



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년11월28일
(11) 등록번호 10-1801048
(24) 등록일자 2017년11월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) C07D 209/82 (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2010-0053392
(22) 출원일자 2010년06월07일
심사청구일자 2015년06월01일
(65) 공개번호 10-2010-0131939
(43) 공개일자 2010년12월16일
(30) 우선권주장
1020090050327 2009년06월08일 대한민국(KR)
(56) 선행기술조사문헌
KR1020080085001 A*
W02008056746 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
에스에프씨 주식회사
충청북도 청주시 청원구 오창읍 과학산업5로 89
(72) 발명자
제종태
충청북도 청주시 상당구 중흥로 71 106동 801호
(용암동, 건영아파트)
권현중
충청북도 청주시 흥덕구 사운로236번길 30 (운천동)
강리경
부산광역시 동래구 쇄미로 109, 2차 1동 115호 (사직동, 로얄아파트)
(74) 대리인
정은열

전체 청구항 수 : 총 6 항

심사관 : 송이화

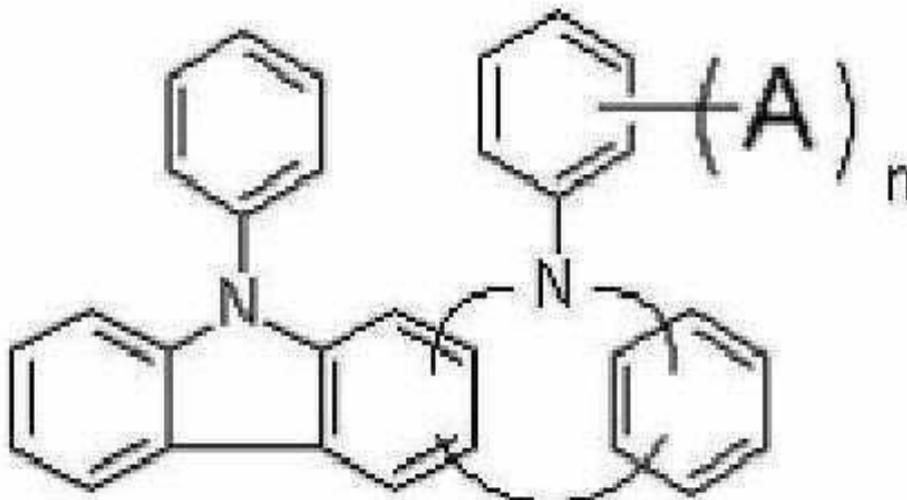
(54) 발명의 명칭 인돌로카바졸 유도체 및 이를 이용한 유기전계발광소자

(57) 요약

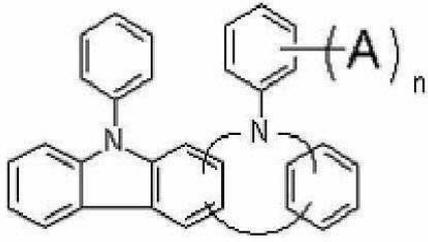
본 발명은 하기 [화학식 1]로 표현되는 인돌로카바졸 유도체 및 이를 포함하는 유기전계발광소자에 관한 것으로서, 본 발명에 따른 인돌로카바졸 유도체를 포함하는 유기전계발광소자는 구동전압이 낮고 발광효율이 우수한 효과가 있다.

(뒷면에 계속)

대표도 - 도2



[화학식 1]



상기 [화학식 1]에서 A 및 n은 발명의 상세한 설명에 기재된 바와 같다.

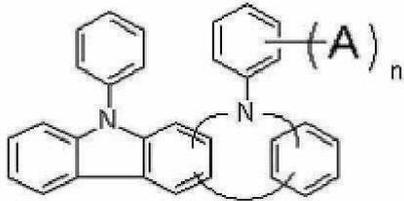
명세서

청구범위

청구항 1

하기 [화학식 1]로 표시되는 인돌로카바졸 유도체:

[화학식 1]



(상기 식에서,

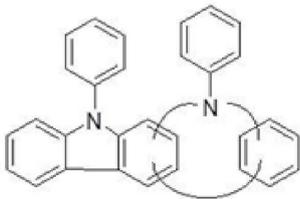
n은 1부터 5까지의 정수이며,

n이 1인 경우, A는 1개 이상의 질소를 포함하는 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴기이고,

n이 2 이상인 경우, A는 각각 독립적으로 동일 또는 상이할 수 있으며, 수소원자, 중수소원자, 할로겐원자, 치환 또는 비치환의 헤테로아릴아미노기, 치환 또는 비치환의 탄소수 6 - 40의 아릴기 및 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 17의 헤테로아릴기로부터 선택되고, 이때, 1개 이상의 질소를 포함하는 헤테로아릴기가 적어도 1개 이상 반드시 포함하며,

단, 상기 A가 하기 [구조식 1]인 경우는 제외하고,

[구조식 1]



상기 A의 치환기는 수소원자, 중수소 원자, 시아노기, 할로겐원자, 히드록시기, 니트로기, 탄소수 1 - 40의 알킬기, 탄소수 1 - 40의 알킬아미노기, 탄소수 6 - 40의 아릴아미노기, 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴아미노기, 탄소수 6 - 40의 아릴기 및 탄소수 3 - 17의 헤테로아릴기로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나임.)

청구항 2

삭제

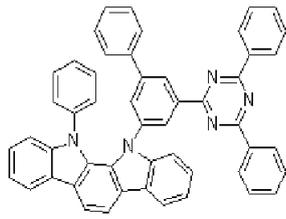
청구항 3

삭제

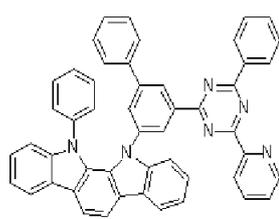
청구항 4

제1항에 있어서,

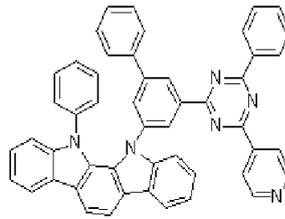
하기 화학식 [SPH01] 내지 화학식 [SPH99]로 표시되는 군으로부터 선택된 어느 하나의 화합물인 것을 특징으로 하는 인돌로카바졸 유도체:



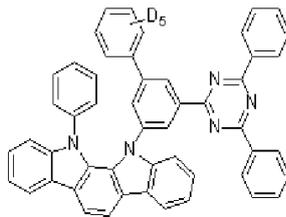
[SPH01]



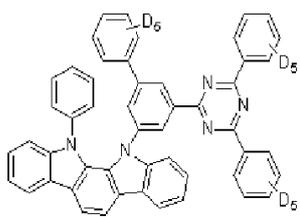
[SPH02]



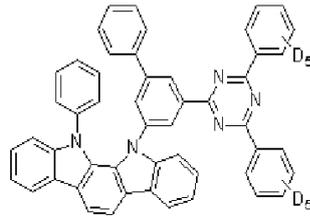
[SPH03]



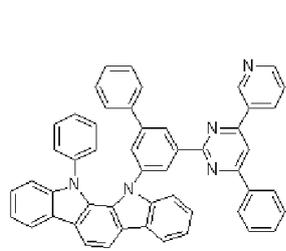
[SPH04]



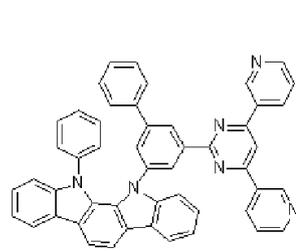
[SPH05]



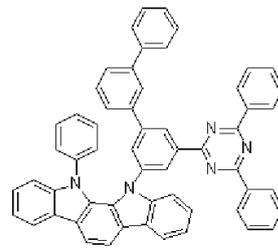
[SPH06]



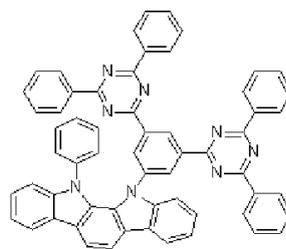
[SPH07]



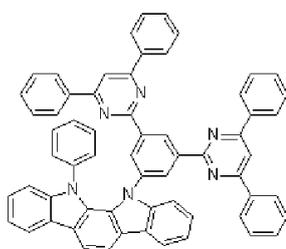
[SPH08]



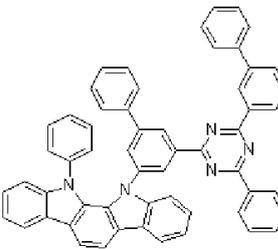
[SPH09]



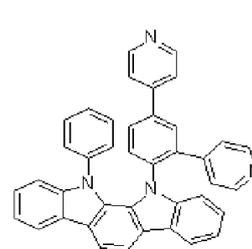
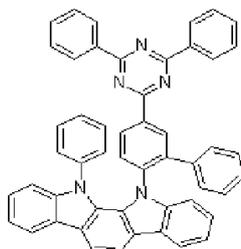
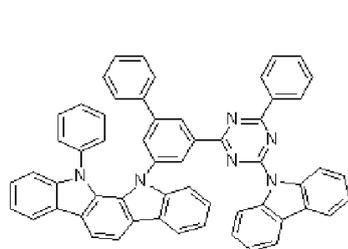
[SPH10]



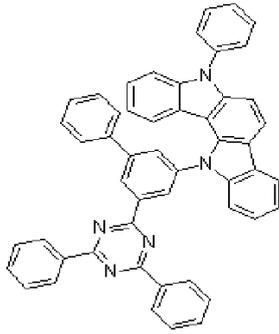
[SPH11]



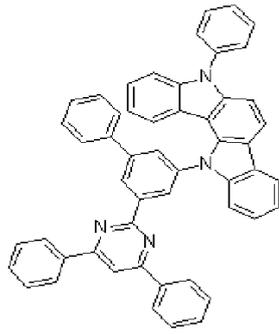
[SPH12]



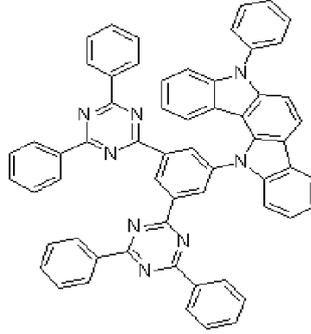
[SPH13]



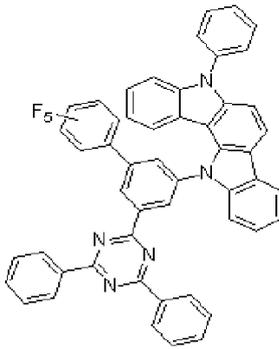
[SPH14]



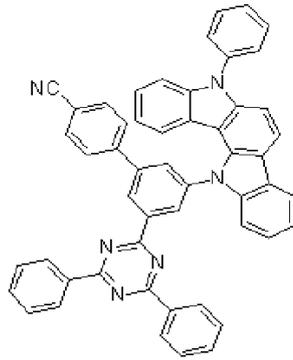
[SPH15]



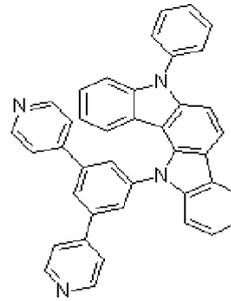
[SPH16]



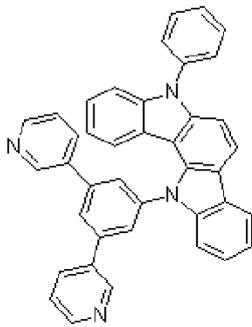
[SPH17]



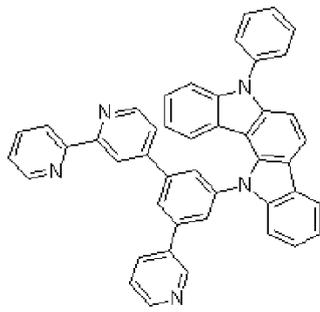
[SPH18]



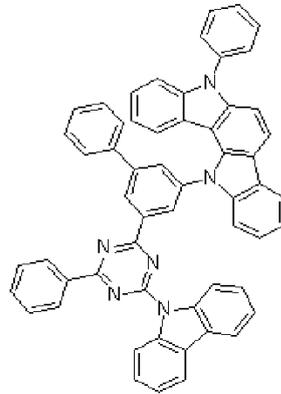
[SPH19]



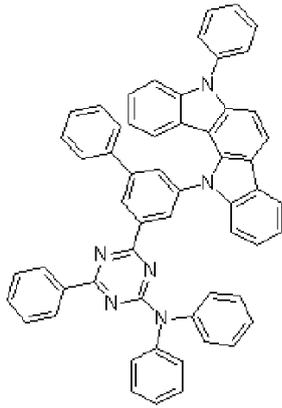
[SPH20]



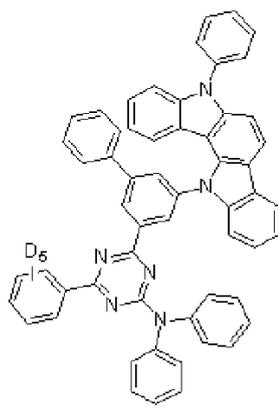
[SPH21]



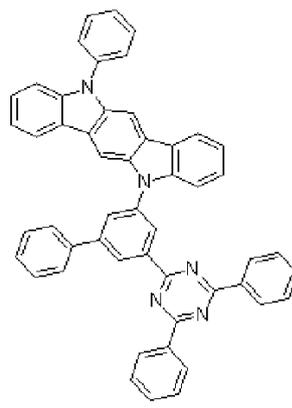
[SPH22]



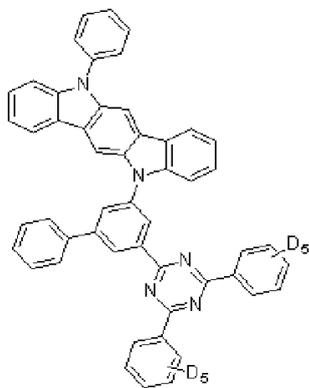
[SPH23]



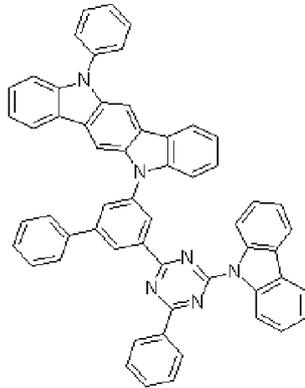
[SPH24]



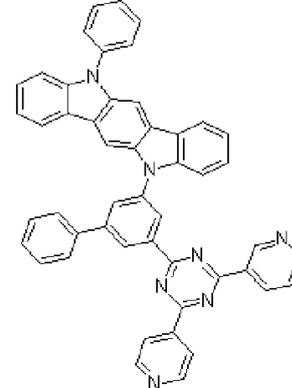
[SPH25]



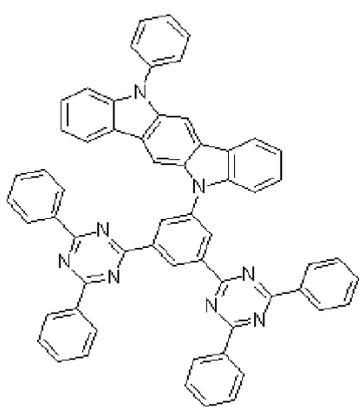
[SPH26]



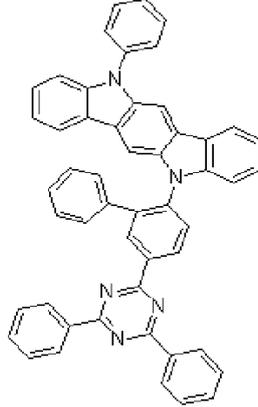
[SPH27]



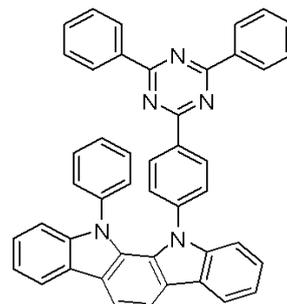
[SPH28]



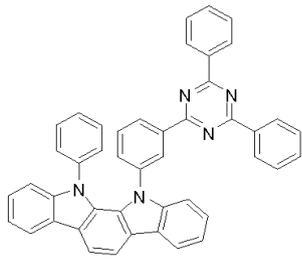
[SPH29]



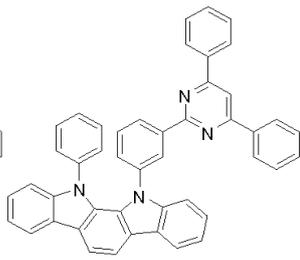
[SPH30]



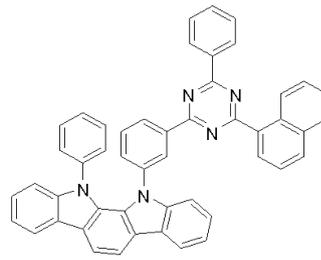
[SPH31]



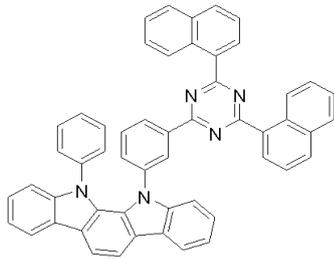
[SPH32]



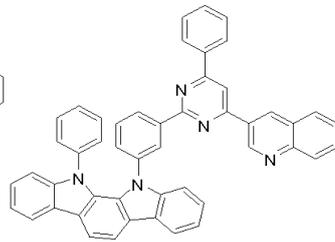
[SPH33]



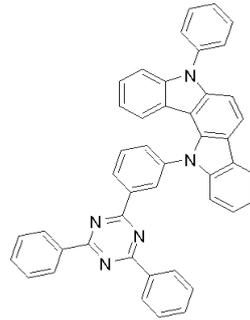
[SPH34]



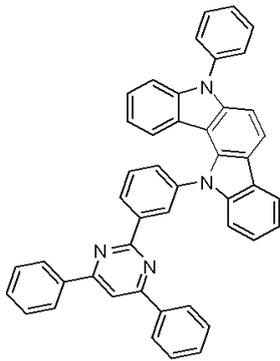
[SPH35]



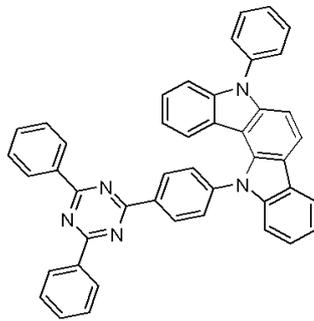
[SPH36]



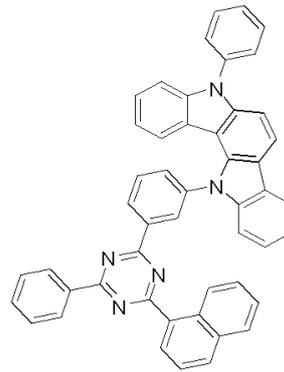
[SPH37]



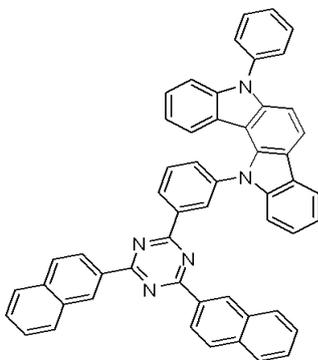
[SPH38]



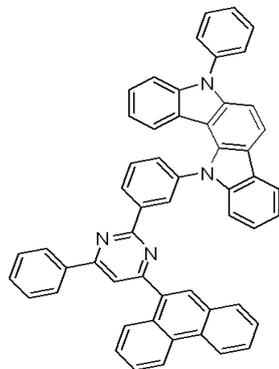
[SPH39]



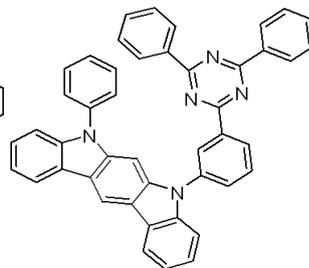
[SPH40]



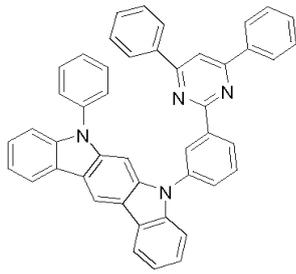
[SPH41]



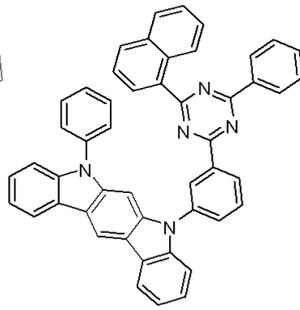
[SPH42]



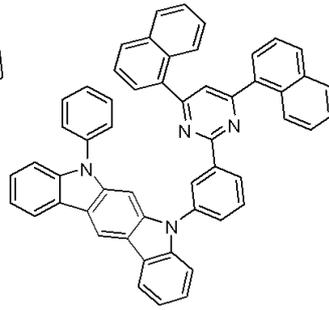
[SPH43]



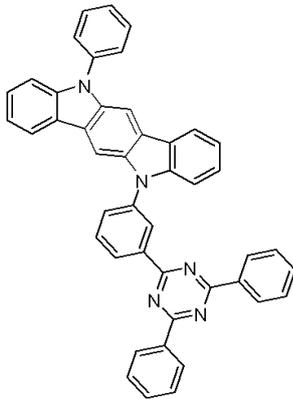
[SPH44]



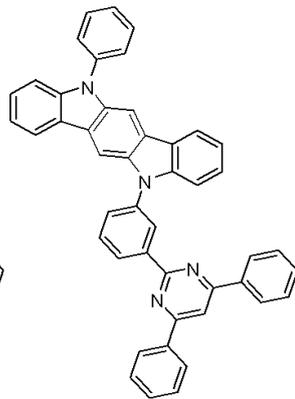
[SPH45]



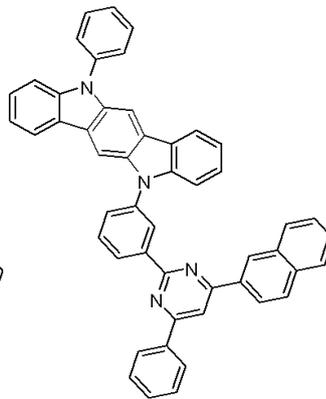
[SPH46]



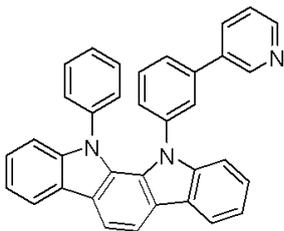
[SPH47]



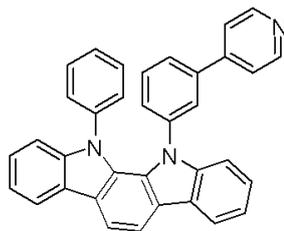
[SPH48]



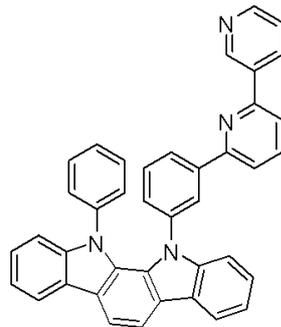
[SPH49]



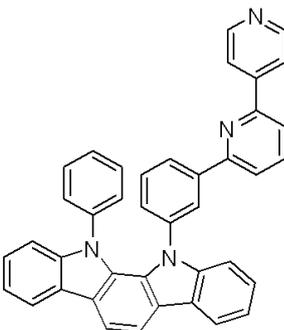
[SPH50]



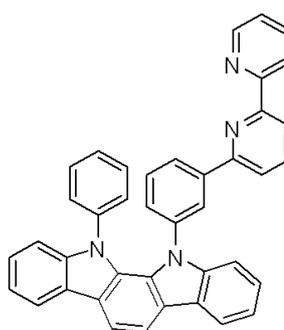
[SPH51]



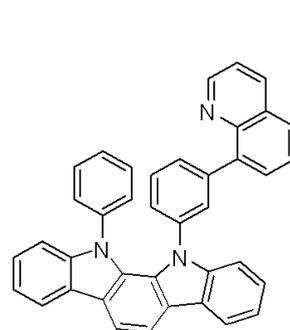
[SPH52]



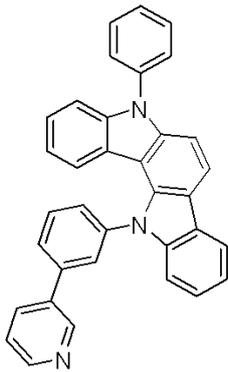
[SPH53]



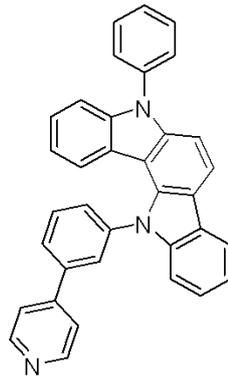
[SPH54]



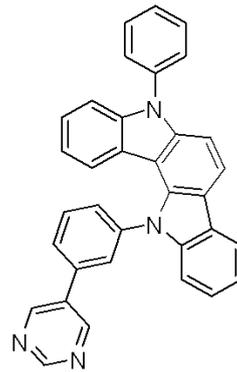
[SPH55]



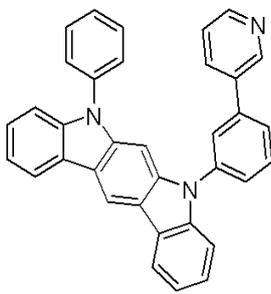
[SPH56]



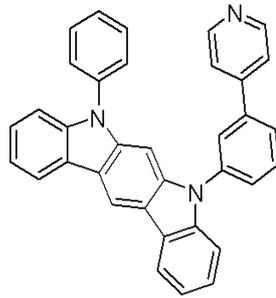
[SPH57]



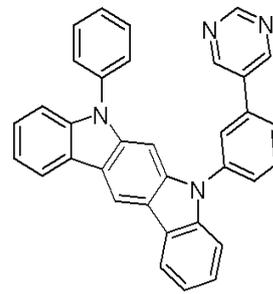
[SPH58]



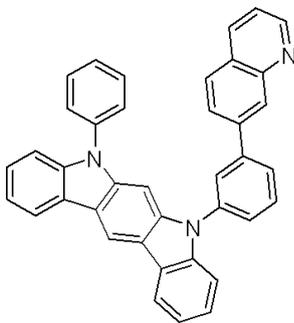
[SPH59]



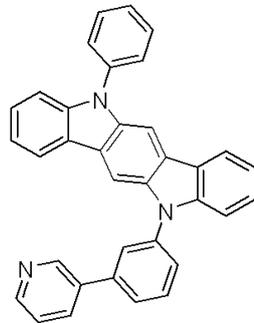
[SPH60]



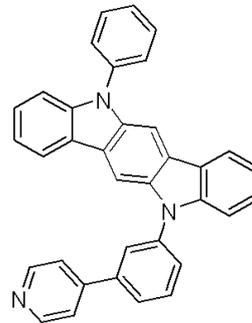
[SPH61]



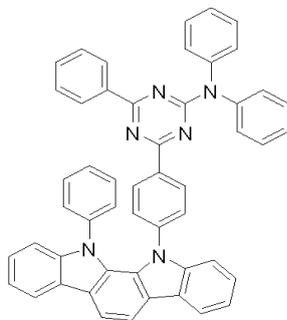
[SPH62]



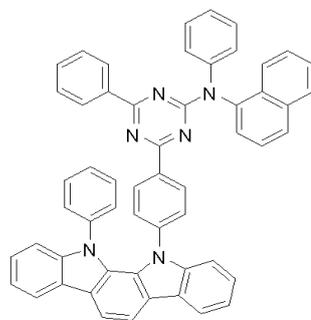
[SPH63]



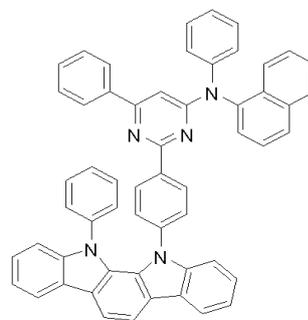
[SPH64]



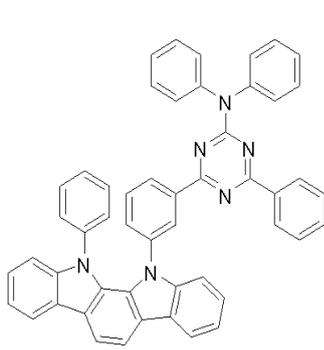
[SPH65]



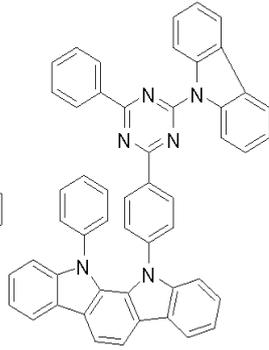
[SPH66]



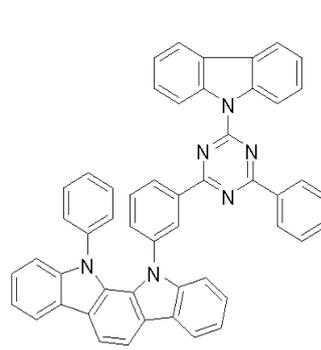
[SPH67]



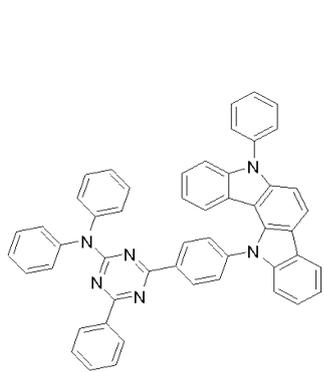
[SPH68]



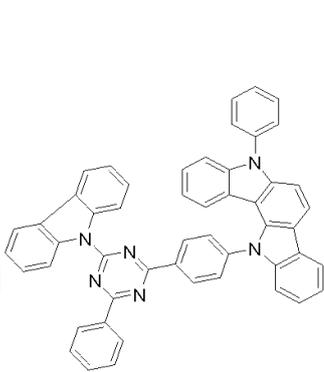
[SPH69]



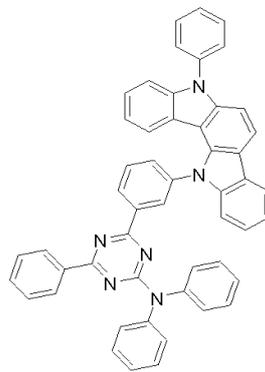
[SPH70]



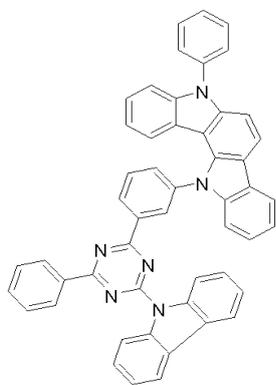
[SPH71]



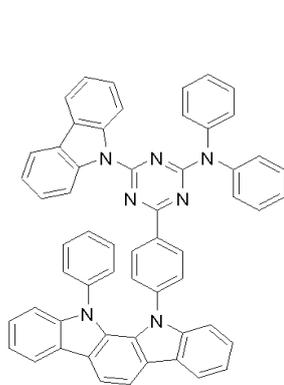
[SPH72]



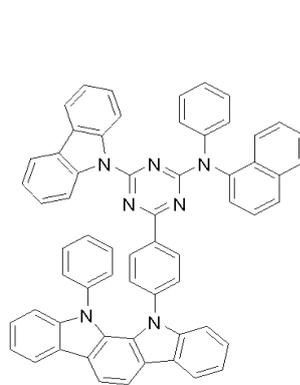
[SPH73]



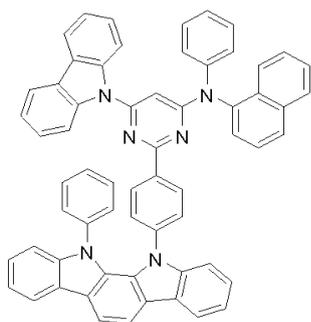
[SPH74]



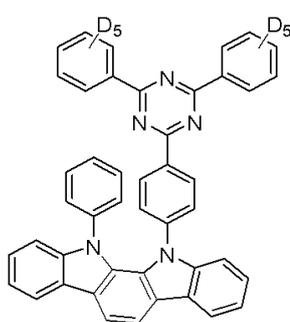
[SPH75]



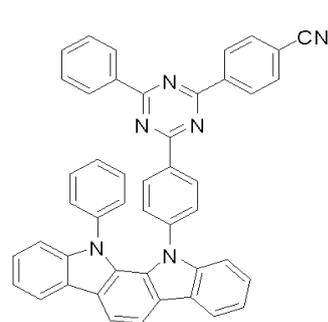
[SPH76]



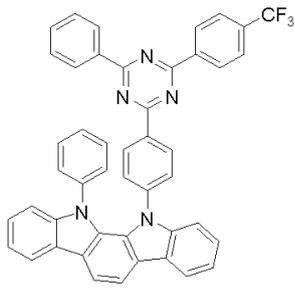
[SPH77]



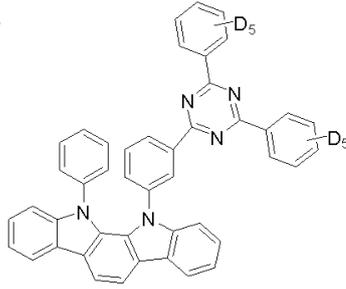
[SPH78]



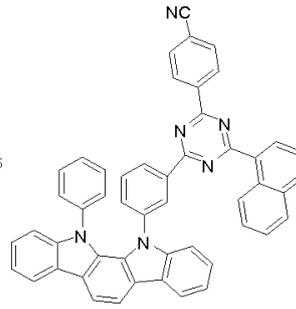
[SPH79]



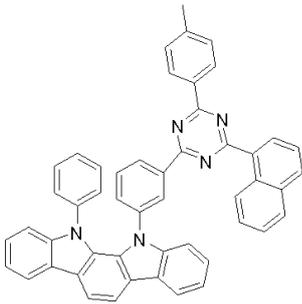
[SPH80]



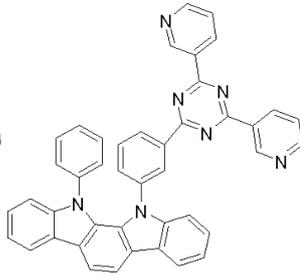
[SPH81]



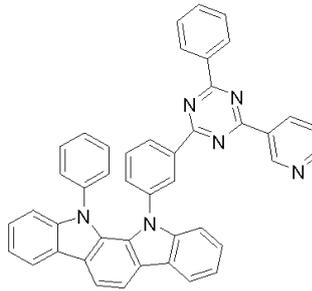
[SPH82]



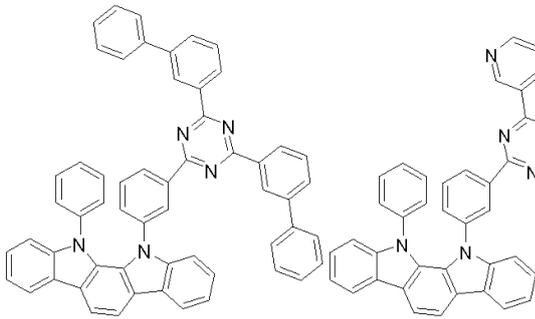
[SPH83]



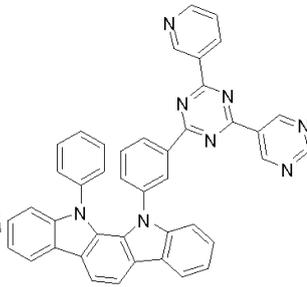
[SPH84]



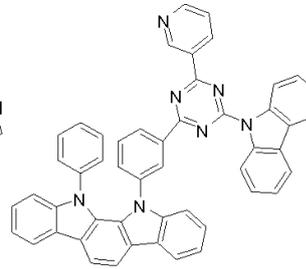
[SPH85]



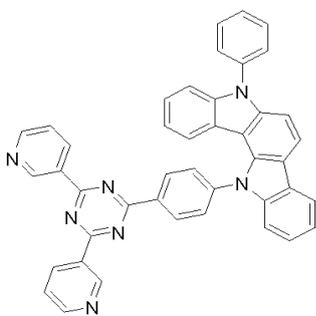
[SPH86]



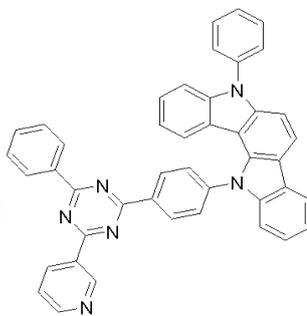
[SPH87]



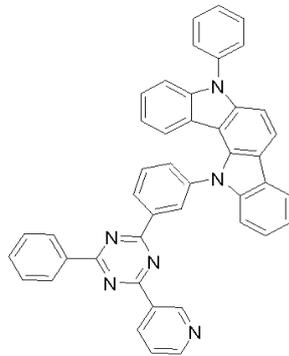
[SPH88]



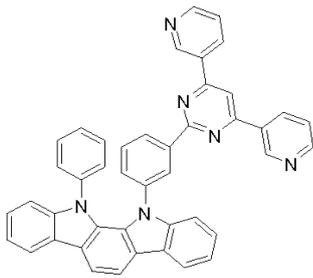
[SPH89]



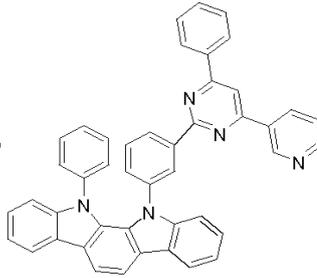
[SPH90]



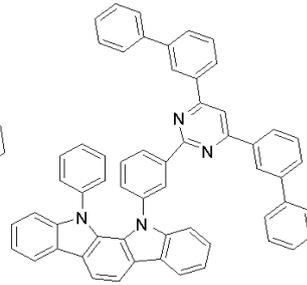
[SPH91]



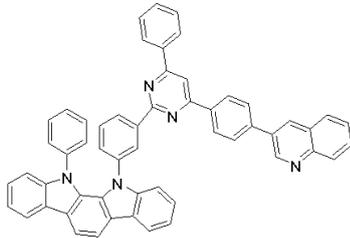
[SPH92]



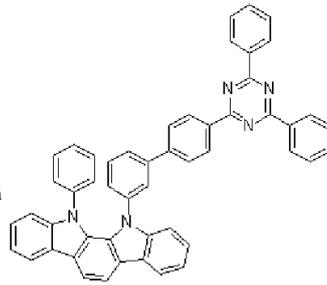
[SPH93]



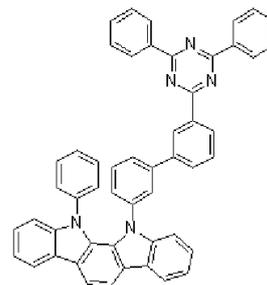
[SPH94]



[SPH95]



[SPH96]



[SPH97]

[SPH98]

[SPH99]

청구항 5

애노드;

캐소드; 및

상기 애노드 및 캐소드 사이에 개재되며, 제1항에 따른 인돌로카바졸 유도체를 포함하는 층을 구비한 유기전계 발광소자.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 애노드 및 캐소드 사이에 발광층, 정공주입층, 정공수송층, 정공저지층, 전자수송층, 전자주입층 및 전자저지층으로 이루어진 균으로부터 선택된 하나 이상의 층을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 인돌로카바졸 유도체는 상기 애노드 및 캐소드 사이의 발광층 중에 포함되는 것을 특징으로 하는 유기전계 발광소자.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 발광층의 두께는 50 내지 2,000 Å인 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

발명의 설명

기술분야

본 발명은 방향족 화합물 및 이를 이용한 유기전계발광소자에 관한 것으로서, 보다 구체적으로 인돌로카바졸 유

[0001]

도체 및 이를 이용한 구동전압이 낮고 발광효율이 우수한 유기전계발광소자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기전계발광소자는 다양한 전자 제품의 디스플레이 및 조명분야로 그 적용 분야를 점차 확대해 가고 있지만, 효율 및 수명 특성이 응용분야 확대를 제약하고 있는 상황이며, 효율 및 수명 특성 개선을 위해서 소자뿐만 아니라 재료 측면에서 많은 연구가 진행되고 있다. 재료 측면에서 발광효율 극대화를 위한 방법으로 주로 호스트-도펀트 시스템을 채용하고, 발광물질인 도펀트는 인광 재료를, 그리고 도펀트의 발광특성을 극대화할 수 있는 호스트로는 CBP(4, 4'-N, N'-dicarbazolbipheny) 및 카바졸에 다양한 치환기가 도입된 물질들이 (일본 특허공개 2008-0214244, 일본 특허공개 2003-0133075) 알려져 있지만, 효율 및 수명 특성 측면에서 추가적인 개선이 요구되고 있는 상황이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

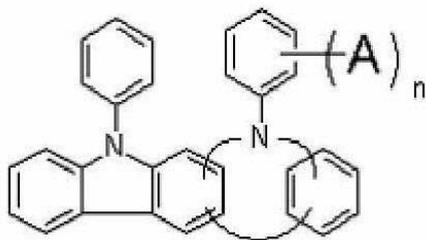
[0003] 본 발명이 달성하고자 하는 첫 번째 과제는 유기전계발광소자의 구동전압이 낮고 발광효율이 높은 특성을 갖는 신규 인돌로카바졸 유도체를 제공하는 것이다.

[0004] 또한, 본 발명이 해결하고자 하는 두 번째 기술적 과제는 상기 인돌로카바졸 유도체를 채용하여 특성이 개선된 유기전계발광소자를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0005] 상기 첫 번째 과제를 달성하기 위하여 본 발명은 하기 [화학식 1]의 인돌로카바졸 유도체를 제공한다.

[0006] [화학식 1]



[0007] 상기 [화학식 1]에서, n은 1부터 5까지의 정수이며,

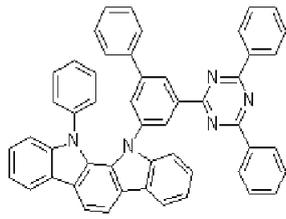
[0009] n이 1인 경우, A는 1개 이상의 질소를 포함하는 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴기이고,

[0010] n이 2 이상인 경우, A는 각각 독립적으로 동일 또는 상이할 수 있으며, 수소원자, 중수소원자, 할로겐원자, 치환 또는 비치환의 헤테로아릴아미노기, 치환 또는 비치환의 탄소수 6 - 40의 아릴기, 치환 또는 비치환의 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴기로부터 선택되고, 이때, 1개 이상의 질소를 포함하는 헤테로아릴기가 적어도 1개 이상 반드시 포함하며,

[0011] 상기 A의 치환기는 수소원자, 중수소 원자, 시아노기, 할로겐원자, 히드록시기, 니트로기, 탄소수 1 - 40의 알킬기, 탄소수 1 - 40의 알콕시기, 탄소수 1 - 40의 알킬아미노기, 탄소수 6 - 40의 아릴아미노기, 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴아미노기, 탄소수 1 - 40의 알킬실릴기, 탄소수 6 - 40의 아릴실릴기, 탄소수 6 - 40의 아릴기, 탄소수 3 - 40의 아릴옥시기, 탄소수 3 - 40의 헤테로아릴기로 이루어진 군으로부터 선택된 어느 하나이다.

[0012] 본 발명의 일 실시예에 의하면, n이 2 이상인 경우 상기 A는 각각 결합하여 포화 또는 불포화 고리 또는 헤테로 원자를 갖는 고리를 형성할 수 있다. 또한 상기 A의 치환기는 서로 결합하여 포화 혹은 불포화 고리를 형성하거나, 펜던트 방법으로 함께 부착 또는 융합(fused)될 수 있다.

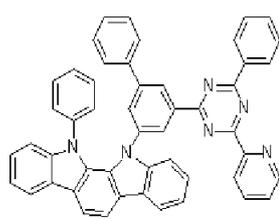
[0013] 본 발명의 다른 일 실시예에 의하면, 상기 인돌로카바졸 유도체는 예를 들어, 하기 화학식 [SPH01] 내지 화학식 [SPH99]로 표시되는 군으로부터 선택된 어느 하나의 화합물일 수 있으나, 이들 예시 화합물에 한정되는 것은 아니다.



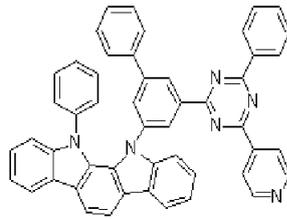
[0014]

[0015]

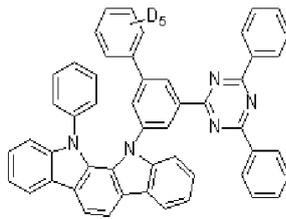
[SPH01]



[SPH02]



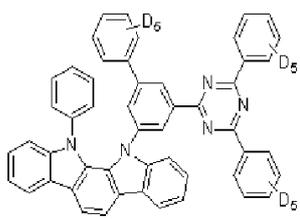
[SPH03]



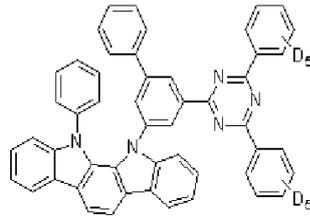
[0016]

[0017]

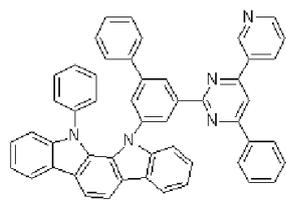
[SPH04]



[SPH05]



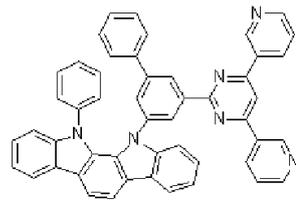
[SPH06]



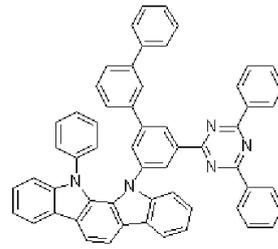
[0018]

[0019]

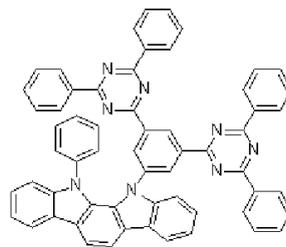
[SPH07]



[SPH08]



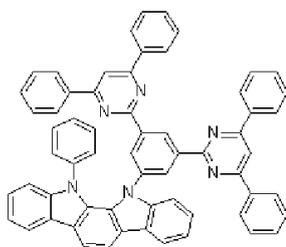
[SPH09]



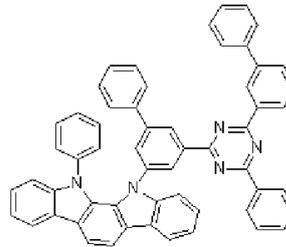
[0020]

[0021]

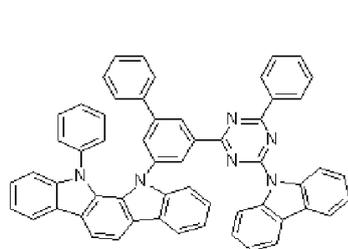
[SPH10]



[SPH11]



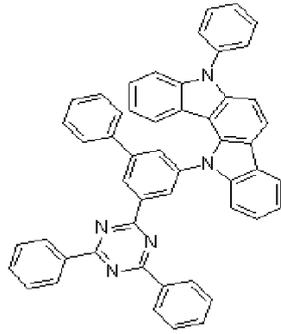
[SPH12]



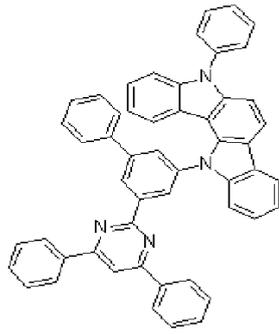
[0022]

[0023]

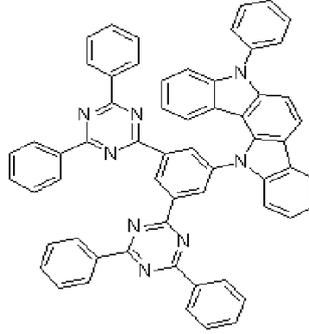
[SPH13]



[SPH14]



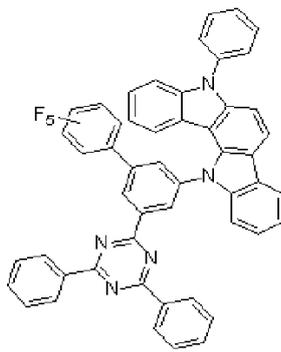
[SPH15]



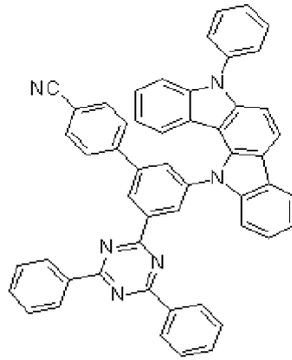
[0024]

[0025]

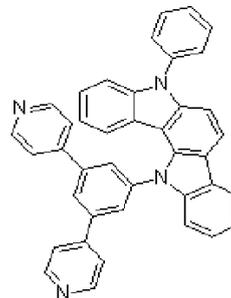
[SPH16]



[SPH17]



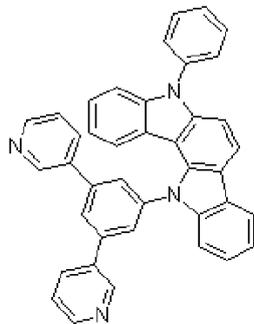
[SPH18]



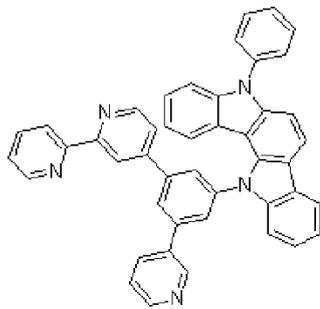
[0026]

[0027]

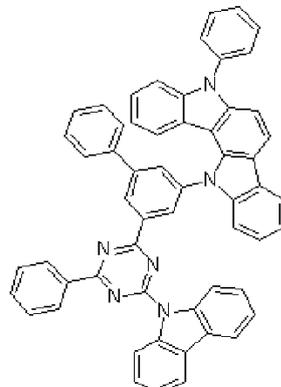
[SPH19]



[SPH20]

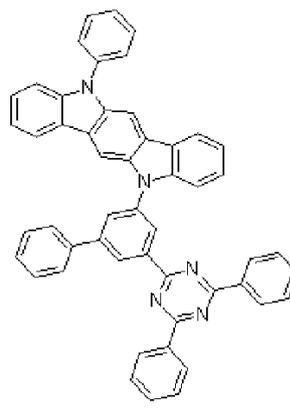
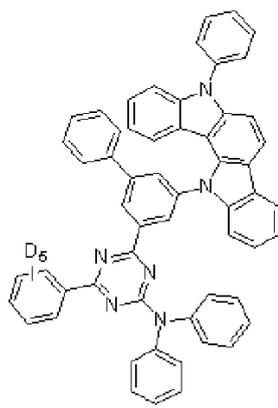
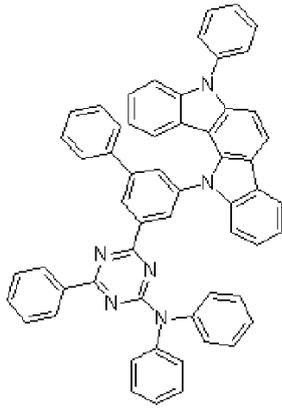


[SPH21]

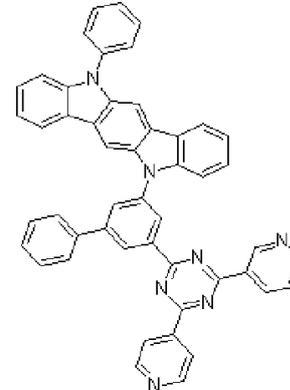
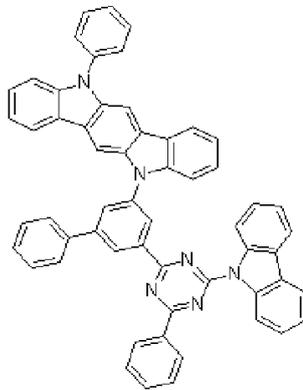
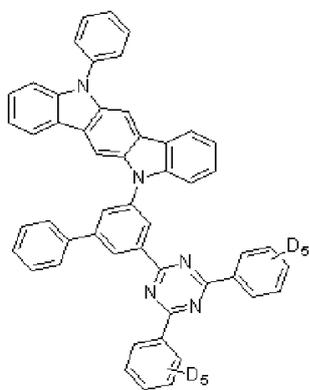


[0028]

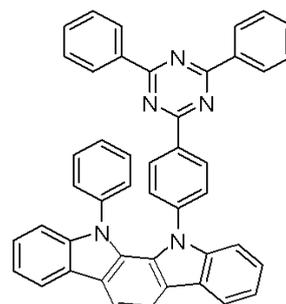
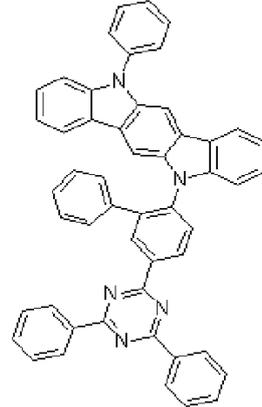
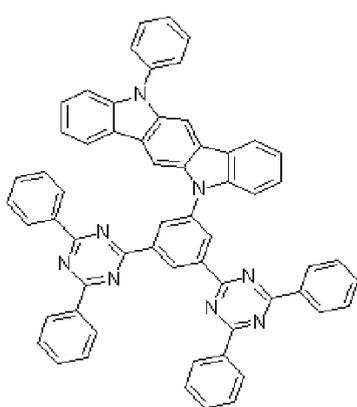
[0029] [SPH22] [SPH23] [SPH24]



[0030]
[0031] [SPH25] [SPH26] [SPH27]

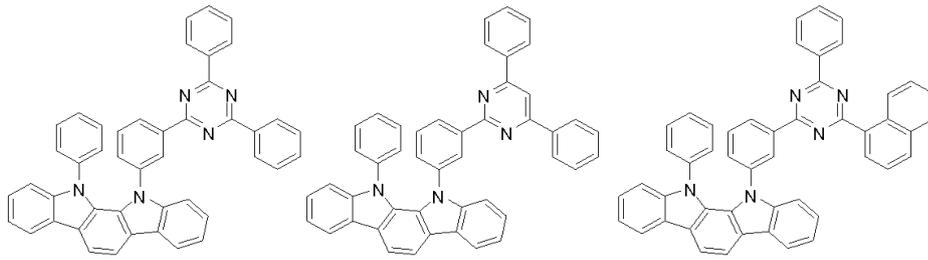


[0032]
[0033] [SPH28] [SPH29] [SPH30]

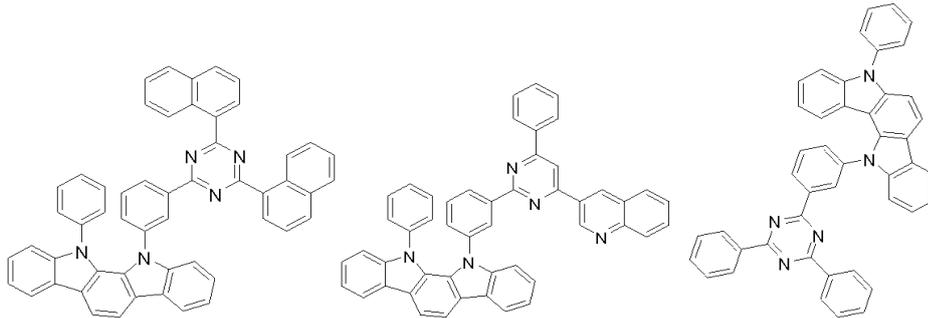


[0034]

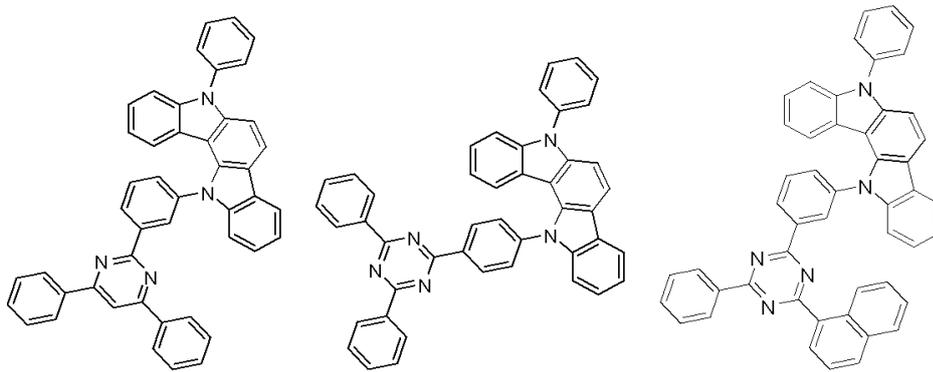
[0035] [SPH31] [SPH32] [SPH33]



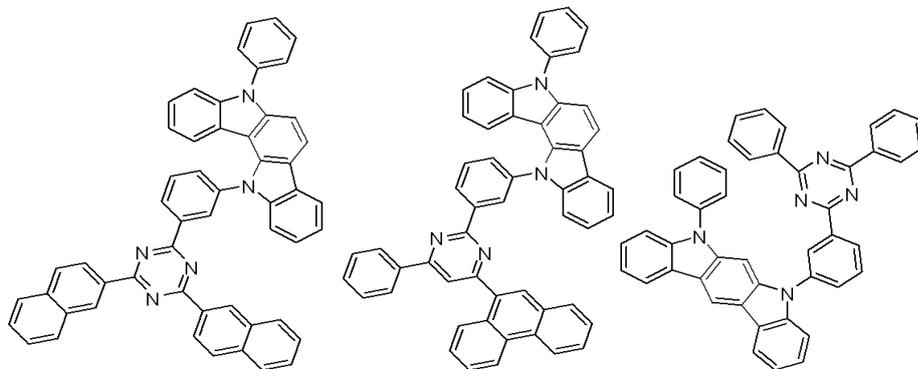
[0036]
[0037] [SPH34] [SPH35] [SPH36]



[0038]
[0039] [SPH37] [SPH38] [SPH39]

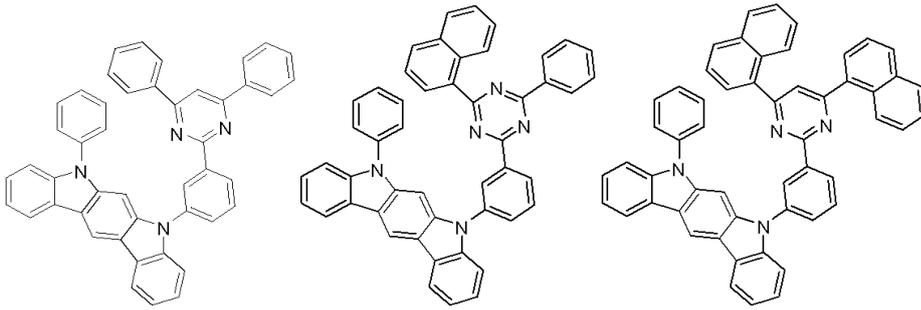


[0040]
[0041] [SPH40] [SPH41] [SPH42]

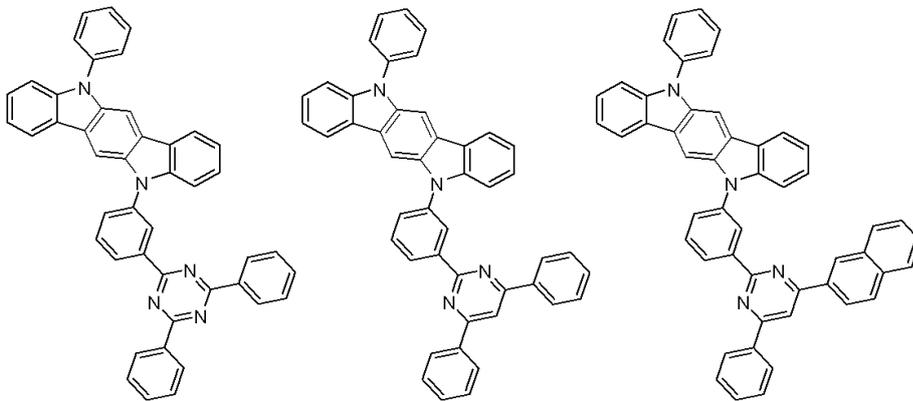


[0042]

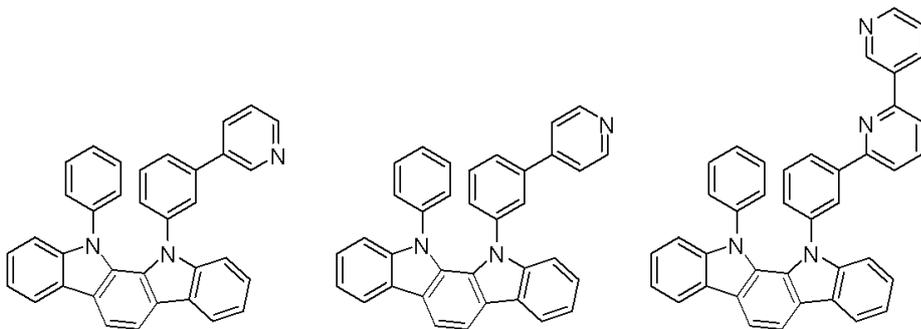
[0043] [SPH43] [SPH44] [SPH45]



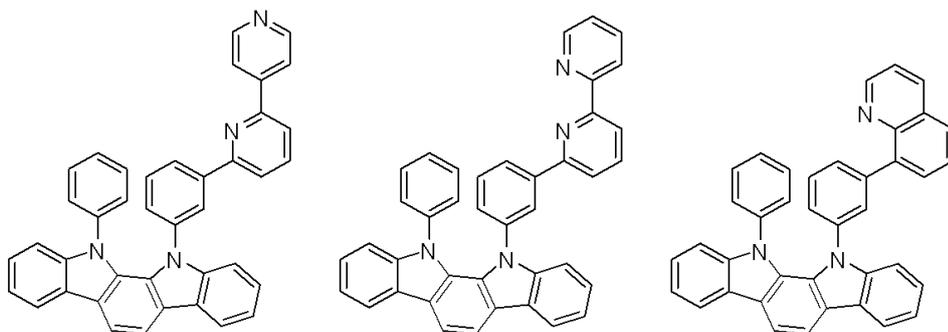
[0044] [SPH46] [SPH47] [SPH48]



[0046] [0047] [SPH49] [SPH50] [SPH51]



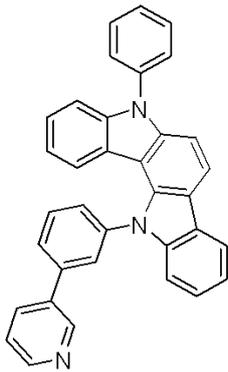
[0048] [0049] [SPH52] [SPH53] [SPH54]



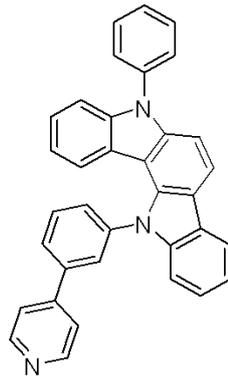
[0050]

[0051]

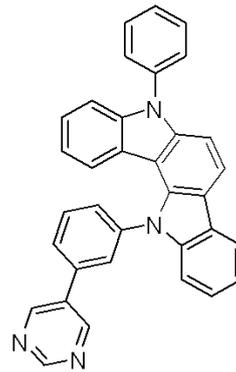
[SPH55]



[SPH56]



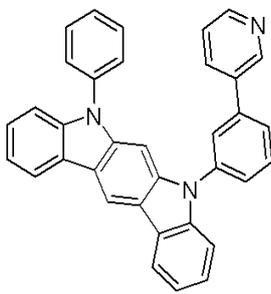
[SPH57]



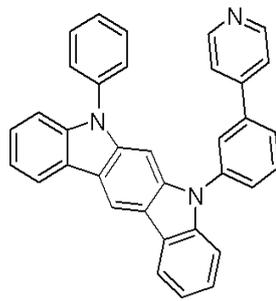
[0052]

[0053]

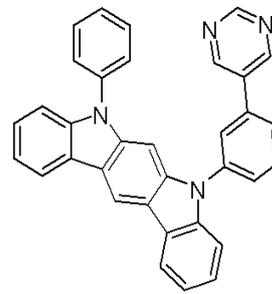
[SPH58]



[SPH59]



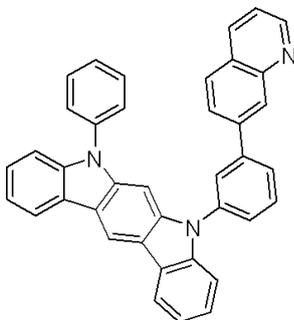
[SPH60]



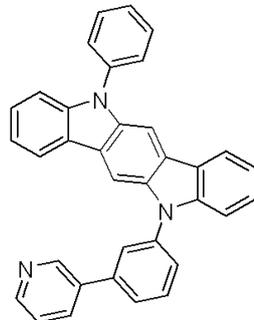
[0054]

[0055]

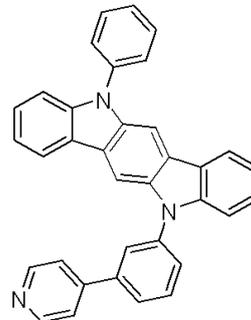
[SPH61]



[SPH62]



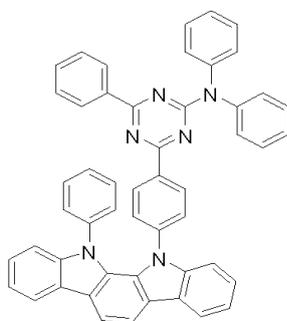
[SPH63]



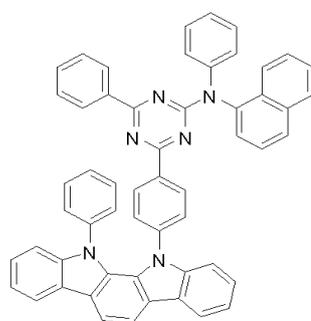
[0056]

[0057]

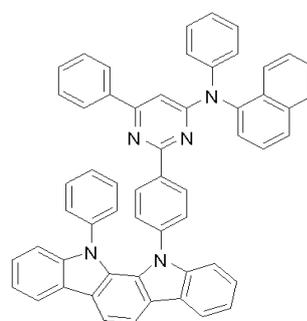
[SPH64]



[SPH65]

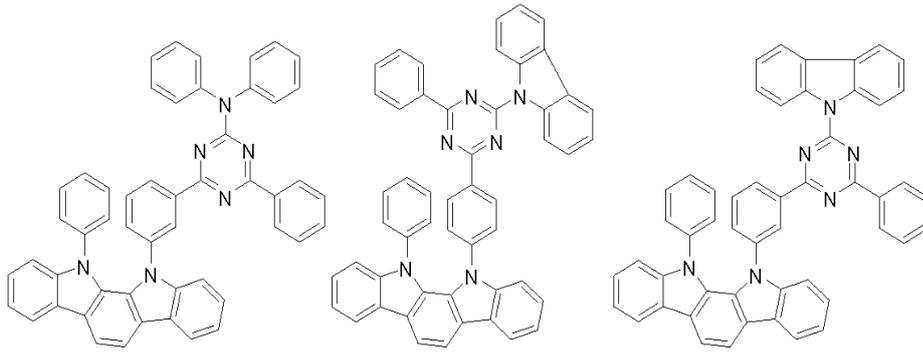


[SPH66]

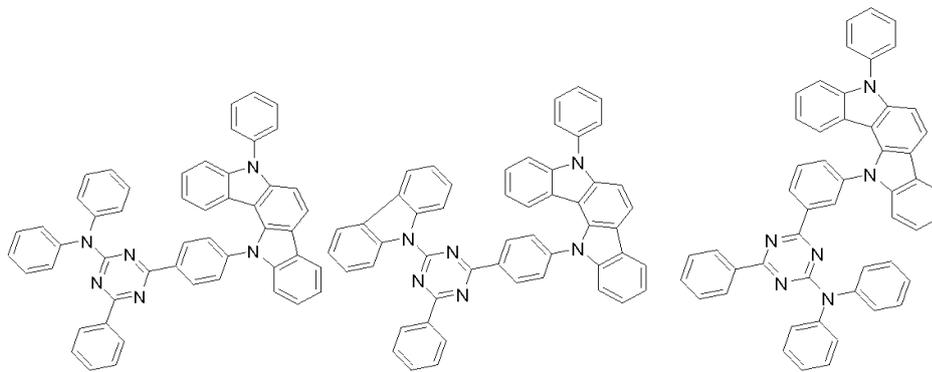


[0058]

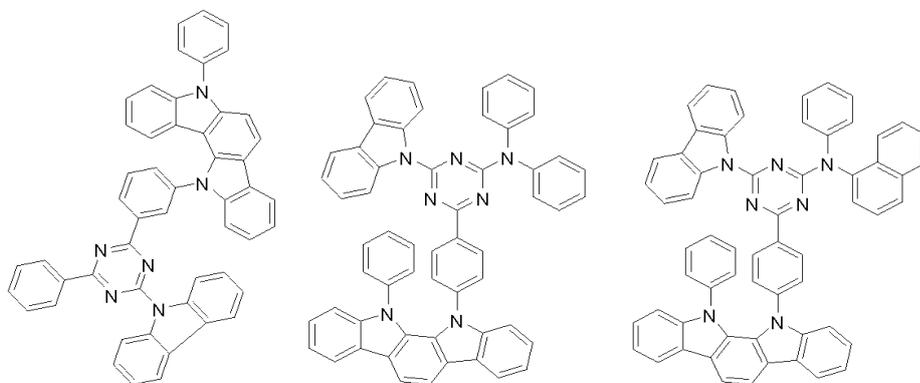
[0059] [SPH67] [SPH68] [SPH69]



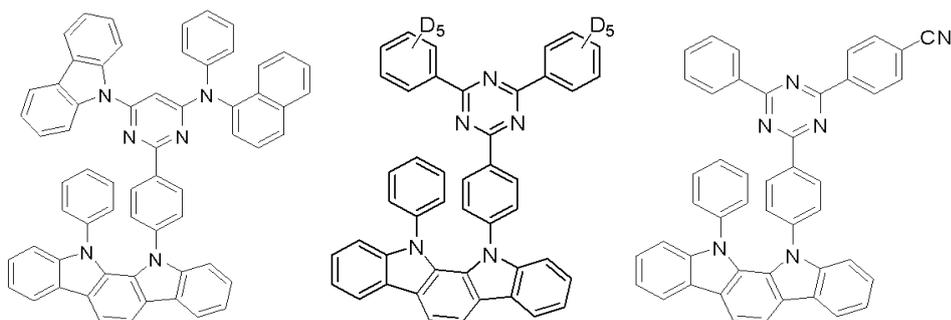
[0060]
[0061] [SPH70] [SPH71] [SPH72]



[0062]
[0063] [SPH73] [SPH74] [SPH75]

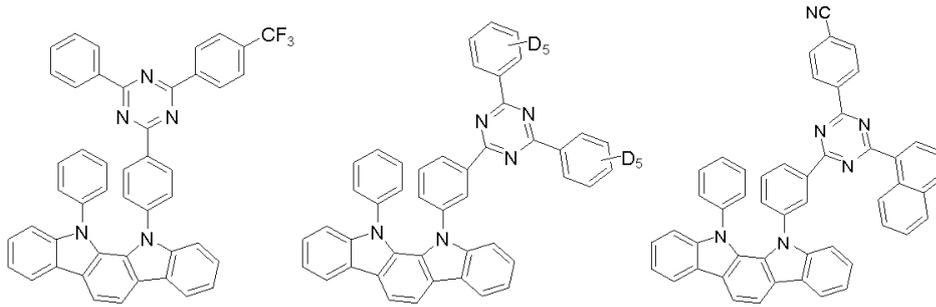


[0064]
[0065] [SPH76] [SPH77] [SPH78]

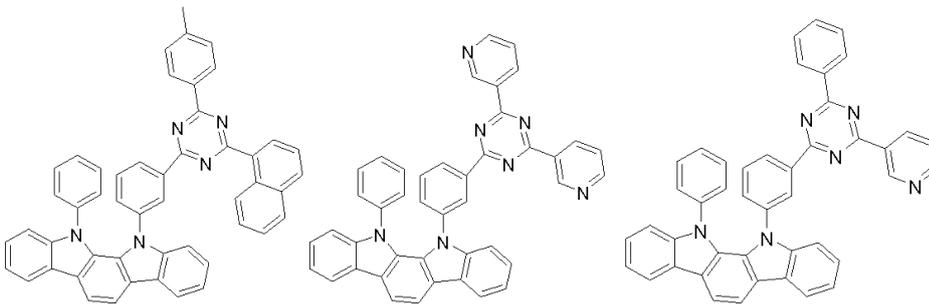


[0066]

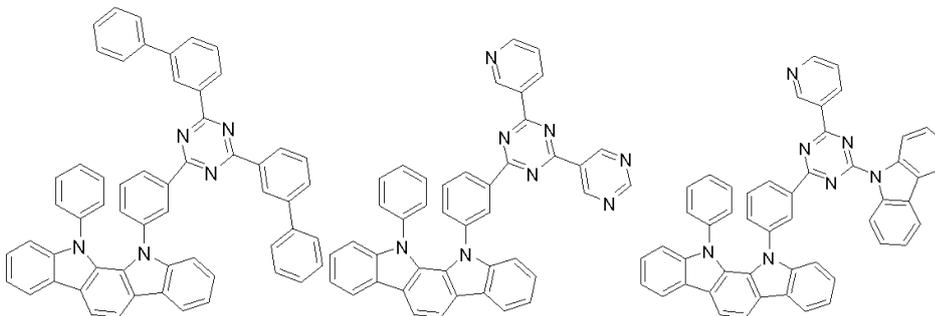
[0067] [SPH79] [SPH80] [SPH81]



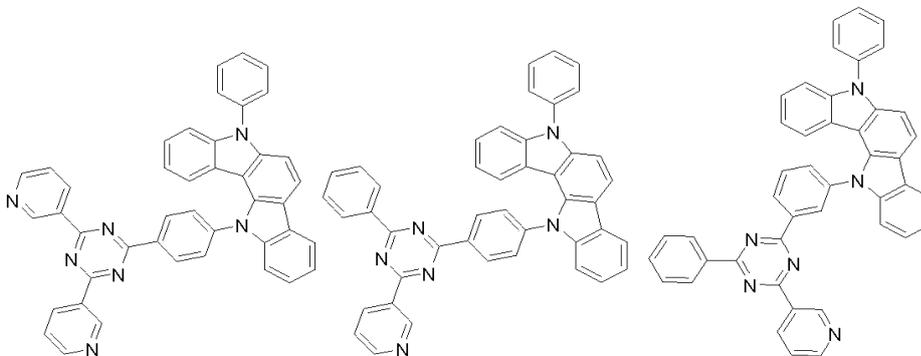
[0068]
[0069] [SPH82] [SPH83] [SPH84]



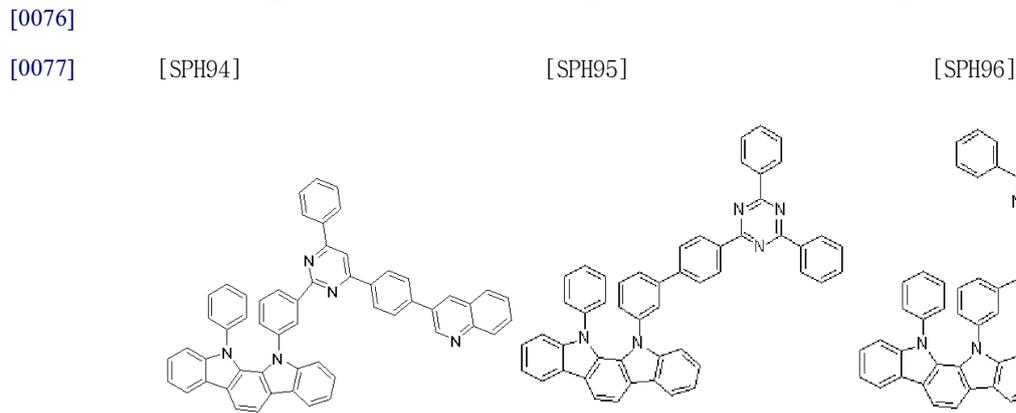
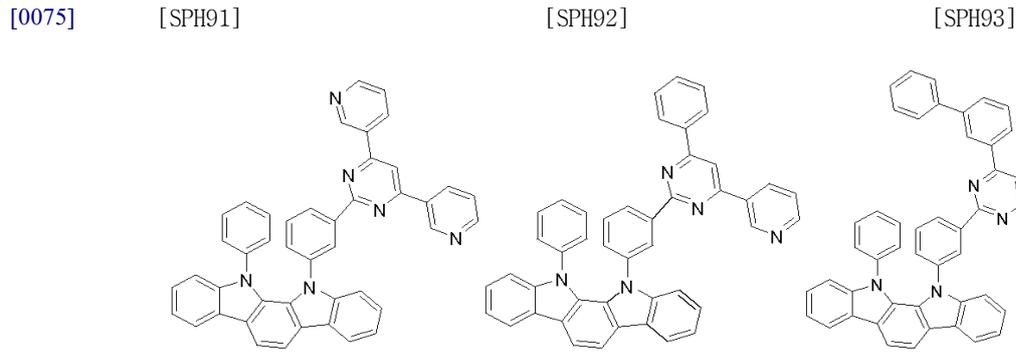
[0070]
[0071] [SPH85] [SPH86] [SPH87]



[0072]
[0073] [SPH88] [SPH89] [SPH90]



[0074]



[0080] 본 발명은 상기 두 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서, 애노드; 캐소드; 및 상기 애노드 및 캐소드 사이에 개재된 상기 [화학식 1]로 표시되는 인돌로카바졸 유도체를 포함하는 층을 구비한 유기전계발광소자를 제공한다.

[0081] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 애노드 및 캐소드 사이에 정공주입층, 정공수송층, 정공저지층, 발광층, 전자저지층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 균으로부터 선택된 하나 이상의 층을 더 포함할 수 있으며, 상기 인돌로카바졸 유도체는 상기 애노드 및 캐소드 사이의 발광층 중에 포함되는 것이 바람직하고, 상기 발광층의 두께는 50 내지 2,000 Å 이 바람직하다.

발명의 효과

[0082] 본 발명에 따른 인돌로카바졸 유도체를 사용하면, 구동전압이 낮고, 발광효율이 우수한 유기전계발광소자를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0083] 도 1a 내지 1f는 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 유기전계발광소자들의 적층구조를 나타낸 단면도들이다.

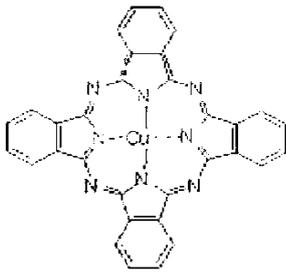
발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0084] 본 발명은 상기 [화학식 1]로 표시되는 인돌로카바졸을 기본 골격을 가지는 유도체로 유기전계소자의 모든 층에서 효과적으로 사용될 수 있지만, 특히 발광층 호스트로 채용시, 정공 및 전자 이동이 용이하여, 정공과 전자의 균형을 유지할 수 있기 때문에 발광층에서 엑시톤 형성을 극대화 시킬 수 있다.

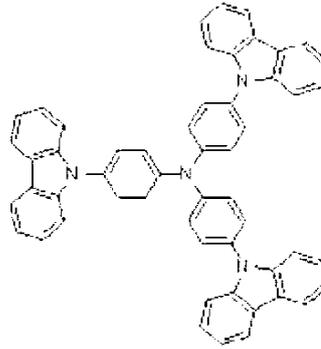
[0085] 본 발명에서 사용되는 치환기인 알킬기의 구체적인 예로는 메틸, 에틸, 프로필, 이소부틸, sec-부틸, tert-부틸, 펜틸, iso-아밀, 핵실 등을 들 수 있고, 상기 알킬기 중 하나 이상의 수소 원자는 할로젠 원자, 히드록시기, 니트로기, 시아노기, 실릴기 (이 경우 "알킬실릴기"라 함), 치환 또는 비치환된 아미노기 (-NH₂, -NH(R), -N(R')(R''), R'과 R''은 서로 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 알킬기이며, 이 경우 "알킬아미노기"라 함), 히드라진기, 히드라존기, 카르복실기, 술폰산기, 인산기, 탄소수 1 내지 20의 알킬기, 탄소수 1 내지 20의 할로젠화된 알킬기, 탄소수 1 내지 20의 알케닐기, 탄소수 1 내지 20의 알키닐기, 탄소수 1 내지 20의 헤테로알킬기, 탄소수 6 내지 20의 아릴기, 탄소수 6 내지 20의 아르알킬기, 탄소수 6 내지 20의 헤테로아릴기

또는 탄소수 6 내지 20의 헤테로아르알킬기로 치환될 수 있다.

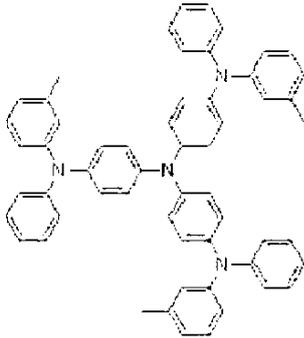
- [0086] 본 발명의 화합물에서 사용되는 치환기인 알콕시기의 구체적인 예로는 메톡시, 에톡시, 프로폭시, 이소부틸옥시, sec-부틸옥시, 펜틸옥시, iso-아밀옥시, 핵실옥시 등을 들 수 있고, 상기 알콕시기 중 하나 이상의 수소 원자는 상기 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다.
- [0087] 상기 본 발명의 화합물에서 사용되는 아릴기는 하나 이상의 고리를 포함하는 방향족 시스템을 의미하며, 상기 고리들은 펜던트 방법으로 함께 부착되거나 또는 융합(fused)될 수 있다. 또한 상기 아릴기는 비축합방향족기를 포함한다. 아릴기의 구체적인 예로는 페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페난트릴, 피레닐, 크리세닐 및 플루오란테닐 등과 같은 방향족 그룹을 들 수 있고, 비축합방향족기의 일예로는 비페닐기, 터페닐기 등이 해당한다.
- [0088] 상기 아릴기 중 하나 이상의 수소 원자는 상기 알킬기의 경우와 마찬가지로 치환가능하다 (예를 들어, 아미노기로 치환되는 경우는 "아릴아미노기", 실릴기로 치환되는 경우는 "아릴실릴기", 옥시기로 치환되는 경우는 "아릴옥시기"라 함).
- [0089] 본 발명의 화합물에서 사용되는 치환기인 헤테로아릴기는 N, O 또는 S 중에서 선택된 1, 2 또는 3개의 헤테로 원자를 포함하고, 나머지 고리 원자가 탄소인 탄소수 3 내지 30의 고리 방향족 시스템을 의미하며, 상기 고리가 펜던트 방법으로 함께 부착될 수 있다. 상기 헤테로아릴기가 아릴기 또는 다른 헤테로아릴기와 융합된(fused) 경우 이를 축합방향족 헤테로환이라 한다.
- [0090] 헤테로아릴기의 구체적인 예로는 피롤기, 퓨란기, 티오펜기, 비티오펜기, 터티오펜기, 피라졸기, 이미다졸기, 트리아졸기, 이소옥사졸기, 옥사졸기, 옥사디아졸기, 피리딘기, 디피리딜기, 터피리딘기, 피리다진기, 피리미딘기, 피라진기, 트리아진기 등이 있다.
- [0091] 축합방향족 헤테로환기의 구체적인 예로는 인돌기, 카바졸기, 디벤조아제핀기, 아자인돌기, 인돌로카바졸기, 벤조퓨란기, 디벤조퓨란기, 티아나프텐기 (thianaphthene), 디벤조티오펜기, 인다졸기, 벤즈이미다졸기, 이미다조피리딘기, 벤조트리아졸기, 벤조티아졸기, 벤조티아디아졸기, 트리아졸로피리미딘기, 퓨린기, 퀴놀린기, 벤조퀴놀린기, 아크리딘기, 이소퀴놀린기, 페난트롤린기, 프탈라진기, 퀴나졸린기, 페녹살린기, 페나진기, 페난트롤린기, 페녹사진기 등이 있다.
- [0092] 그리고 상기 헤테로아릴기 및 축합방향족 헤테로고리 중 하나 이상의 수소 원자는 상기 알킬기의 경우와 동일한 치환기로 치환가능하다.
- [0093] 또한, 본 발명은 상기 두 번째 기술적 과제를 달성하기 위해서, 애노드; 캐소드; 및 상기 애노드 및 캐소드 사이에 개재된 상기 [화학식1]로 표시되는 인돌로카바졸 유도체를 포함하는 층을 구비한 유기전계발광소자를 제공한다.
- [0094] 본 발명에 따른 상기 유기전계발광소자를 보다 상세히 설명하면, 유기전계발광소자는 상기 애노드 및 캐소드 사이에 정공주입층, 정공수송층, 발광층, 전자수송층 및 전자주입층으로 이루어진 균으로부터 선택된 하나 이상의 층을 더 포함할 수도 있는데, 상기 정공주입층, 정공수송층, 전자수송층 및 전자주입층은 정공 또는 전자들을 발광층으로 효율적으로 전달시켜 줌으로써 발광층 내에서 발광 결합의 확률을 높이는 역할을 한다.
- [0095] 정공주입층 및 정공수송층은 애노드로부터 정공이 주입되고, 주입된 정공이 수송되는 것을 용이하게 하기 위해서 적층되는 것으로서, 이러한 정공수송층용 물질로는 이온화 포텐셜이 작은 전자공여성 분자들이 사용되는데, 주로 트리페닐아민을 기본골격으로 하는 디아민, 트리아민 또는 테트라아민 유도체가 많이 사용되고 있다.
- [0096] 본 발명에서도, 상기 정공수송층의 재료로서, 당업계에서 통상적으로 사용되는 것인 한, 다양한 물질을 제한 없이 사용할 수 있으며, 예를 들어, N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(TPD) 또는 N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐 벤지딘(α -NPD) 등을 사용할 수 있다.
- [0097] 또한, 상기 정공수송층의 하부에는 정공주입층 (HIL: Hole Injecting Layer)을 추가적으로 더 적층할 수 있는데, 상기 정공주입층 재료 역시 당업계에서 통상적으로 사용되는 것인 한 특별히 제한되지 않고 사용할 수 있으며, 예를 들어 CuPc 또는 스타버스트(Starburst)형 아민류인 TCTA, m-MTDATA, IDE406 (이데미쯔사 재료) 등을 사용할 수 있다.



[CuPc]



[TCTA]



[m-MTDATA]

[0098]

[0099] 상기 정공수송층의 상부에 유기발광층이 적층되는데, 이러한 유기발광층은 단일물질로 이루어지거나 또는 호스트(host)/도판트(dopant)로 이루어질 수 있다.

[0100]

[0101]

[0102] 일반적으로, 단일 물질로 상기 화합물이 사용되는 경우, 분자 간 상호작용에 의해 장파장에서의 둔덕 피크가 생겨나 색순도가 떨어지고, 발광 감쇄 효과 등에 의하여 효율이 떨어지기 때문에, 호스트/도판트계 발광층이 바람직하며, 상기 인돌로카바졸 유도체는 호스트/도판트계 발광층에서 호스트 물질로 사용할 수 있다.

[0103]

[0104] 상기 호스트/도판트계 발광층 중 호스트 물질은 일반적으로 CBP (4,4'-dicarbazolyl-1,1'-biphenyl)를 사용하며, 도판트 물질은 Ir(ppy)₃를 많이 사용하나, 당업계에서 일반적으로 사용되는 한 특별히 제한되지 않는다.

[0105]

[0106] 전자 수송층은 캐소드로부터 공급된 전자를 발광층으로 원활히 수송하고 상기 발광층에서 결합하지 못한 정공의 이동을 억제함으로써 발광층 내에서 재결합할 수 있는 기회를 증가시키는 역할을 한다.

[0107]

[0108] 이러한 전자수송층 재료로는 당업계에서 사용되는 물질인 한 특별히 제한되지 않으며, 예를 들어, Alq₃(트리-8-히드록시퀴놀린 알루미늄), PBD(2-(4-비페닐일)-5-(4-t-부틸페닐)-1,3,4-옥사디아졸), TNF(2,4,7-트리니트로플루오레논), BMD, BND 등을 사용할 수 있다.

[0109]

[0110] 한편, 상기 전자 수송층의 상부에는 캐소드로부터의 전자 주입을 용이하게 해주어 궁극적으로 전력효율을 개선시키는 기능을 수행하는 전자주입층(EIL: Electron Injecting Layer)을 더 적층시킬 수도 있는데, 상기 전자주입층 재료 역시 당업계에서 통상적으로 사용되는 것이면 특별한 제한 없이 사용될 수 있으며, 예를 들어, LiF, NaCl, CsF, Li₂O, BaO 등의 물질을 이용할 수 있다.

[0111]

[0112] 더 나아가, 본 발명에 따른 유기전계발광소자는 상기 언급한 정공주입층, 정공수송층, 전자수송층 및 전자주입층 이외에도, 정공저지층 또는 전자저지층 등과 같은 부가적 기능성 적층 구조들을 더 포함할 수도 있다. 이때, 정공저지층은 정공이 유기발광층을 통과하여 캐소드로 유입되는 경우에는 소자의 수명과 효율이 감소되기 때문에 HOMO 레벨이 매우 낮은 물질을 사용함으로써 이러한 문제를 방지하는 역할을 한다. 정공저지층을 이루는 물질은 특별히 제한되지는 않으나, 전자수송능력을 가지면서 발광 화합물보다 높은 이온화 포텐셜을 가져야 하며, 대표적으로 BAlq, BCP, TPBI 등을 사용할 수 있다.

[0113]

[0114] 보다 구체적으로, 하기 도 1a 내지 도 1f에는 다양한 형태의 적층 구조를 갖는 유기전계발광소자들을 도시하였

으며, 이를 참조하면, 도 1a의 유기전계 발광소자는 애노드 / 정공주입층 / 발광층 / 캐소드로 이루어진 구조를 갖고, 도 1b의 유기전계발광소자는 애노드 / 정공주입층 / 발광층 / 전자주입층 / 캐소드로 이루어진 구조를 갖는다.

[0110] 또한, 도 1c의 유기전계발광소자는 애노드 / 정공주입층 / 정공수송층 / 발광층 / 캐소드의 구조를 갖고, 도 1d에 도시된 유기전계발광소자는 애노드 / 정공주입층 / 정공수송층 / 발광층 / 전자주입층 / 캐소드의 구조를 갖고, 도 1e의 유기전계발광소자는 애노드 / 정공주입층 / 정공수송층 / 발광층 / 전자수송층 / 전자주입층 / 캐소드의 구조를 갖고 마지막으로 도 1f의 유기전계발광소자는 애노드 / 정공주입층 / 정공수송층 / 발광층 / 정공저지층 / 전자수송층 / 전자주입층 / 캐소드의 구조를 갖는다.

[0111] 본 발명에 따른 유기전계발광소자는 상기 인돌로카바졸 유도체를, 애노드 및 캐소드 사이에 개재되는 다양한 적층 구조 내에 포함할 수 있지만, 바람직하게는, 상기 인돌로카바졸 유도체는 애노드 및 캐소드 사이의 발광층에서 호스트물질로 사용될 수 있다.

[0112] 또한, 상기 인돌로카바졸 유도체를 포함하는 발광층의 두께는 50 내지 2,000 Å 일 수 있는데, 두께가 50 Å 미만인 경우에는 발광 효율이 저하되고, 2,000 Å을 초과하는 경우에는 구동 전압이 상승하기 때문에 비경제적이다.

[0113] 본 발명에 따른 유기전계발광소자를 제조하는 방법에 관하여 도 1a 내지 1f를 참조하여 설명한다.

[0114] 먼저, 기판 상부에 애노드용 물질을 코팅한다. 기판으로는 통상적인 발광 소자에서 사용되는 기판을 사용하는데, 투명성, 표면 평활성, 취급용이성 및 방수성이 우수한 유리기판 또는 투명 플라스틱 기판이 바람직하다. 또한, 애노드 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석 (ITO), 산화인듐아연 (IZO), 산화주석 (SnO2) 또는 산화아연 (ZnO) 등의 당업계에서 통상적으로 사용되고 있는 물질들이 사용될 수 있다. 상기 애노드 상부로는 정공주입층이 적층되며, 그 다음으로 상기 정공주입층 상부에 정공수송층을 형성한다.

[0115] 다음으로는, 상기 정공수송층 상부에 발광층을 적층한 후, 그 위에 선택적으로 정공저지층을 형성한다. 마지막으로, 이러한 정공저지층 위에 전자수송층을 적층한 후에 전자주입층을 선택적으로 형성하고, 상기 전자주입층 상부에 캐소드 형성용 금속을 진공 열증착함으로써 본 발명에 따른 유기전계발광소자를 제조할 수 있게 된다. 상기 유기층의 적층은 진공 열증착, 스프레이 코팅 또는 잉크젯 프린팅의 방법 중에서 선택된 하나 또는 그 이상의 방법에 의하여 수행된다.

[0116] 한편, 캐소드 형성용 금속으로는, 리튬 (Li), 마그네슘 (Mg), 알루미늄 (Al), 알루미늄-리튬 (Al-Li), 칼슘 (Ca), 마그네슘-인듐 (Mg-In), 마그네슘-은 (Mg-Ag) 등을 사용할 수 있으며, 전면발광소자를 얻기 위해서는 ITO, IZO를 사용한 투과형 캐소드를 사용할 수도 있다.

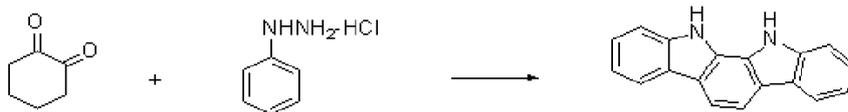
[0117] <실시예>

[0118] <합성예 1> [SPH10]로 표시되는 화합물의 합성

[0119] (1) [화학식 1-a]로 표시되는 화합물의 합성

[0120] 하기 [반응식 1]에 의하여 [화학식 1-a]를 합성하였다.

[0121] [반응식 1]



[0122] [화학식 1-a]

[0124] 2 L의 둥근 바닥 플라스크에 1,2-씨클로헥산디온 50 g (0.45 mol), 페닐 하이드라진-하이드로클로라이드 135 g (0.92 mol), 에틸알코올 1500 ml를 넣고, 30분간 교반 후에, 반응 용액에 진한 황산 5 ml를 가한다. 65°C에서 10시간 교반시킨다. 반응이 종결되면 상온으로 내리고, 여과하고 에틸알코올로 씻어준다.

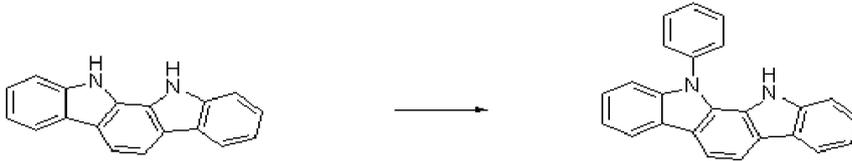
[0125] 상온에서 감압으로 건조시키고, 정제없이 여과물을 2L 둥근 바닥 플라스크에 여과물, 아세트산 1200 ml, 트리플

로오루아세트산 120 ml를 넣고 110℃에서 8시간 교반시킨다. 반응이 종결되면 상온으로 내리고, 여과하고 에틸 알코올과 헥산순으로 씻어준다. 상온에서 감압건조하여 [화학식 1-a]로 표시되는 화합물 80 g 을 얻었다. (수율 76.8 %)

[0126] (2) [화학식 1-b]로 표시되는 화합물의 합성

[0127] 하기 [반응식 2]에 의하여 [화학식 1-b]를 합성하였다.

[0128] [반응식 2]



[0129]

[0130] [화학식 1-a]

[화학식 1-b]

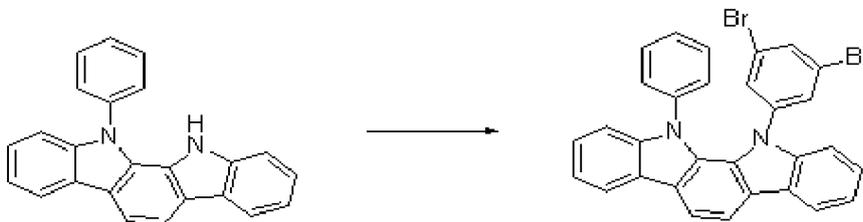
[0131] 1 L 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식 1-a]로 표시되는 화합물 48.5 g (0.189 mol), 아이오도벤젠 42.5 g (0.208mol), 구리분말 19.4 g (0.378 mol), 18-크라운-6 15 g (0.057 mol), 탄산칼륨 104.5 g (0.756 mol)을 순서대로 넣고, 올쏘-디클로로벤젠 480 ml 를 가한 후, 180 °C 에서 2일간 환류시킨다.

[0132] 반응이 종료되면, 메틸렌 클로라이드 500 ml 와 증류수 400 ml 를 사용하여 추출한다. 2회 반복한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 헥산 단독으로 컬럼 크로마토 그래피에서 올쏘-디클로로벤젠을 제거한다. 용매가 제거된 후, 메틸렌 클로라이드를 과량 넣어 불순한 생성물을 얻고, 메틸렌클로라이드 : 헥산 = 1 : 10으로 컬럼 크로마토그래피하여 [화학식 1-b]로 표시되는 화합물 17.9 g을 얻었다. (수율 28 %)

[0133] (3) [화학식 1-c]로 표시되는 화합물의 합성

[0134] 하기 [반응식 3]에 의하여 [화학식 1-c]를 합성하였다.

[0135] [반응식 3]



[0136]

[0137] [화학식 1-b]

[화학식 1-c]

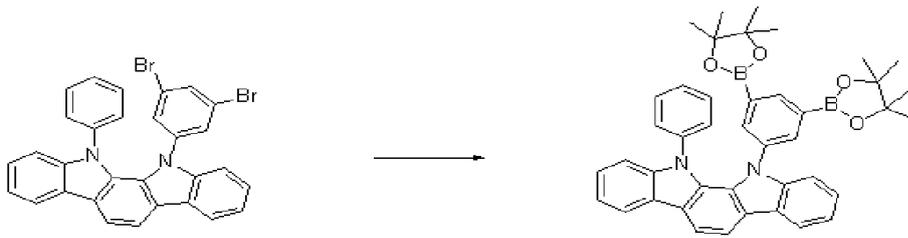
[0138] 1 L 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식1-c]로 표시되는 화합물 27.7 g (0.083 mol), 1,3-디브로모-5-아이오도벤젠 39.1 g (0.108mol), 구리분말 15.8 g (0.249 mol), 18-크라운-6 4.4 g (0.017 mol), 탄산칼륨 57.48 g (0.415 mol)을 순서대로 넣고, 올쏘-디클로로벤젠 270 ml 를 가한 후, 180 °C 에서 3일간 환류시킨다.

[0139] 반응이 종료되면, 메틸렌 클로라이드 200 ml 와 증류수 200 ml 를 사용하여 추출한다. 2회 반복한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 헥산 단독으로 컬럼 크로마토 그래피에서 올쏘-디클로로벤젠을 제거한다. 용매가 제거된 후, 메틸렌 클로라이드를 과량 넣어 불순한 생성물을 얻고, 메틸렌클로라이드 : 헥산 = 1 : 20으로 컬럼 크로마토그래피하여 [화학식 1-c]로 표시되는 화합물 30 g 을 얻었다. (수율 64 %)

[0140] (4) [화학식 1-d]로 표시되는 화합물의 합성

[0141] 하기 [반응식 4]에 의하여 [화학식 1-d]를 합성하였다.

[0142] [반응식 4]



[0143]

[화학식 1-c]

[화학식 1-d]

[0144]

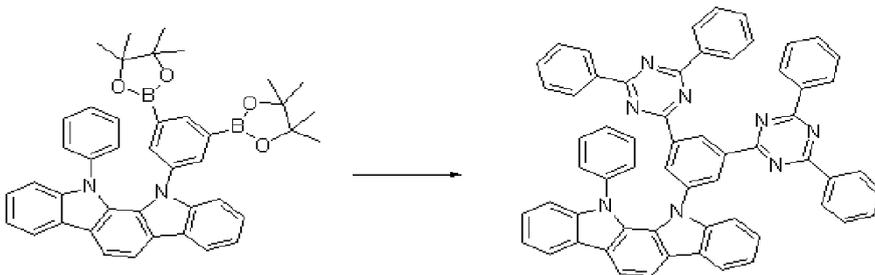
[0145] 1000 mL 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식 1-c]로 표시되는 화합물 29.4 g (0.052 mol), 비스(피나콜라토)디보론 32.4 g (0.126mol), PdCl₂(dppf) 2.54 g (0.0032 mol), 칼륨아세테이트 23.6 g (0.312 mol), 디메틸설폭사이드 500 ml 를 가한 후, 110 °C 에서 1일간 환류시킨다.

[0146] 반응이 종료되면, 메틸렌 클로라이드 200 ml 와 증류수 200 ml 를 사용하여 추출한다. 3회 반복한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 메틸렌클로라이드 : 헥산 = 1 : 20으로 컬럼크로마토그래피하여 [화학식 1-d]로 표시되는 화합물 26.7 g 을 얻었다. (수율 78 %)

[0147] (5) [SPH10]로 표시되는 화합물의 합성

[0148] 하기 [반응식 5]에 의하여 [SPH10]을 합성하였다.

[0149] [반응식 5]



[0150]

[화학식 1-d]

[SPH10]

[0151]

[0152] 250 mL 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식 1-d]로 표시되는 화합물 15.8 g (0.024 mol), 클로로디페닐아민 16 g (0.06 mol), Pd[PPh₃]₄ 0.7 g (0.0006 mol), 탄산칼륨 8.2 g (0.0588 mol), 테트라하이드로퓨란 50 ml, 톨루엔 50 ml, 물 20 ml 를 가한 후, 80 °C 에서 5시간 환류시킨다.

[0153] 반응이 종료되면, 에틸아세테이트 50 ml 와 증류수 100 ml 를 사용하여 추출한다. 2회 반복한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 메틸렌클로라이드과 헥산으로 재결정을 반복하여 [SPH10]로 표시되는 화합물 6.2 g 을 얻었다. (수율 31 %)

[0154] MS(MALDI-TOF):m/z= 871.00 [M]⁺

[0155] EA(Elemental analysis) : 이론값 - C. 82.74 % ; H. 4.4 % ; N. 12.86 %

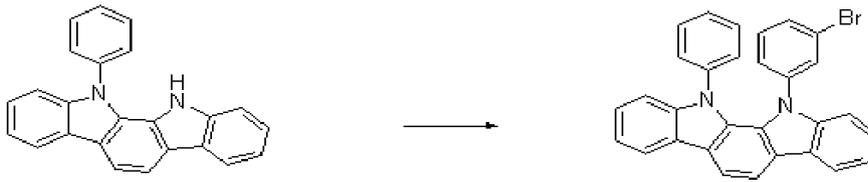
[0156] 실제값 - C. 82.66 % ; H. 4.46 % ; N. 12.88 %;

[0157] <합성예 2> [SPH34]로 표시되는 화합물의 합성

[0158] (1) [화학식 2-a]로 표시되는 화합물의 합성

[0159] 하기 [반응식 6]에 의하여 [화학식 2-a]를 합성하였다.

[0160] [반응식 6]



[0161]

[0162] [화학식 1-b]

[화학식 2-a]

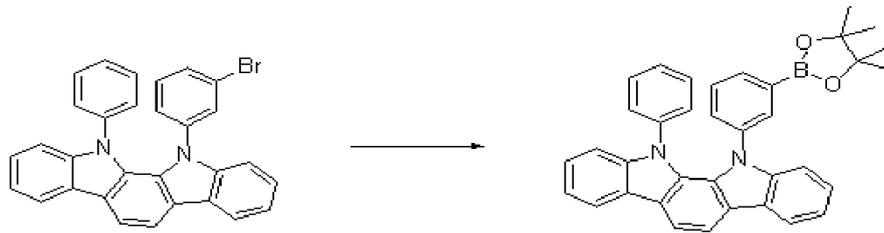
[0163] 1 L 의 둥근 바닥 플라스크에 상기 [화학식 1-b]로 표시되는 화합물 27.7 g (0.083 mol), 3-브로모아이오도벤젠 30.5 g (0.108mol), 구리분말 15.8 g (0.249 mol), 18-크라운-6 4.4 g (0.017 mol), 탄산칼륨 57.48 g (0.415 mol)을 순서대로 넣고, 올쏘-디클로로벤젠 270 ml 를 가한 후, 180 °C 에서 3일간 환류시킨다.

[0164] 반응이 종료되면, 메틸렌 클로라이드 200 ml 와 증류수 200 ml 를 사용하여 추출한다. 2회 반복한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 헥산 단독으로 컬럼 크로마토 그래피에서 올쏘-디클로로벤젠을 제거한다. 용매가 제거된 후, 메틸렌 클로라이드를 과량 넣어 불순한 생성물을 얻고, 메틸렌클로라이드 : 헥산 = 1 : 20으로 컬럼 크로마토그래피하여 [화학식 2-a]로 표시되는 화합물 25 g 을 얻었다. (수율 64 %)

[0165] (2) [화학식 2-b]로 표시되는 화합물의 합성

[0166] 하기 [반응식 7]에 의하여 [화학식 2-b]를 합성하였다.

[0167] [반응식 7]



[0168]

[0169] [화학식 2-a]

[화학식 2-b]

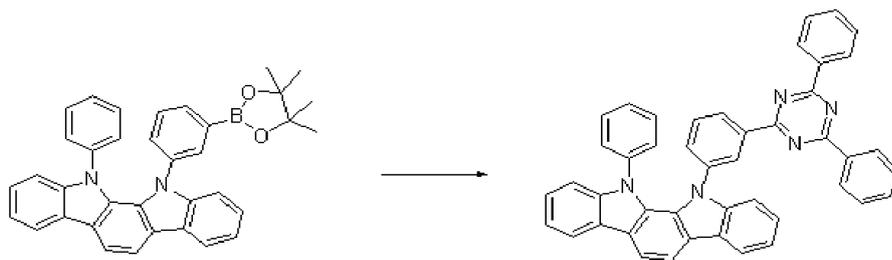
[0170] 500 mL 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식 2-a]로 표시되는 화합물 25.3 g (0.052 mol), 비스(피나콜라토)디보론 16.2 g (0.063mol), PdCl₂(dppf) 1.27 g (0.0016 mol), 칼륨아세테이트 11.8 g (0.156 mol), 디메틸설폭사이드 250 ml 를 가한 후, 110 °C 에서 1일간 환류시킨다.

[0171] 반응이 종료되면, 메틸렌 클로라이드 100 ml 와 증류수 500 ml 를 사용하여 추출한다. 3회 반복한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 메틸렌클로라이드 : 헥산 = 1 : 20으로 컬럼 크로마토그래피하여 생성물 21.6 g (78 %)을 얻는다.

[0172] (3) [SPH34]로 표시되는 화합물의 합성

[0173] 하기 [반응식 8]에 의하여 [SPH34]를 합성하였다.

[0174] [반응식 8]



[0175]

[0176]

[화학식 2-b]

[SPH34]

[0177]

250 mL 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식 2-b]로 표시되는 화합물 6.3 g (0.024 mol), 클로로디페닐벤젠 5.1 g (0.019 mol), Pd[PPh₃]₄ 0.7 g (0.0006 mol), 탄산칼륨 8.2 g (0.0588 mol), 테트라하이드로퓨란 50 ml, 톨루엔 50 ml, 물 20 ml 를 가한 후, 80 °C 에서 5시간 환류시킨다.

[0178]

반응이 종료되면, 에틸아세테이트 50 ml 와 증류수 100 ml 를 사용하여 추출한다. 2회 반복한다. 유기층을 감압 농축하여 유기층 용액을 메틸렌클로라이드과 헥산으로 재결정을 반복하여 SPH10 3.8 g (29 %)을 얻는다.

[0179]

MS(MALDI-TOF):m/z= 639.24 [M]⁺

[0180]

EA(Elemental analysis) : 이론값 - C. 84.48 % ; H. 4.57 % ; N. 10.95 %

[0181]

실제값 - C. 84.26 % ; H. 4.47 % ; N. 10.83 %;

[0182]

<합성에 3> [SPH35]로 표시되는 화합물의 합성

[0183]

상기 <합성에 2>의 [반응식 8]에서 사용된 클로로디페닐벤젠 대신 2- 클로로-4,6-디페닐피리미딘을 사용한 것을 제외하고는, 상기 <합성에 2>와 동일한 합성방법으로 [SPH35]로 표시되는 화합물을 합성하였다.

[0184]

MS(MALDI-TOF):m/z= 638.25 [M]⁺

[0185]

EA(Elemental analysis) : 이론값 - C. 84.49 % ; H. 4.73 % ; N. 8.77 %

[0186]

실제값 - C. 84.26 % ; H. 4.93 % ; N. 8.74 %;

[0187]

<합성에 4> [SPH39]로 표시되는 화합물의 합성

[0188]

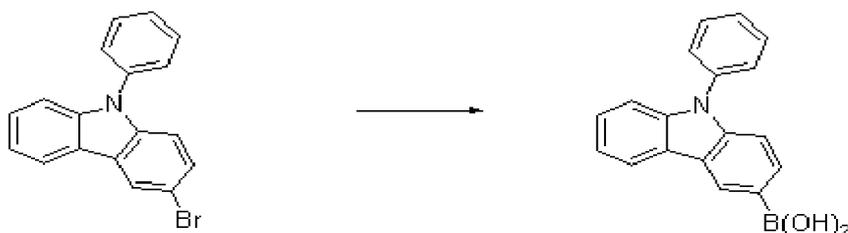
(1) [화학식 4-a]로 표시되는 화합물의 합성

[0189]

하기 [반응식 9]에 의하여 [화학식 4-a]를 합성하였다.

[0190]

[반응식 9]



[0191]

[0192]

[화학식 4-a]

[0193]

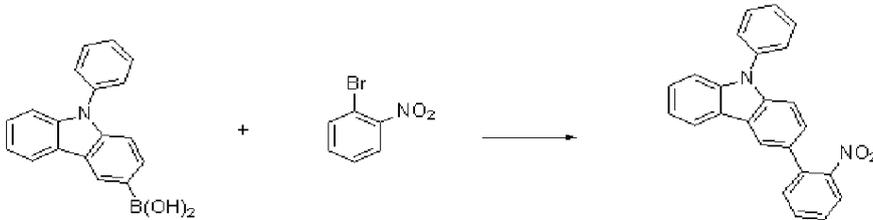
5 L 의 둥근 바닥 플라스크에 질소 기류하에서 N-페닐-3-브로모 카바졸 265 g (0.82 mol), 테트라하이드로퓨란 2500 ml를 넣는다. -73 °C 로 내리고, 노르말-부틸리튬 670 ml 를 적가하고, 적가가 완료되면 저온에서 1시간 교

반시키다가 상온으로 올려서 2시간 교반시킨다. 다시 -73 °C로 내리고, 트리메틸 보레이트 182.5 ml를 적가시킨다. 상온으로 서서히 올리고, 2M 염산수용액 500 ml를 적가시킨다. 에틸아세테이트와 물로 추출하고 유기층을 감압농축하고 헥산에서 재결정하여 [화학식 4-a]로 표시되는 화합물 118 g을 얻었다. (수율 50 %)

[0194] (2) [화학식 4-b]로 표시되는 화합물의 합성

[0195] 하기 [반응식 10]에 의하여 [화학식 4-b]를 합성하였다.

[0196] [반응식 10]



[0197] [화학식 4-a]

[0198] [화학식 4-b]

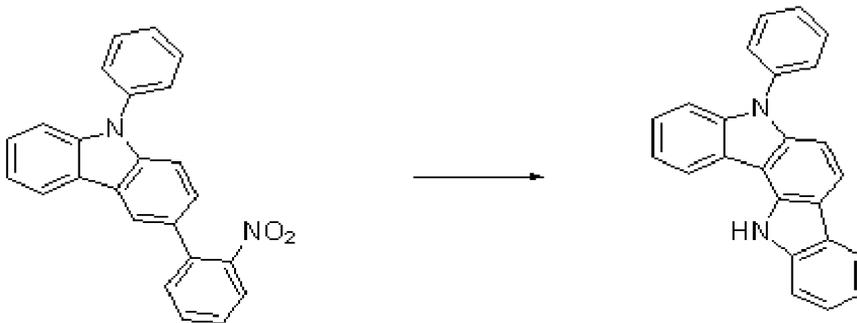
[0199] 500 mL 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식4-a]로 표시되는 화합물 44.8 g (0.156 mol), 2-브로모니트로벤젠 26.26 g (0.13 mol), Pd[PPh₃]₄ 3.0 g (0.0026 mol), 탄산칼륨 45 g (0.325 mol), 테트라하이드로푸란 130 ml, 톨루엔 130 ml, 물 30 ml 를 가한 후, 80 °C 에서 12시간 환류시킨다.

[0200] 반응이 종료되면, 에틸아세테이트 200 ml 와 증류수 100 ml 를 사용하여 추출한다. 2회 반복한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 메틸렌클로라이드과 헥산으로 재결정하여 [화학식 4-b]로 표시되는 화합물 40.2 g을 얻었다. (수율 85 %)

[0201] (3) [화학식 4-c]로 표시되는 화합물의 합성

[0202] 하기 [반응식 11]에 의하여 [화학식 4-c]를 합성하였다.

[0203] [반응식 11]



[0204] [화학식 4-b]

[0205] [화학식 4-c]

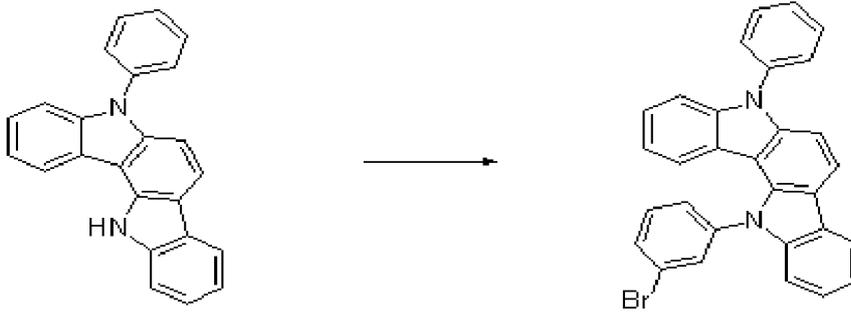
[0206] 500 mL 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식 4-b]로 표시되는 화합물 26.2 g (0.072 mol), 트리페닐포스핀 47.14 g (0.18 mol), 디클로로벤젠 200 ml 를 가한 후, 160 °C 에서 12시간 환류시킨다. 반응이 종료되면, 뜨거운 상태에서 여과한 후, 메틸렌클로라이드와 증류수를 사용하여 추출한다.

[0207] 2회 반복 후 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 메틸렌클로라이드과 헥산으로 컬럼크로마토그래피하여 [화학식 4-c]로 표시되는 화합물 17.9g 을 얻었다. (수율 75 %)

[0208] (4) [화학식 4-d]로 표시되는 화합물의 합성

[0209] 하기 [반응식 12]에 의하여 [화학식 4-d]를 합성하였다.

[0210] [반응식 12]



[0211]

[0212] [화학식 4-c]

[화학식 4-d]

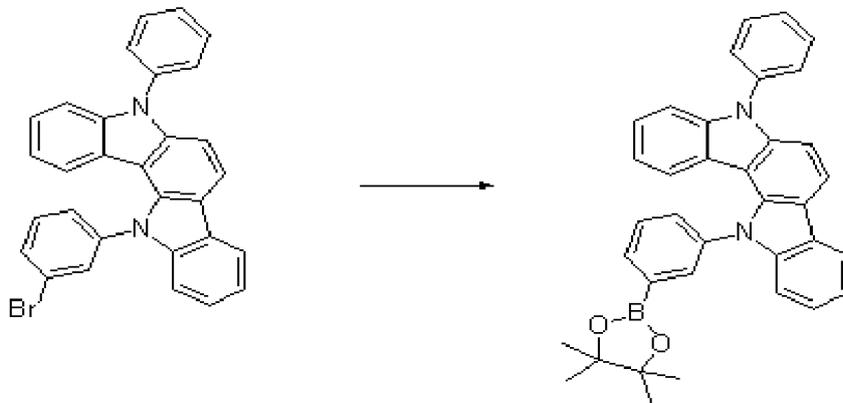
[0213] 1 L 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식 4-c]로 표시되는 화합물 13.8 g (0.041 mol), 3-브로모아이오도벤젠 15.2 g (0.054mol), 구리분말 7.9 g (0.124 mol), 18-크라운-6 2.2 g (0.008 mol), 탄산칼륨 28.6 g (0.207 mol)을 순서대로 넣고, 올쏘-디클로로벤젠 150 ml 를 가한 후, 180 °C 에서 2일간 환류시킨다.

[0214] 반응이 종료되면, 메틸렌 클로라이드 300 ml 와 증류수 100 ml 를 사용하여 추출한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 헥산 단독으로 컬럼 크로마토 그래피에서 올쏘-디클로로벤젠을 제거한다. 용매가 제거된 후, 메틸렌 클로라이드를 과량 넣어 불순한 생성물을 얻고, 메틸렌클로라이드 : 헥산 = 1 : 20으로 컬럼 크로마토그래피하여 [화학식 4-d]로 표시되는 화합물 13 g 을 얻었다. (수율 67 %)

[0215] (5) [화학식 4-e]로 표시되는 화합물의 합성

[0216] 하기 [반응식 13]에 의하여 [화학식 4-e]를 합성하였다.

[0217] [반응식 13]



[0218]

[0219] [화학식 4-d]

[화학식 4-e]

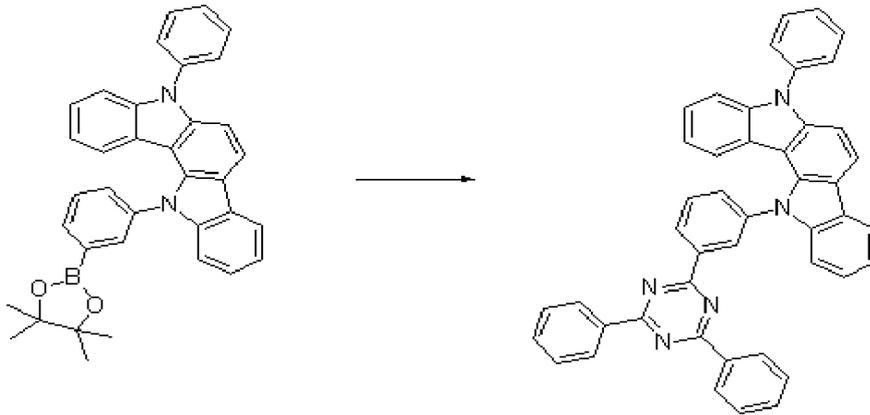
[0220] 500 mL 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식 4-d] 25.3 g (0.052 mol), 비스(피나콜라토)디보론 16.2 g (0.063mol), PdCl₂(dppf) 1.27 g (0.0016 mol), 칼륨아세테이트 11.8 g (0.156 mol), 디메틸설폭사이드 250 ml 를 가한 후, 110 °C 에서 1일간 환류시킨다.

[0221] 반응이 종료되면, 메틸렌 클로라이드 100 ml 와 증류수 500 ml 를 사용하여 추출한다. 3회 반복한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 메틸렌클로라이드 : 헥산 = 1 : 20으로 컬럼크로마토그래피하여 [화학식 4-e]로 표시되는 화합물 21.6 g 을 얻었다. (수율 78 %)

[0222] (6) [SPH39]로 표시되는 화합물의 합성

[0223] 하기 [반응식 14]에 의하여 [SPH39]를 합성하였다.

[0224] [반응식 14]



[0225]

[0226] [화학식 4-e]

[SPH39]

[0227] 250 mL 의 둥근 바닥 플라스크에 [화학식4-e]로 표시되는 화합물 13 g (0.028 mol), 클로로디페닐트리아진 5.9 g (0.022 mol), Pd[PPh₃]₄ 1.02 g (0.0008 mol), 탄산칼륨 9.2 g (0.066 mol), 테트라하이드로퓨란 40 ml, 1,4-디옥세인 40 ml, 물 15 ml 를 가한 후, 80 °C 에서 12시간 환류시킨다.

[0228] 반응이 종료되면, 에틸아세테이트 100 ml 와 증류수 50 ml 를 사용하여 추출한다. 유기층을 감압농축하여 유기층 용액을 테트라하이드로퓨란과 헥산으로 재결정을 반복하여 [SPH39]로 표시되는 화합물 2.25 g을 얻었다. (수율16 %)

[0229] MS(MALDI-TOF):m/z= 639.24 [M]⁺

[0230] EA(Elemental analysis) : 이론값 - C. 84.48 % ; H. 4.57 % ; N. 10.95 %

[0231] 실제값 - C. 84.16 % ; H. 4.85 % ; N. 10.99 %;

[0232] <합성에 5> [SPH75]로 표시되는 화합물의 합성

[0233] 상기 <합성에 4>의 [반응식 14]에서 사용된 클로로디페닐트리아진 대신 1-클로로-3-디페닐아민-5-페닐트리아진을 사용한 것을 제외하고는, 동일한 상기 <합성에 4>와 동일한 합성 방법으로 [SPH75]로 표시되는 화합물을 합성하였다.

[0234] MS(MALDI-TOF):m/z= 730.28 [M]⁺

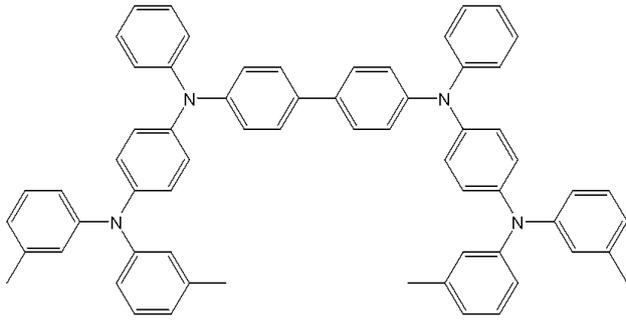
[0235] EA(Elemental analysis) : 이론값 - C. 83.81 % ; H. 4.57 % ; N. 10.95 %

[0236] 실제값 - C. 84.16 % ; H. 4.85 % ; N. 10.99 %;

[0237] <실시에 1 내지 5> 상기 합성에 1 내지 5에 의해서 합성된 화합물을 포함한 유기전계발광소자의 제조

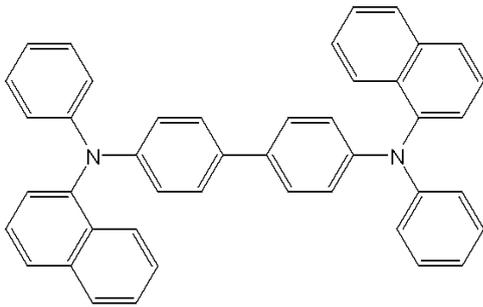
[0238] ITO 글래스의 발광 면적이 2mm × 2mm 크기가 되도록 패터닝한 후 세정하였다. 기판을 진공 챔버에 장착한 후 베이스 압력이 1 × 10⁻⁶ torr가 되도록 한 후 유기물을 상기 ITO 위에 DNTPD(700Å), NPD(300Å), 본 발명에 의해 제조된 화합물 + Ir(ppy)₃(10%)(300Å), Alq₃(350Å), LiF(5Å), Al(1,000Å)의 순서로 성막하였으며, 0.4mA 에서 측정을 하였다.

[0239] [DNTPD]



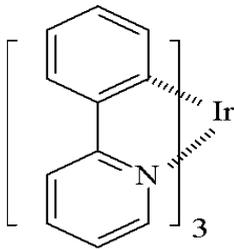
[0240]

[0241] [NPD]



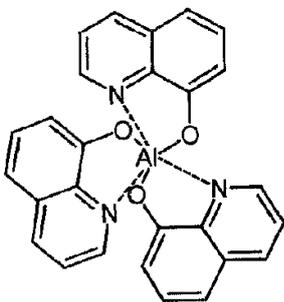
[0242]

[0243] [Ir(ppy)₃]



[0244]

[0245] [Alq₃]

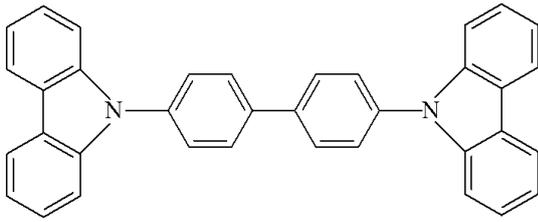


[0246]

[0247] <비교예 1>

[0248] 비교예를 위한 유기전계발광소자는 상기 실시예의 소자 구조에서 발명에 의해 제조된 화합물 대신 하기 구조식의 CBP를 사용한 점을 제외하고 동일하게 제작하였다.

[0249] [CBP]



[0250]

표 1

[0251]

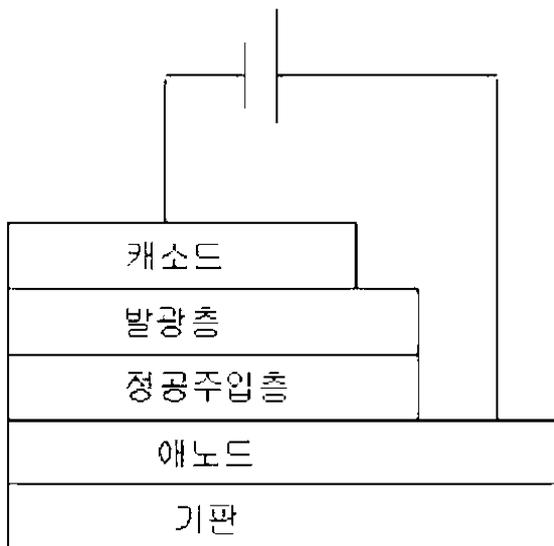
구분	호스트	도펀트	도핑농도(%)	ETL	V	Cd/A	COLOR
비교예1	CBP	Ir(ppy) ₃	10	Alq ₃	7.2	36.24	GREEN
실시예1	SPH10	Ir(ppy) ₃	10	Alq ₃	3.41	41.74	GREEN
실시예2	SPH34	Ir(ppy) ₃	10	Alq ₃	3.45	45.46	GREEN
실시예3	SPH35	Ir(ppy) ₃	10	Alq ₃	3.68	43.13	GREEN
실시예4	SPH39	Ir(ppy) ₃	10	Alq ₃	3.49	42.21	GREEN
실시예5	SPH75	Ir(ppy) ₃	10	Alq ₃	3.58	41.96	GREEN

[0252]

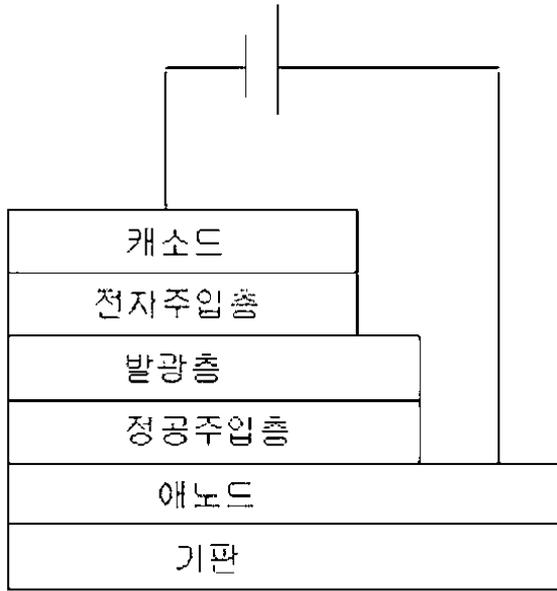
상기 <실시예 1 내지 5>, <비교예 1> 및 [표 1]의 결과로부터, 본 발명에 따른 [화학식 1]로 표시되는 화합물은 인광발광재료로 많이 쓰이는 CBP에 비하여 구동 전압, 발광효율 등이 우수한 특성을 보이므로, 표시소자, 디스플레이 소자 및 조명 등에 유용하게 사용될 수 있음을 알 수 있다.

도면

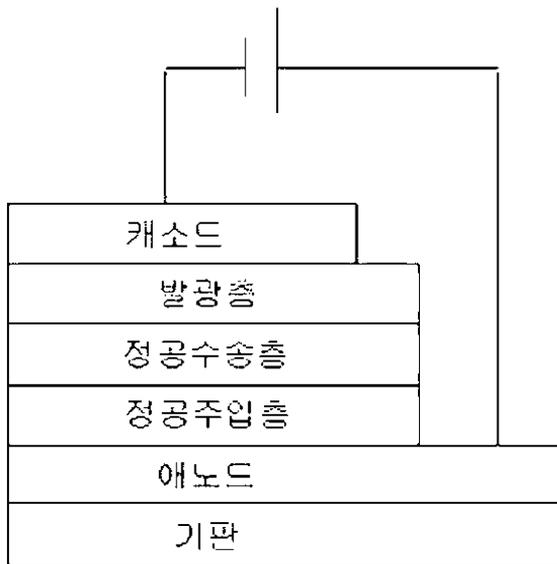
도면1a



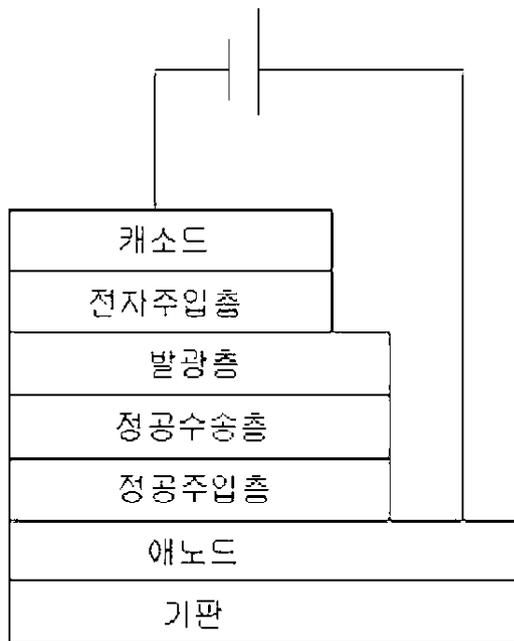
도면1b



도면1c



도면1d



도면1e



도면1f



도면2

