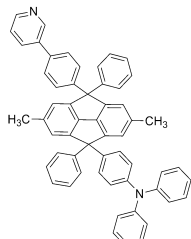
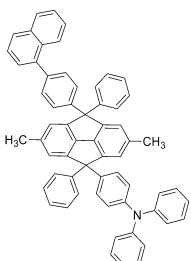
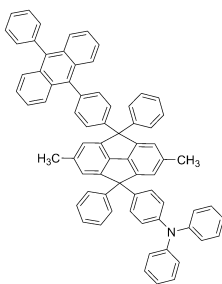
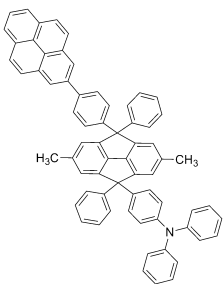
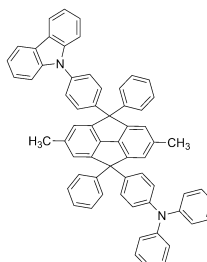
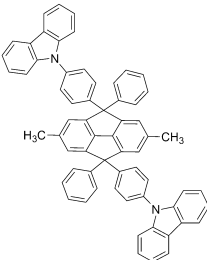
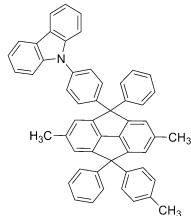
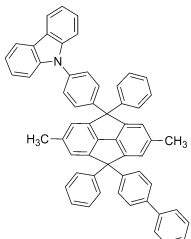
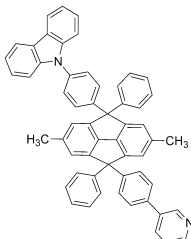
화합물	화학 구조식	화합물	화학구조식
1		2	
3		4	
5		6	
7		8	

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		66	
67		68	
69		70	
71		72	
73		74	
75		76	

77		78	
79		80	
81		82	
83		84	
85		86	
87		88	
89		90	

91		92	
93		94	
95		96	
97		98	
99		100	

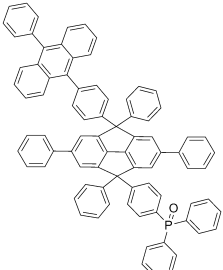
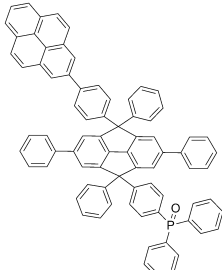
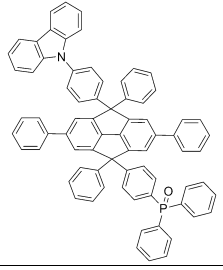
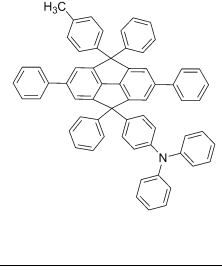
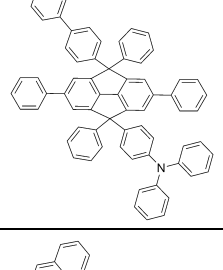
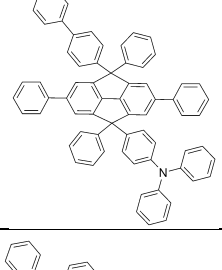
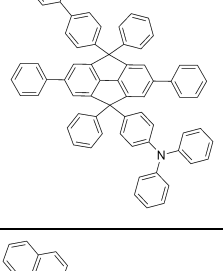
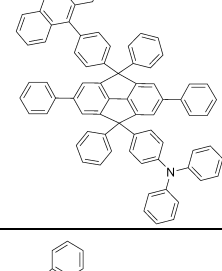
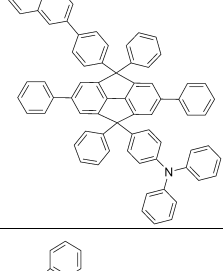
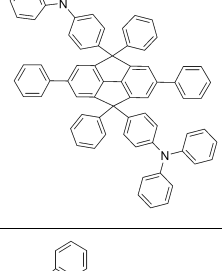
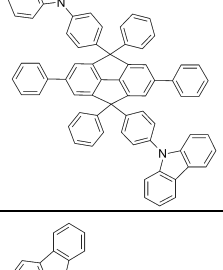
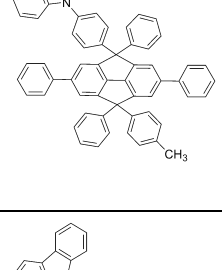
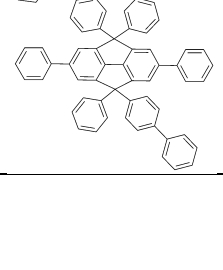
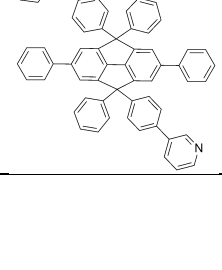
표 2

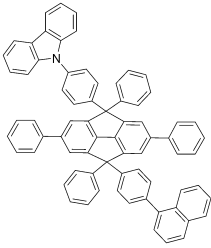
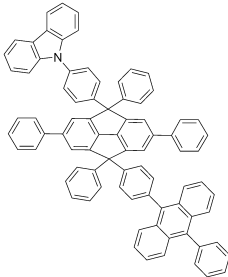
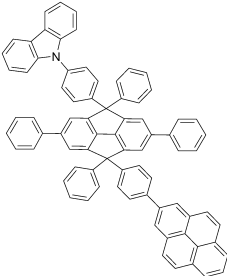
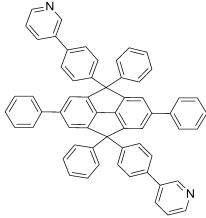
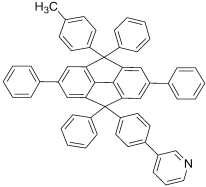
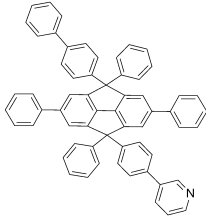
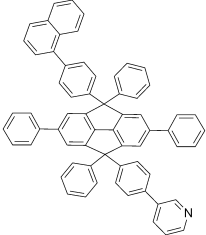
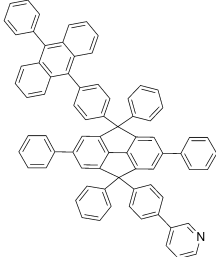
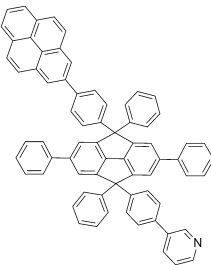
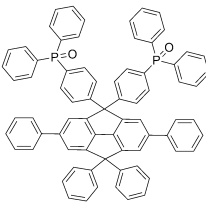
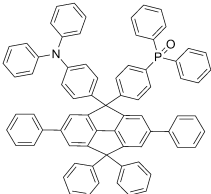
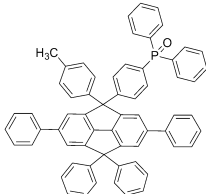
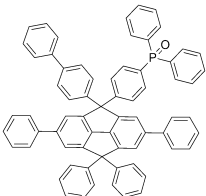
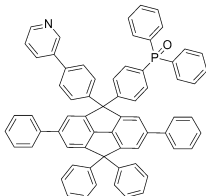
화합물	화학구조식	화합물	화학구조식
101		102	

[0046]

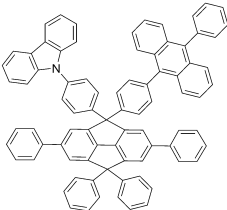
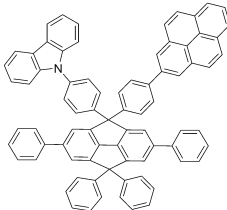
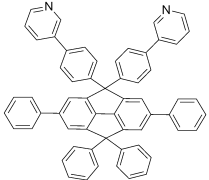
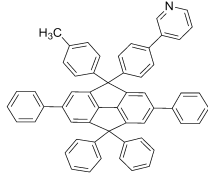
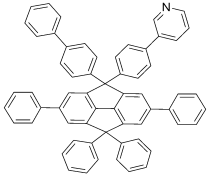
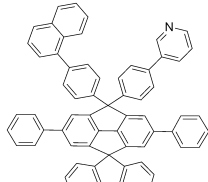
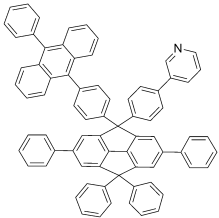
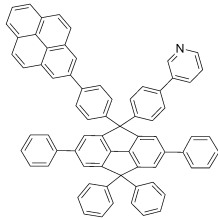
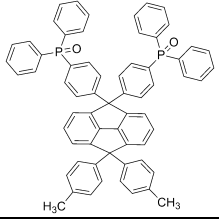
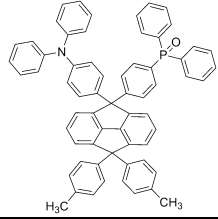
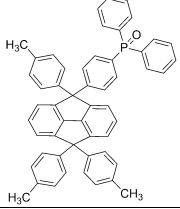
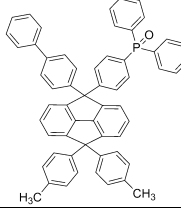
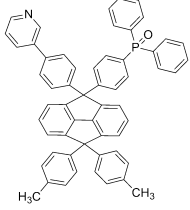
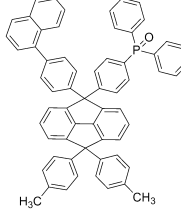
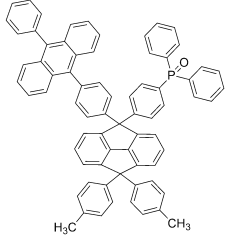
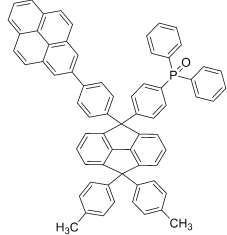
103		104	
105		106	
107		108	
109		110	
111		112	
113		114	
115		116	
117		118	

119		120	
121		122	
123		124	
125		126	
127		128	
129		130	
131		132	
133		134	

135		136	
137		138	
139		140	
141		142	
143		144	
145		146	
147		148	

149		150	
151		152	
153		154	
155		156	
157		158	
159		160	
161		162	

163		164	
165		166	
167		168	
169		170	
171		172	
173		174	
175		176	
177		178	

179		180	
181		182	
183		184	
185		186	
187		188	
189		190	
191		192	
193		194	

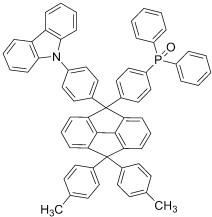
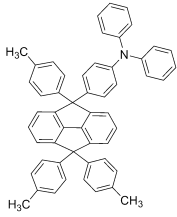
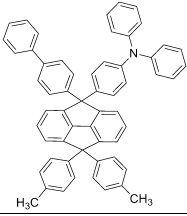
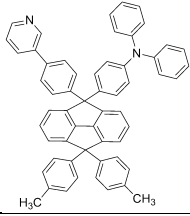
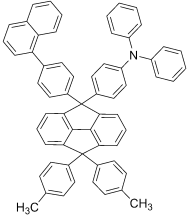
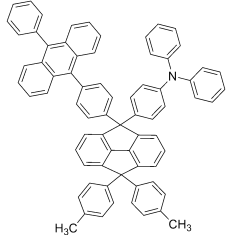
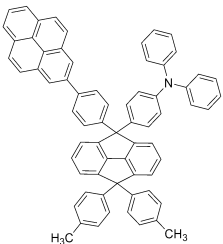
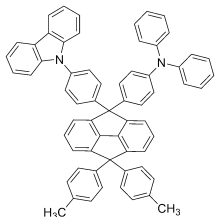
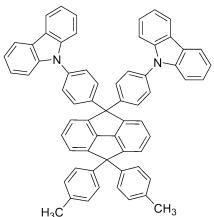
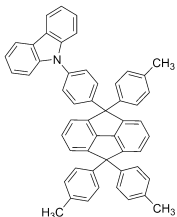
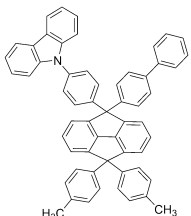
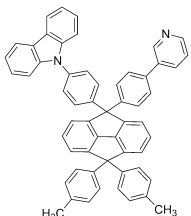
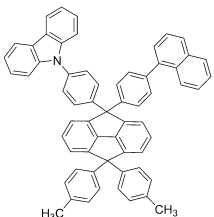
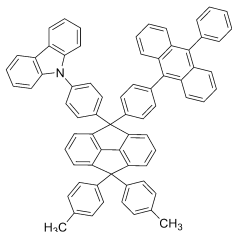
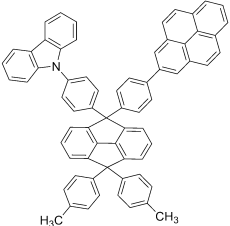
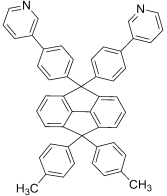
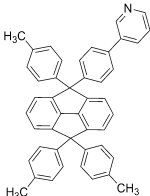
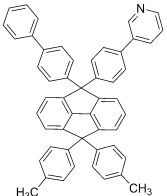
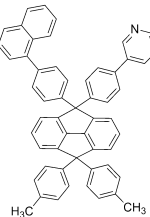
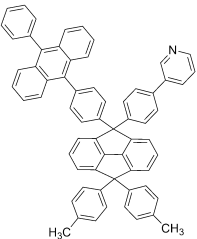
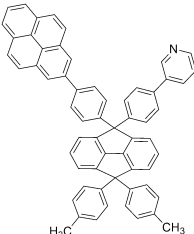
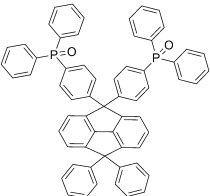
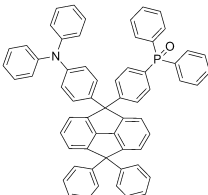
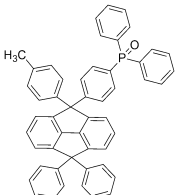
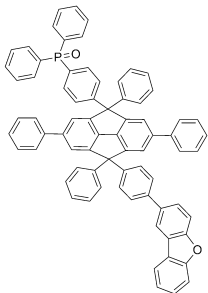
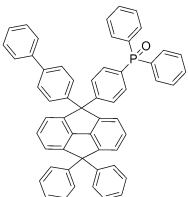
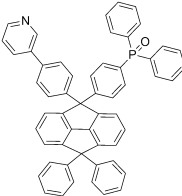
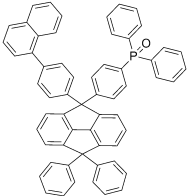
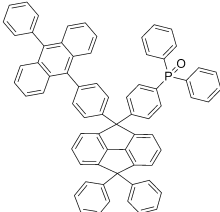
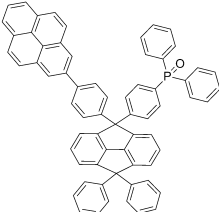
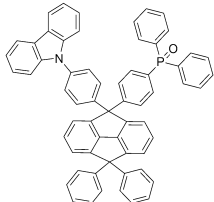
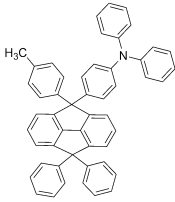
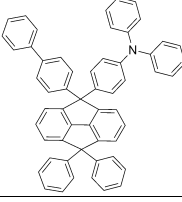
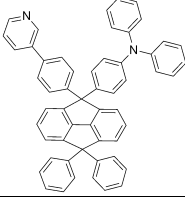
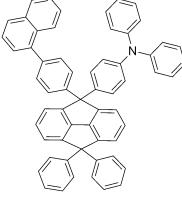
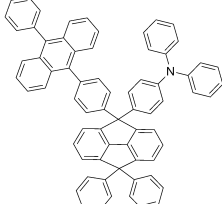
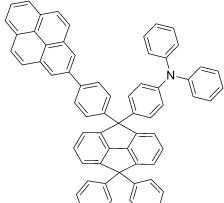
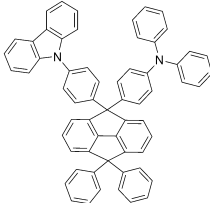
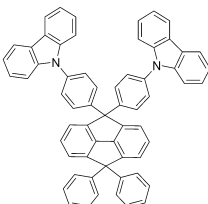
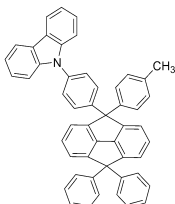
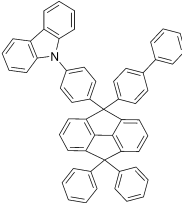
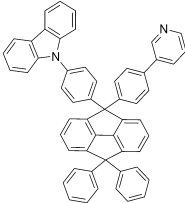
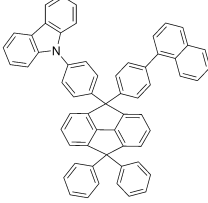
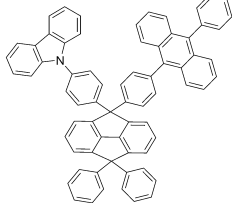
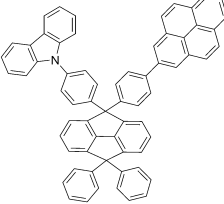
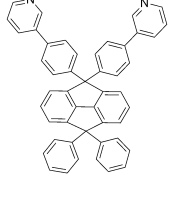
195		196	
197		198	
199		200	

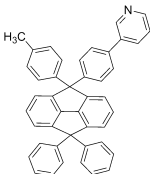
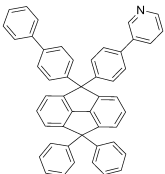
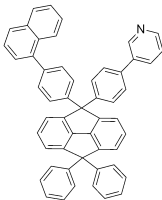
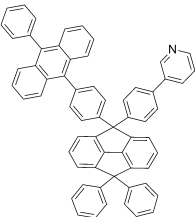
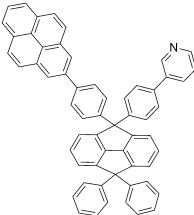
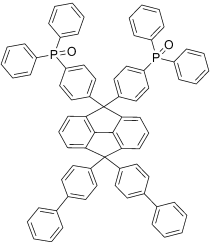
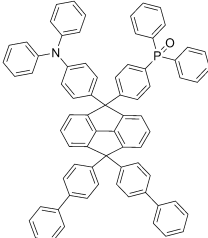
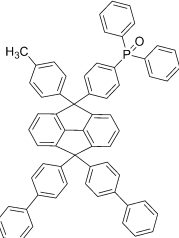
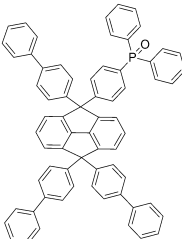
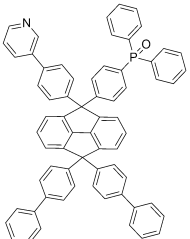
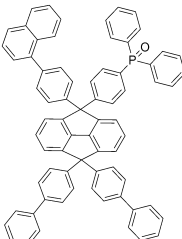
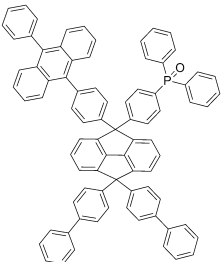
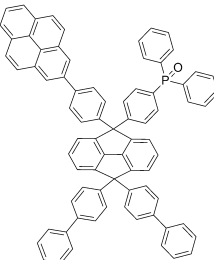
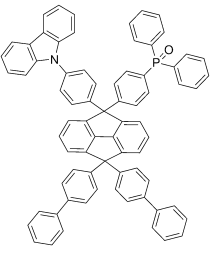
표 3

[0047]

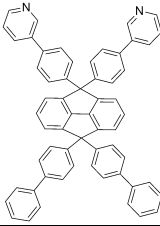
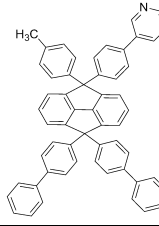
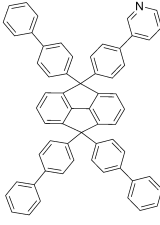
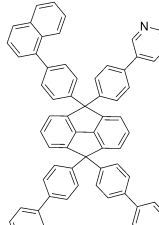
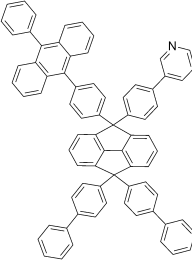
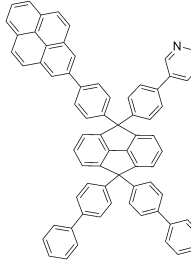
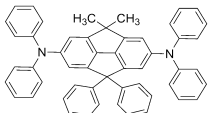
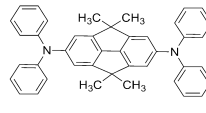
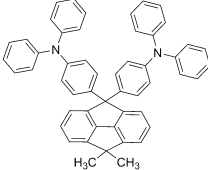
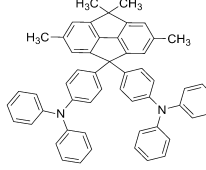
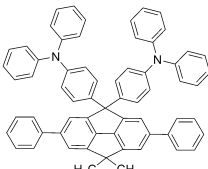
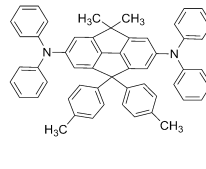
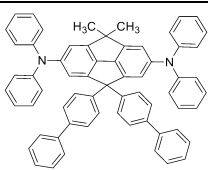
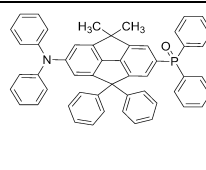
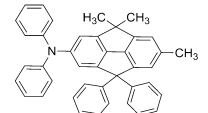
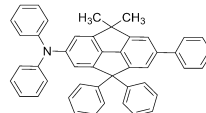
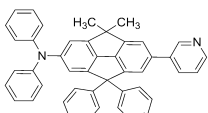
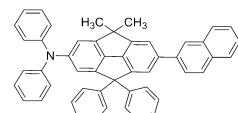
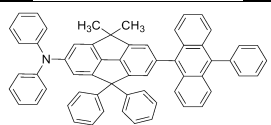
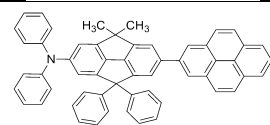
화합물	화학구조식	화합물	화학구조식
201		202	
203		204	
205		206	
207		208	

209		210	
211		212	
213		214	
215		216	
217		218	
219		220	
221		222	
223		224	

225		226	
227		228	
229		230	
231		232	
233		234	
235		236	
237		238	
239		240	

241		242	
243		244	
245		246	
247		248	
249		250	
251		252	
253		254	

255		256	
257		258	
259		260	
261		262	
263		264	
265		266	
267		268	

269		270	
271		272	
273		274	
275		276	
277		278	
279		280	
281		282	
283		284	
285		286	
287		288	

289		290	
291		292	
293		294	
295		296	
297		298	
299		300	

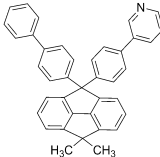
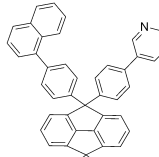
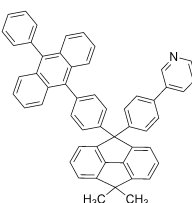
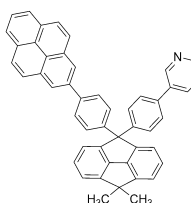
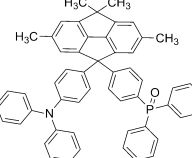
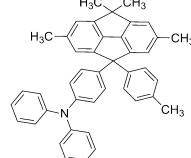
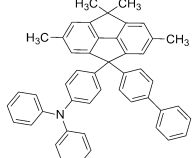
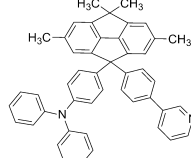
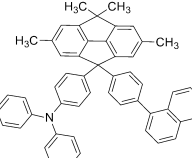
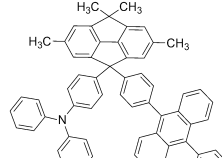
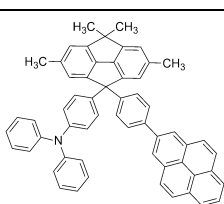
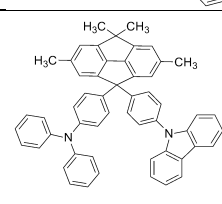
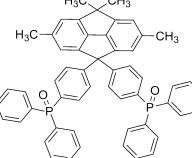
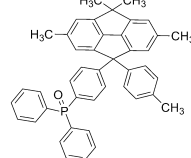
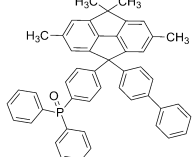
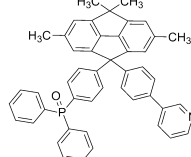
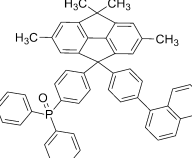
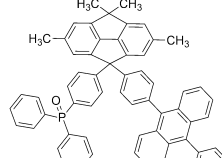
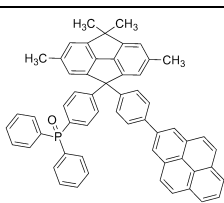
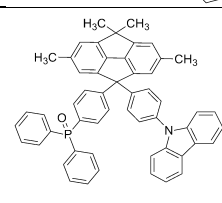
표 4

[0048]

화합물	화학구조식	화합물	화학구조식
301		302	
303		304	
305		306	
307		308	
309		310	
311		312	
313		314	
315		316	

317		318	
319		320	
321		322	
323		324	
325		326	
327		328	
329		330	
331		332	
333		334	
335		336	
337		338	
339		340	
341		342	
343		344	

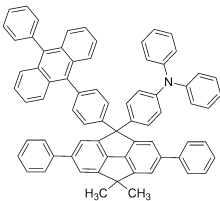
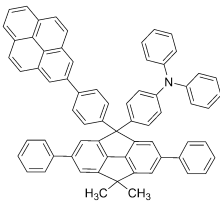
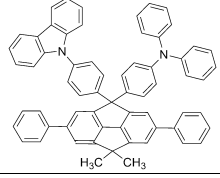
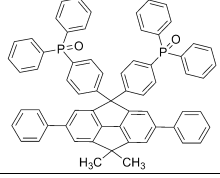
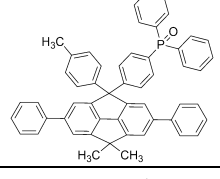
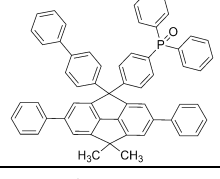
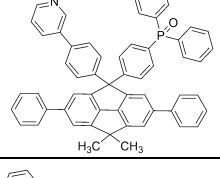
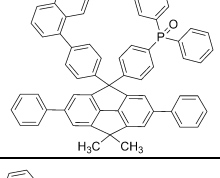
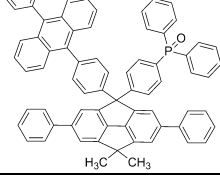
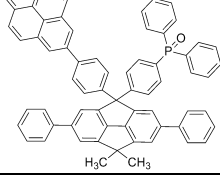
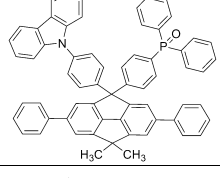
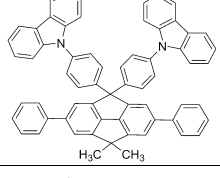
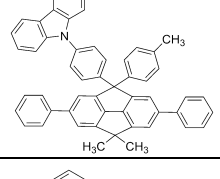
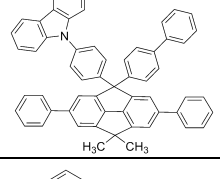
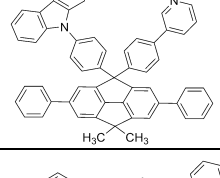
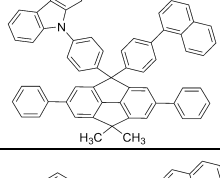
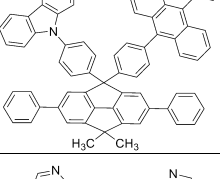
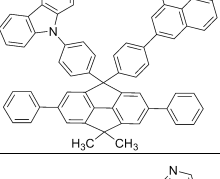
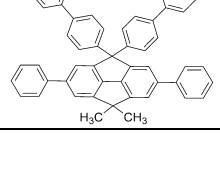
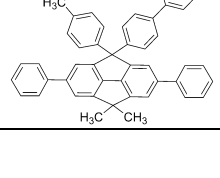
345		346	
347		348	
349		350	
351		352	
353		354	
355		356	
357		358	
359		360	
361		362	
363		364	

365		366	
367		368	
369		370	
371		372	
373		374	
375		376	
377		378	
379		380	
381		382	
383		384	

385		386	
387		388	
389		390	
391		392	
393		394	
395		396	
397		398	
399		400	

표 5

화합물	화학구조식	화합물	화학구조식
401		402	

403		404	
405		406	
407		408	
409		410	
411		412	
413		414	
415		416	
417		418	
419		420	
421		422	

423		424	
425		426	
427		428	
429		430	
431		432	
433		434	
435		436	
437		438	
439		440	
441		442	
443		444	
445		446	

447		448	
449		450	
451		452	
453		454	
455		456	
457		458	
459		460	
461		462	
463		464	
465		466	
467		468	

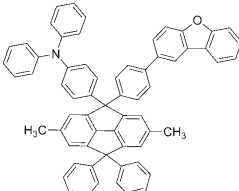
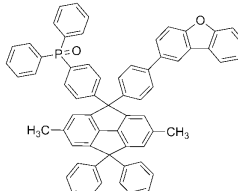
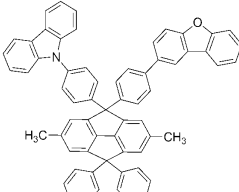
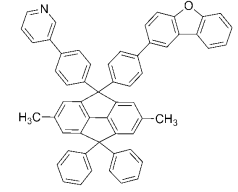
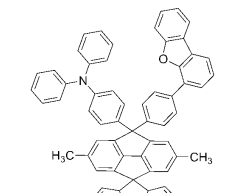
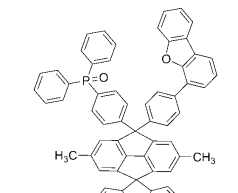
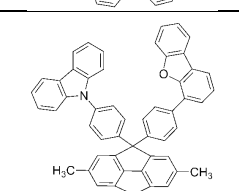
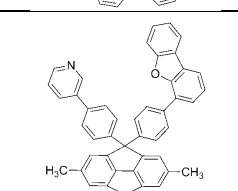
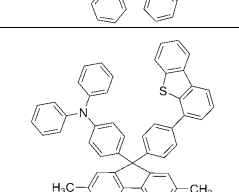
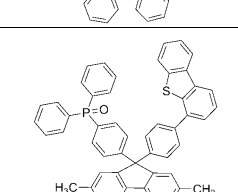
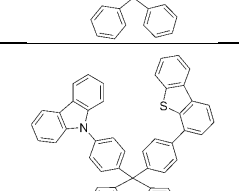
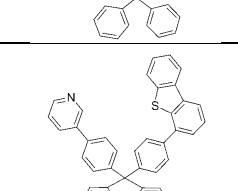
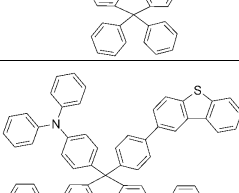
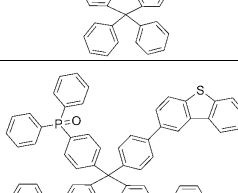
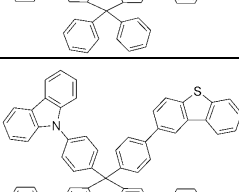
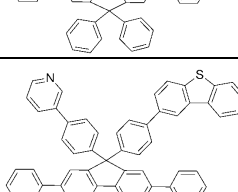
469		470	
471		472	
473		474	
475		476	
477		478	
479		480	
481		482	
483		484	
485		486	
487		488	

489		490	
491		492	
493		494	
495		496	
497		498	
499		500	

표 6

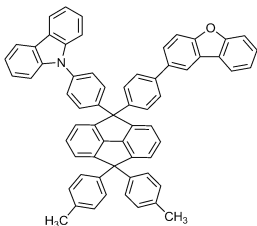
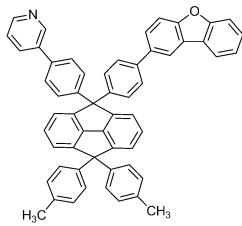
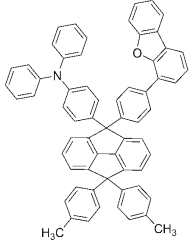
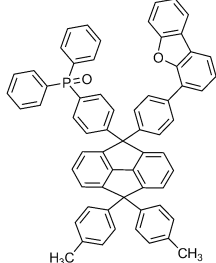
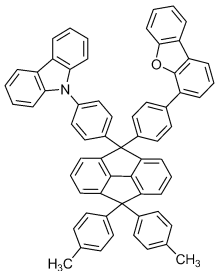
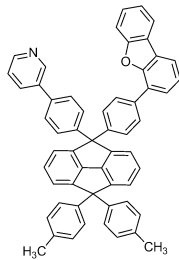
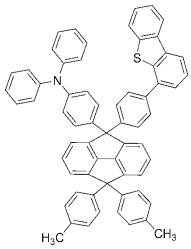
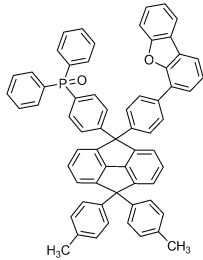
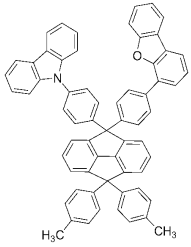
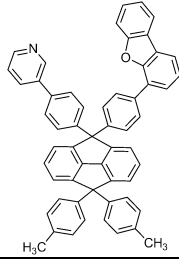
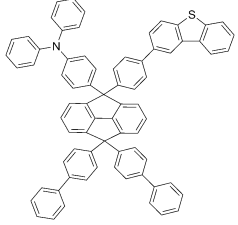
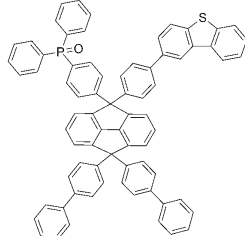
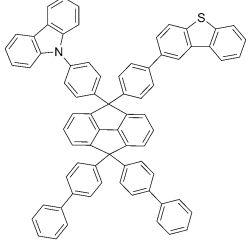
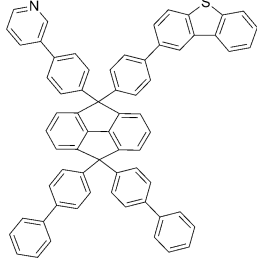
[0050]

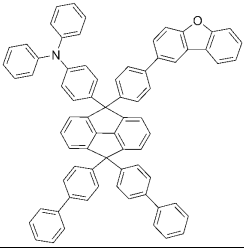
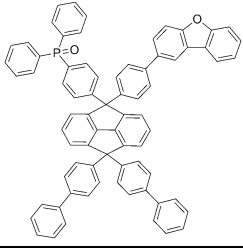
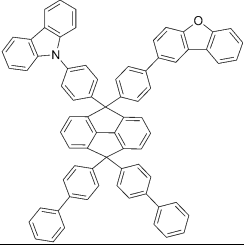
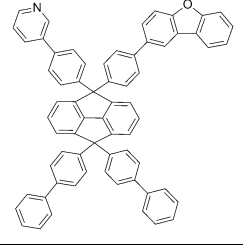
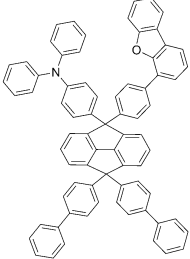
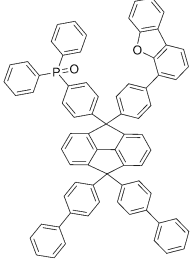
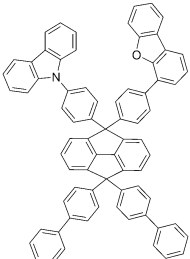
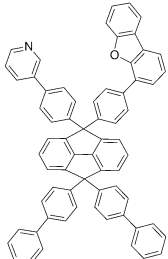
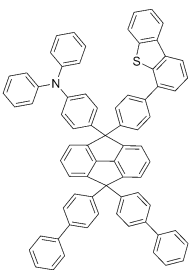
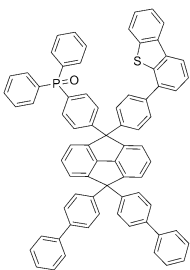
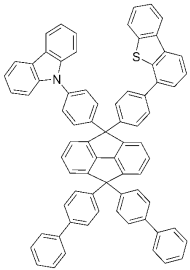
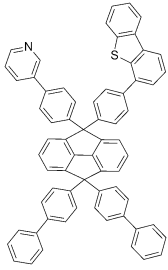
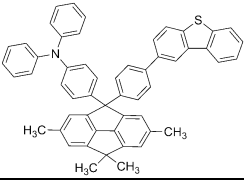
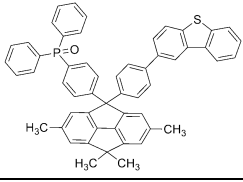
화합물	화학구조식	화합물	화학구조식
501		502	
503		504	

505		506	
507		508	
509		510	
511		512	
513		514	
515		516	
517		518	
519		520	

521		522	
523		524	
525		526	
527		528	
529		530	
531		532	
533		534	
535		536	
537		538	

539		540	
541		542	
543		544	
545		546	
547		548	
549		550	
551		552	
553		554	

555		556	
557		558	
559		560	
561		562	
563		564	
565		566	
567		568	

569		570	
571		572	
573		574	
575		576	
577		578	
579		580	
581		582	

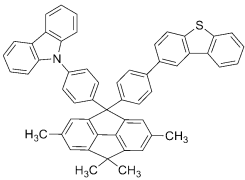
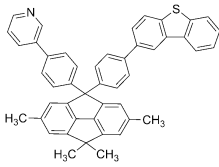
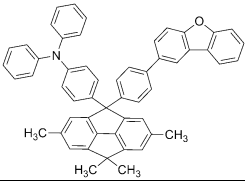
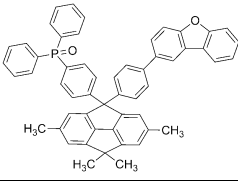
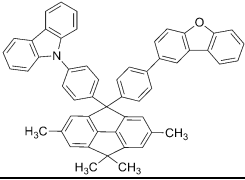
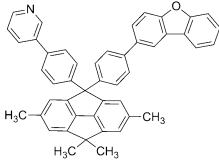
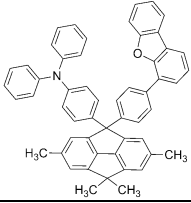
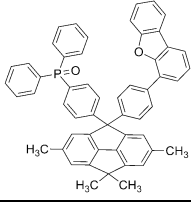
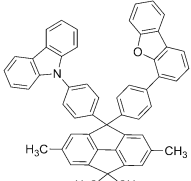
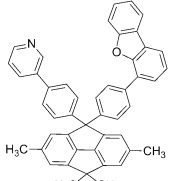
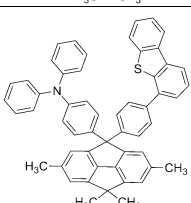
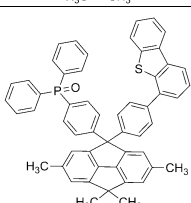
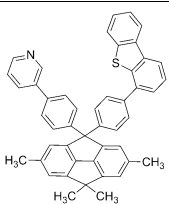
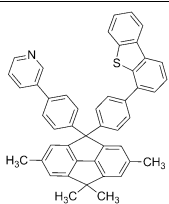
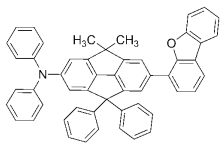
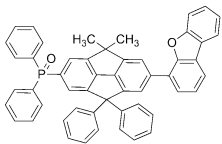
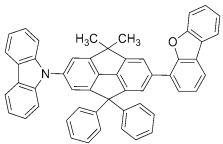
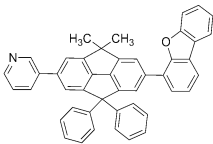
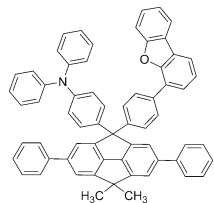
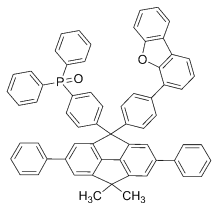
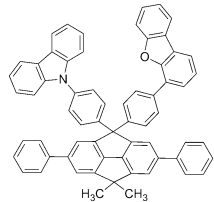
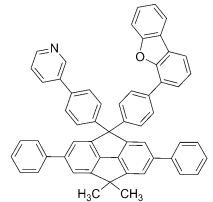
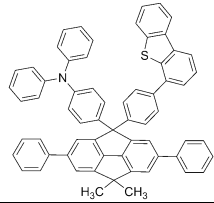
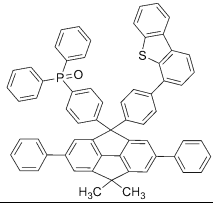
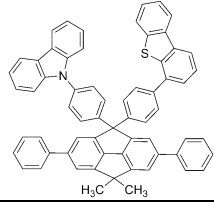
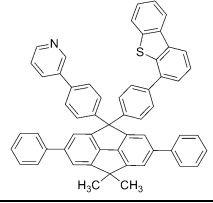
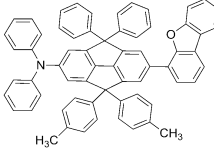
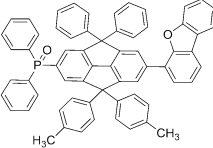
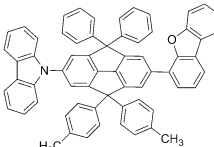
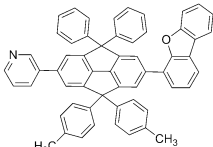
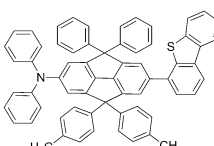
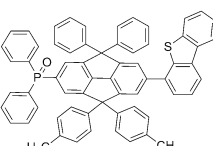
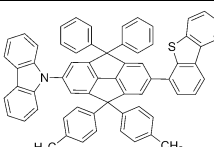
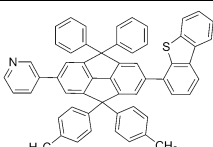
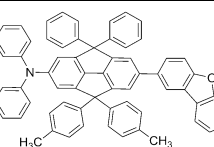
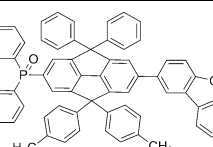
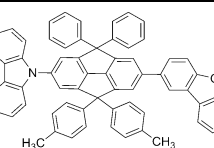
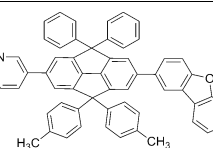
583		584	
585		586	
587		588	
589		590	
591		592	
593		594	
595		596	
597		598	
599		600	

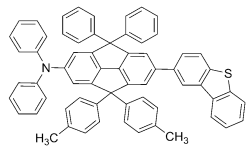
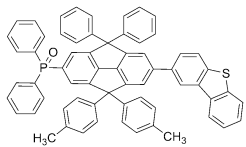
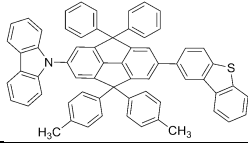
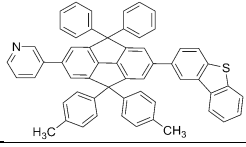
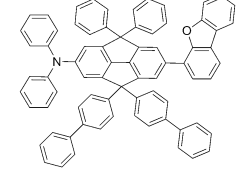
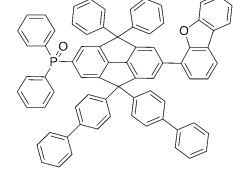
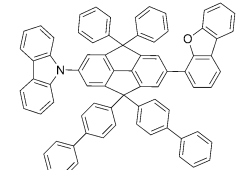
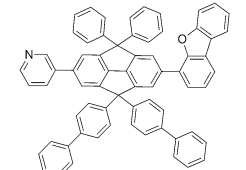
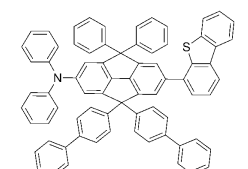
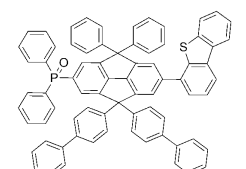
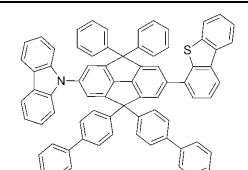
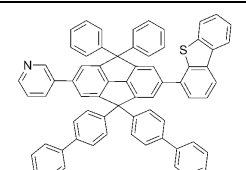
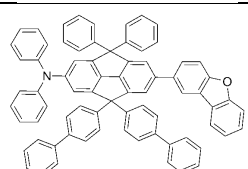
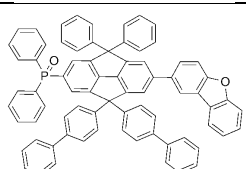
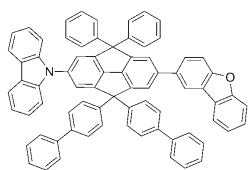
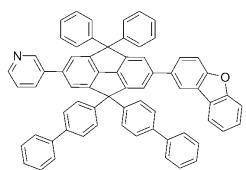
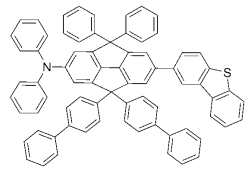
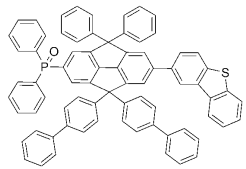
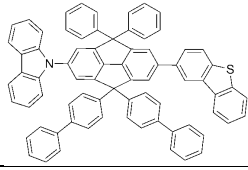
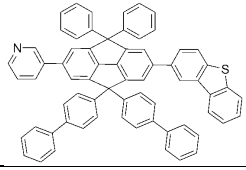
표 7

[0051]

화합물	화학구조식	화합물	화학구조식
601		602	
603		604	
605		606	
607		608	
609		610	
611		612	
613		614	
615		616	
617		618	
619		620	
621		622	
623		624	
625		626	

627		628	
629		630	
631		632	
633		634	
635		636	
637		638	
639		640	
641		642	
643		644	
645		646	
647		648	
649		650	
651		652	

653		654	
655		656	
657		658	
659		660	
661		662	
663		664	
665		666	
667		668	
669		670	
671		672	

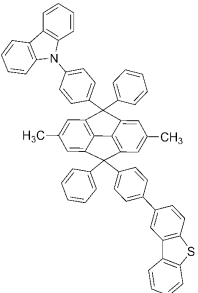
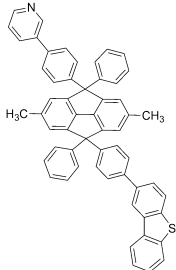
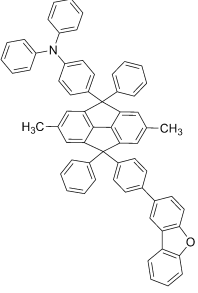
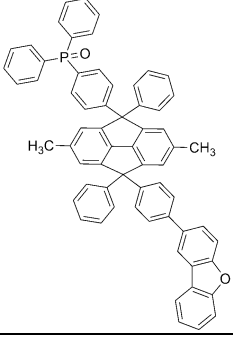
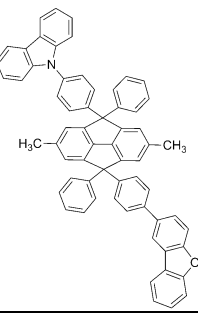
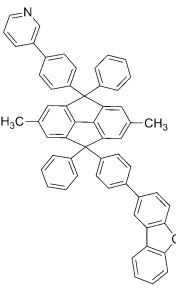
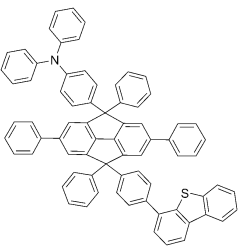
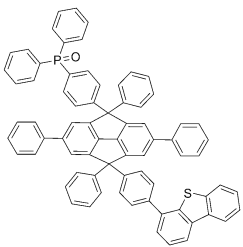
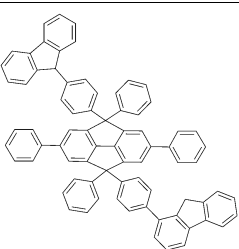
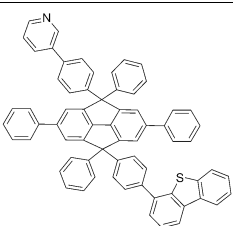
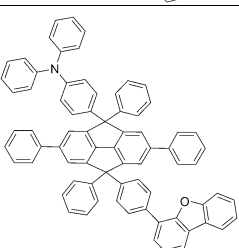
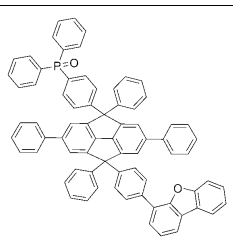
673		674	
675		676	
677		678	
679		680	
681		682	
683		684	
685		686	
687		688	
689		690	
691		692	

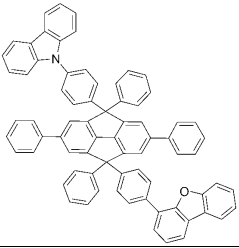
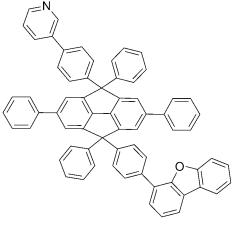
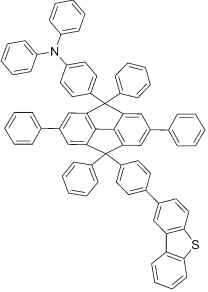
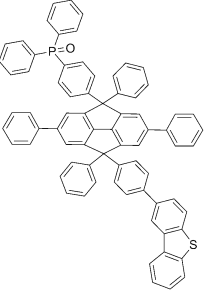
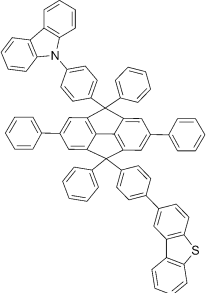
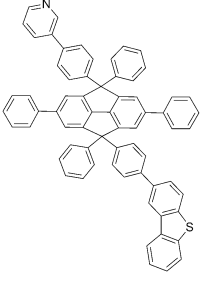
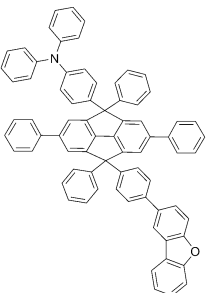
693		694	
695		696	
697		698	
699		700	

표 8

701		702	
703		704	

705		706	
707		708	
709		710	
711		712	
713		714	
715		716	
717		718	

719		720	
721		722	
723		724	
725		726	
727		728	
729		730	

731		732	
733		734	
735		736	
737			

[0053] 본 발명에 따른 유기전계 발광소자를 첨부도면을 참조하여 설명하기로 한다. 도 1은 본 발명의 유기전계 발광소자의 구조를 개략적으로 나타낸 도면이다. 상기한 화학식 1로 표시되는 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 유기전계 발광소자는 다양한 구조로 실현될 수 있다.

[0054] 도 1을 참고하면, 본 발명의 실시예는, 제1전극(110); 상기 제1전극과 마주하여 형성되는 제2전극(150); 및 상기 제1전극(110)과 상기 제2전극(150) 사이에 형성되는 유기물층(120,130,140)을 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서, 상기 유기물층(120,130,140)은 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자를 제공한다.

[0055] 본 발명의 다른 실시예는 제1전극(110), 제2전극(150), 발광층(130), 정공수송층(120) 및 전자수송층(140)을 포함하고, 상기 발광층(130)은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서, 상기 정공수송층(120)은 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함할 수 있다. 여기서 상기 전자수송층(140) 또는 상기 호스트는 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함할 수 있다.

[0056] 본 발명의 다른 실시예는 또한, 제1전극(110), 제2전극(150), 발광층(130), 정공수송층(120) 및 전자수송층(140)을 포함하고, 상기 발광층(130)은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서, 상기 전자수송층(140)은 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자를 제공할 수 있다.

[0057] 본 발명의 다른 실시예는 또한, 제1전극(110), 제2전극(150), 발광층(130), 정공수송층(120) 및 전자수송층

(140)을 포함하고, 상기 발광층(130)은 호스트와 도펀트를 포함하는 유기전계 발광소자에 있어서, 상기 호스트는 상기 시클로펜타플루오렌계 화합물을 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자를 제공할 수 있다.

[0058] 또한 본 발명의 다른 실시예에 따르면 상기 유기전계 발광소자는 정공주입층 또는 전자주입층을 추가로 포함할 수 있다.

[0059] 상기 유기전계 발광소자는 바람직하게는 투명기관에 의하여 지지된다. 투명기관의 재료로는 양호한 기계적 강도, 열안정성 및 투명성을 갖는 한 특별한 제한은 없다. 구체적인 예를 들면, 유리, 투명 플라스틱 필름 등을 사용할 수 있다.

[0060] 본 발명의 유기전계 발광소자의 양극재료로서는 4eV 이상의 일함수를 갖는 금속, 합금, 전기전도성 화합물 또는 이의 혼합물을 사용할 수 있다. 구체적으로는 금속인 Au 또는 CuI, ITO(인듐 주석 산화물), SnO₂ 및 ZnO와 같은 투명 전도성 재료를 들 수 있다. 양극 필름의 두께는 10 내지 200nm 가 바람직하다.

[0061] 본 발명의 유기전계 발광소자의 음극 재료로서는 4eV 미만의 일함수를 갖는 금속, 합금, 전기 전도성 화합물 또는 이의 혼합물을 사용할 수 있다. 구체적으로는, Na, Na-K 합금, 칼슘, 마그네슘, 리튬, 리튬 합금, 인듐, 알루미늄, 마그네슘 합금, 알루미늄 합금을 들 수 있다. 이외에, 알루미늄/AlO₂, 알루미늄/리튬, 마그네슘/은 또는 마그네슘/인듐 등도 사용될 수 있다. 음극필름의 두께는 10 내지 200nm 가 바람직하다. 유기 EL 소자의 발광 효율을 높이기 위해서는 하나 이상의 전극은 바람직하게는 10% 이상의 광투과율을 가지는 것이 바람직하다. 전극의 쉬트저항은 바람직하게는 수백 Ω/mm 이하이다. 전극의 두께는 10nm 내지 1μm, 보다 바람직하게는 10 내지 400nm 이다. 이러한 전극은 화학적 기상증착(CVD), 물리적 기상증착(PVD) 등의 기상증착법 또는 스퍼터링법을 통하여 상기한 전극 재료를 박막으로 형성하여 제조할 수 있다.

[0062] 본 발명의 정공수송층 또는 정공주입층은 정공 수송 물질 및 정공 주입 물질로서 광전도성 재료 중에서 정공 수송 물질로서 통상적으로 사용되는 재료 및 유기 EL 소자의 정공 수송층 또는 정공 주입층의 형성에 사용되는 공지된 재료를 포함할 수 있다. 예를 들면, N,N-dicarbazolyl-3,5-benzene(mCP), poly(3,4-ethylenedioxythiophene):polystyrenesulfonate (PEDOT:PSS), N, N' -di(1-naphthyl)-N, N' -diphenylbenzidine(NPD), N,N'-디페닐-N,N'-디(3-메틸페닐)-4,4'-디아미노비페닐(TPD), N,N'-디페닐-N,N'-디나프틸-4,4'-디아미노비페닐, N,N,N',N'-테트라-p-톨릴-4,4'-디아미노비페닐, N,N,N',N'-테트라페닐-4,4'-디아미노비페닐, 코퍼(II)1,10,15,20-테트라페닐-21H,23H-포피린 등과 같은 포피린(porphyrin)화합물 유도체, 주쇄 또는 측쇄내에 방향족 3차아민을 갖는 중합체, 1,1-비스(4-디-p-톨릴아미노페닐)시클로헥산, N,N,N-트리(p-톨릴)아민, 4, 4', 4'-트리스[N-(3-메틸페닐)-N-페닐아미노]트리페닐아민과 같은 트리아릴아민 유도체, N-페닐카르바졸 및 폴리비닐카르바졸과 같은 카르바졸 유도체, 무금속 프탈로시아닌, 구리프탈로시아닌과 같은 프탈로시아닌 유도체, 스타버스트 아민 유도체, 엔아민스틸벤계 유도체, 방향족 삼급아민과 스티릴 아민 화합물의 유도체, 및 폴리실란 등을 들 수 있다.

[0063] 본 발명의 전자 수송층은 공지의 전자 수송 물질, 예를 들면 diphenylphosphine oxide-4-(triphenylsilyl)phenyl (TSP01), Alq₃, 2,5-디아릴 실롤 유도체(PyPySPyPy), 퍼플루오로네이티드 화합물(PF-6P), Octasubstituted cyclooctatetraene 화합물(COTs)을 포함할 수 있다.

[0064] 본 발명의 유기전계 발광소자에 있어서, 전자 주입층, 전자 수송층, 정공 수송층 및 정공 주입층은 상기한 화합물의 하나 이상의 종류를 함유하는 단일 층으로 형성되거나, 또는 상호 적층된, 상이한 종류의 화합물을 함유하는 복수의 층으로 구성될 수 있다.

[0065] 본 발명의 유기전계 발광소자의 발광층은 공지된 발광재료, 예를 들면 측광 형광재료, 형광증백제, 레이저 색소, 유기 신틸레이터 및 형광 분석용 시약을 포함할 수 있다. 구체적으로는, 카바졸계 화합물, 포스핀옥사이드계 화합물, 카바졸계 포스핀옥사이드 화합물, bis((3,5-difluoro-4-cyanophenyl)pyridine) iridium picolinate(FCNIRpic), tris(8-hydroxyquinoline) aluminum(Alq₃), 안트라센, 페난트렌, 피렌, 크리센, 페릴렌, 코로넨, 루브렌 및 퀴나크리돈과 같은 폴리아로마틱 화합물, 퀴터페닐과 같은 올리고페닐렌 화합물, 1,4-비스(2-메틸스티릴)벤젠, 1,4-비스(4-메틸스티릴)벤젠, 1,4-비스(4-메틸-5-페닐-2-옥사졸릴)벤젠, 1,4-비스(5-페닐-2-옥사졸릴)벤젠, 2,5-비스(5-t-부틸-2-벤즈옥사졸릴)사이오렌, 1,4-디페닐-1,3-부타디엔, 1,6-디페닐-1,3,5-헥사트리엔, 1,1,4,4-테트라페닐-1,3-부타디엔과 같은 액체신틸레이션용 신틸레이터, 옥신 유도체의 금속착체, 쿠마린 색소, 디시아노메틸렌피란 색소, 디시아노메틸렌사이오피란 색소, 폴리메틴 색소, 옥소벤즈안트라센 색소, 크산텐 색소, 카르보스티릴 색소, 페릴렌 색소, 옥사진 화합물, 스티벤 유도체, 스피로 화합물, 옥

사디아졸 화합물 등을 포함할 수 있다.

[0066] 본 발명의 유기 EL 소자를 구성하는 각 층은 진공 증착, 스핀 코팅 또는 캐스팅과 같은 공지된 방법을 통하여 박막으로 형성시키거나, 각 층에서 사용되는 재료를 이용하여 제조할 수 있다. 이들 각층의 막두께에 대해서는 특별한 제한은 없으며, 재료의 특성에 따라 알맞게 선택할 수 있으나, 보통 2nm 내지 5,000nm의 범위에서 결정될 수 있다.

[0067] 본 발명의 따른 화학식 1의 화합물은 진공 증착법에 의하여 형성될 수 있으므로, 박막 형성 공정이 간편하고, 핀홀(pin hole)이 거의 없는 균질한 박막으로 용이하게 얻을 수 있는 장점이 있다.

[0068] 이하, 실시예를 통하여 본 발명에 따른 시클로펜타플루오렌계 화합물 및 이를 포함하는 유기전계 발광소자의 제조방법을 더욱 구체적으로 설명한다. 그러나 이는 예시를 위한 것으로서 이에 의하여 본 발명의 범위가 한정되는 것이 아니다.

[0069] [실시예]

[0070] 본 발명에 따르면, 먼저 본 발명의 시클로펜타플루오렌계 화합물을 제조하였고, 이 화합물을 사용하여 유기전계 발광소자를 제조하였다. 하기 제조예 및 실시예는 본 발명을 구체적으로 예시하기 위한 것으로, 이로써 본 발명이 제한되어서는 안 된다.

[0071] 제조예 1. 중간체 2,2'-다이브로모바이페닐 화합물의 합성

[0072] 1,2-다이브로모벤젠 10.00g을 테트라하이드로퓨란 100ml에 녹인 후 온도를 -78℃로 만들어 주었다. 그 후에 부틸리튬 8.86ml를 천천히 적가 시켜주었다. 천천히 상온으로 올려주었다. 증류수를 부어 반응을 종결시키고 다이클로로메탄으로 추출하여 용매를 건조하였다. 반응물을 헥산으로 재결정으로 정제하여 중간체 2,2'-다이브로모바이페닐 화합물을 얻을 수 있었다.

[0073] 제조예 2. 중간체(1) 4,8-비스(4-브로모페닐)-4,8-디페닐-4,8-디히드로시클로펜타플루오렌 화합물의 합성.

[0074] 2,2'-다이브로모바이페닐 3g을 테트라하이드로퓨란 25mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 만들어 주었다. 그 후에 2.5몰 부틸리튬 8.84mL를 천천히 적가 시켜주었다. 그대로 2시간동안 교반하고 35mL 테트라하이드로퓨란에 녹인 5.77g 4-브로모-벤조페논을 천천히 적가하였다. 상온으로 천천히 승온시킨다. 2% 탄산수소나트륨 수용액 50mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조시킨다. 이 고체에 아세트산 30mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 황산을 3mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체(1) 4,8-비스(4-브로모페닐)-4,8-디페닐-4,8-디히드로시클로펜타플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0075] 제조예 3. 화합물 1의 합성



[0076]

[0077] 화합물 중간체(1) 0.70g, 다이페닐아민 0.46g, 팔라듐 촉매를 넣고 톨루엔 20mL에 다 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.26g과 터트-포스핀 0.22g을 적가 하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 옅은 노란색 파우더인 화합물 1을 얻을 수 있었다.

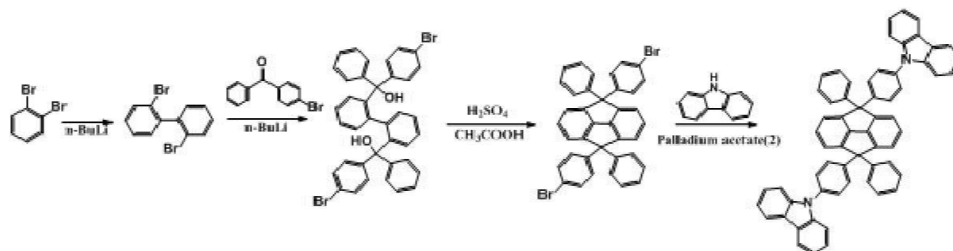
[0078] 합성한 화합물 1은 유리전이온도가 143℃로 높은 값을 보였다.

[0079] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0080] NMR-1H(200 MHz, CDC13) : δ 7.75(d, 2H), 7.50(d, 2H), 7.35-7.16(m, 22H), 6.81(t, 4H), 6.63(m, 8H), 6.55(s, 2H), 6.39(d, 2H)

[0081] MS (FAB) m/z 814 $[(M + 1)^+]$.

[0082] 제조예 4. 화합물 14의 합성



[0083]

[0084] 화합물 중간체(1) 0.80g, 9H-카바졸 0.52g, 팔라듐 촉매를 넣고 톨루엔 30mL에 다 녹인다. 시약이 다 녹으면 1몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.30g과 터트-포스핀 0.25g을 적가 하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 14를 얻을 수 있었다.

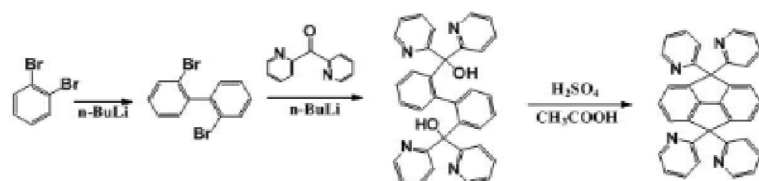
[0085] 합성한 화합물 2는 유리전이온도가 151℃로 높은 값을 보였다.

[0086] 핵자기 공명분석과 질량 분석을 하여 얻은 분석자료는 다음과 같다.

[0087] NMR-1H (200Hz, CDC13) : 7.77-7.75(m, 12H), 7.45(m, 12H), 7.27(d, 4H), 7.16-7.14(m, 6H), 6.98-6.95(m, 6H)

[0088] MS (FAB) m/z 878 $[(M+1)^+]$

[0089] 제조예 5. 화합물 3의 합성



[0090]

[0091] 중간체 2,2 '-다이브로모바이페닐 1.00g을 테트라하이드로퓨란 20mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃ 까지 내린다. 2.5몰 부틸리튬 2.94mL를 천천히 적가하였다. 온도를 유지하며 2시간동안 교반을 해준 뒤, 테트라하이드로퓨란에 녹인 다이-2-피리딜-케톤을 천천히 적가하였다. 온도를 천천히 올려준다. 2% 탄산수소나트륨 수용액을 넣어 2시간 교반시켜준다.

[0092] 다이클로로메탄과 증류수로 추출 해준 뒤 용매를 건조시킨다. 아세트산 30mL를 넣어 다 녹여준 뒤 황산 3mL를 넣고 온도를 올려 환류 시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄으로 추출해 준 뒤 용매를 건조 하고 이 고체를 여과 정제하여 결정 상태에 화합물 3을 얻었다.

[0093] 핵자기 공명분석과 질량 분석을 하여 얻은 분석자료는 다음과 같다.

[0094] NMR-1H (200Hz, CDC13) : 7.77-7.75(m, 7H), 7.50-7.35(m, 10H), 7.20-7.14(m, 12H), 6.98-6.95(m, 3H), 6.81(m, 2H), 6.63-6.55(m, 5H), 6.39(d, 1H)

[0095] MS (FAB) m/z 845 $[(M+1)^+]$

[0096] 제조예 6.중간체의 합성

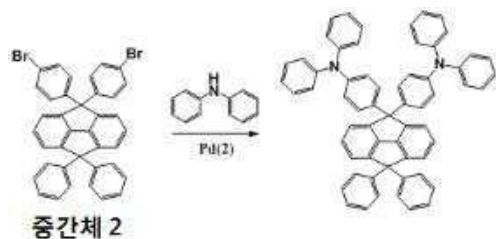
[0097] 2,2'-다이브로모바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 벤조페논 2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 4-브로모-9,9'-다이페닐-9H-플루오렌을 얻을 수 있

었다.

[0098] 제조예 7. 중간체 (2)의 합성

[0099] 4-브로모-9,9'-다이페닐-9H-플루오렌 6.0 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 7.4 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 120 mL에 4,4'-다이브로모벤조페논 6.0 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (2)를 얻을 수 있었다.

[0100] 제조예 8. 화합물 10의 합성



[0101]

[0102] 화합물 중간체 (2) 1 g, 다이페닐아민 0.66 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.021 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소디움-터트-부톡사이드 0.37 g과 터트-포스핀 0.3 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 10를 얻을 수 있었다.

[0103] 핵자기 공명분석과 질량 분석을 하여 얻은 분석자료는 다음과 같다.

[0104] NMR-1H (200Hz, CDCl_3) : δ 7.33-7.11(m, 22H), 6.81-6.76(m, 8H), 6.63(d, 8H), 6.51(d, 4H)

[0105] MS (FAB) m/z 817 $[(M+H)^+]$.

[0106] 제조예 9. 화합물 216의 합성



[0107]

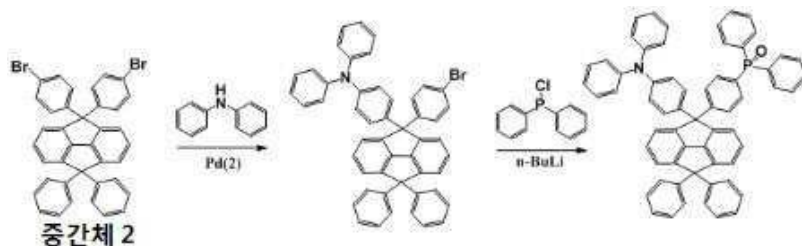
[0108] 화합물 중간체 (2) 1.5 g에 테트라하이드로퓨란 30 mL을 넣고 온도를 -78℃로 만들어 주었다. 그 후에 부틸리튬 2.35 mL를 천천히 적가 하였다. 온도를 유지시키며 2시간동안 교반후에 클로로다이페닐포스핀 1.3 g을 천천히 적가하고 상온으로 올려주었다. 반응 종결 후에 메탄올을 10 mL을 넣고 교반하였고, 추출 후에 용매를 건조하였다. 이 고체에 다이클로로메탄을 넣고 교반하면서 소량의 과산화수소를 넣어 흰색의 포스핀산화물인 상기 대표예 화합물 구조를 갖는 화합물 216를 얻을 수 있었다.

[0109] 핵자기 공명분석과 질량 분석을 하여 얻은 분석자료는 다음과 같다.

[0110] NMR-1H (200Hz, CDCl_3) : δ 7.77(d, 8H), 7.65(d, 4H), 7.45(t, 12H), 7.36-7.11(m, 20H)

[0111] MS (FAB) m/z 883 $[(M+H)^+]$.

[0112] 제조예 10. 화합물 217의 합성



[0113]

[0114] 화합물 중간체 (2) 1.4 g, 다이페닐아민 0.46 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.015 g 을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.26 g과 터트-포스핀 1.10 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 테트라하이드로퓨란 30 mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃로 낮춘다. 부틸리튬 1.5 mL를 천천히 적가해주고 2시간동안 온도를 유지시키며 교반하였다. 클로로다이페닐포스핀 0.5 g을 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응 종결 후에 메탄올 10 mL 넣고 교반하였고, 추출 후에 용매를 건조하였다. 이 고체에 다이클로로메탄을 넣고 교반하면서 소량의 과산화수소를 넣어 흰색 포스핀산화물인 화합물 16을 얻을 수 있었다.

[0115] 핵자기 공명분석과 질량 분석을 하여 얻은 분석자료는 다음과 같다.

[0116] NMR-1H (200Hz, CDCl_3) : δ 7.77 (d, 4H), 7.65(d, 2H), 7.45-7.11(m, 28H), 6.81-6.76 (m, 4H), 6.63(d, 4H), 6.51(d, 2H)

[0117] MS (FAB) m/z 845 [(M+H)⁺].

[0118] 제조예 11. 중간체의 합성

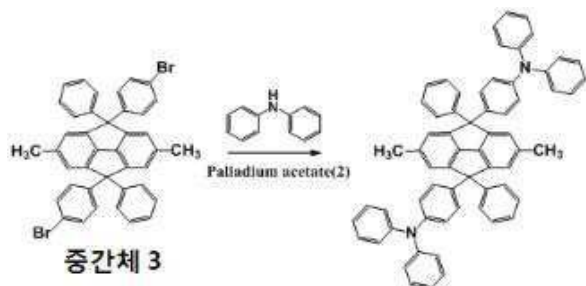
[0119] 1,2-다이브로모-4-메틸벤젠 10 g을 100 mL의 테트라하이드로퓨란에 다 녹여주었다. 온도를 -78℃로 낮추어 주고 부틸리튬 9 mL를 천천히 적가하면서 교반하였다.

[0120] 온도를 상온으로 천천히 올려주었다. 다이클로로메탄과 순수로 추출을 하였다. 용매를 건조시킨 후 헥산으로 재결정을 시도하여 결정상태의 중간체 2,2'-다이브로모-4,4'-다이메틸바이페닐 화합물을 얻었다.

[0121] 제조예 12. 중간체 (3)의 합성

[0122] 2,2'-다이브로모-4,4'-다이메틸바이페닐 2 g을 테트라하이드로퓨란을 15 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 만들어 주었다. 그 후에 부틸리튬 5.6 mL를 천천히 적가 시켜주었다. 그대로 2시간동안 교반하고 35 mL 테트라하이드로퓨란에 녹인 3.6 g 4-브로모벤조페논을 천천히 적가하였다. 천천히 상온으로 올려주었다. 2% 탄산수소나트륨 수용액을 50 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 황산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (3)을 얻을 수 있었다.

[0123] 제조예 13. 화합물 5의 합성



[0124]

[0125] 화합물 중간체 (3) 2 g, 다이페닐아민 1.9 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.064 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 1.3 g과 터트-포스핀 4.8 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과

정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 (5)을 얻을 수 있었다.

[0126] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0127] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.75(d, 2H), 7.50(d, 2H), 7.35(d, 2H), 7.20-7.16(m, 12H), 7.07(s, 4H), 6.81(t, 4H), 6.63(m, 8H), 6.55(s, 2H), 6.39(d, 2H), 2.34(s, 6H)

[0128] MS (FAB) m/z 845 $[(M + H)^+]$.

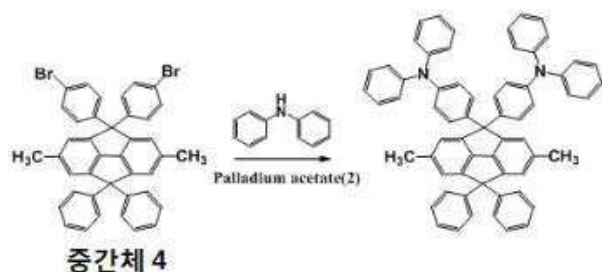
[0129] 제조예 14. 중간체의 합성

[0130] 2,2'-다이브로모-4,4'-다이메틸바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78°C 로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 벤조페논 2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반 해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120°C 를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 4-브로모-2,7-다이메틸-9,9'-다이페닐-9H-플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0131] 제조예 15. 중간체 (4)의 합성

[0132] 4-브로모-2,7-다이메틸-9,9'-다이페닐-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78°C 로 하였다. 부틸리튬 7.4 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 4,4'-다이브로모벤조페논 6.3 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120°C 를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (4)를 얻을 수 있었다.

[0133] 제조예 16. 화합물 6의 합성



[0134]

[0135] 화합물 중간체 (4) 2 g, 다이페닐아민 1.9 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.064 g을 넣고 톨루엔 50 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 1.3 g과 터트-포스핀 4.8 g을 적가하였다. 온도를 120°C 를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 6을 얻을 수 있었다.

[0136] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0137] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.33-7.11(m, 20H), 6.98(d, 2H), 6.81-6.76(m, 8H), 6.63(d, 8H), 6.51(d, 4H) 2.34(s, 6H)

[0138] MS (FAB) m/z 845 $[(M + H)^+]$.

[0139] 제조예 17. 중간체의 합성

[0140] 4,4'-다이브로모벤조페논 2 g, 페닐보로닉 액시드 1.5 g, 테트라키스(페닐포스핀)팔라듐(0) 0.68 g를 테트라하이드로퓨란 30 mL에 다 녹여 주었다. 2 몰 탄산칼륨 수용액 30 mL를 반응기에 넣고 온도를 120°C 로 유지하며 환류시켜주었다. 반응 끝난 후 다이클로로메탄으로 추출해준 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과하여 중간체 4,4'-다이페닐벤조페논 화합물을 얻었다.

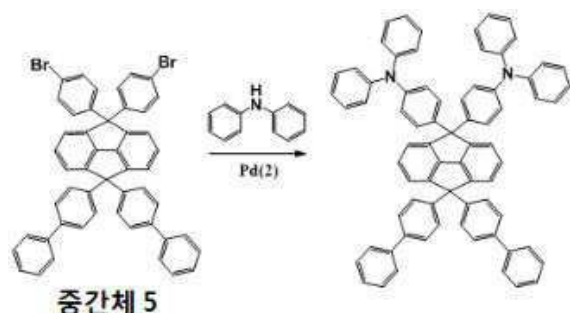
[0141] 제조예 18. 중간체의 합성

[0142] 2,2'-다이브로모바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 4,4'-다이페닐벤조페논 2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반 해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 9,9-다이([1,1'-바이페닐]-3-yl)-4-브로모-9H-플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0143] 제조예 19. 중간체 (5)의 합성

[0144] 9,9-다이([1,1'-바이페닐]-3-yl)-4-브로모-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.9 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 4,4'-다이브로모벤조페논 4.2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 화합물 (5)를 얻을 수 있었다.

[0145] 제조예 20. 화합물 11의 합성



[0146]

[0147] 화합물 중간체 (5) 2 g, 다이페닐아민 2.1 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.075 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 1.9 g과 터트-포스핀 6.5 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 (11)을 얻을 수 있었다.

[0148] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0149] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.79(s, 2H), 7.52-7.07(m, 30H), 6.81-6.76(m, 8H), 6.63(d, 8H), 6.51(d, 4H)

[0150] MS (FAB) m/z 969 $[(M + H)^+]$.

[0151] 제조예 21. 중간체의 합성

[0152] 4,4'-다이브로모벤조페논 2 g, 브로모메탄 1.2 g, 알루미늄 트리클로라이드 0.03 g을 아세트로나이트릴 30 mL에 다 녹여 주었다. 온도를 100℃로 유지시켜주며 환류 시켜주었다. 다이클로로메탄으로 여과 정제하여 중간체 4,4'-다이메틸벤조페논 화합물을 얻었다.

[0153] 제조예 22. 중간체의 합성

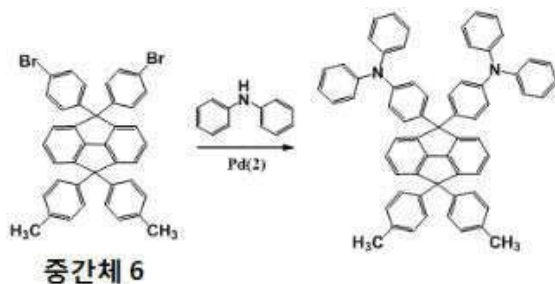
[0154] 2,2'-다이브로모바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 4,4'-다이메틸벤조페논 2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반 해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과

정제하여 중간체 4-브로모-9,9-다이-p-톨일-9H-플루오렌을 얻었다.

[0155] 제조예 23. 중간체 (6)의 합성

[0156] 4-브로모-9,9-다이-p-톨일-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 7.4 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 4,4'-다이브로모벤조페논 6.3 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 화합물 (6)를 얻을 수 있었다.

[0157] 제조예 24. 화합물 9의 합성



[0158]

[0159] 화합물 중간체 (6) 2 g, 다이페닐아민 1.9 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.064 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 1.3 g과 터트-포스핀 4.8 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 (9)을 얻을 수 있었다.

[0160] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0161] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.36(d, 2H), 7.20-7.11(m, 20H), 6.81-6.76(m, 8H), 6.63(d, 8H), 6.51(d, 4H), 2.34(s, 6H).

[0162] MS (FAB) m/z 845 $[(M + H)^+]$.

[0163] 제조예 25. 중간체의 합성

[0164] 1,2,4-트리브로모벤젠 2 g, 페닐보로닉 엑시드 0.92 g, 테트라키스(페닐포스핀)팔라듐(0) 0.36 g를 테트라하이드로퓨란 30 mL에 다 녹여 주었다. 2 몰 탄산칼륨 수용액 30 mL를 반응기에 넣고 온도를 120℃로 유지하며 환류시켜 주었다. 반응 끝난 후 다이클로로메탄으로 추출해준 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과하여 중간체 3,4-다이브로모바이페닐 화합물을 얻었다.

[0165] 제조예 26. 중간체의 합성

[0166] 3,4-다이브로모바이페닐 10 g을 100 mL의 테트라하이드로퓨란에 다 녹여주었다. 온도를 -78℃로 낮추어 주고 부틸리튬 6.6 mL를 천천히 적가하면서 교반하였다.

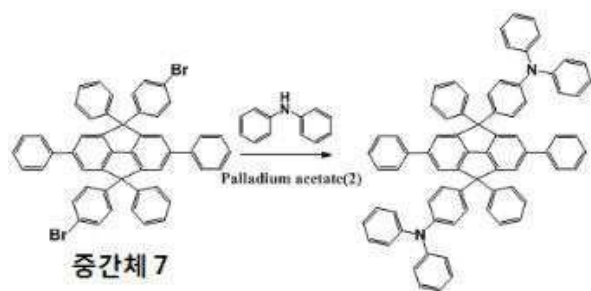
[0167] 온도를 상온으로 천천히 올려주었다. 다이클로로메탄과 순수로 추출을 하였다. 용매를 건조시킨 후 핵산으로 재결정을 시도하여 결정상태의 중간체 2'',3'-다이브로모-파라-쿼터페닐 화합물을 얻었다.

[0168] 제조예 27. 중간체 (7)의 합성

[0169] 2'',3'-다이브로모-파라-쿼터페닐 2 g을 테트라하이드로퓨란을 15 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 만들어 주었다. 그 후에 부틸리튬 4.3 mL를 천천히 적가 시켜주었다. 그대로 2시간동안 교반하고 35 mL 테트라하이드로퓨란에 녹인 2.8 g 4-브로모벤조페논을 천천히 적가하였다. 천천히 상온으로 올려주었다. 2% 탄산수소나트륨 수용액을 50 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 황산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (7)을 얻

을 수 있었다.

[0170] 제조예 28. 화합물 7의 합성



[0171]

[0172] 화합물 중간체 (7) 2 g, 다이페닐아민 2.1 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.075 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 1.9 g과 터트-포스핀 6.5 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 (7)을 얻을 수 있었다.

[0173] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0174] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.75 (d, 2H), 7.52-7.35 (m, 18H), 7.20-7.16(m, 12H), 6.81(t, 4H), 6.63(m, 8H), 6.55(s, 2H), 6.39(d, 2H)

[0175] MS (FAB) m/z 964 $[(M + H)^+]$.

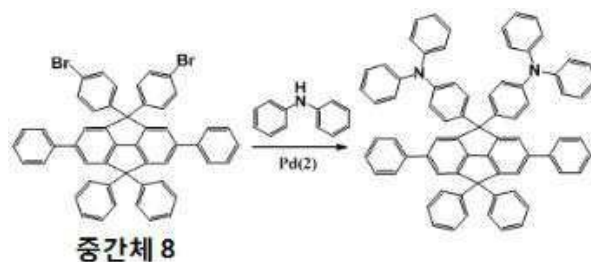
[0176] 제조예 29. 중간체의 합성

[0177] 2'',3''-다이브로모-파라-퀴터페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 3.1 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 벤조페논 1.39 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 4-브로모-2,7,9,9-테트라페닐-9H-플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0178] 제조예 30. 중간체 (8)의 합성

[0179] 4-브로모-2,7,9,9-테트라페닐-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.99 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 4,4''-다이브로모벤조페논 4.22 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 화합물 (8)를 얻을 수 있었다.

[0180] 제조예 31. 화합물 8의 합성



[0181]

[0182] 화합물 중간체 (8) 2 g, 다이페닐아민 2.1 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.075 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 1.9 g과 터트-포스핀 6.5 g을 적가하였다. 온도를 120℃를

유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 (8)을 얻을 수 있었다.

[0183] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0184] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.52-7.11(m, 32H), 6.81-6.76(m, 8H), 6.63(d, 8H), 6.51(d, 4H)

[0185] MS (FAB) m/z 969 $[(M + H)^+]$.

[0186] 제조예 32. 화합물 13의 합성



[0187]

[0188] 화합물 중간체 (1) 2 g과 피리딘-3-일보로닉 엑시드 0.84 g, 테트라키스(페닐포스핀)팔라듐(0) 0.36 g을 테트라하이드로퓨란 30 mL에 다 녹인다. 2 몰 파타슈 카르보네이트 수용액 30 mL를 적가 하고 온도를 120℃로 유지시키며 환류하였다. 반응액을 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조 후에 고체를 여과하여 화합물 13을 얻었다.

[0189] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0190] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 9.24 (s, 2H), 8.70 (d, 2H), 8.42 (d, 2H), 7.57 (t, 2H), 7.33-7.11(m, 24H)

[0191] MS (FAB) m/z 637 $[(M + H)^+]$.

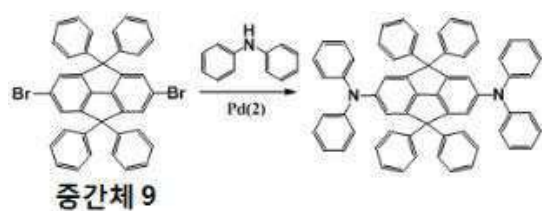
[0192] 제조예 33. 중간체의 합성

[0193] 2,2'-다이브로모바이페닐 2 g을 테트라하이드로퓨란을 15 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 만들어 주었다. 그 후에 부틸리튬 5.6 mL를 천천히 적가 시켜주었다. 그대로 2시간동안 교반하고 35 mL 테트라하이드로퓨란에 녹인 3.6 g 벤존페논을 천천히 적가하였다. 천천히 상온으로 올려주었다. 2% 탄산수소나트륨 수용액을 50 mL를 넣어 교반 해주었다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 황산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 4,4,8,8,-테트라페닐-4,8-다이하이드로싸이클로펜타[def]플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0194] 제조예 34. 중간체 (9)의 합성

[0195] 4,4,8,8,-테트라페닐-4,8-다이하이드로싸이클로펜타[def]플루오렌 2g을 DMF용매에 녹이고 N-bromosuccinimide 1.8 g을 넣고 상온에서 교반하여 준다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (9)를 합성하였다.

[0196] 제조예 35. 화합물 4의 합성



[0197]

[0198] 화합물 중간체 (9) 1 g, 다이페닐아민 0.65 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.02 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.3 g과 터트-포스핀 0.31 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과

정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 4을 얻을 수 있었다.

[0199] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0200] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.33-7.11(m, 28H), 6.81(t, 4H), 6.63(d, 8H), 6.47(s, 4H).

[0201] MS (FAB) m/z 817 $[(M + H)^+]$.

[0202] 제조예 36. 중간체의 합성

[0203] 2,2'-다이브로모바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78°C 로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 벤조페논 2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120°C 를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 4-브로모-9,9-다이페닐-9H-플루오렌을 얻을 수 있었다.

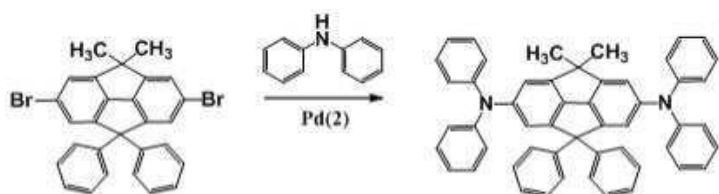
[0204] 제조예 37. 중간체의 합성

[0205] 4-브로모-9,9다이페닐-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78°C 로 하였다. 부틸리튬 4.9 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 프로판-2-온 1.4 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120°C 를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 4,4'-다이메틸-8,8'-다이페닐-4,8'-다이하이드로시클로펜타[def]플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0206] 제조예 38. 중간체 (10)의 합성

[0207] 4,4'-다이메틸-8,8'-다이페닐-4,8'-다이하이드로시클로펜타[def]플루오렌 2g을 DMF용매에 녹이고 N-bromosuccinimide 1.8 g을 넣고 상온에서 교반하여 준다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (10)를 합성하였다.

[0208] 제조예 39. 화합물 275의 합성



중간체 10

[0209]

[0210] 화합물 중간체 (10) 1 g, 다이페닐아민 0.65 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.02 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소디움-터트-부톡사이드 0.3 g과 터트-포스핀 0.31 g을 적가하였다. 온도를 120°C 를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 275을 얻을 수 있었다.

[0211] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0212] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.33-7.11(m, 18H), 6.81(t, 4H), 6.63-6.56(m, 10H), 6.33(s, 2H), 1.72(s, 6H)

[0213] MS (FAB) m/z 693 $[(M + H)^+]$.

[0214] 제조예 40. 중간체의 합성

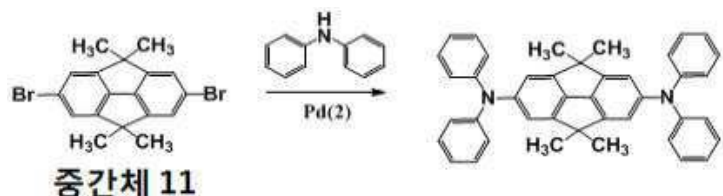
[0215] 2,2'-다이브로모바이페닐 2 g을 테트라하이드로퓨란을 15 mL에 녹인 후 온도를 -78°C 로 만들어 주었다. 그 후에 부틸리튬 5.6 mL를 천천히 적가 시켜주었다. 그대로 2시간동안 교반하고 35 mL 테트라하이드로퓨란에 녹인 1.2

g 프로판-2-온을 천천히 적가하였다. 천천히 상온으로 올려주었다. 2% 탄산수소나트륨 수용액을 50 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 황산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 4,4,8,8,-테트라메틸-4,8-다이하이드로싸이클로펜타[def]플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0216] 제조예 41. 중간체 (11)의 합성

[0217] 4,4,8,8,-테트라메틸-4,8-다이하이드로싸이클로펜타[def]플루오렌 2g을 DMF용매에 녹이고 N-bromosuccinimide 1.8 g을 넣고 상온에서 교반하여 준다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (11)를 합성하였다.

[0218] 제조예 42. 화합물 276의 합성



[0219]

[0220] 화합물 중간체 (11) 1 g, 다이페닐아민 0.65 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.02 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.3 g과 터트-포스핀 0.31 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 276을 얻을 수 있었다.

[0221] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0222] NMR-1H(200 MHz, CDCl₃) : δ 7.20(t, 8H), 6.81(t, 4H), 6.63(d, 8H), 6.51(s, 4H), 1.72(s, 12H).

[0223] MS (FAB) m/z 569 [(M + H)⁺].

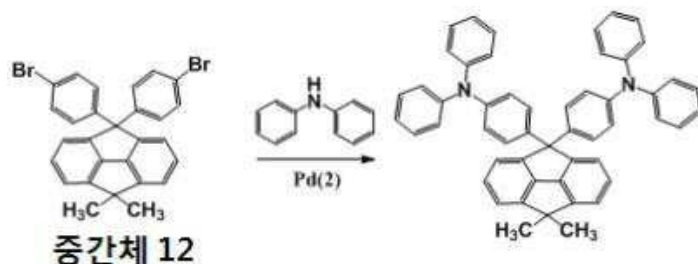
[0224] 제조예 43. 중간체의 합성

[0225] 2,2'-다이브로모바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 프로판-2-온 1 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 4-브로모-9,9-다이메틸-9H-플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0226] 제조예 44. 중간체 (12)의 합성

[0227] 4-브로모-9,9다이메틸-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.9 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 4,4-다이브로모벤조페논 5 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 12 를 얻을 수 있었다.

[0228] 제조예 45. 화합물 277의 합성



[0229]

[0230] 화합물 중간체 (12) 1 g, 다이페닐아민 0.65 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.02 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.3 g과 터트-포스핀 0.31 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 277을 얻을 수 있었다.

[0231] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0232] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.37(d, 2H), 7.25-7.20(m, 12H), 6.81-6.76(m, 8H), 6.63(d, 8H), 6.51(d, 4H).

[0233] MS (FAB) m/z 693 $[(M + H)^+]$.

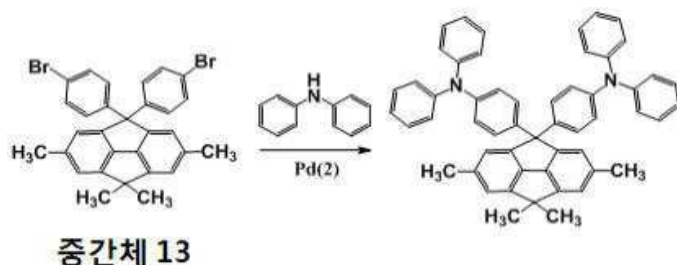
[0234] 제조예 46. 중간체의 합성

[0235] 2,2'-다이브로모-4,4'-다이메틸바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 프로판-2-온 1 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 4-브로모-2,7,9,9-테트라메틸-9H-플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0236] 제조예 47. 중간체 (13)의 합성

[0237] 4-브로모-2,7,9,9-테트라메틸-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 7.4 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 4,4'-다이브로모벤조페논 6.3 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (13)를 얻을 수 있었다.

[0238] 제조예 48. 화합물 278의 합성



[0239]

[0240] 화합물 중간체 (13) 1 g, 다이페닐아민 0.65 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.02 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.3 g과 터트-포스핀 0.31 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 278을 얻을 수 있었다.

[0241] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0242] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.20(t, 10H), 7.05(s, 2H), 6.81-6.76(m, 8H), 6.63(d, 8H), 6.51(d, 4H). 2.34(s, 6H), 1.72(s, 6H).

[0243] MS (FAB) m/z 721 $[(M + H)^+]$.

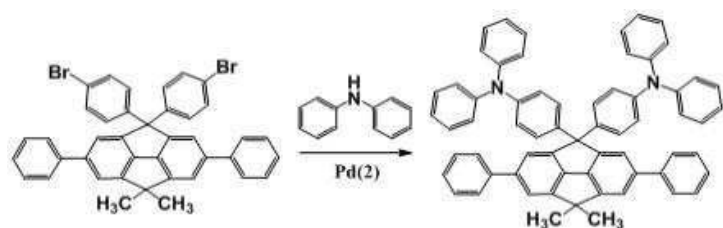
[0244] 제조예 49. 중간체의 합성

[0245] 2',3'-다이브로모-파라-퀴테페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78°C 로 하였다. 부틸리튬 3.1 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 프로판-2-온 1.39 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반 해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120°C 를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 4-브로모-9,9-다이메틸-2,7-다이페닐-9H-플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0246] 제조예 50. 중간체 (14)의 합성

[0247] 4-브로모-9,9-다이메틸-2,7-다이페닐-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78°C 로 하였다. 부틸리튬 4.99 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 4,4'-다이브로모벤조페논 4.22 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120°C 를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 화합물 (14)를 얻을 수 있었다.

[0248] 제조예 51. 화합물 279의 합성



중간체 14

[0249]

[0250] 화합물 중간체 (14) 1 g, 다이페닐아민 0.65 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.02 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.3 g과 터트-포스핀 0.31 g을 적가하였다. 온도를 120°C 를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 279을 얻을 수 있었다.

[0251] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0252] NMR-1H(200 MHz, CDCl_3) : δ 7.51-7.41(m, 12H), 7.20(t, 8H), 6.81-6.76(m, 8H), 6.63(d, 8H), 6.51(d, 4H).

[0253] MS (FAB) m/z 845 $[(M + H)^+]$.

[0254] 제조예 52. 중간체의 합성

[0255] 2,2'-다이브로모바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78°C 로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 4,4'-다이메틸벤조페논 2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반 해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL 넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120°C 를 유지시키며 환류시켜 주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과

정제하여 중간체 4-브로모-9,9-다이-p-톨일-9H-플루오렌을 얻었다.

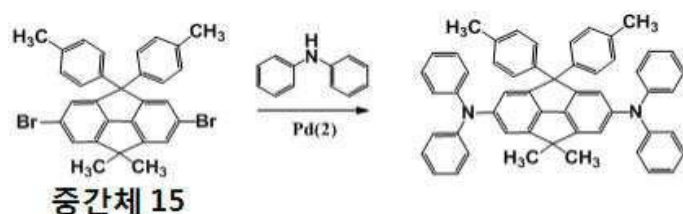
[0256] 제조예 53. 중간체의 합성

[0257] 4-브로모-9,9-다이-p-톨일-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 7.4 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 프로판-2-온 2.1 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 화합물 4,4-dimethyl-8,8-di-p-tolyl-4,8-dihydrocyclopenta[def]fluorene 를 얻을 수 있었다.

[0258] 제조예 54. 중간체 (15)의 합성

[0259] 4,4-dimethyl-8,8-di-p-tolyl-4,8-dihydrocyclopenta[def]fluorene 2g을 DMF용매에 녹이고 N-bromosuccinimide 1.8 g을 넣고 상온에서 교반하여 준다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (15)를 합성하였다.

[0260] 제조예 55. 화합물 280의 합성



[0261]

[0262] 화합물 중간체 (15) 1 g, 다이페닐아민 0.65 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.02 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소디움-터트-부톡사이드 0.3 g과 터트-포스핀 0.31 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 280을 얻을 수 있었다.

[0263] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0264] NMR-1H(200 MHz, CDCl₃) : δ 7.20-7.11(m, 16H), 6.81(t, 4H), 6.63-6.57(m, 10H), 6.45(s, 2H), 2.34(s, 6H), 1.72(s, 6H).

[0265] MS (FAB) m/z 721 [(M + H)⁺].

[0266] 제조예 56. 중간체의 합성

[0267] 2,2'-다이브로모바이페닐 3 g을 테트라하이드로퓨란 15 mL에 다 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.61 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 25 mL에 4,4'-다이페닐벤조페논 2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 40 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 50 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 5 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 9,9-다이([1,1'-바이페닐]-3-yl)-4-브로모-9H-플루오렌을 얻을 수 있었다.

[0268] 제조예 57. 중간체의 합성

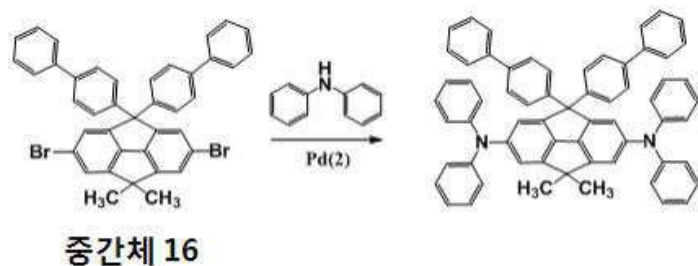
[0269] 9,9-다이([1,1'-바이페닐]-3-yl)-4-브로모-9H-플루오렌 5.7 g을 테트라하이드로퓨란 76 mL에 녹인 후 온도를 -78℃로 하였다. 부틸리튬 4.9 mL를 천천히 적가하고 2시간동안 교반하였다. 테트라하이드로퓨란 123 mL에 프로판-2-온 1.2 g을 녹인 후 천천히 적가하고 온도를 상온으로 올려주었다. 반응이 끝난 후 2% 탄산수소나트륨 수용액 200 mL를 넣어 교반해주었다. 다이클로로메탄으로 추출 후 용매를 건조하였다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체에 아세트산 100 mL넣고 온도를 올려 다 녹여준다. 염산을 10 mL 넣고 온도를 120℃를 유지시키며 환류 시켜주었다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수를 이용하여 추출 후 용매를 건

조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 중간체 화합물 4,4-di([1,1'-biphenyl]-4-yl)-8,8-dimethyl-4,8-dihydrocyclopenta[def]fluorene를 얻을 수 있었다.

[0270] 제조예 58. 중간체 (16)의 합성

[0271] 4,4-di([1,1'-biphenyl]-4-yl)-8,8-dimethyl-4,8-dihydrocyclopenta[def]fluorene 2g을 DMF용매에 녹이고 N-bromosuccinimide 1.8 g을 넣고 상온에서 교반하여 준다. 다이클로로메탄으로 추출하고 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 중간체 (16)를 합성하였다.

[0272] 제조예 59. 화합물 281의 합성



[0273]

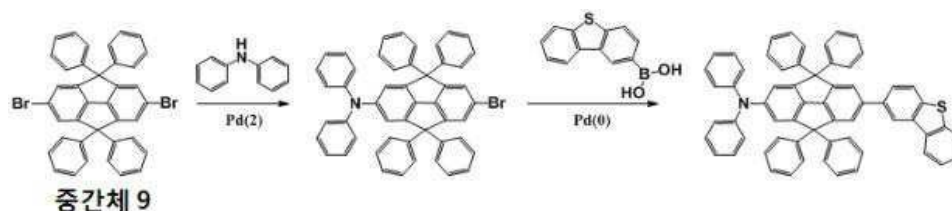
[0274] 화합물 중간체 (16) 1 g, 다이페닐아민 0.65 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.02 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소디움-터트-부톡사이드 0.3 g과 터트-포스핀 0.31 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 얻은 노란색 파우더인 화합물 281을 얻을 수 있었다.

[0275] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 아래와 같았다.

[0276] NMR-1H(200 MHz, CDCl₃) : δ 7.51-7.20(m, 26H), 6.81(t, 4H), 6.63-6.57(m, 10H), 6.45(s, 2H), 1.72(s, 6H)

[0277] MS (FAB) m/z 845 [(M + H)⁺].

[0278] 제조예 60. 화합물 625의 합성



[0279]

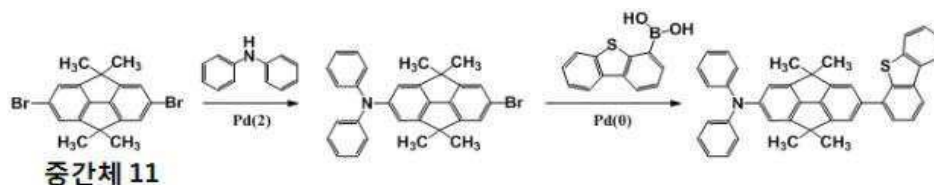
[0280] 화합물 중간체 (9) 1 g, 다이페닐아민 0.33 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.01 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소디움-터트-부톡사이드 0.15 g과 터트-포스핀 0.15 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 나온 중간체와 다이벤조[b,d]싸이오펜-2-일보로닉 산 0.38 g, 팔라듐(0) 0.10 g을 THF를 넣어 다 녹인다. 탄산칼륨 2 M 수용액을 만들어 반응물에 넣어 준다. 온도를 올려 환류시키면서 교반한다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출한 뒤 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 625를 합성하였다.

[0281] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 다음과 같았다.

[0282] NMR-1H(200 MHz, CDCl₃) : δ 8.45(d, 1H), 8.00-7.98(m, 3H), 7.86(d, 1H), 7.52-7.49(m, 4H), 7.33-7.11(m, 24H), 6.81(t, 2H), 6.63(d, 4H), 6.47(s, 2H).

[0283] MS (FAB) m/z 832 [(M + H)⁺].

[0284] 제조예 61. 화합물 633의 합성



[0285]

[0286] 화합물 중간체 (11) 1 g, 다이페닐아민 0.40 g, 팔라듐 아세테이트(2) 0.01 g을 넣고 톨루엔 30 mL에 녹인다. 시약이 다 녹으면 1 몰 용액 소듐-터트-부톡사이드 0.15 g과 터트-포스핀 0.15 g을 적가하였다. 온도를 120℃를 유지시키며 환류시킨다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출하여 용매를 건조한다. 이 고체를 여과 정제하여 나온 중간체와 다이벤조[*b,d*]싸이오펜-2-일보로닉 산 0.57 g, 팔라듐(0) 0.15 g을 THF를 넣어 다 녹인다. 탄산칼륨 2 M 수용액을 만들어 반응물에 넣어 준다. 온도를 올려 환류시키면서 교반한다. 반응이 끝난 후 다이클로로메탄과 증류수로 추출한 뒤 용매를 건조하였다. 이 고체를 여과 정제하여 화합물 633를 합성하였다.

[0287] 핵자기 공명분석과 질량분석을 하여 얻은 분석자료는 다음과 같았다.

[0288] NMR-1H(200 MHz, CDCl₃) : δ 8.45-8.41(m, 2H), 8.20(d, 1H), 7.98(d, 1H), 7.58-7.50(m, 5H), 7.20(t, 4H), 6.81(t, 2H), 6.63(d, 4H), 6.51(s, 2H), 1.72(s, 12H).

[0289] MS (FAB) m/z 584 [(M + H)⁺].

[0290] 실시예 1

[0291] 본 발명에서 합성한 화합물 1을 녹색 인광소자의 정공수송층 물질로서 적용하여 녹색인광소자를 제작하였다.

[0292] 소자의 구조는 ITO/DNTPD(N,N'-diphenyl-N,N'-bis-[4-(phenyl-m-tolyl-amino)-phenyl]-biphenyl-4,4'-diamine, 60nm)/화합물 1(30nm)/bis-9,9'-spirobi[fluorene-2-yl]-methanone (BSFM) :tris(2-phenylpyridine) iridium (Ir(ppy)₃) (30nm, 10%)/tris(8-hydroxyquinoline) aluminium (Alq₃, 20nm)/LiF/Al이었다.

[0293] 소자의 제작은 다음과 같은 방법으로 수행하였다. ITO 기판은 순수와 이소프로필 알코올을 이용하여 초음파에서 30분간 세정한 후 ITO 기판을 단파장의 자외선을 이용하여 표면처리한 후 1x10⁻⁶ torr의 압력하에서 유기물을 진공 증착하였다. DNTPD, 화합물 1, Alq₃는 0.1 nm/s의 속도로 증착하여 각 두께에 해당하는 막을 형성하였고, BSFM은 Ir(ppy)₃ 도펀트와 진공증착하였으며, 이때 증착속도는 BSFM은 0.1 nm/s, Ir(ppy)₃은 0.01 nm/s였다. LiF는 0.01 nm/s의 속도로 1 nm의 두께로 형성하였고, Al은 0.5nm/sec의 증착속도로 100 nm의 두께로 형성하였다. 소자 형성후 CaO 흡습제와 유리 커버 글라스를 이용하여 소자를 밀봉하였다.

[0294] 비교예 1

[0295] 화합물 1 대신에 정공수송층 물질로서 일반적으로 많이 적용되는 N, N'-di(1-naphthyl)-N,N'-diphenylbenzidine (NPB)를 이용하여 소자를 제작하였다. 소자의 제작 과정은 실시예 1과 동일하게 진행하였다.

[0296] 실시예 2

[0297] 본 발명에서 합성한 화합물 3을 녹색 인광 소자의 전자수송층 물질로서 적용하였다.

[0298] 소자의 구조는 ITO/DNTPD/NPB/TCTA/TCTA:Ir(ppy)₃/화합물 3/LiF/Al 이었다. 소자의 제작과정은 실시예 1과 동일하였다.

[0299] 비교예 2

[0300] 화합물 3 대신에 일반적으로 전자수송층으로 사용되는 2,9-dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline (BCP)를 녹색 인광 소자의 전자수송층 물질로서 적용하였다.

[0301] 소자의 구조는 ITO/DNTPD/NPB/TCTA/TCTA:Ir(ppy)₃/BCP/LiF/Al 이었다. 소자의 제작과정은 전자수송층 물질로서 BCP를 적용한 것 이외에는 실시예 2와 동일하였다.

[0302] 실시예 3

[0303] 본 발명에서 합성한 화합물 14를 녹색 인광소자의 호스트 물질로서 적용하였다. 소자의 구조는 ITO/DNTPD/NPB/TCTA/화합물14:Ir(ppy)₃/BCP/LiF/Al이었다. 소자의 제작과정은 실시예 1과 동일하였다.

[0304] 비교예 3

[0305] 화합물 14 대신에 일반적으로 사용되는 호스트인 (4,4'-N,N'-dicarbazole)biphenyl (CBP)를 호스트로 적용하였다. 소자의 제작과정은 호스트 물질을 화합물 2 대신에 CBP를 사용한 것 이외에는 실시예 3과 동일하였다.

[0306] 실시예 1 내지 3 및 비교예 1 내지 3의 양자효율은 Forrest 논문(G. Gu and S. R. Forrest, IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics, Vol. 4, No. 1, January / February 1998, p. 83 - 99)에 기재된 바에 따라 측정하여 표 9에 나타내었다. 본 발명의 시클로펜타플루오렌계 화합물을 사용한 유기전계 발광소자는 종래기술의 유기전계 발광소자에 비교하여 우수한 양자효율을 나타내었다.

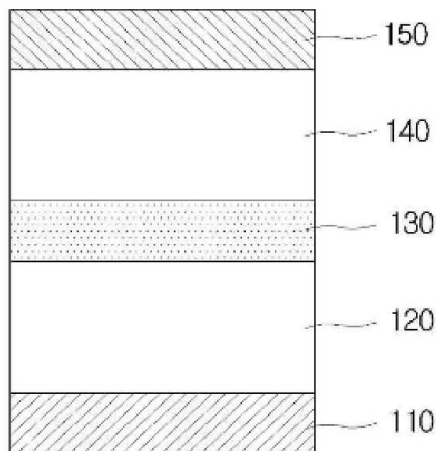
표 9

[0307]

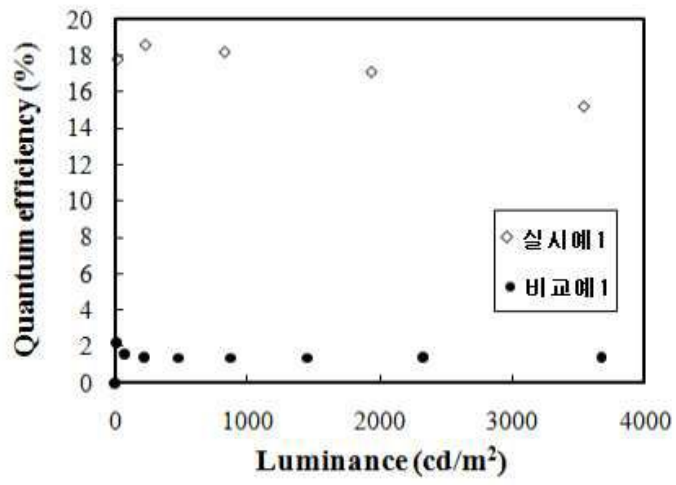
	양자효율(%)	색좌표
실시예 1	17.8	(0.29, 0.63)
실시예 2	12.1	(0.32, 0.62)
실시예 3	18.1	(0.30, 0.63)
비교예 1	1.3	(0.30, 0.62)
비교예 2	9.0	(0.31, 0.63)
비교예 3	12.5	(0.29, 0.63)

도면

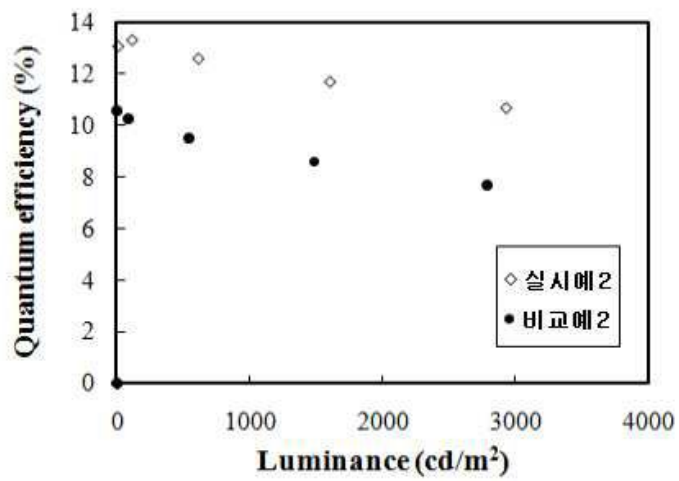
도면1



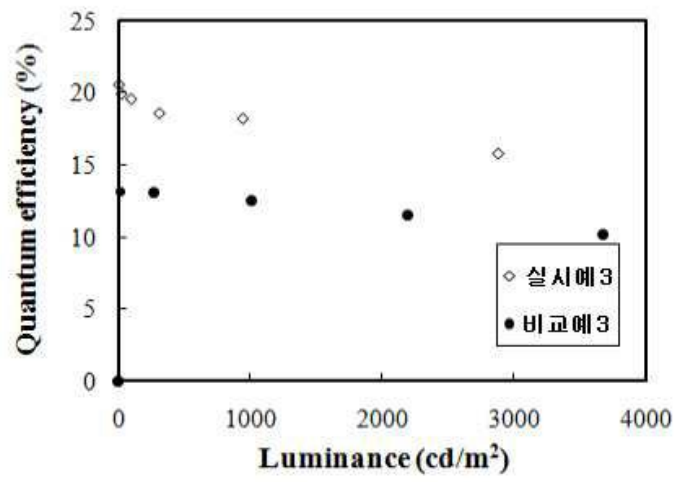
도면2



도면3



도면4



专利名称(译)	标题：环戊茆化合物和含有它们的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR101382373B1	公开(公告)日	2014-04-08
申请号	KR1020110036000	申请日	2011-04-19
[标]申请(专利权)人(译)	檀国大学校产学协力团		
申请(专利权)人(译)	檀国大学学术合作		
当前申请(专利权)人(译)	檀国大学学术合作		
[标]发明人	LEE JUN YEOB 이준엽 CHO YONG JOO 조용주		
发明人	이준엽 조용주		
IPC分类号	C09K11/06 H01L51/54		
代理人(译)	LEE , SOO YEOL		
其他公开文献	KR1020120118563A		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

环戊茆化合物和包含该化合物的有机电致发光器件本发明涉及环戊茆化合物和包含该化合物的有机电致发光器件本发明涉及一种环戊茆化合物，与常规的有机电致发光器件化合物相比，它具有优异的量子效率，并具有优异的热稳定性和膜稳定性。提供了一种用于有机电致发光器件的环戊茆化合物和包含该化合物的有机电致发光器件。

