



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0156748
(43) 공개일자 2022년11월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C07F 5/02 (2006.01) H01L 51/00 (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C07F 5/02 (2013.01)
H01L 51/008 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0047233
(22) 출원일자 2022년04월16일
심사청구일자 없음
(30) 우선권주장
1020210064463 2021년05월19일 대한민국(KR)

(71) 출원인
김진우
대구광역시 북구 옥산로 103, 203동 801호(칠성동2가, 침산1차푸르지오)
(72) 발명자
김진우
대구광역시 북구 옥산로 103, 203동 801호(칠성동2가, 침산1차푸르지오)

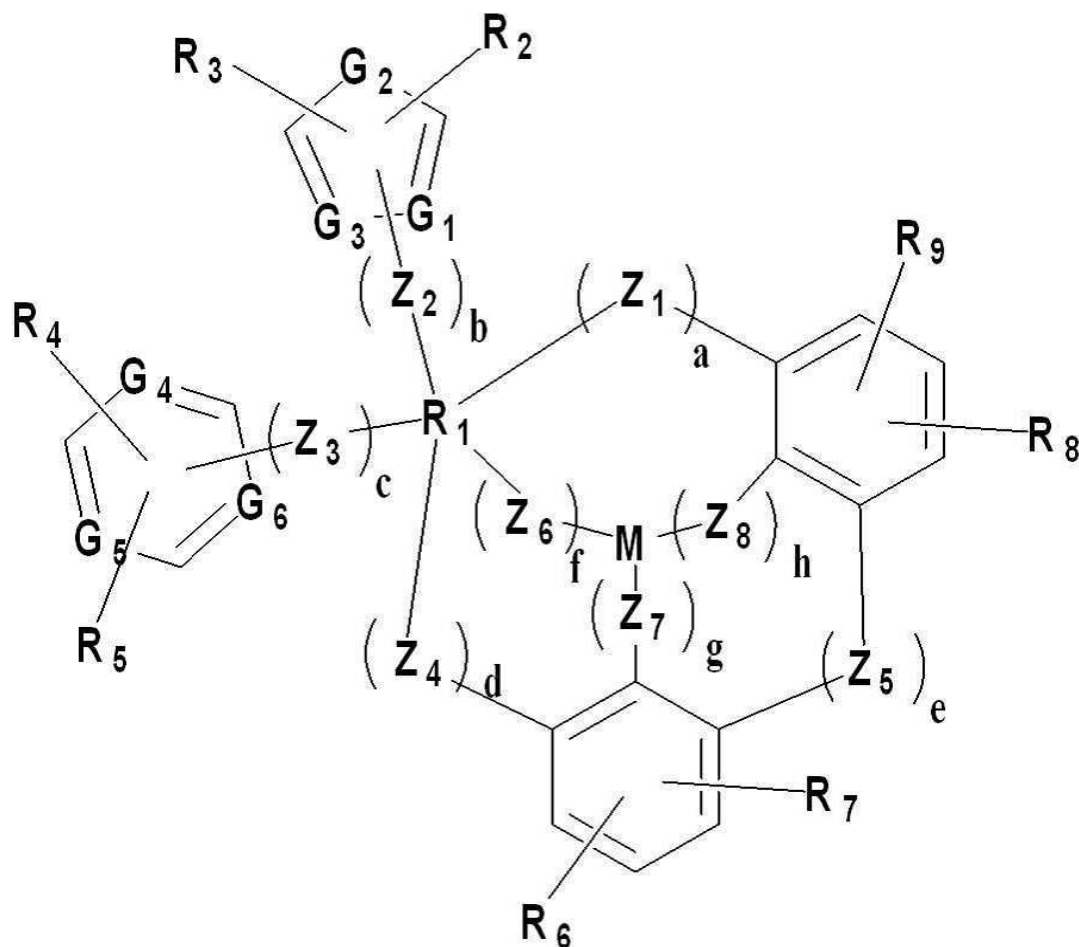
전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 신규한 유기화합물 및 이를 포함하는 유기전계발광소자

(57) 요약

본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기화합물 및 이를 포함하는 유기전계발광소자를 제공한다:

[화학식 1]



(52) CPC특허분류
H01L 51/5024 (2013.01)

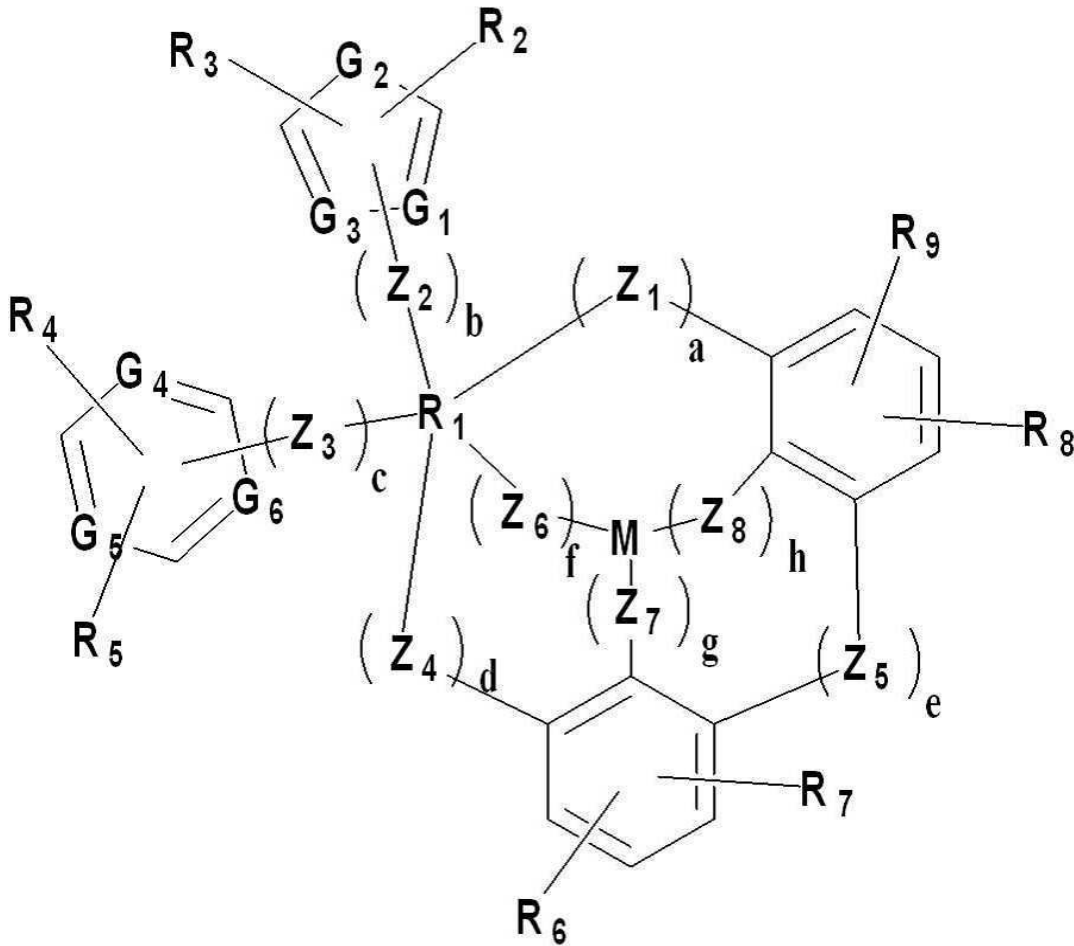
명세서

청구범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 유기화합물:

[화학식 1]



상기 식에서

R1은 중수소, 할로젠, CN, CF₃, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐, 나프타닐, 바이페닐, 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐, 퀴놀리닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 또는 페닐 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~60의 방향족 탄화수소기이거나,

중수소, 할로젠, CN, CF₃, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 스파이로바이플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐, 퀴놀리닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 또는 페닐 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환되고, S, O, N, B 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 원소를 포함하는 탄소수 5 내지 70의 헤테로 방향족 탄화수소기이며,

Z1, Z4, Z5는 각각 독립적으로 단일결합이거나 C1-C10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, C3-C12의 시클로알킬, C1-C10

의 알콕시, 할로젠, CN, CF₃, 페닐, 나프타닐, 바이페닐아민, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 및 Si(CH₃)₃기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐 아민이며,

Z2, Z3는 각각 독립적으로 단일결합이거나 할로젠, CN, CF₃, 페닐, 나프타닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 및 Si(CH₃)₃기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐이며,

a, b, c, d, e는 각각 독립적으로 0 또는 1이고;

Z6, Z7, Z8은 각각 독립적으로 단일결합, C1-C2의 알킬레닐, 페닐 또는 바이페닐기이며,

f, g, h는 각각 독립적으로 0 또는 1이고;

M은 붕소 또는 탄소 또는 질소이며;

G1, G2, G3는 각각 독립적으로 탄소 또는 질소 또는 산소 또는 황이며

G4, G5, G6는 각각 독립적으로 탄소 또는 질소이며;

R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8 및 R9은 각각 독립적으로 수소, 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 또는 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬기이거나,

중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐기, 및 퀴놀리닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~60의 방향족 탄화수소기이거나,

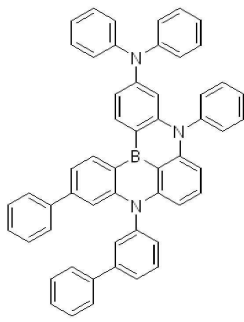
중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 스파이로바이플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐기, 및 퀴놀리닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환되고, S, O, N, B 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 원소를 포함하는 탄소수 5 내지 70의 헤테로 방향족 탄화수소기이거나,

중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 및 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬기로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 퀴놀리닐, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 및 피리미디닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상으로 치환된 아미노기이다.

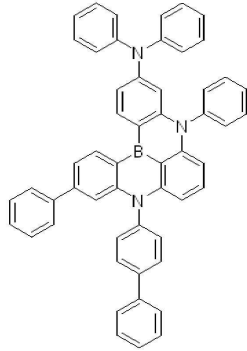
청구항 2

청구항 1에 있어서,

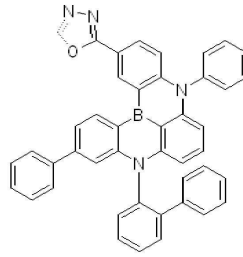
상기 유기화합물은 하기 화합물 1 내지 352 중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 유기화합물.



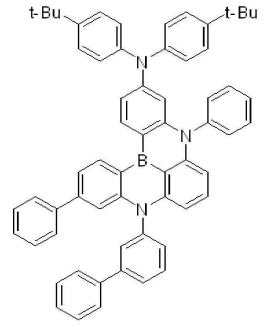
1



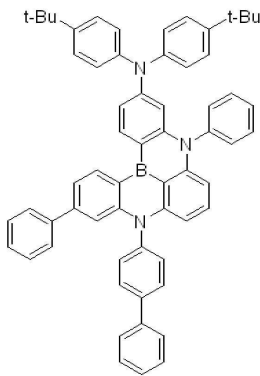
2



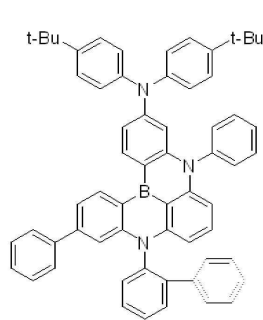
3



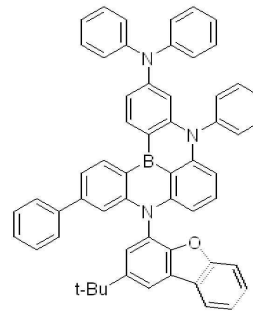
4



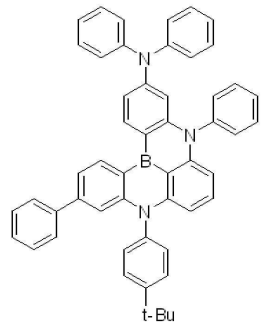
5



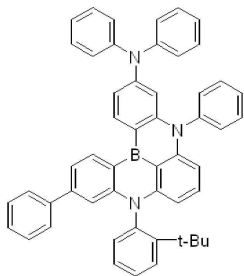
6



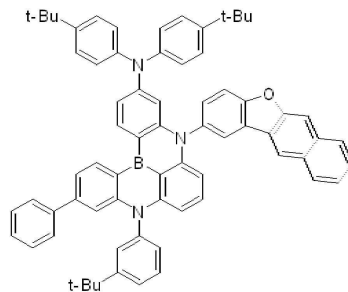
7



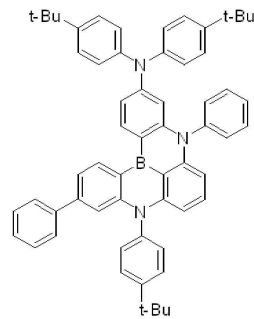
8



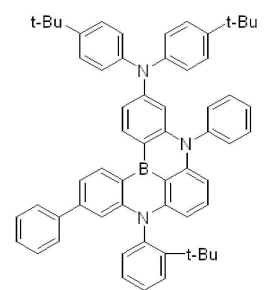
9



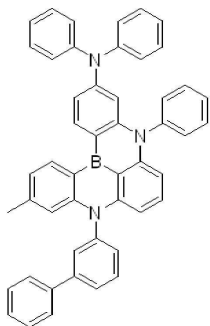
10



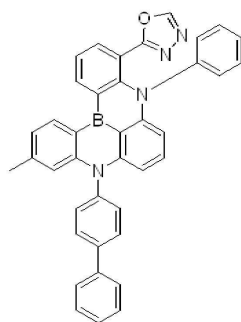
11



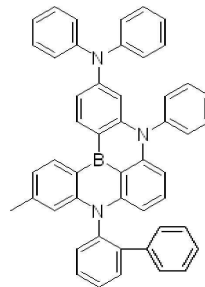
12



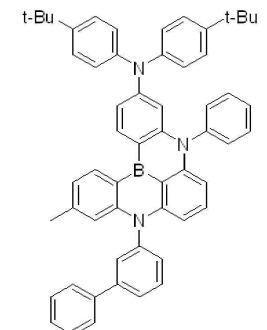
13



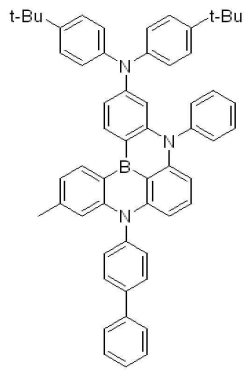
14



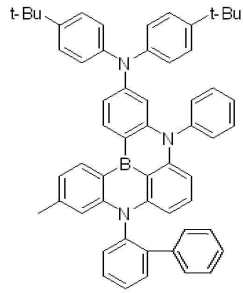
15



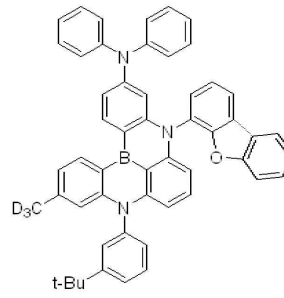
16



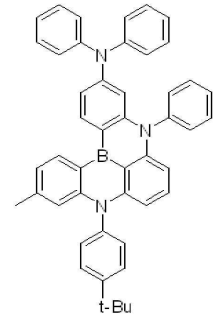
17



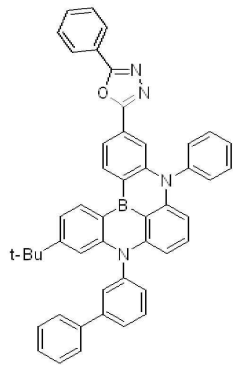
18



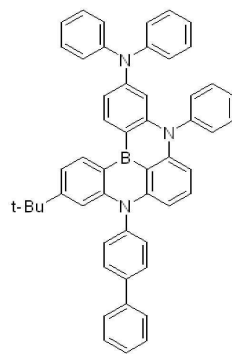
19



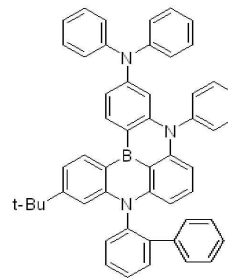
20



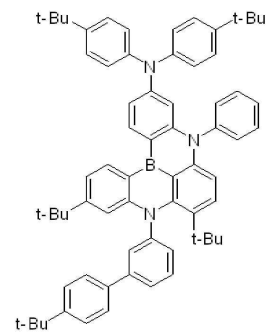
21



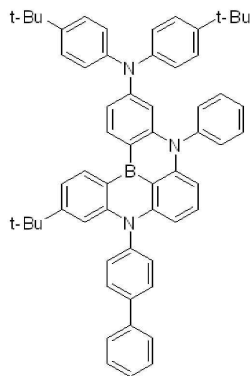
22



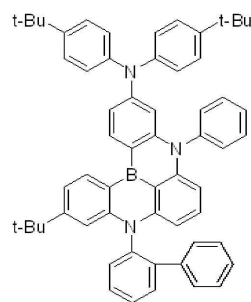
23



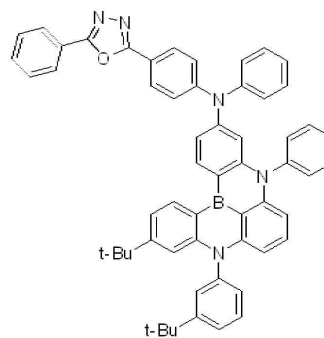
24



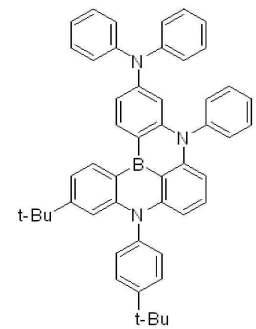
25



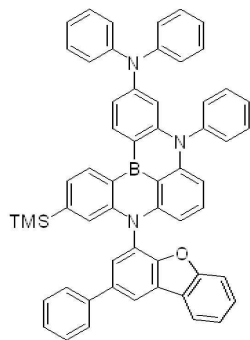
26



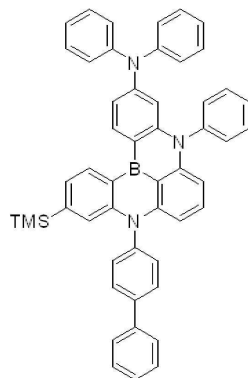
27



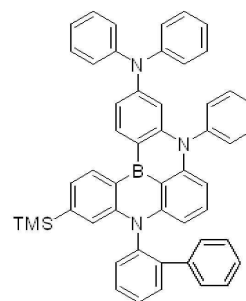
28



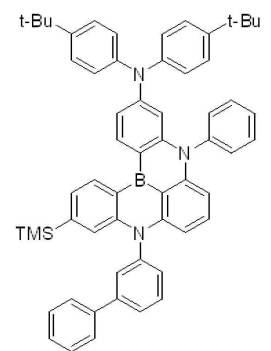
29



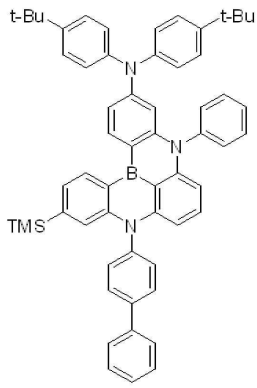
30



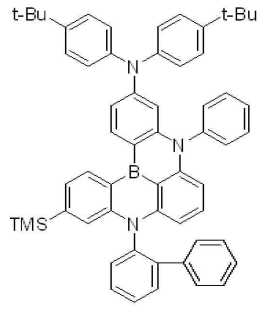
31



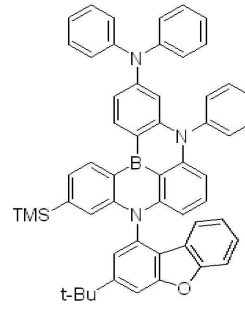
32



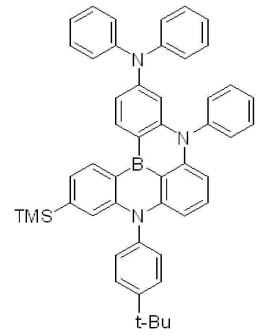
33



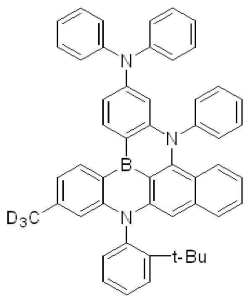
34



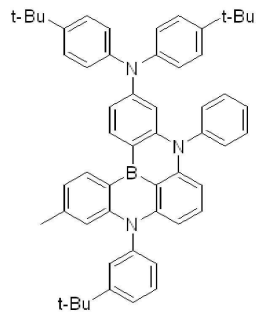
35



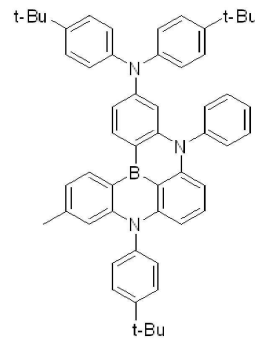
36



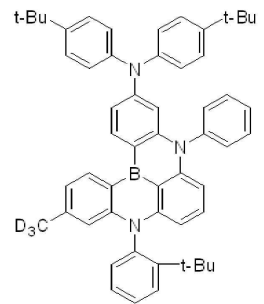
37



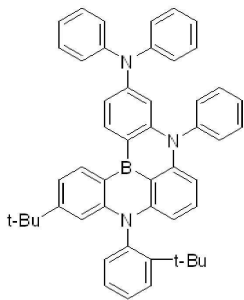
38



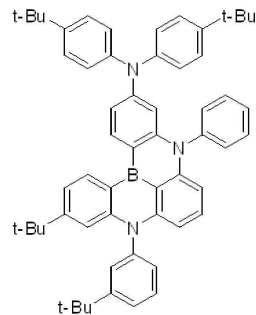
39



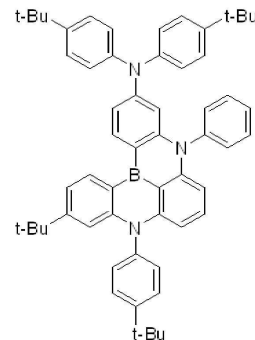
40



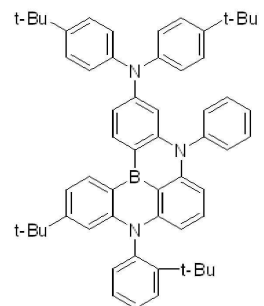
41



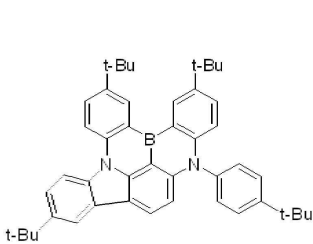
42



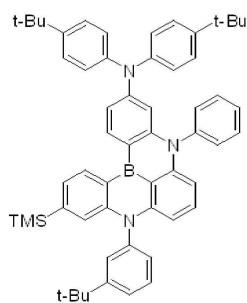
43



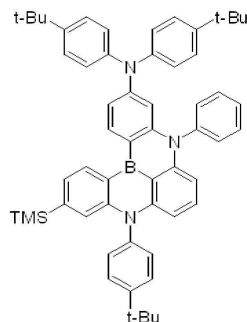
44



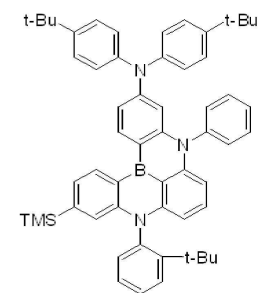
45



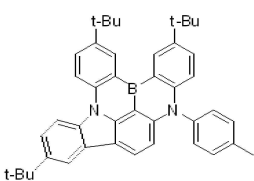
46



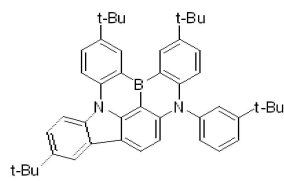
47



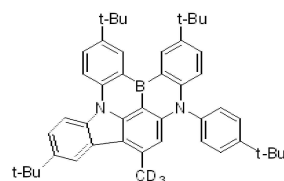
48



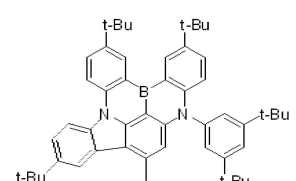
49



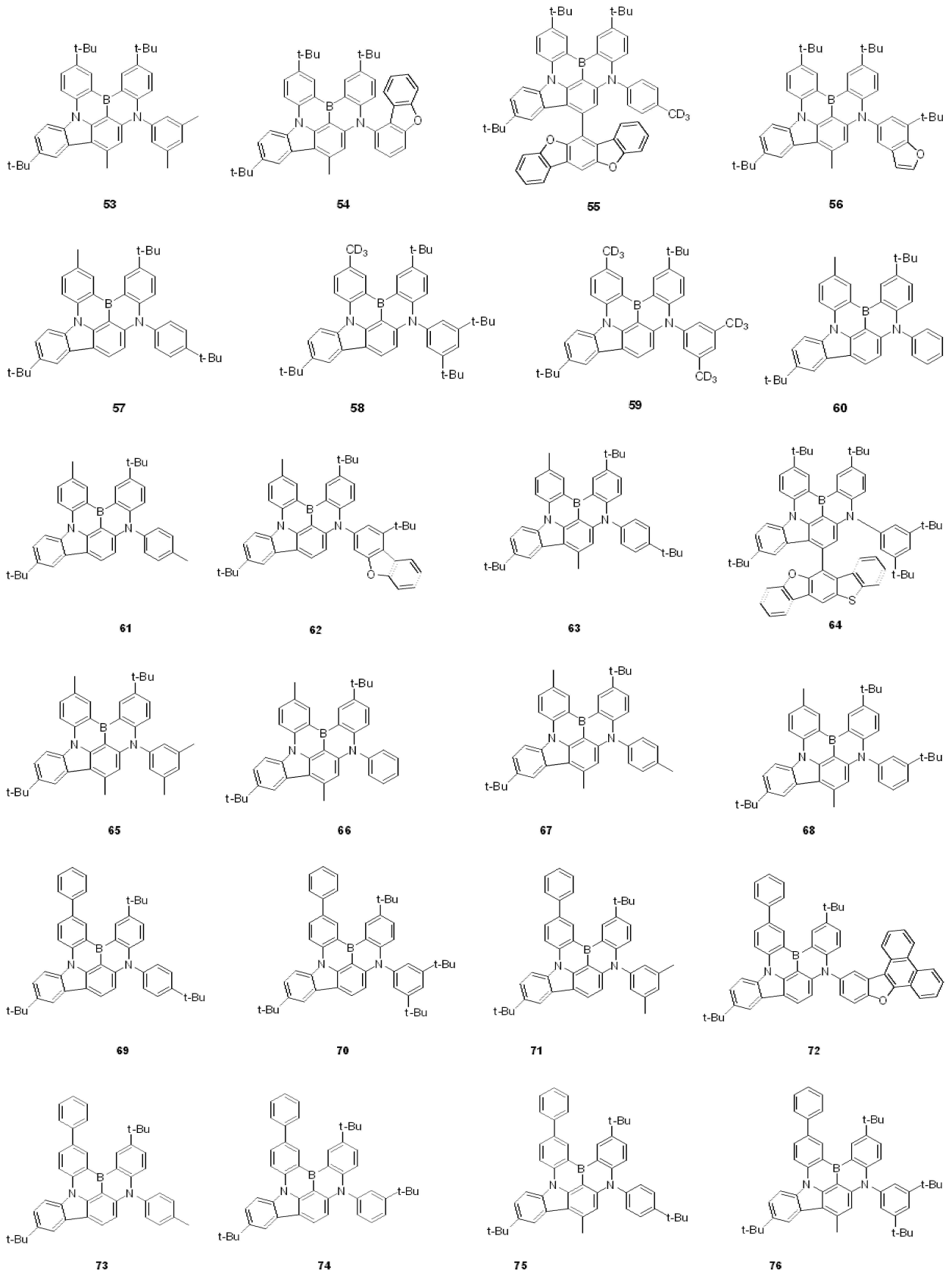
50

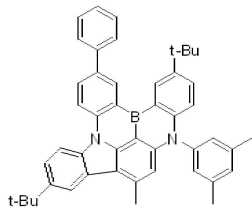


51

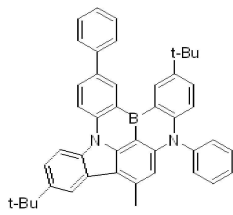


52

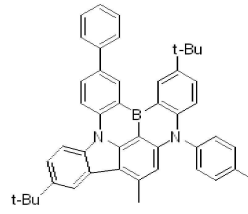




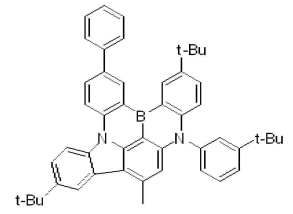
77



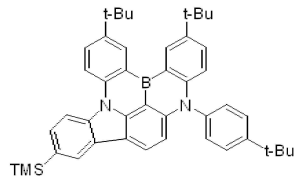
76



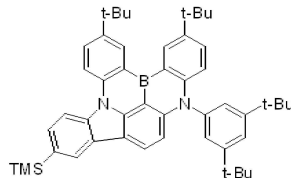
79



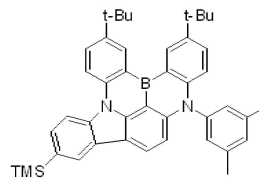
80



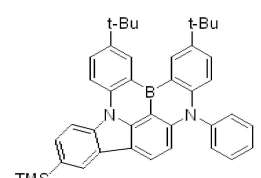
81



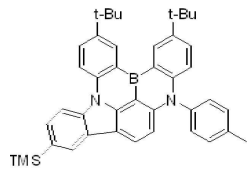
82



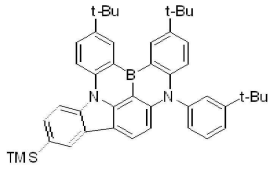
83



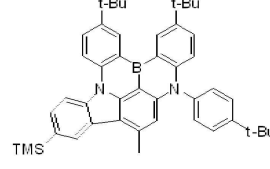
84



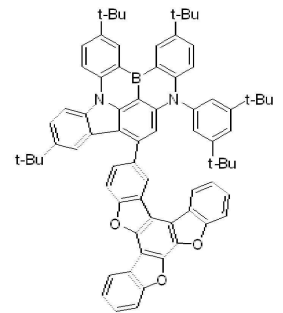
85



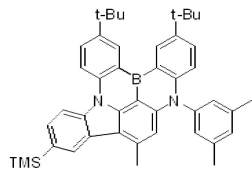
86



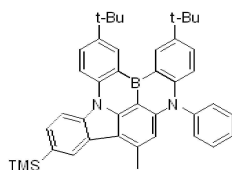
87



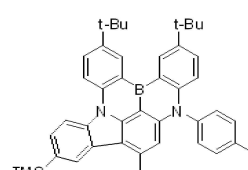
88



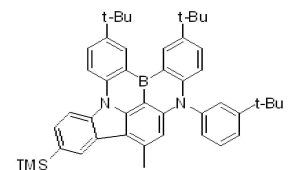
89



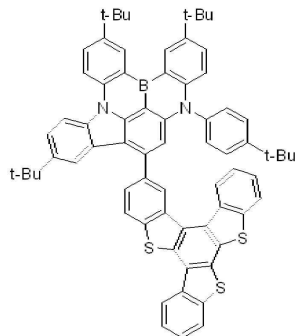
90



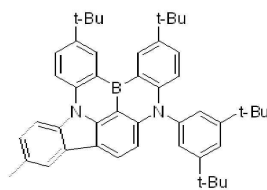
91



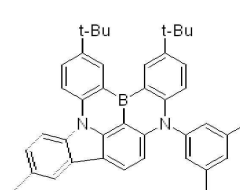
92



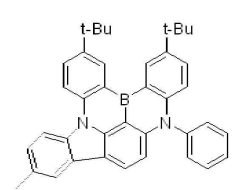
93



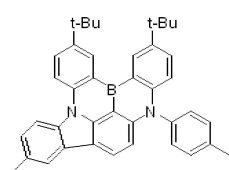
94



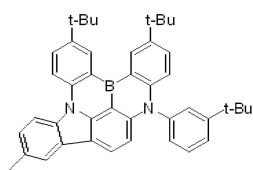
95



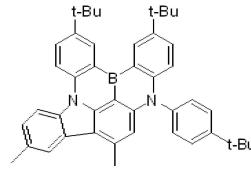
96



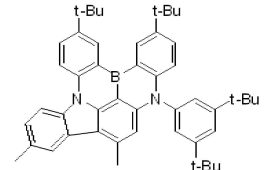
97



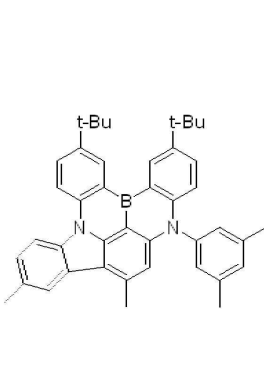
98



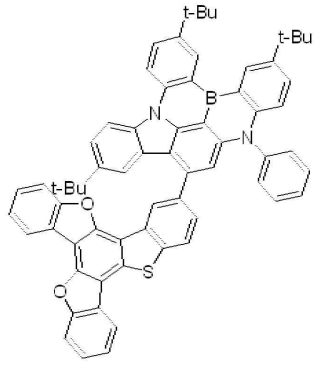
99



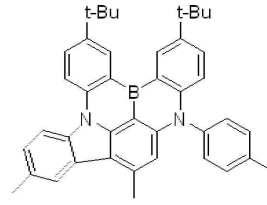
100



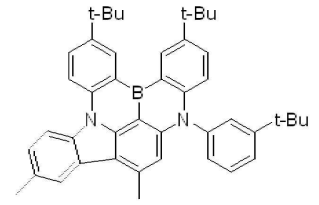
101



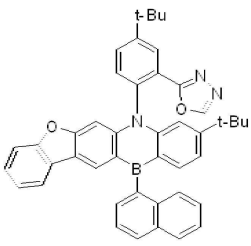
102



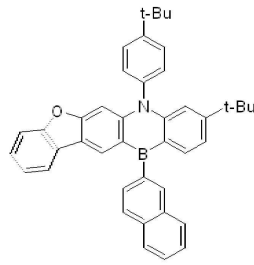
103



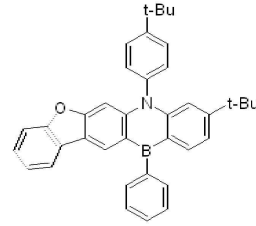
104



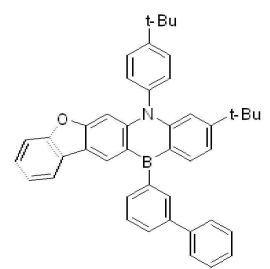
105



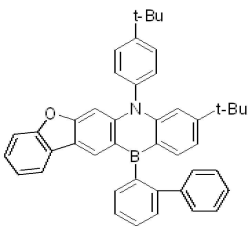
106



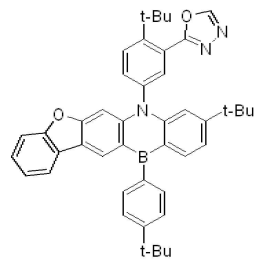
107



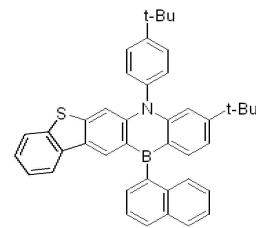
108



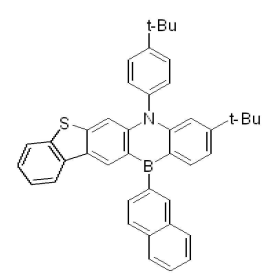
109



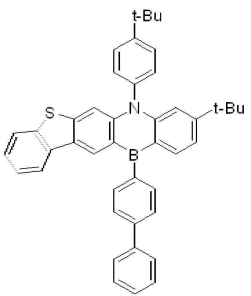
110



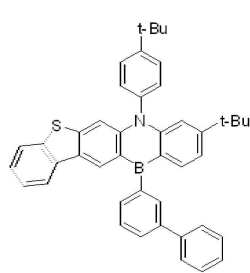
111



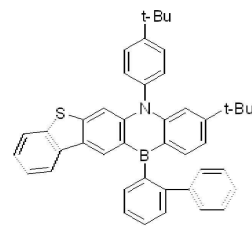
112



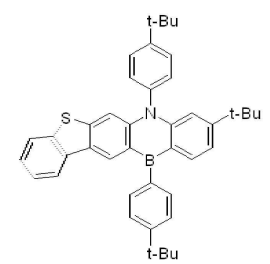
113



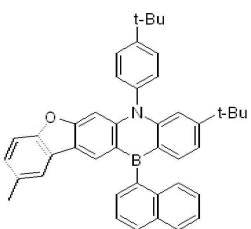
114



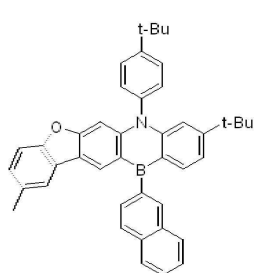
115



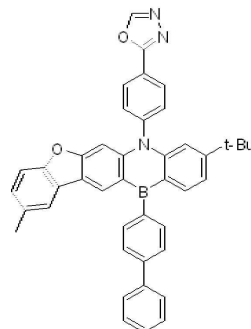
116



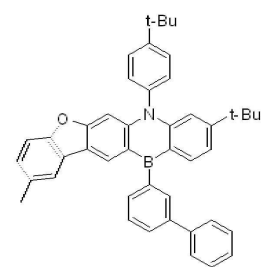
117



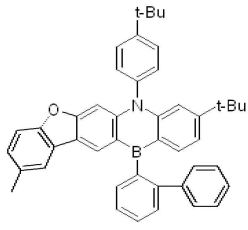
118



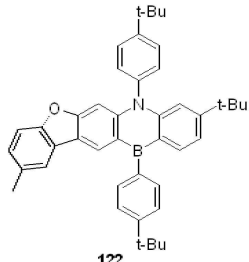
119



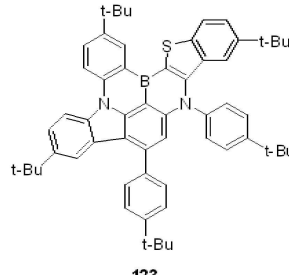
120



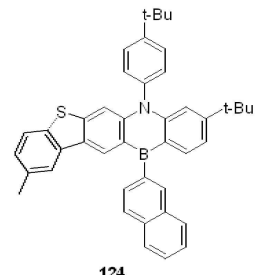
121



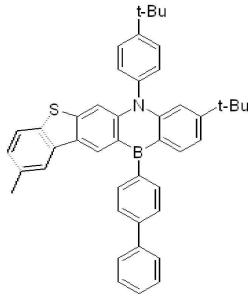
122



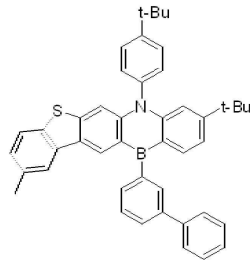
123



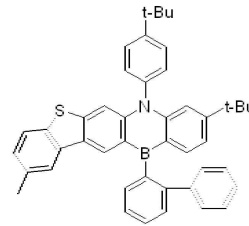
124



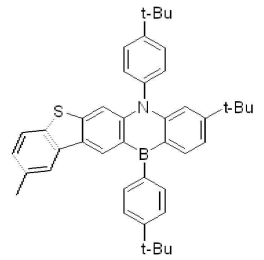
125



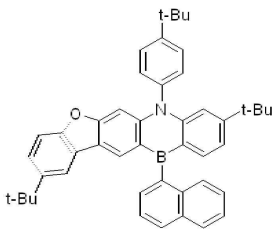
126



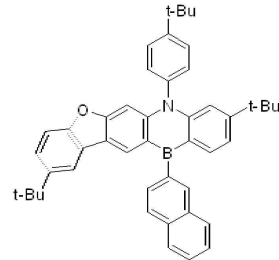
127



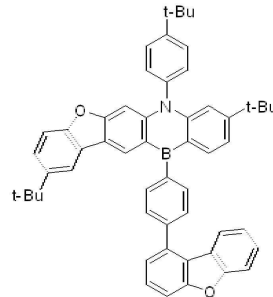
128



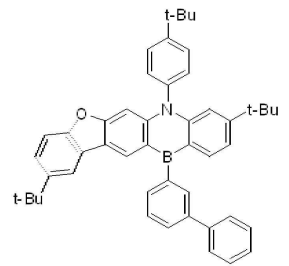
129



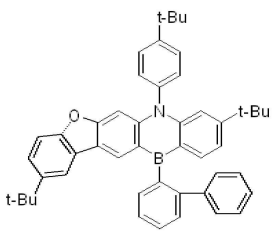
130



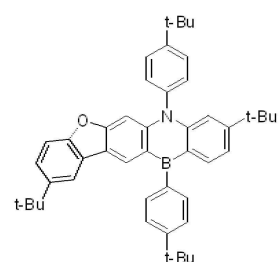
131



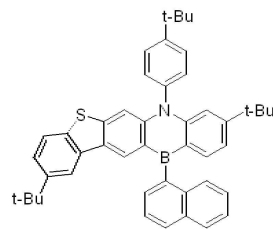
132



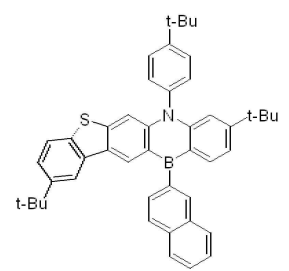
133



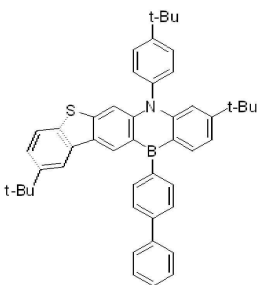
134



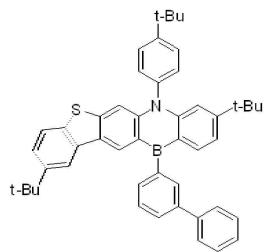
135



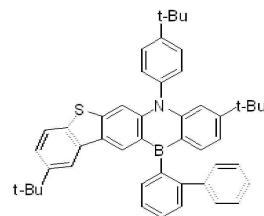
136



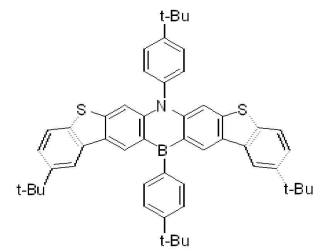
137



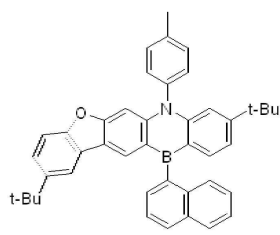
138



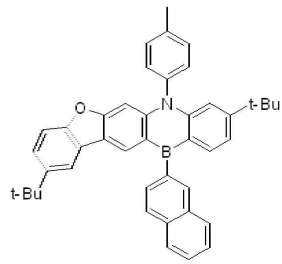
139



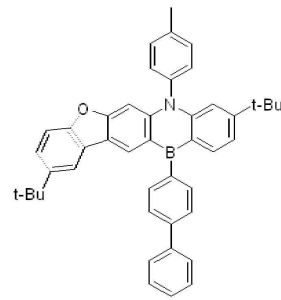
140



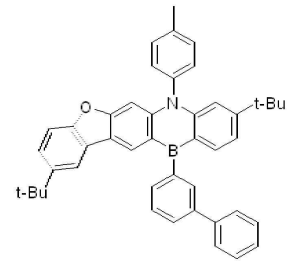
141



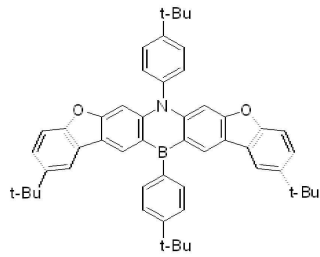
142



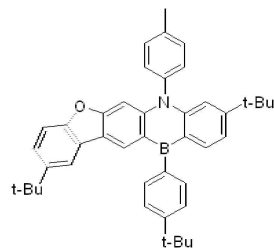
143



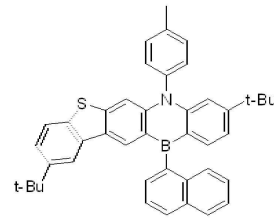
144



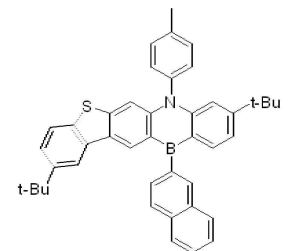
145



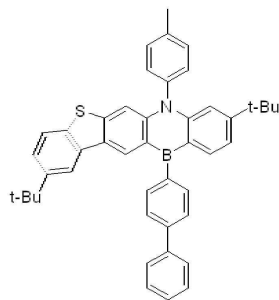
146



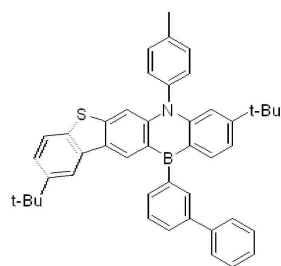
147



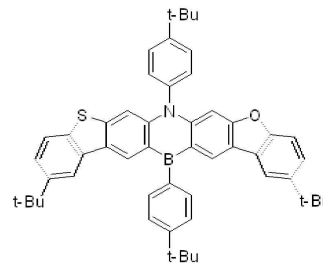
148



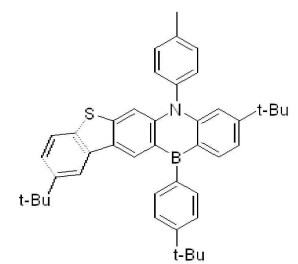
149



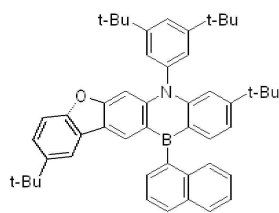
150



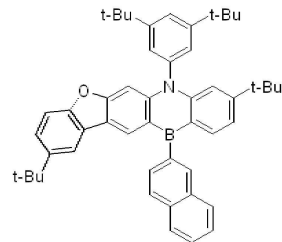
151



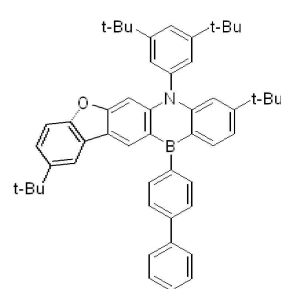
152



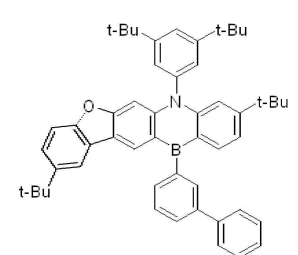
153



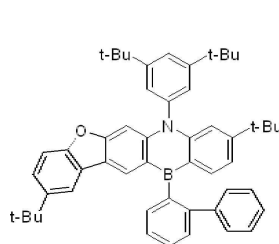
154



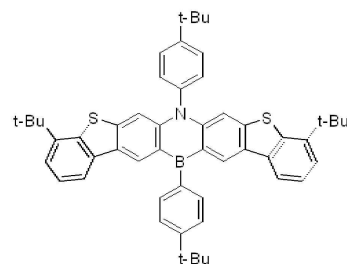
155



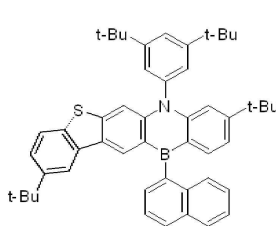
156



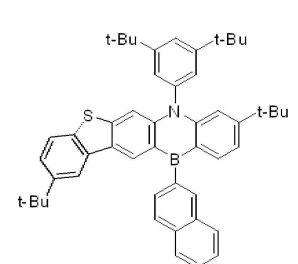
157



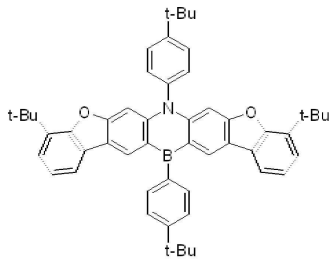
158



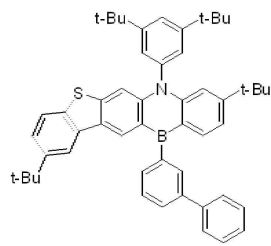
159



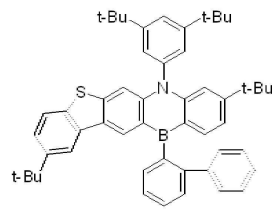
160



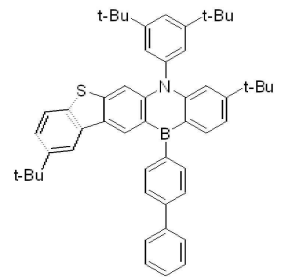
161



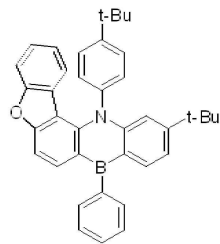
162



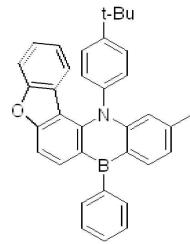
163



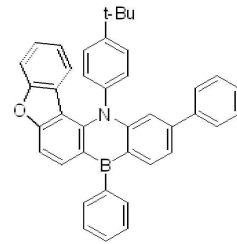
164



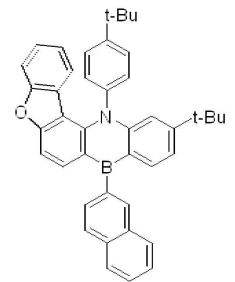
165



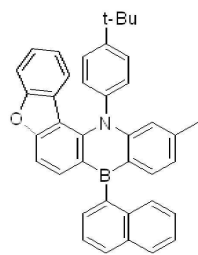
166



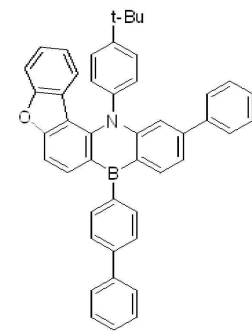
167



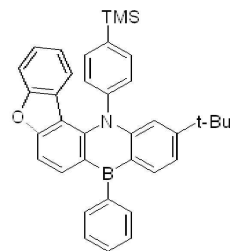
168



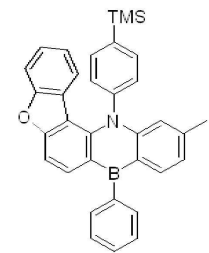
169



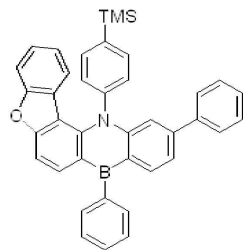
170



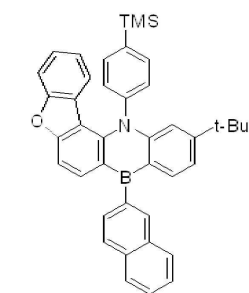
171



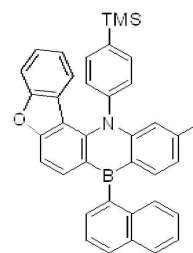
172



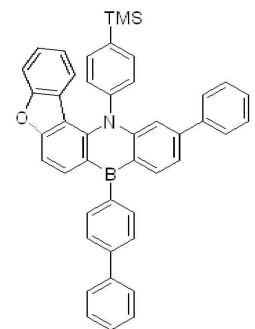
173



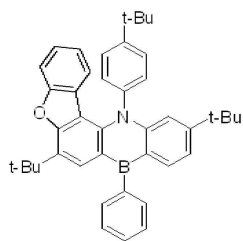
174



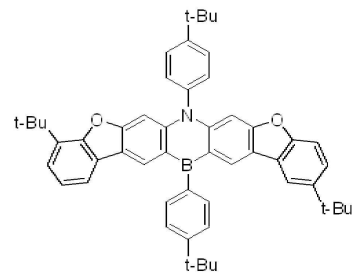
175



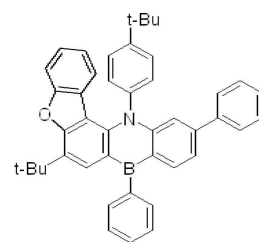
176



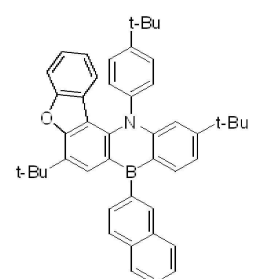
177



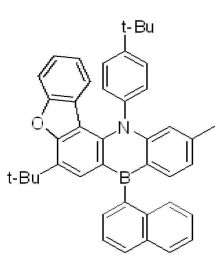
178



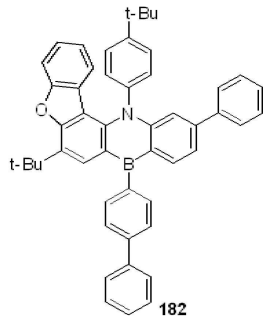
179



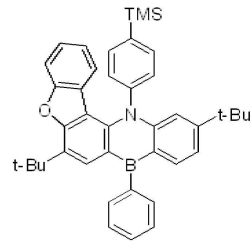
180



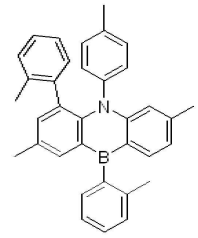
181



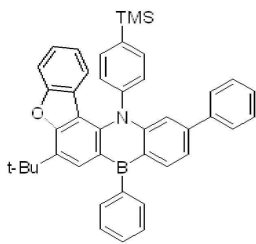
182



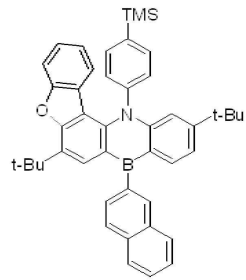
183



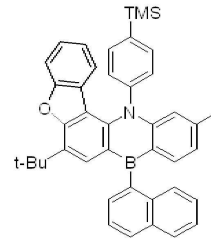
184



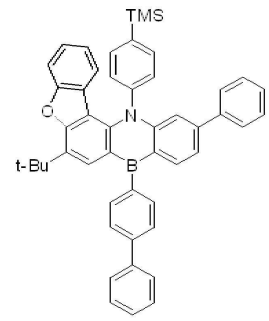
185



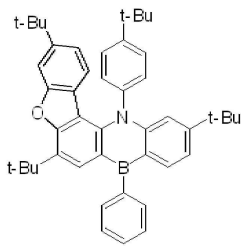
186



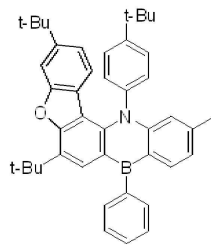
187



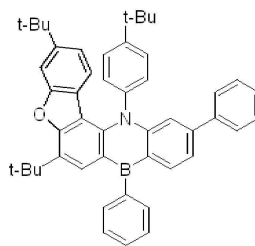
188



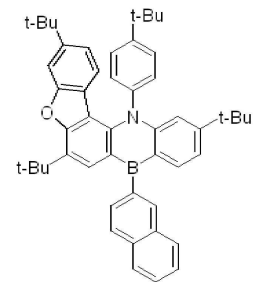
189



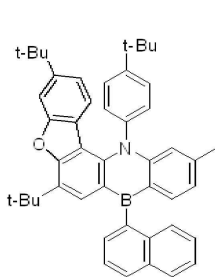
190



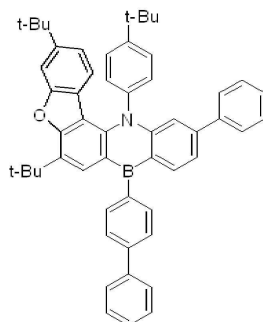
191



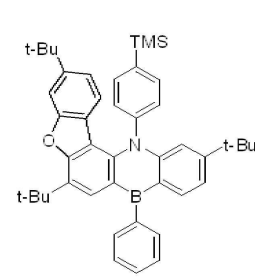
192



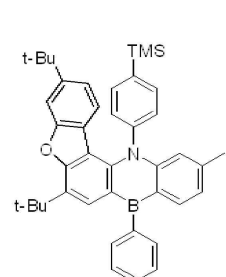
193



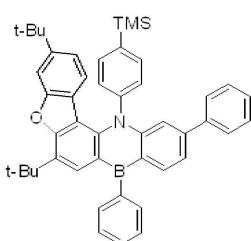
194



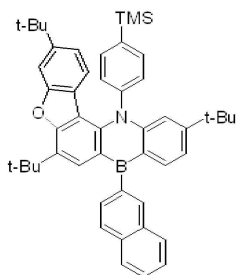
195



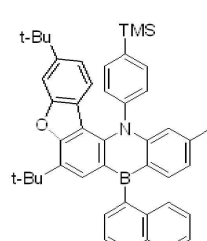
196



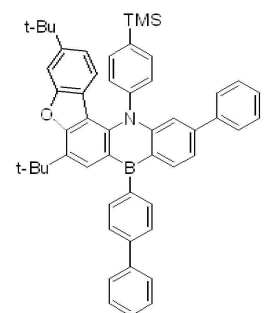
197



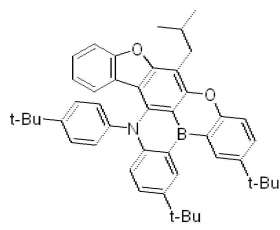
198



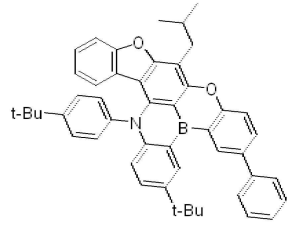
199



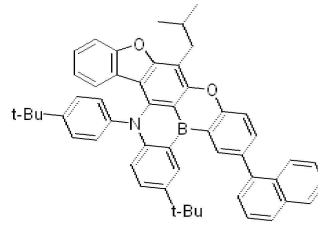
200



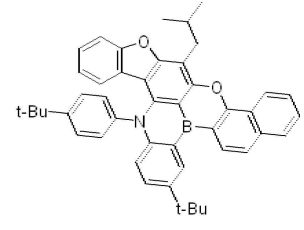
201



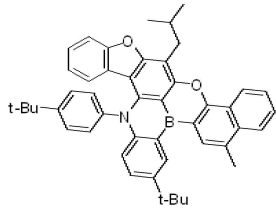
202



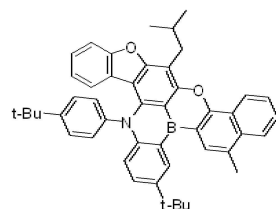
203



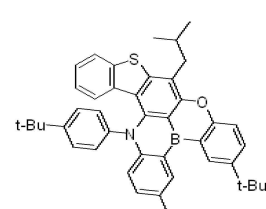
204



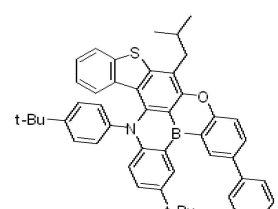
205



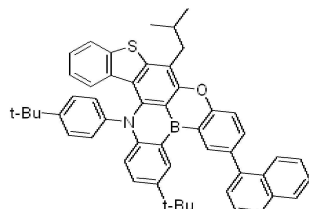
206



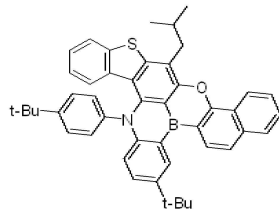
207



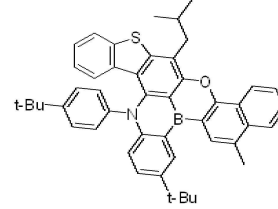
208



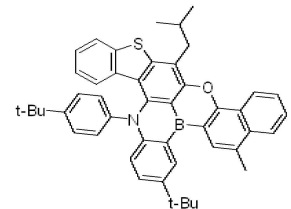
209



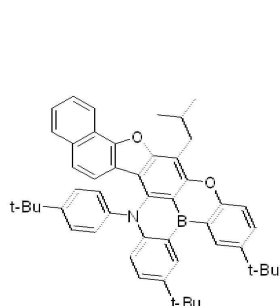
210



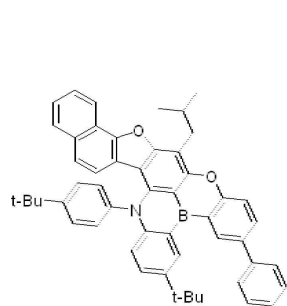
211



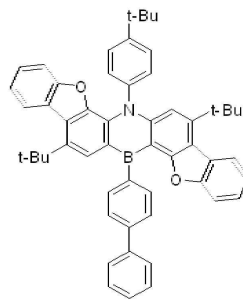
212



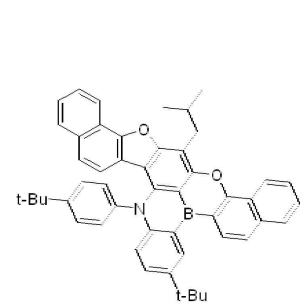
213



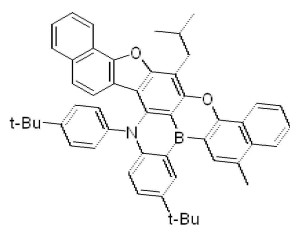
214



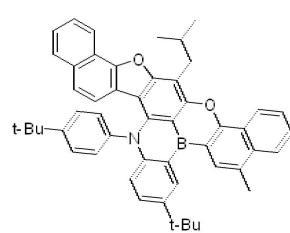
215



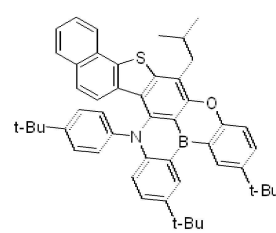
216



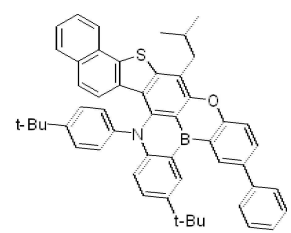
217



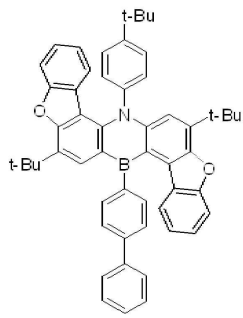
218



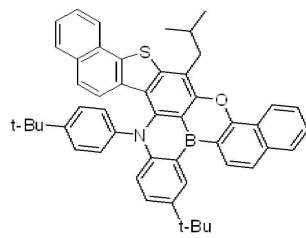
219



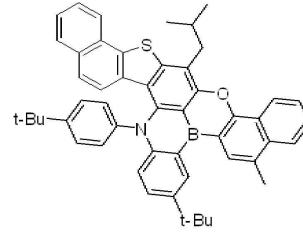
220



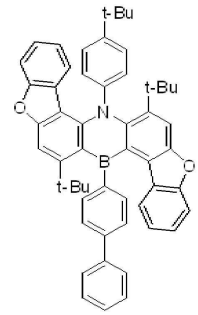
221



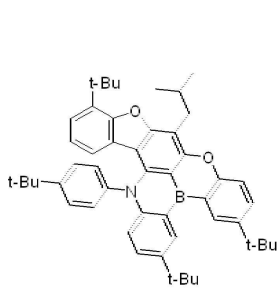
222



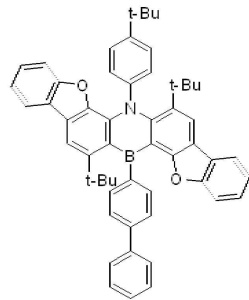
223



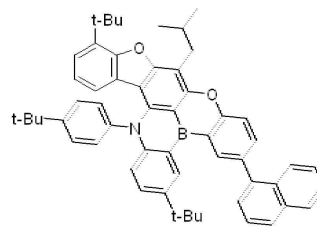
224



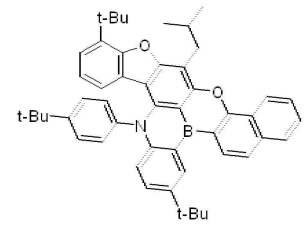
225



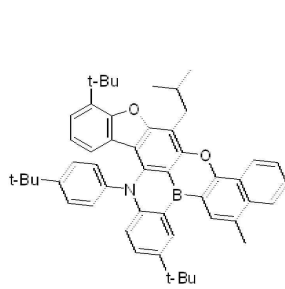
226



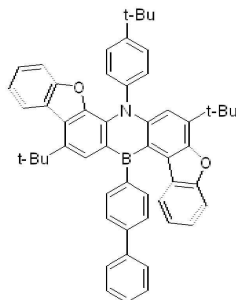
227



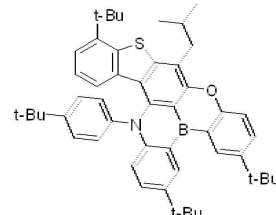
228



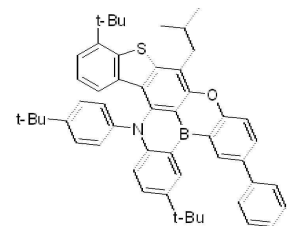
229



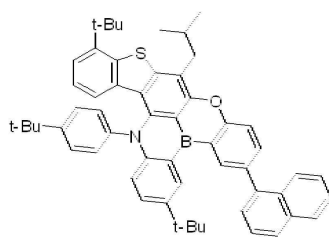
230



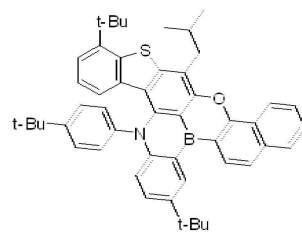
231



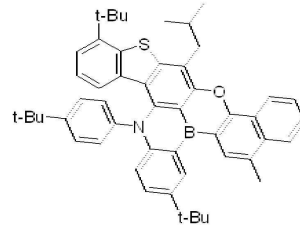
232



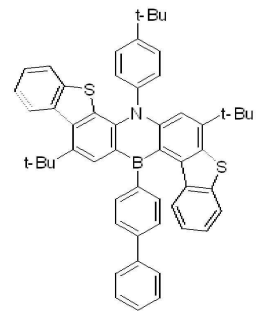
233



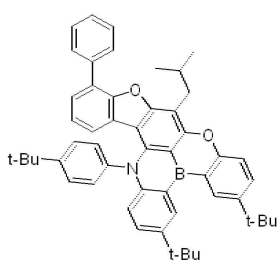
234



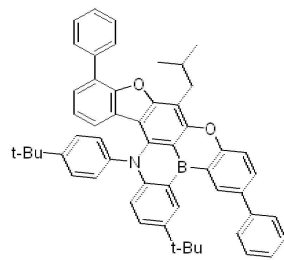
235



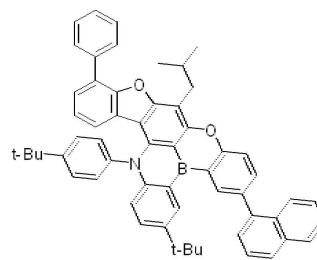
236



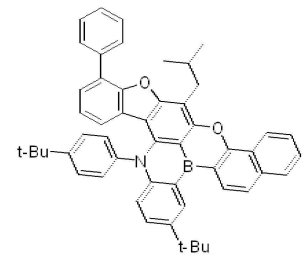
237



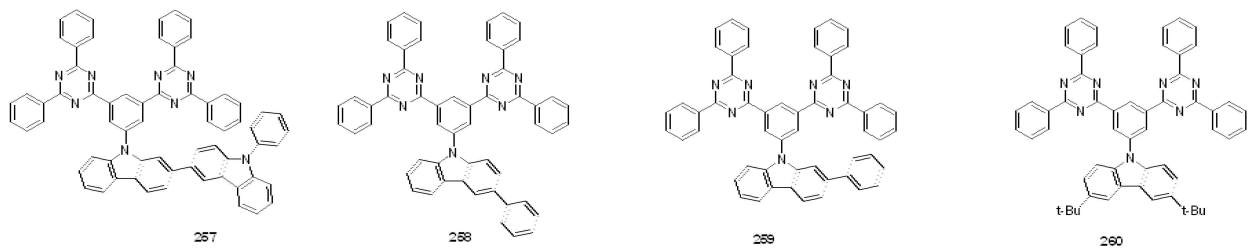
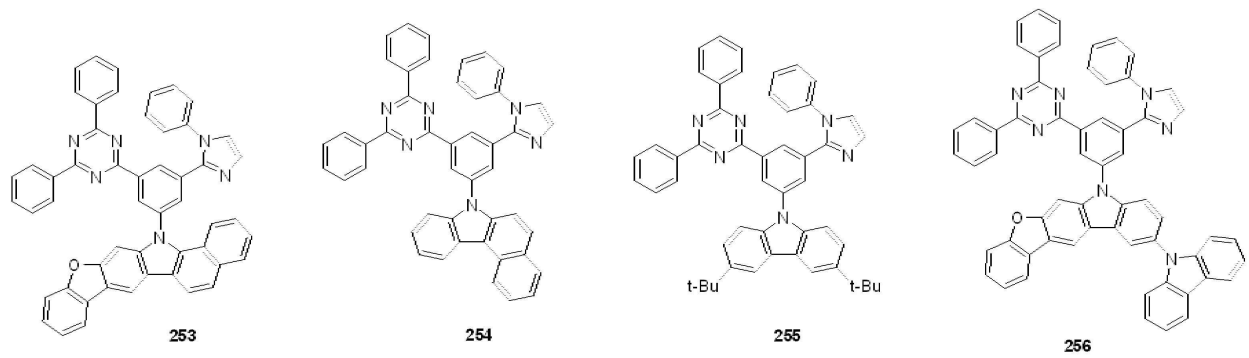
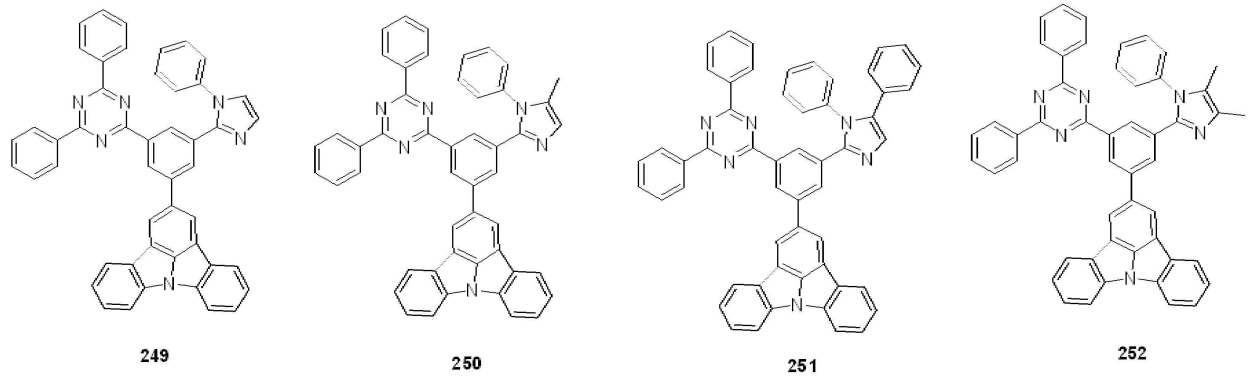
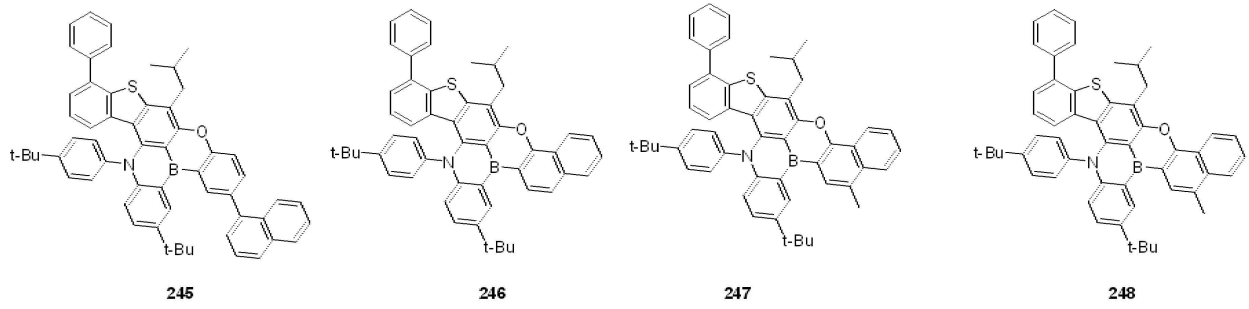
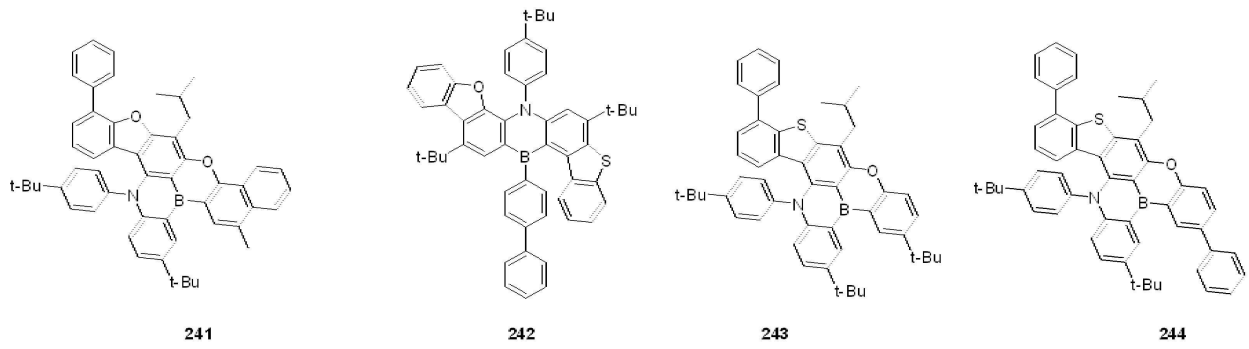
238

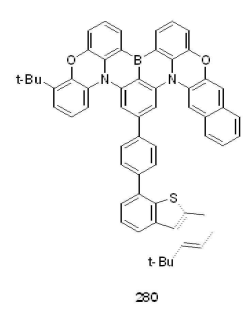
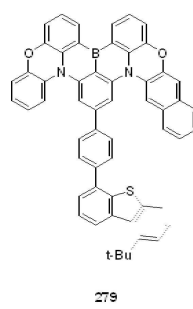
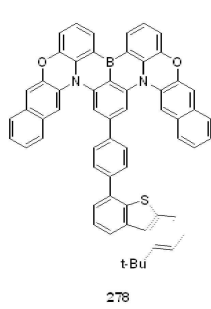
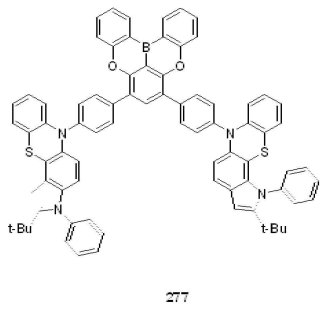
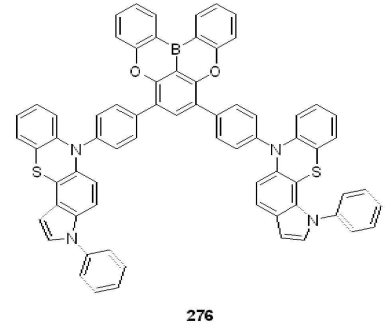
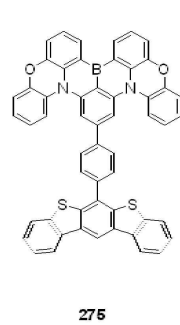
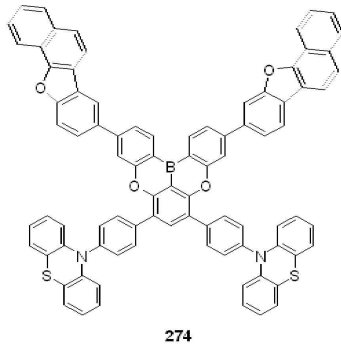
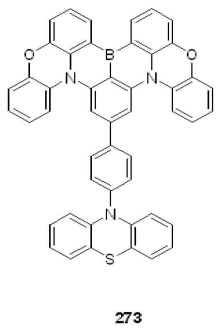
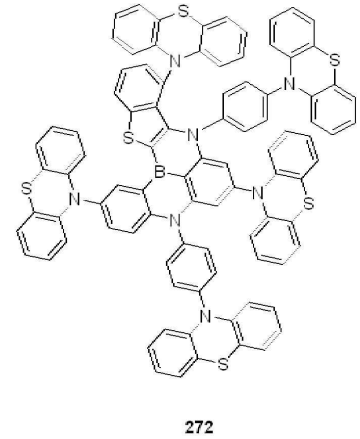
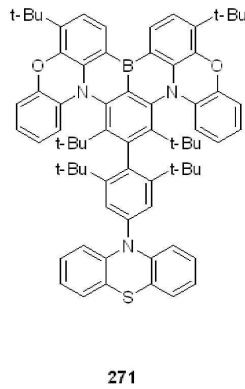
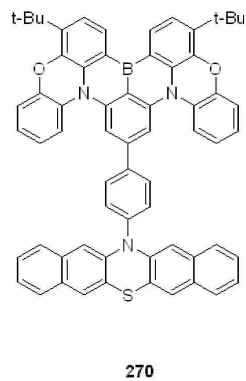
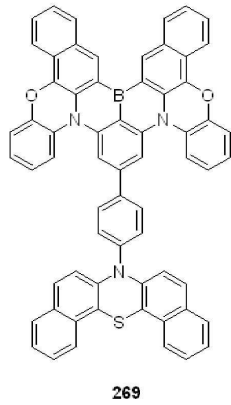
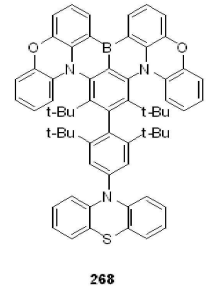
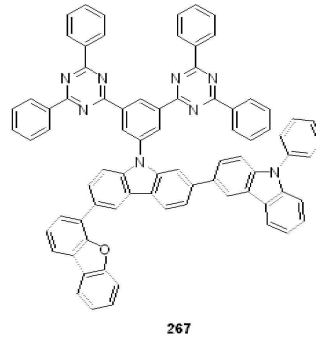
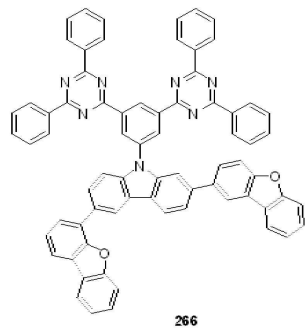
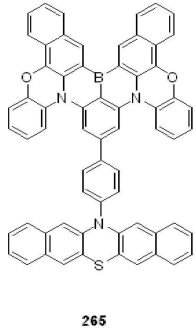
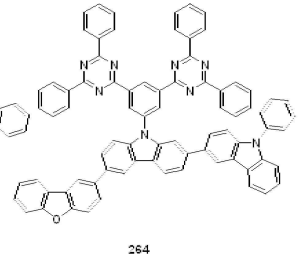
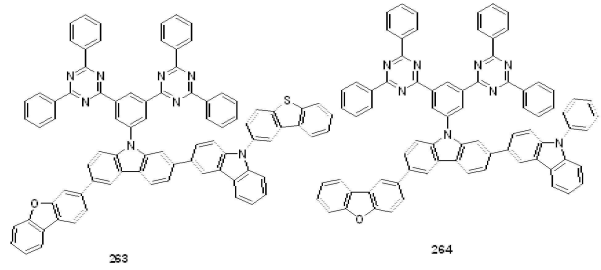
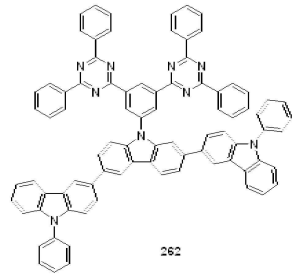
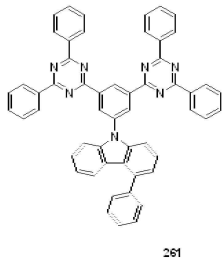


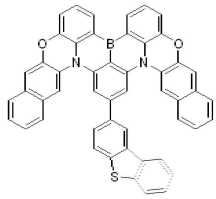
239



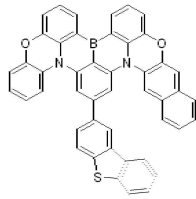
240



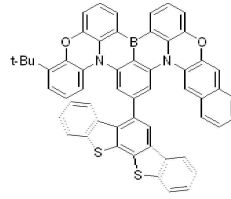




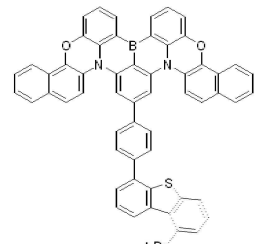
281



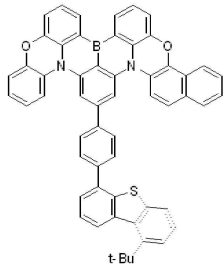
282



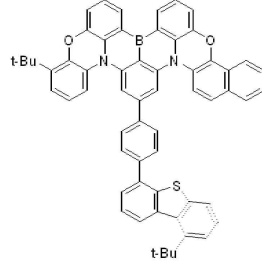
283



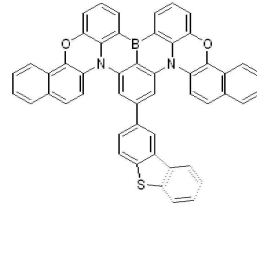
284



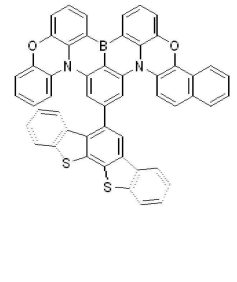
285



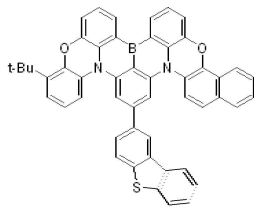
286



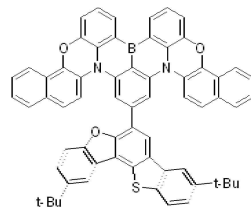
287



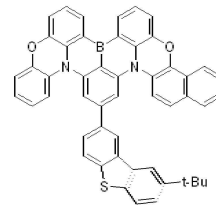
288



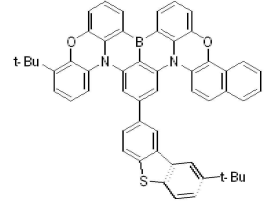
289



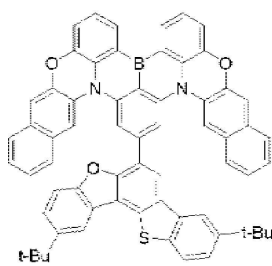
290



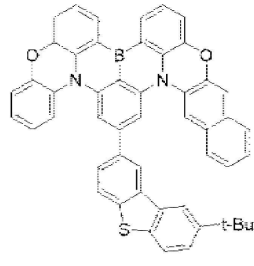
291



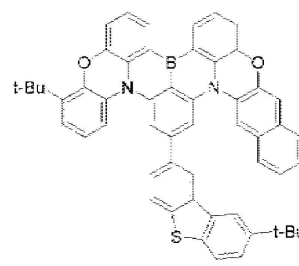
292



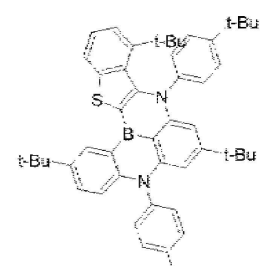
293



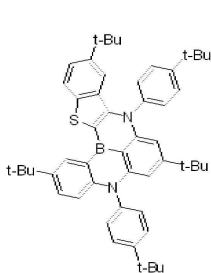
294



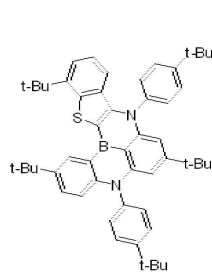
295



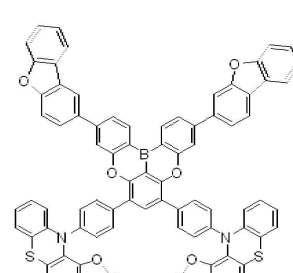
296



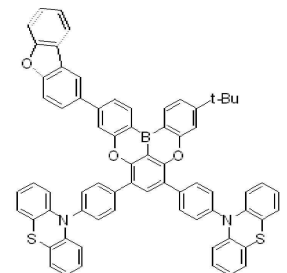
297



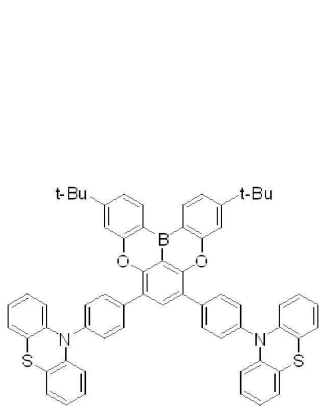
298



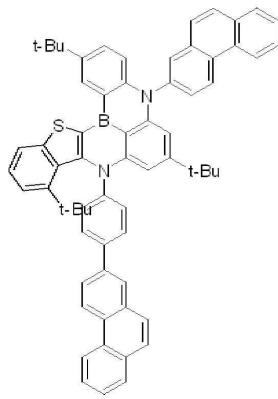
299



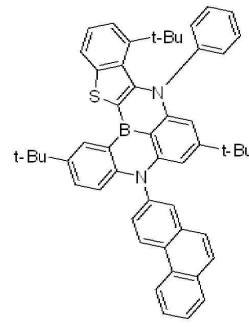
300



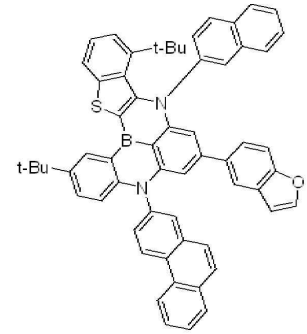
301



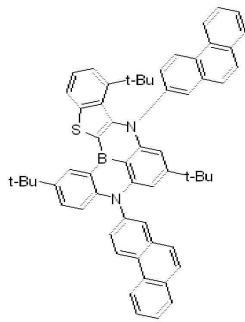
302



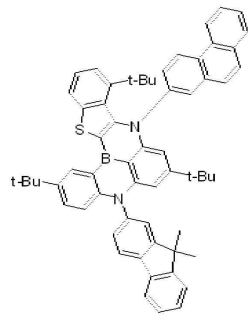
303



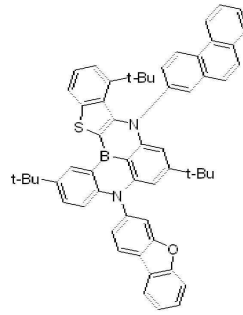
304



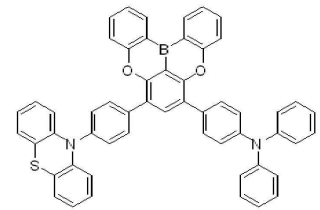
305



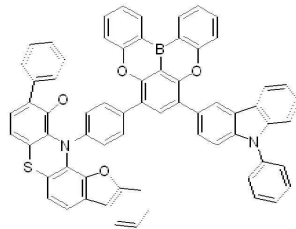
306



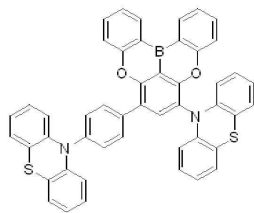
307



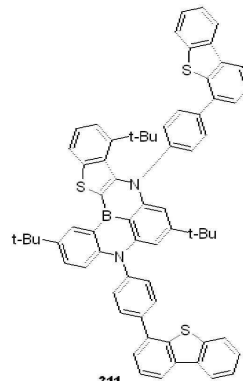
308



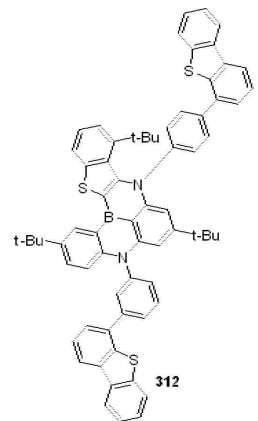
309



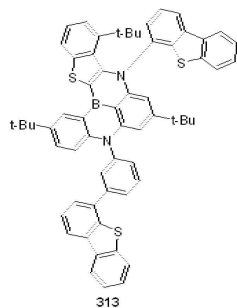
310



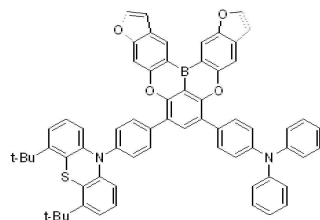
311



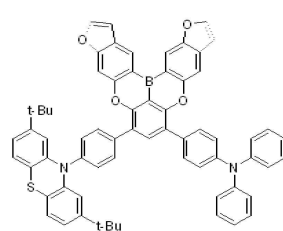
312



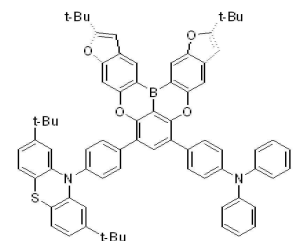
313



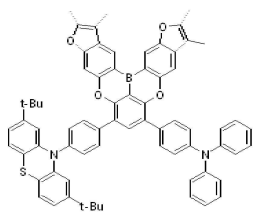
314



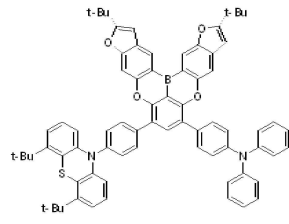
315



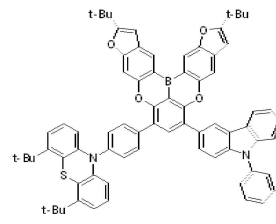
316



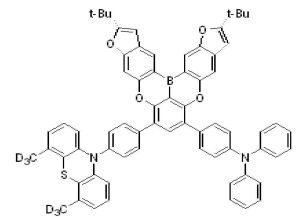
317



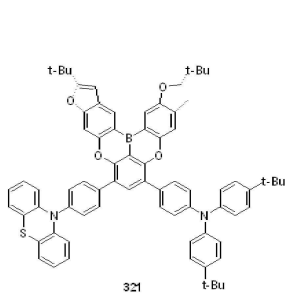
318



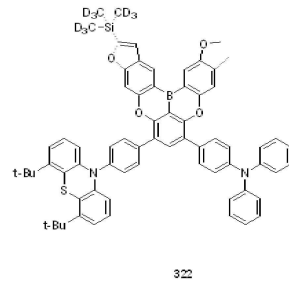
319



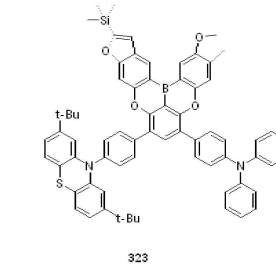
320



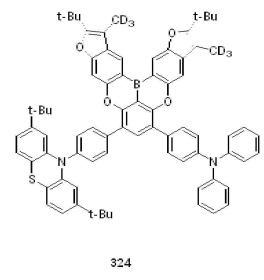
321



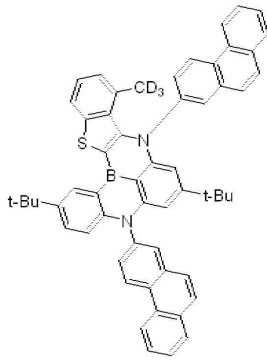
322



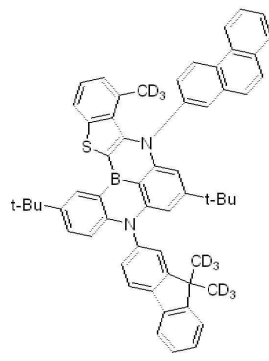
323



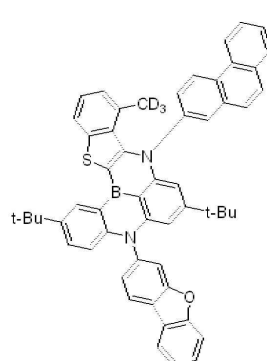
324



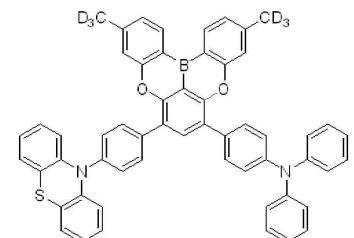
325



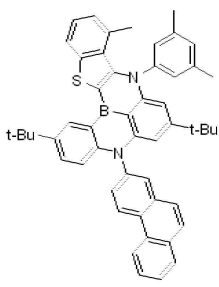
326



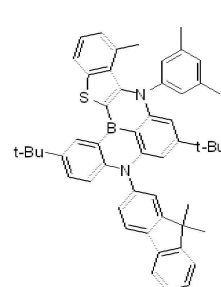
327



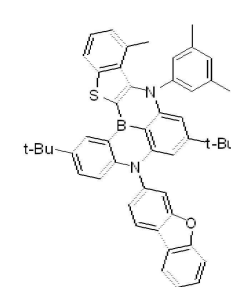
328



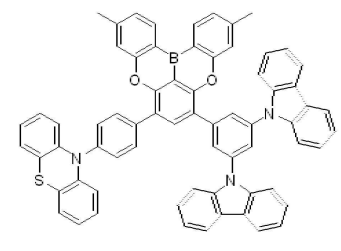
329



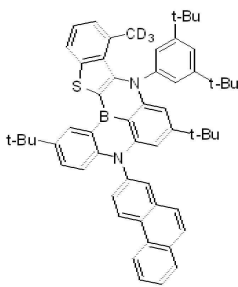
330



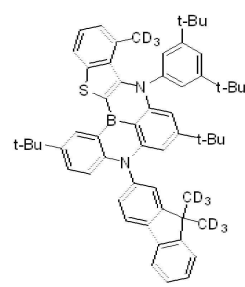
331



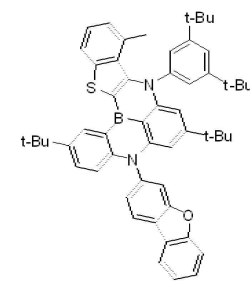
332



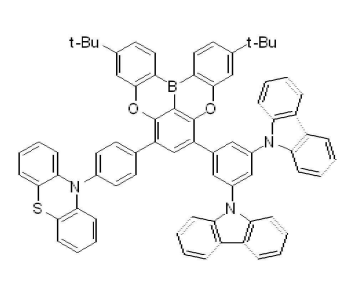
333



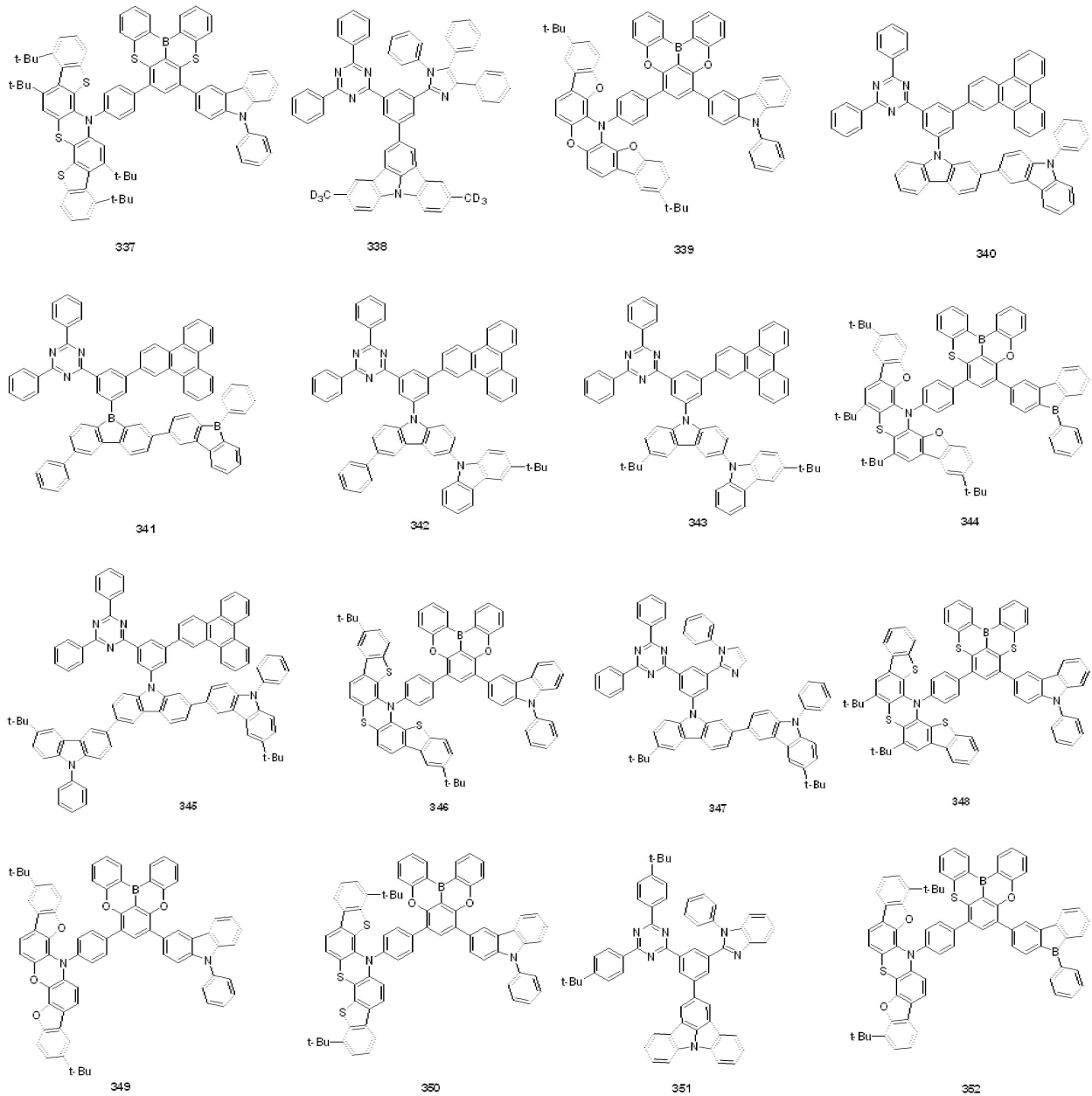
334



335



336



청구항 3

음극과 양극사이에 적어도 발광층을 포함하는 일층 또는 복수층으로 이루어지는 유기박막층이 적층되어있는 유기전계발광소자에 있어서,

상기 발광층이 청구항 1의 유기화합물을 1종 단독으로 또는 2종 이상의 조합으로 함유하는 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

청구항 4

음극과 양극사이에 적어도 발광층을 포함하는 일층 또는 복수층으로 이루어지는 유기박막층이 적층되어있는 유기전계발광소자에 있어서,

상기 발광층을 제외한 유기박막층이 청구항 1의 유기화합물을 1종 단독으로 또는 2종 이상의 조합으로 함유하는 것을 특징으로 하는 유기전계발광소자.

발명의 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 디스플레이 분야에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 디스플레이의 일종인 유기전계발광소자 제조시 이용할 수 있는 유기화합물 및 이를 포함하는 유기전계발광소자에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 현재까지 평판 디스플레이의 대부분을 액정 디스플레이가 차지하고 있으나, 보다 경제적이고 성능이 뛰어나면서 액정 디스플레이와 차별화된 새로운 평판 디스플레이를 개발하려는 노력이 전세계적으로 활발히 진행되고 있다. 최근 차세대 평판 디스플레이로 각광을 받고 있는 유기전계발광소자는 액정 디스플레이에 비해 낮은 구동전압, 빠른 응답속도 및 광시야각 등의 장점을 가지고 있다.

[0003] 유기전계발광소자의 구조는 기판, 애노드, 애노드에서 정공을 받아들이는 정공주입층, 정공을 수송하는 정공수송층, 발광층으로부터 정공수송층으로 전자의 진입을 저지하는 전자 저지층, 정공과 전자가 결합하여 빛을 내는 발광층, 발광층에서 전자 수송층으로 정공의 진입을 저지하는 정공 저지층, 캐소드에서 전자를 받아들여 발광층으로 수송하는 전자 수송층, 캐소드에서 전자를 받아들이는 전자 주입층 및 캐소드로 구성되어 있다. 경우에 따라서 별도의 발광층 없이 전자 수송층이나 정공수송층에 소량의 형광 또는 인광성 염료를 도핑하여 발광층을 구성할 수도 있으며, 고분자를 사용할 경우에는 일반적으로 하나의 고분자가 정공수송층과 발광층 및 전자 수송층의 역할을 동시에 수행할 수 있다. 두 전극 사이의 유기물 박막층들은 진공증착법 또는 스핀 코팅, 잉크젯 프린팅, 레이저 열전사법등의 방법으로 형성된다. 이렇게 유기전계발광소자를 다층 박막 구조로 제작하는 이유는 전극과 유기물 사이의 계면 안정화를 위함이며 또한 유기물질의 경우, 정공과 전자의 이동 속도 차이가 크므로 적절한 정공수송층과 전자 수송층을 사용하여 정공과 전자를 발광층으로 효과적으로 전달하여 정공과 전자의 밀도가 균형을 이루도록 하면 발광 효율을 높일 수 있기 때문이다.

[0004] 유기전계발광소자의 구동 원리는 다음과 같다. 상기 애노드 및 캐소드 간에 전압을 인가하면 애노드로부터 주입된 정공은 정공주입층 및 정공수송층을 경유하여 발광층으로 이동된다. 한편, 전자는 캐소드로부터 전자 주입층 및 전자 수송층을 경유하여 발광층에 주입되고 발광층 영역에서 캐리어들이 재결합하여 엑시톤(exiton)을 생성한다. 이 엑시톤이 여기 상태에서 기저 상태로 변화되고, 이로 인하여 발광층의 형광성 분자가 발광함으로써 화상이 형성된다. 이때 여기 상태가 일중항 여기 상태를 통하여 기저 상태로 떨어지면서 발광하는 것을 "형광"이라고 하며, 삼중항 여기 상태를 통하여 기저 상태로 떨어지면서 발광하는 것을 "인광"이라고 한다. 형광의 경우, 일중항 여기 상태의 확률이 25%(삼중항 상태 75%)이며, 발광 효율의 한계가 있는 반면에 인광을 사용하면 삼중항 상태 75%와 일중항 여기 상태 25%까지 발광에 이용할 수 있으므로 이론적으로 내부양자 효율 100%까지 가능하다.

[0005] 이러한 유기전계발광소자에 있어 가장 문제가 되는 것은 수명과 효율인데, 디스플레이가 대면적화 되면서 이러한 효율이나 수명문제는 반드시 해결해야되는 상황이다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 1022021710000호
- (특허문헌 0002) 대한민국 등록특허 1018256120000호
- (특허문헌 0003) 대한민국 등록특허 1012267000000호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 종래기술의 상기와 같은 문제를 해소하기 위하여 안출된 것으로서,

[0008] 유기전계발광소자의 재료로 사용되어 유기전계발광소자의 발광 효율 및 발광 수명을 향상시키는 신규한 유기화합물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

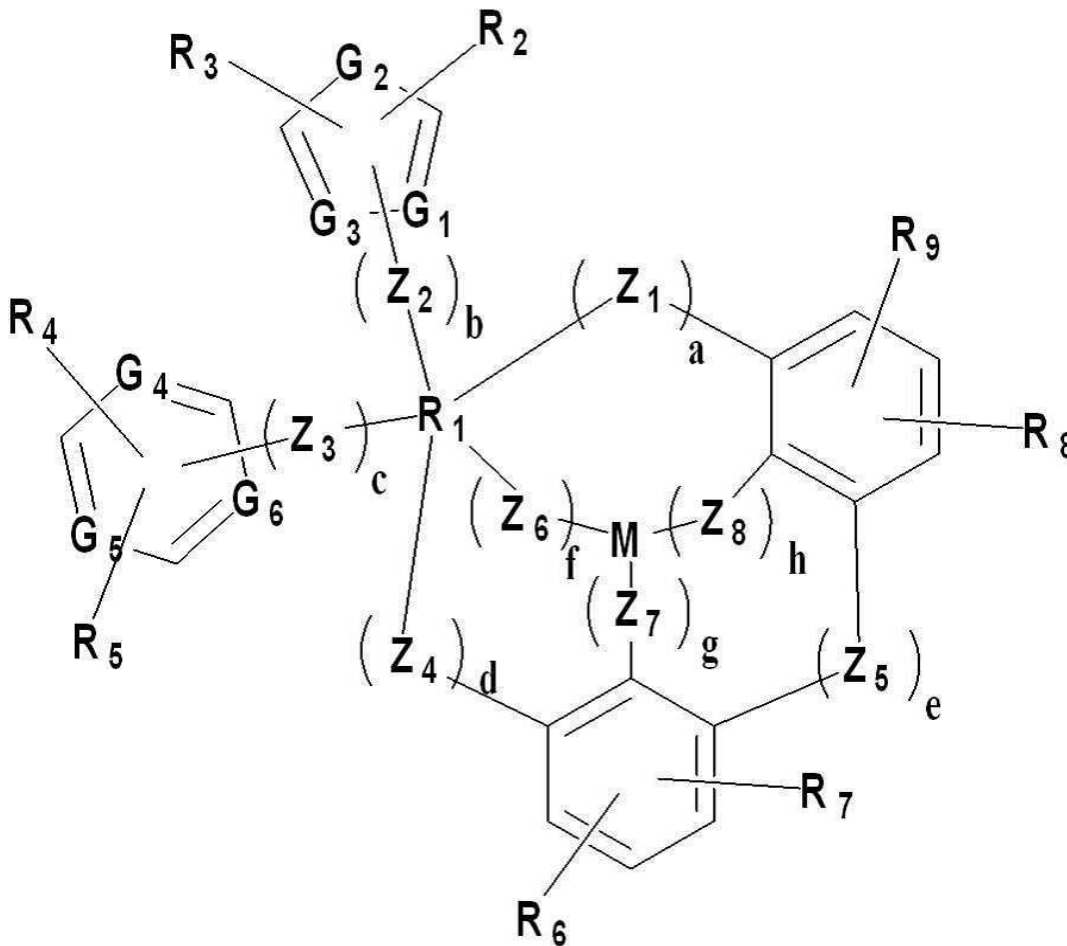
[0009] 또한, 본 발명은 상기와 같은 유기전계발광소자의 재료를 포함함으로써, 구동전압, 발광 효율 및 발광 수명이 향상된 유기전계발광소자를 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0010] 또한, 본 발명은 상기 유기전계발광소자의 재료와 특정의 정공수송층 물질을 조합하여 포함함으로써 구동전압, 소자의 효율 및 수명이 더욱 개선된 유기전계발광소자를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0011] 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기화합물을 제공한다:

[0012] [화학식 1]



[0013] 상기 식에서

[0014] R1은 중수소, 할로젠, CN, CF₃, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐, 나프타닐, 바이페닐, 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐, 퀴놀리닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 또는 페닐 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~60의 방향족 탄화수소기이거나,

[0015] 중수소, 할로젠, CN, CF₃, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 스파이로바이플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐, 퀴놀리닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 또는 페닐 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환되고, S, O, N, B 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 원소를

[0016]

포함하는 탄소수 5 내지 70의 헤테로 방향족 탄화수소기이며,

- [0017] Z1, Z4, Z5는 각각 독립적으로 단일결합이거나 C1~C10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, C3~C12의 시클로알킬, C1~C10의 알콕시, 할로젠, CN, CF₃, 페닐, 나프타닐, 바이페닐아민, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 및 Si(CH₃)₃기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐 아민이며,
- [0018] Z2, Z3는 각각 독립적으로 단일결합이거나 할로젠, CN, CF₃, 페닐, 나프타닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 및 Si(CH₃)₃기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐이며,
- [0019] a, b, c, d, e는 각각 독립적으로 0 또는 1이고;
- [0020] Z6, Z7, Z8은 각각 독립적으로 단일결합, C1~C2의 알킬레닐, 페닐 또는 바이페닐기이며,
- [0021] f, g, h는 각각 독립적으로 0 또는 1이고;
- [0022] M은 붕소 또는 탄소 또는 질소이며;
- [0023] G1, G2, G3는 각각 독립적으로 탄소 또는 질소 또는 산소 또는 황이며
- [0024] G4, G5, G6는 각각 독립적으로 탄소 또는 질소이며;
- [0025] R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8 및 R9은 각각 독립적으로 수소, 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 또는 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬기이거나,
- [0026] 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐기, 및 퀴놀리닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~60의 방향족 탄화수소기이거나,
- [0027] 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 스파이로바이플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐기, 및 퀴놀리닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환되고, S, O, N, B 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 원소를 포함하는 탄소수 5 내지 70의 헤테로 방향족 탄화수소기이거나,
- [0028] 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 및 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬기로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 퀴놀리닐, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 및 피리미디닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상으로 치환된 아미노기이다.

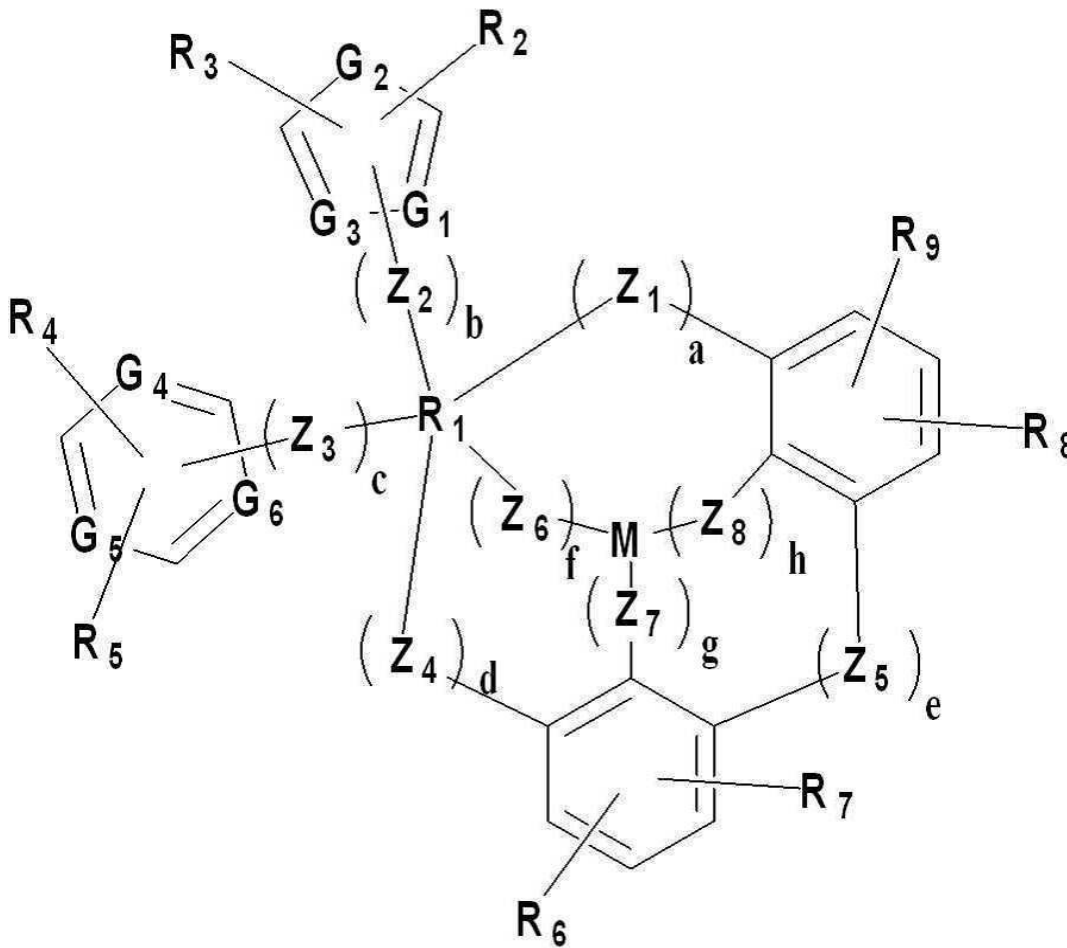
발명의 효과

- [0029] 본 발명은 유기전계발광소자의 재료로 사용되어 유기전계발광소자의 발광 효율 및 발광 수명을 향상시키는 신규한 유기화합물을 제공한다.
- [0030] 또한, 본 발명은 상기와 같은 유기전계발광소자의 재료를 포함함으로써, 구동전압, 발광 효율 및 발광 수명이 향상된 유기전계발광소자를 제공한다.
- [0031] 또한, 본 발명은 상기 유기전계발광소자의 재료와 특정의 정공수송층 물질을 조합하여 포함함으로써 구동전압, 소자의 효율 및 수명이 더욱 개선된 유기전계발광소자를 제공한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0032] 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 신규한 유기화합물에 관한 것이다:

[0033] [화학식 1]



[0034]

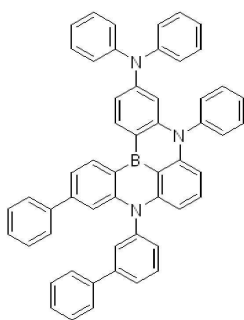
[0035] 상기 식에서

[0036] R1은 중수소, 할로젠, CN, CF₃, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐, 나프타닐, 바이페닐, 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐, 퀴놀리닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 또는 페닐 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~60의 방향족 탄화수소기이거나,

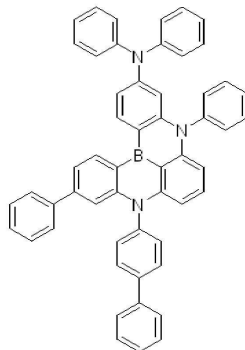
[0037] 중수소, 할로젠, CN, CF₃, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 스파이로바이플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐, 퀴놀리닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 또는 페닐 트리아지닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환되고, S, O, N, B 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 원소를 포함하는 탄소수 5 내지 70의 헤테로 방향족 탄화수소기이며,

[0038] Z1, Z4, Z5는 각각 독립적으로 단일결합이거나 C1~C10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, C3~C12의 시클로알킬, C1~C10의 알콕시, 할로젠, CN, CF₃, 페닐, 나프타닐, 바이페닐아민, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 및 Si(CH₃)₃기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐 아민이며,

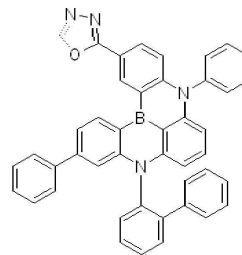
- [0039] Z2, Z3는 각각 독립적으로 단일결합이거나 할로젠, CN, CF₃, 페닐, 나프타닐, 페닐 피리디닐, 페닐 피리미디닐, 페닐 이미다졸 및 Si(CH₃)₃기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐이며,
- [0040] a, b, c, d, e는 각각 독립적으로 0 또는 1이고;
- [0041] Z6, Z7, Z8은 각각 독립적으로 단일결합, C1~C2의 알킬레닐, 페닐 또는 바이페닐기이며,
- [0042] f, g, h는 각각 독립적으로 0 또는 1이고;
- [0043] M은 붕소 또는 탄소 또는 질소이며;
- [0044] G1, G2, G3는 각각 독립적으로 탄소 또는 질소 또는 산소 또는 황이며
- [0045] G4, G5, G6는 각각 독립적으로 탄소 또는 질소이며;
- [0046] R2, R3, R4, R5, R6, R7, R8 및 R9은 각각 독립적으로 수소, 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 또는 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬기이거나,
- [0047] 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐기, 및 퀴놀리닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 탄소수 6~60의 방향족 탄화수소기이거나,
- [0048] 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬, 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 스파이로바이플루오레닐, 카르바졸일, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 피리미디닐기, 및 퀴놀리닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상으로 치환 또는 비치환되고, S, O, N, B 및 Si로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 원소를 포함하는 탄소수 5 내지 70의 헤테로 방향족 탄화수소기이거나,
- [0049] 중수소, F, Cl, Br, I, CN, Si(CH₃)₃, B(OH)₂, 탄소수 1 내지 40의 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 탄소수 1 내지 40의 알콕시, 탄소수 1 내지 40의 티오알킬, 및 탄소수 3 내지 40의 시클로 알킬기로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상으로 치환 또는 비치환된 페닐, 바이페닐, 나프틸, 안트라세닐, 페닐기로 치환된 안트라세닐, 페난트렌일, 파이레닐, 9,9-디메틸플루오레닐, 카르바졸일, 퀴놀리닐, 디벤조퓨란일, 피롤, 트리아졸, 피리딘일, 피라지닐, 및 피리미디닐기로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상으로 치환된 아미노기이다.
- [0050] 상기 유기화합물의 구체적인 예로는 하기 화합물 1 내지 352 중의 어느 하나를 들 수 있다.



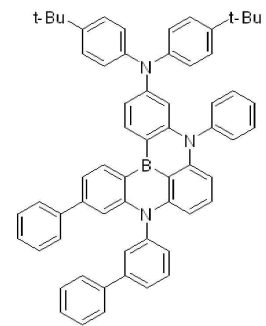
1



2

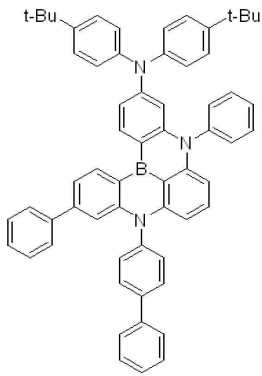


3

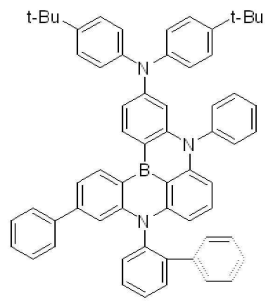


4

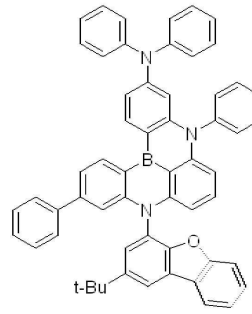
[0053]



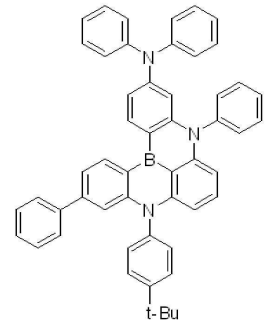
5



6

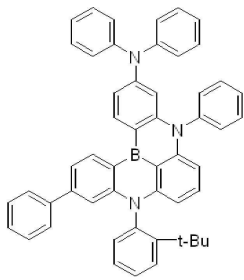


7

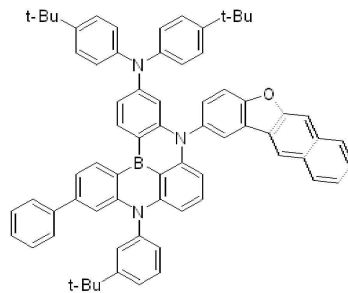


8

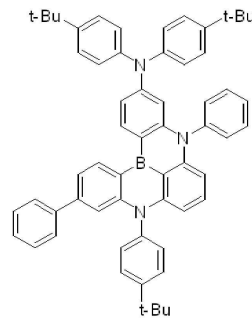
[0054]



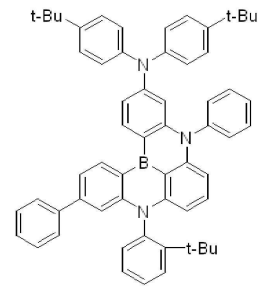
9



10

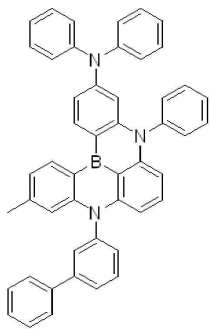


11

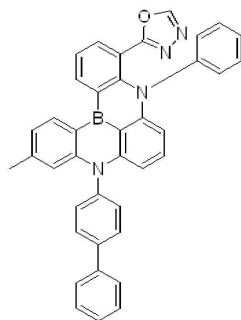


12

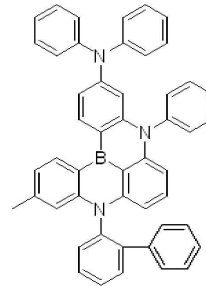
[0055]



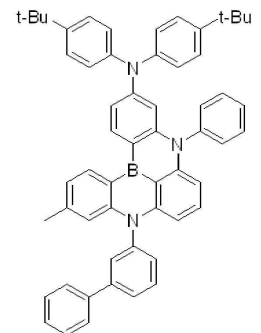
13



14

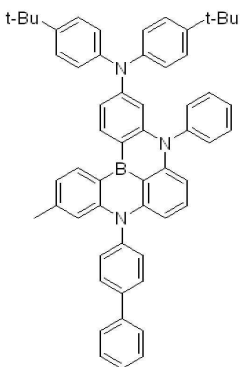


15

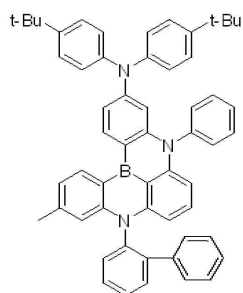


16

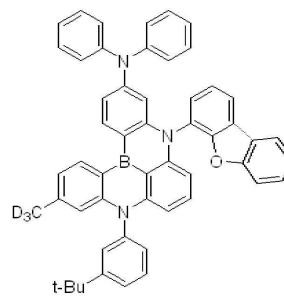
[0056]



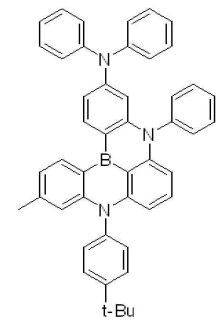
17



18

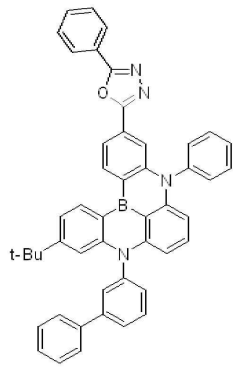


19

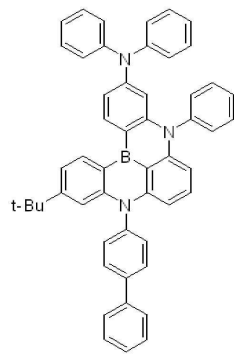


20

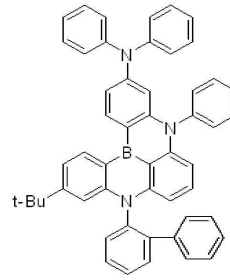
[0057]



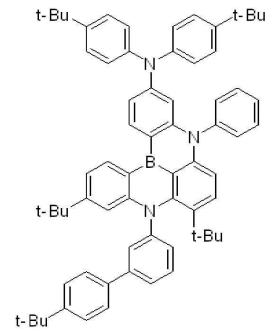
21



22

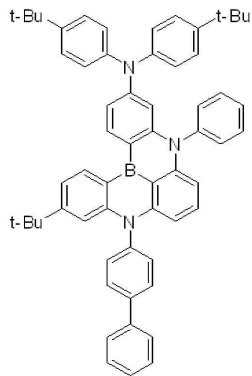


23

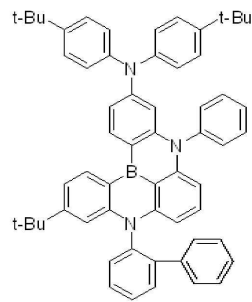


24

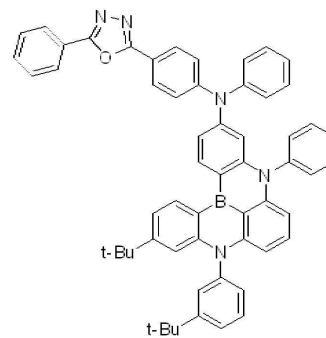
[0058]



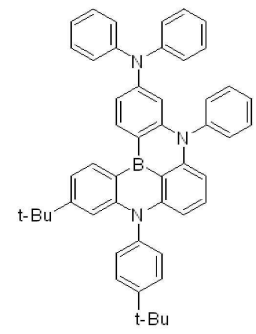
25



26

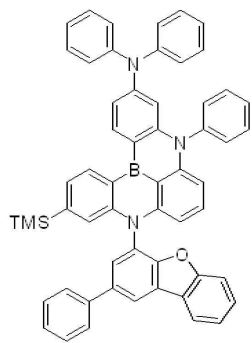


27

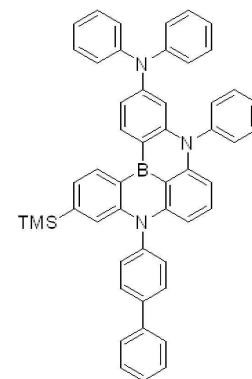


28

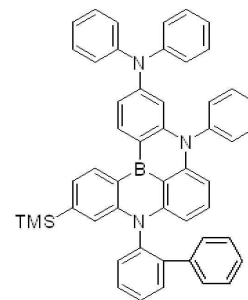
[0059]



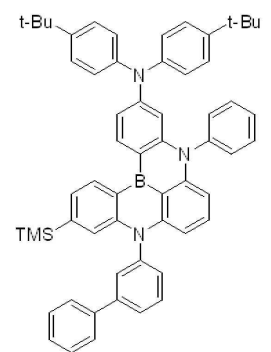
29



30

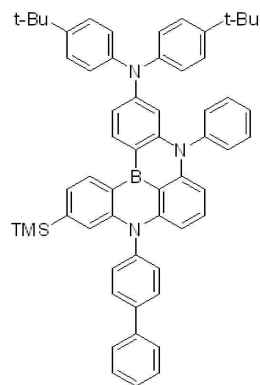


31

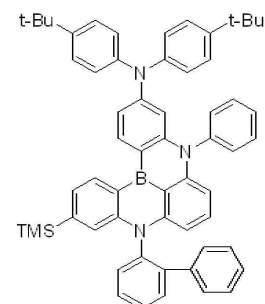


32

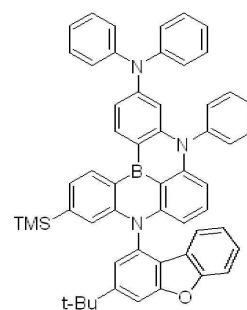
[0060]



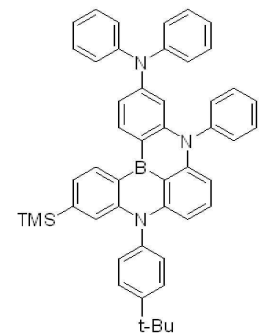
33



34

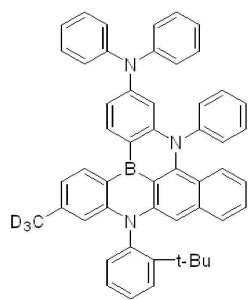


35

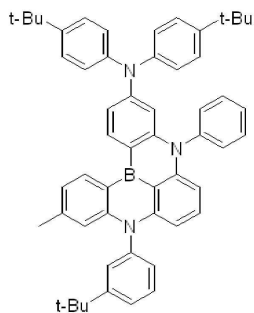


36

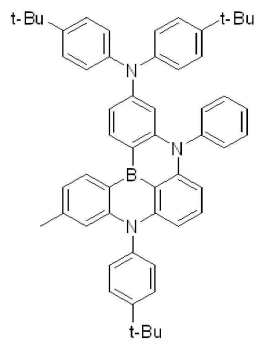
[0061]



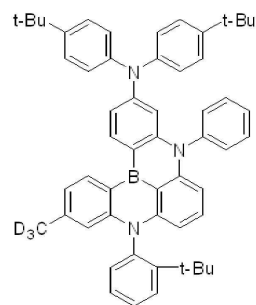
37



38

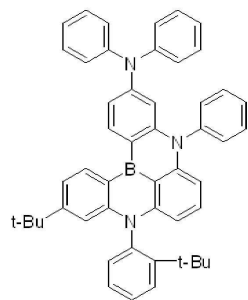


39

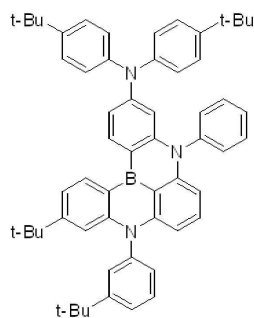


40

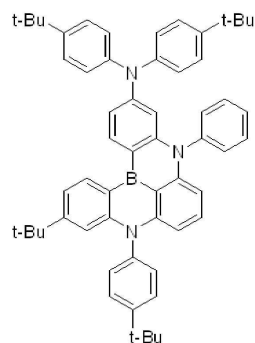
[0062]



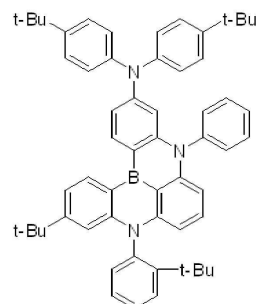
41



42

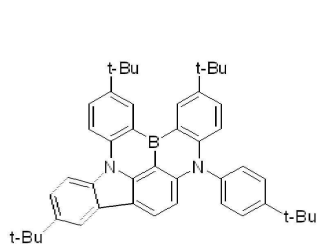


43

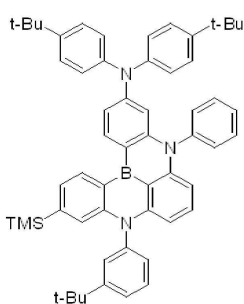


44

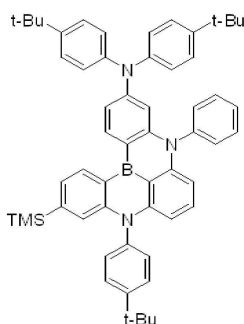
[0063]



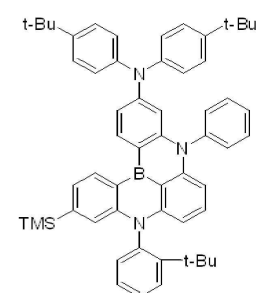
45



46

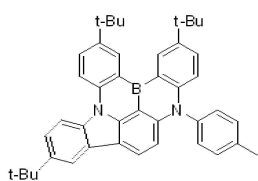


47

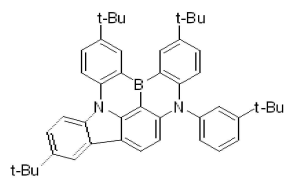


48

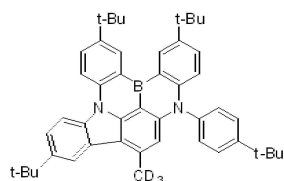
[0064]



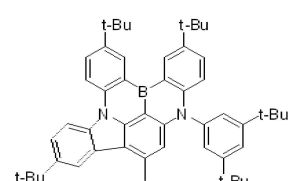
49



50

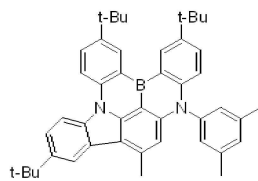


51

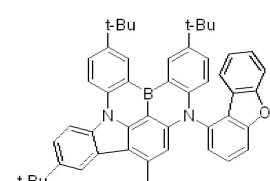


52

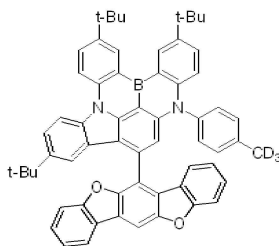
[0065]



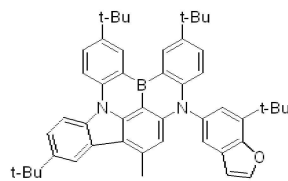
53



54

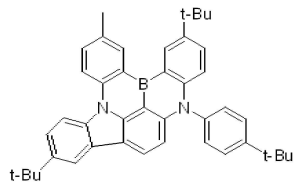


55

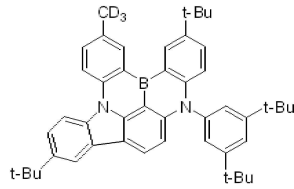


56

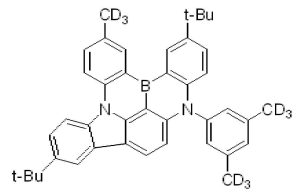
[0066]



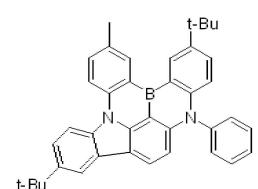
57



58

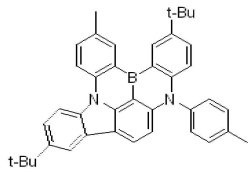


59

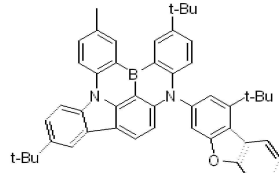


60

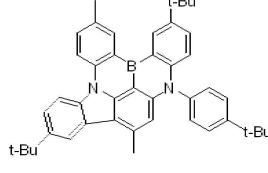
[0067]



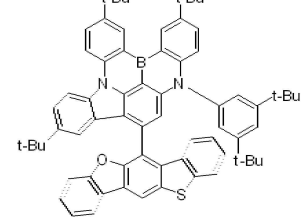
61



62

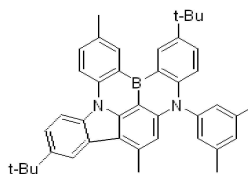


63

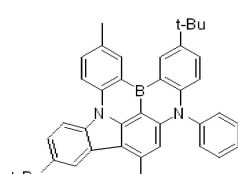


64

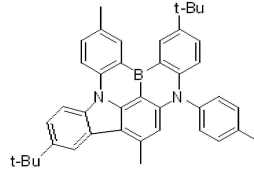
[0068]



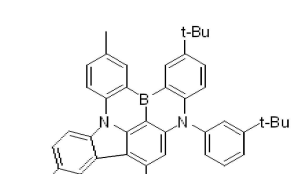
65



66

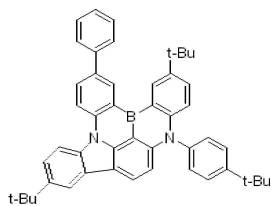


67

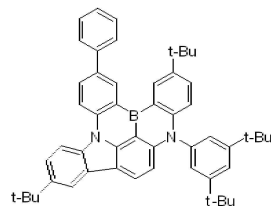


68

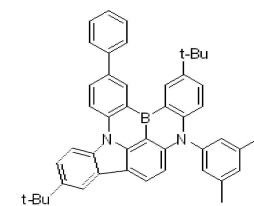
[0069]



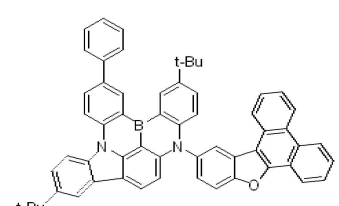
69



70

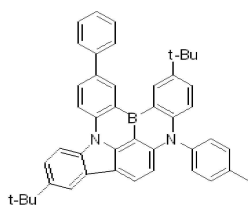


71

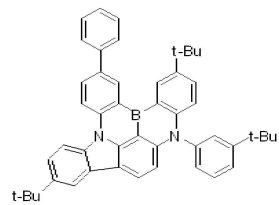


72

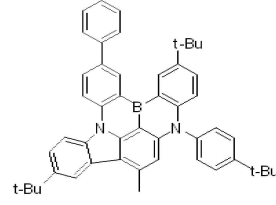
[0070]



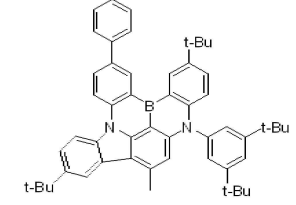
73



74

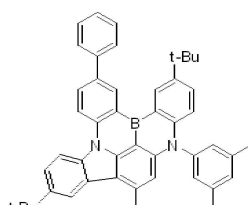


75

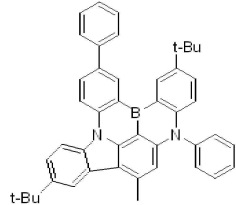


76

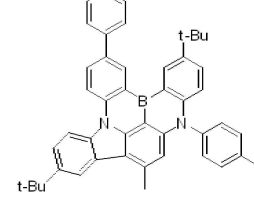
[0071]



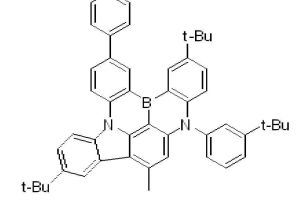
77



78

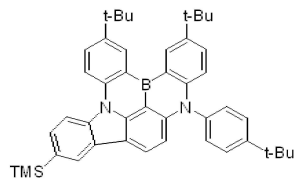


79

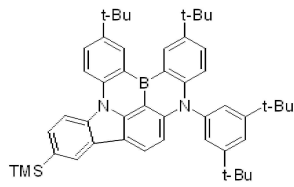


80

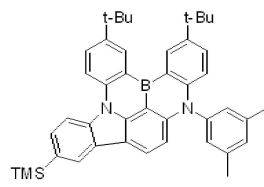
[0072]



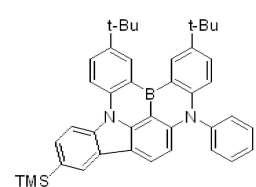
81



82

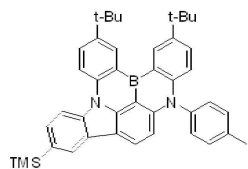


83

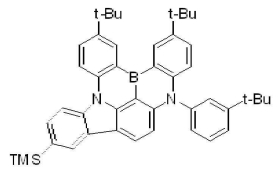


84

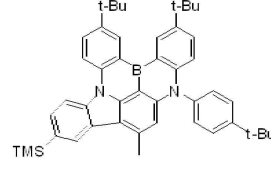
[0073]



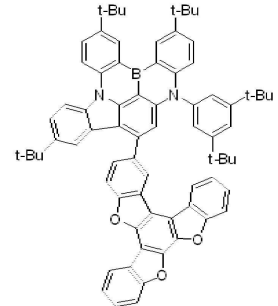
85



86

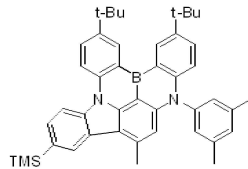


87

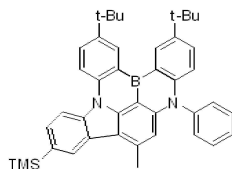


88

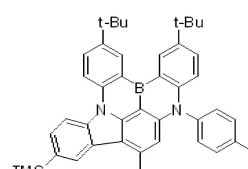
[0074]



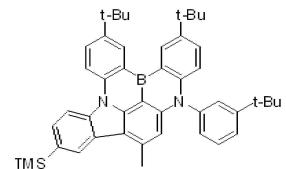
89



90

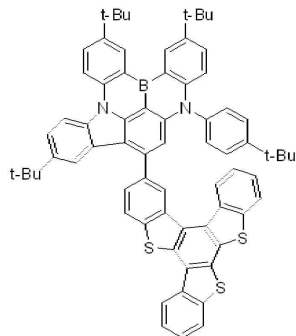


91

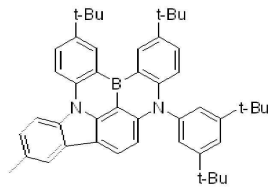


92

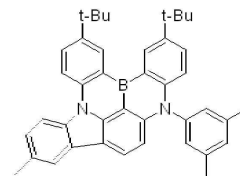
[0075]



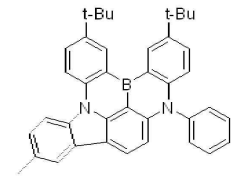
93



94

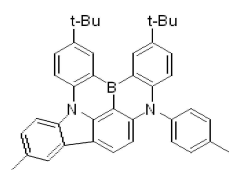


95

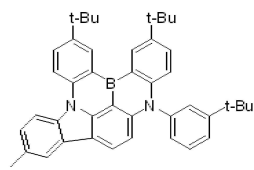


96

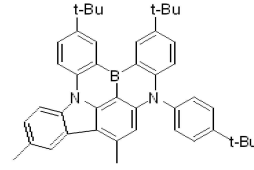
[0076]



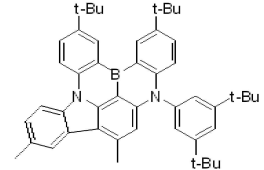
97



98

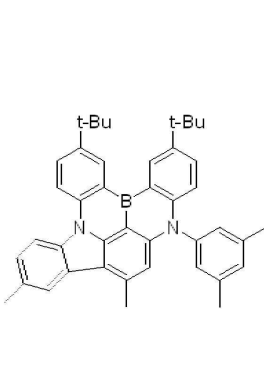


99

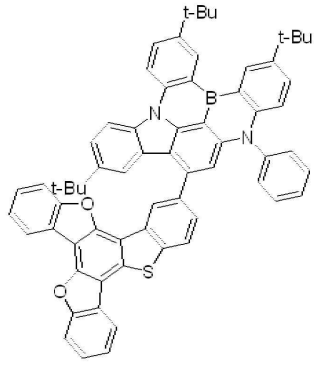


100

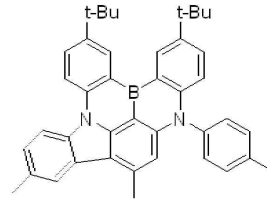
[0077]



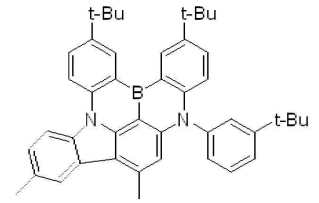
101



102

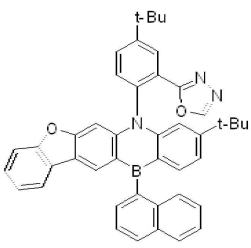


103

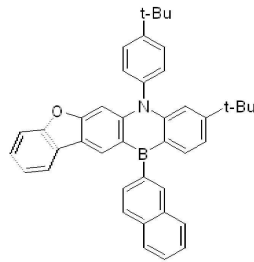


104

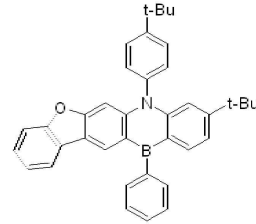
[0078]



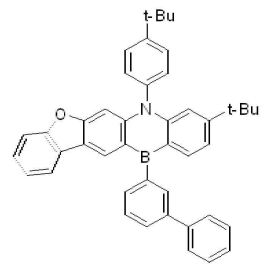
105



106

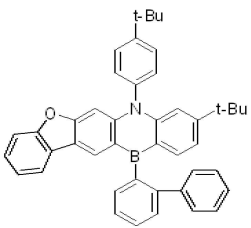


107

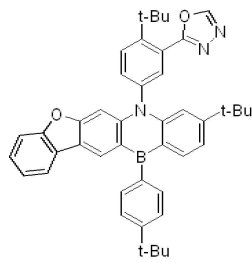


108

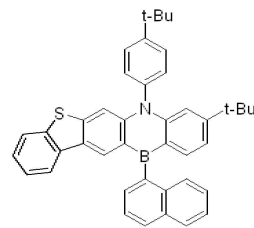
[0079]



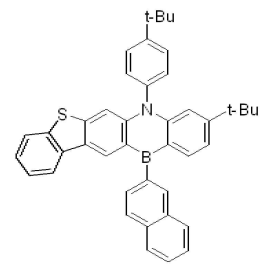
109



110

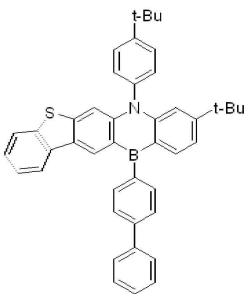


111

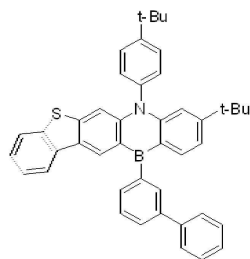


112

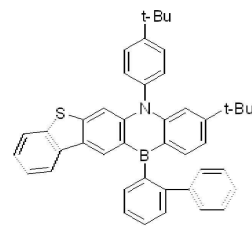
[0080]



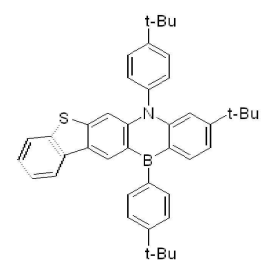
113



114

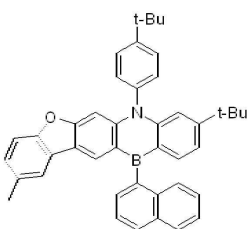


115

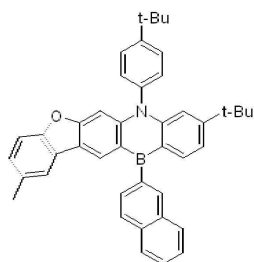


116

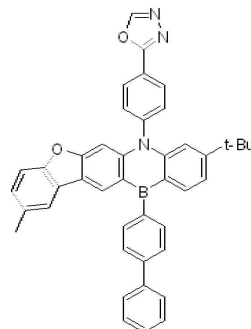
[0081]



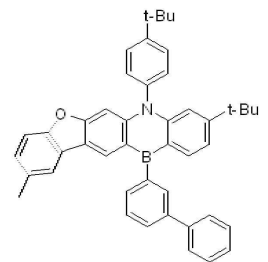
117



118

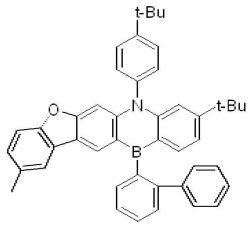


119

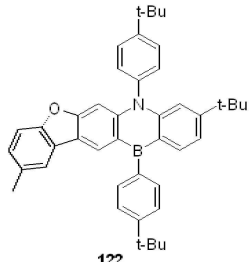


120

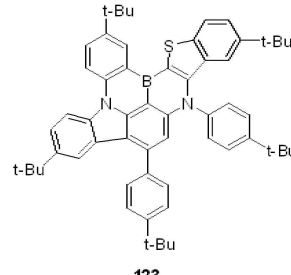
[0082]



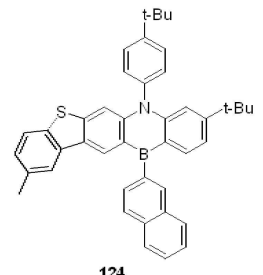
121



122

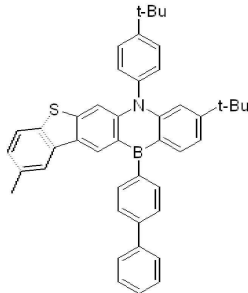


123

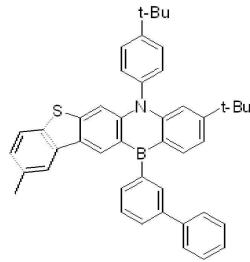


124

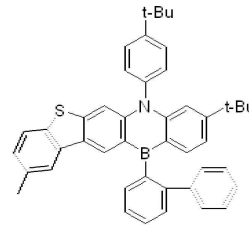
[0083]



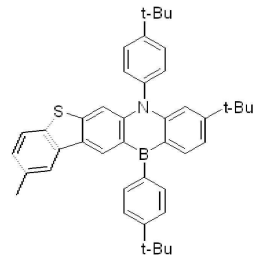
125



126

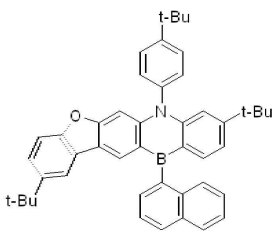


127

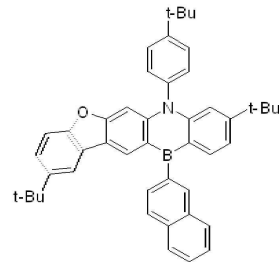


128

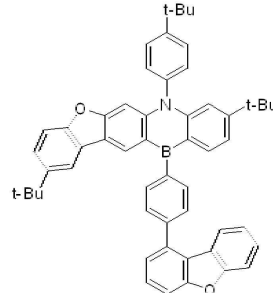
[0084]



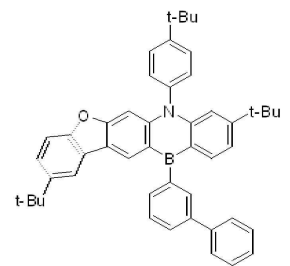
129



130

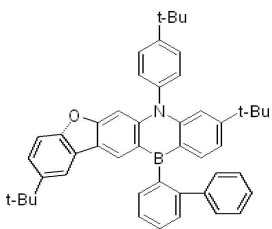


131

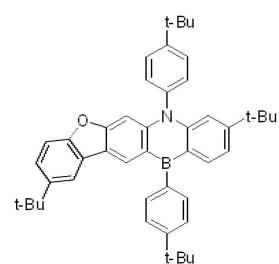


132

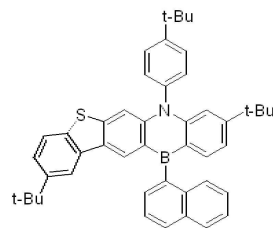
[0085]



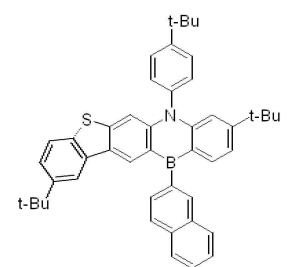
133



134

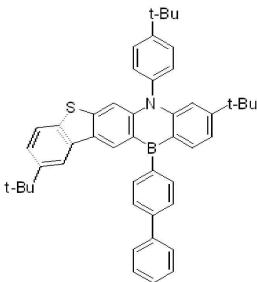


135

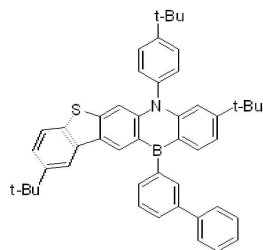


136

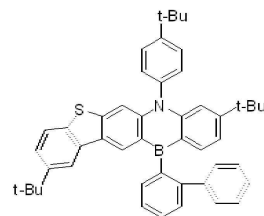
[0086]



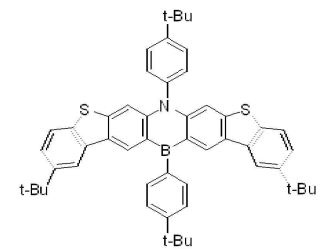
137



138

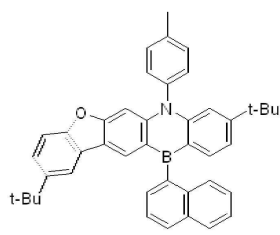


139

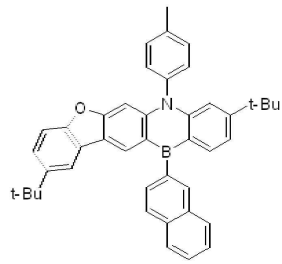


140

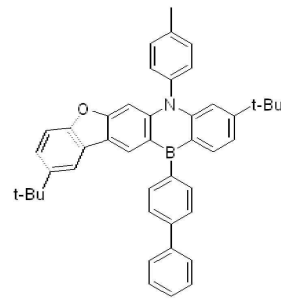
[0087]



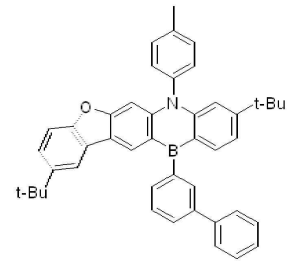
141



142

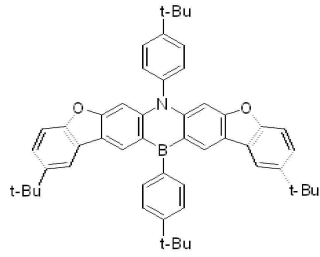


143

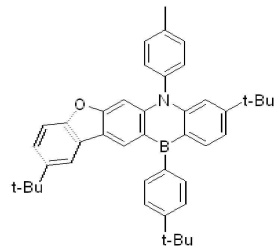


144

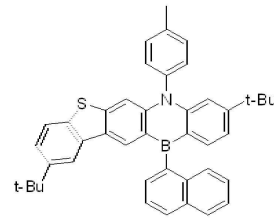
[0088]



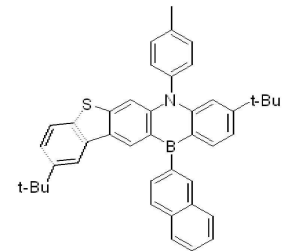
145



146

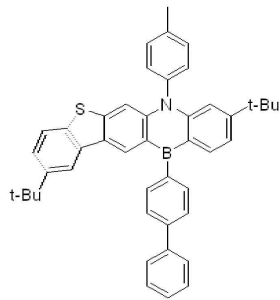


147

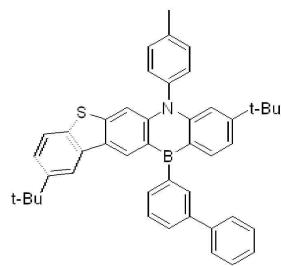


148

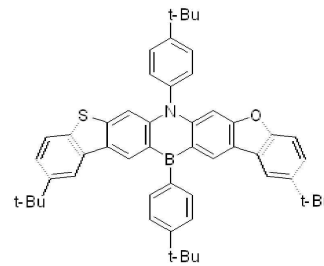
[0089]



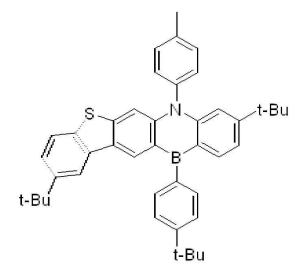
149



150

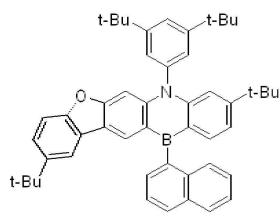


151

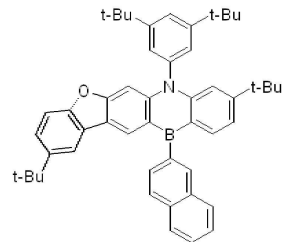


152

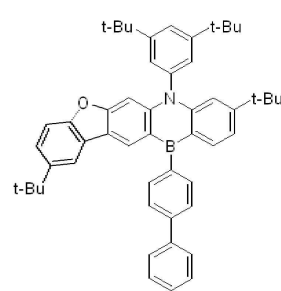
[0090]



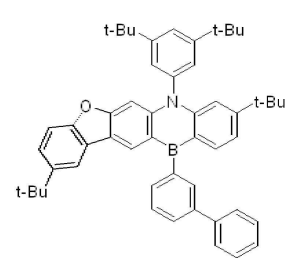
153



154

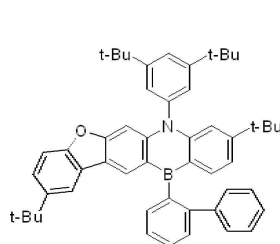


155

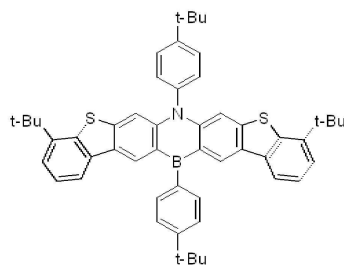


156

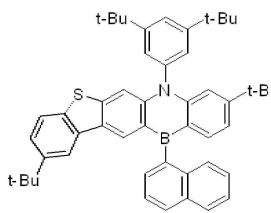
[0091]



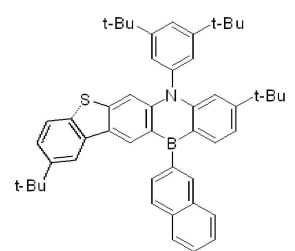
157



158

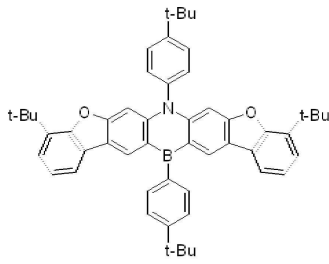


159

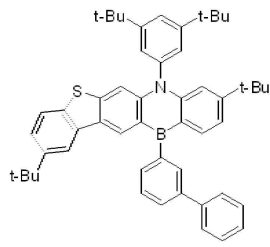


160

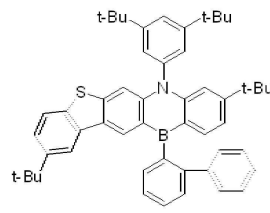
[0092]



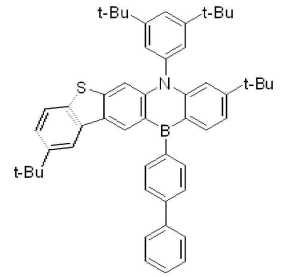
161



162

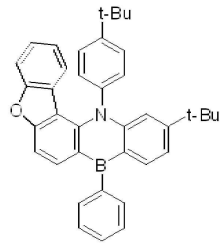


163

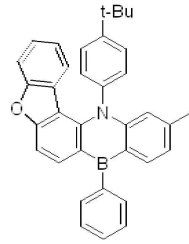


164

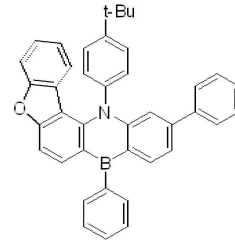
[0093]



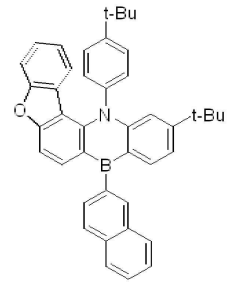
165



166

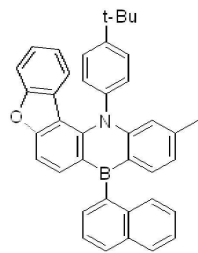


167



168

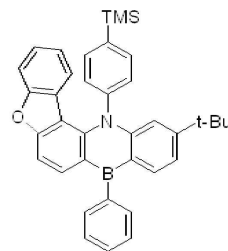
[0094]



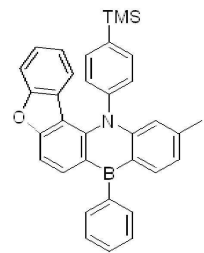
169



170

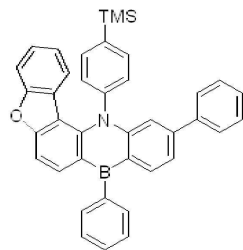


171

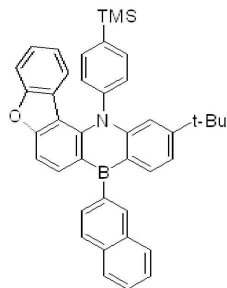


172

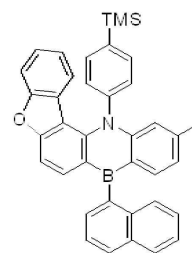
[0095]



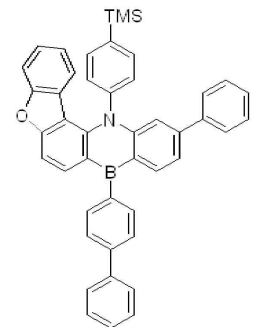
173



174

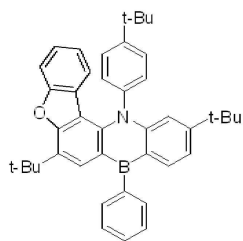


175

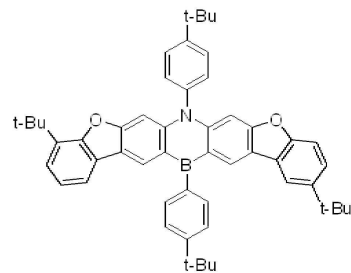


176

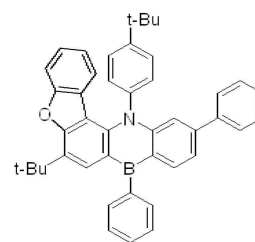
[0096]



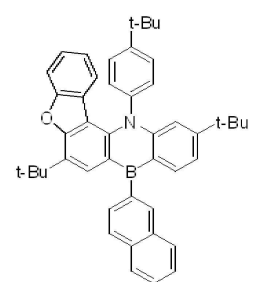
177



178

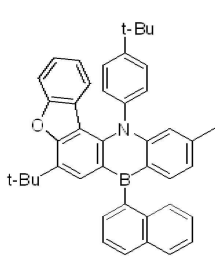


179

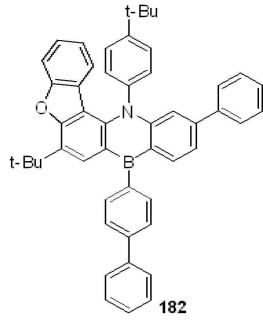


180

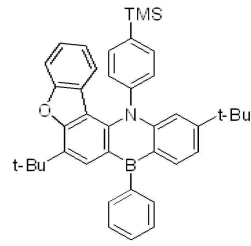
[0097]



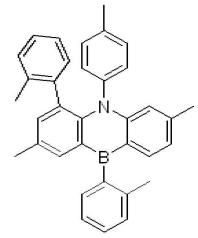
181



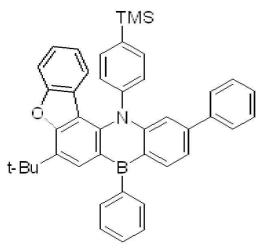
182



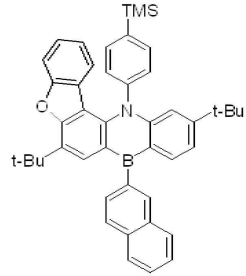
183



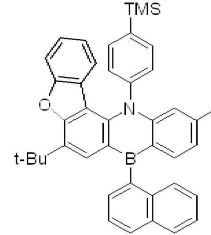
184



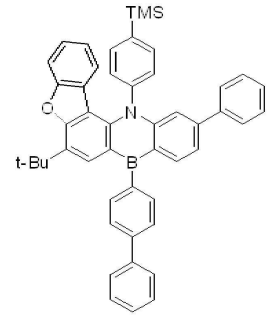
185



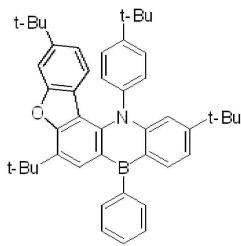
186



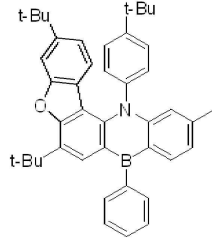
187



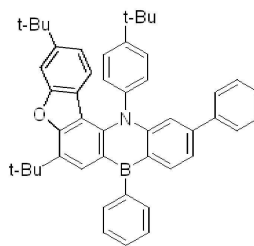
188



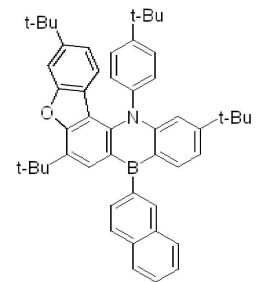
189



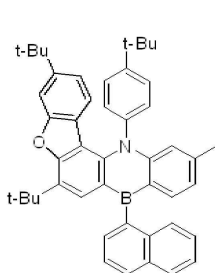
190



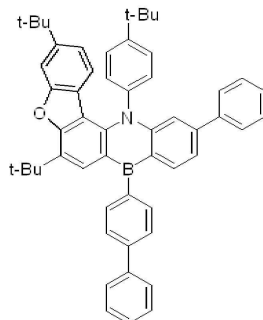
191



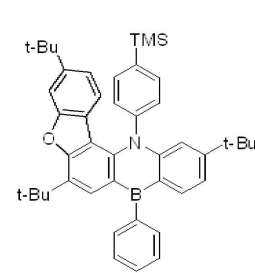
192



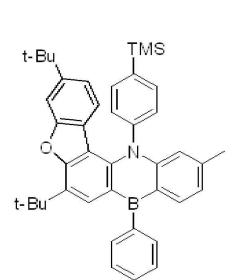
193



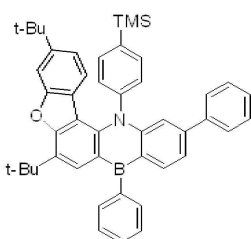
194



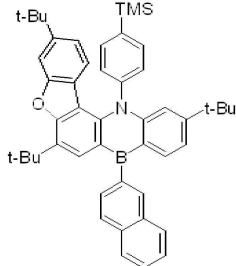
195



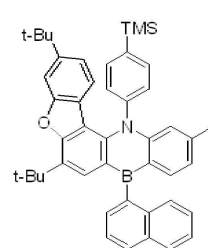
196



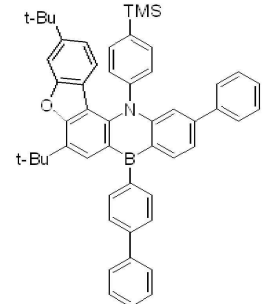
197



198



199



200

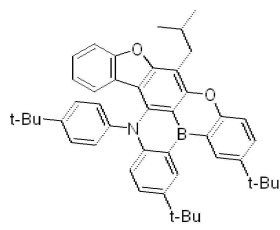
[0098]

[0099]

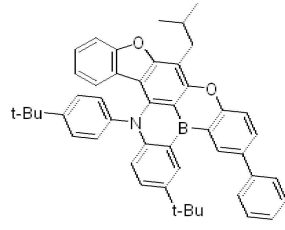
[0100]

[0101]

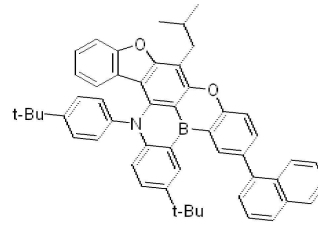
[0102]



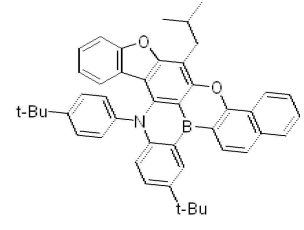
201



202

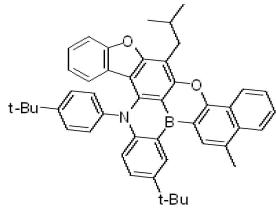


203

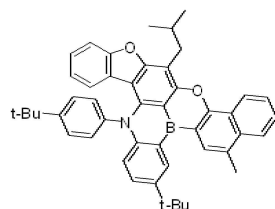


204

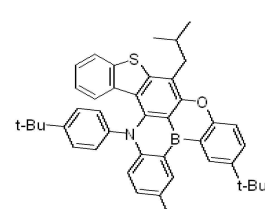
[0103]



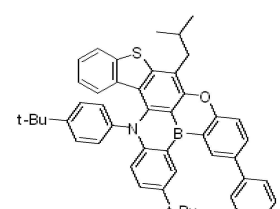
205



206

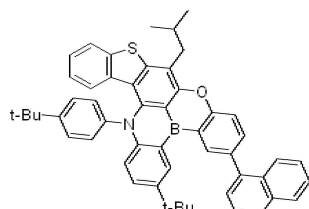


207

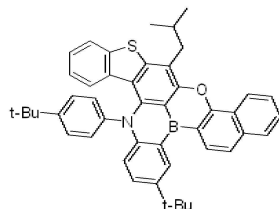


208

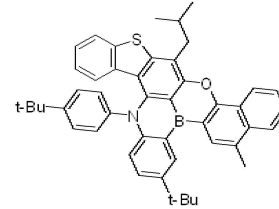
[0104]



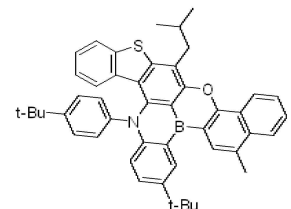
209



210

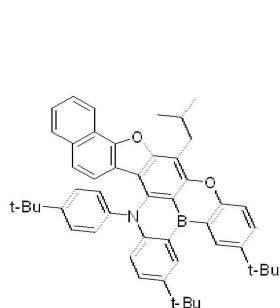


211

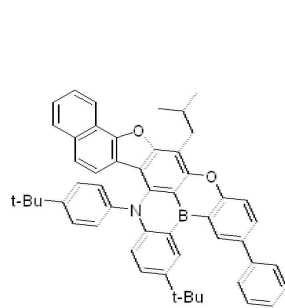


212

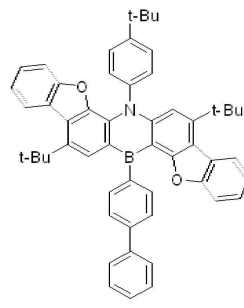
[0105]



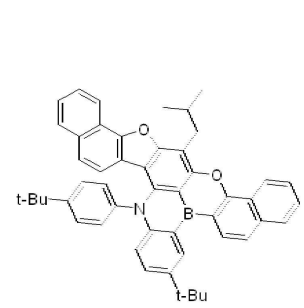
213



214

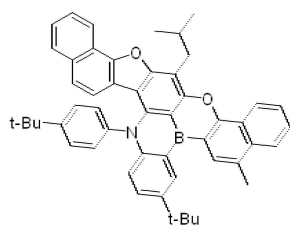


215

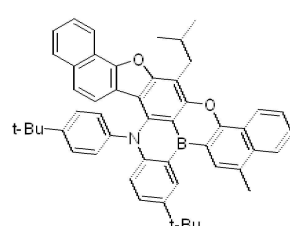


216

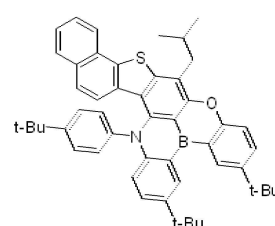
[0106]



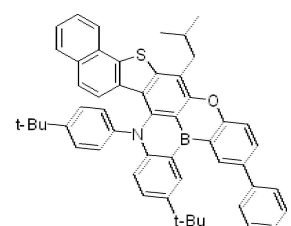
217



218

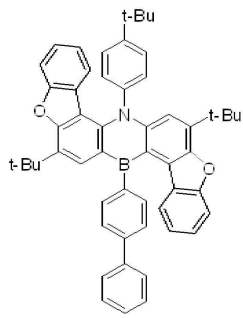


219

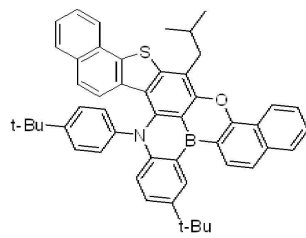


220

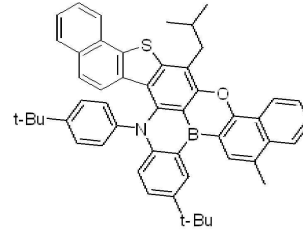
[0107]



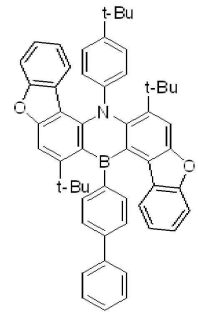
221



222

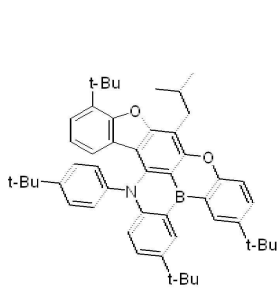


223

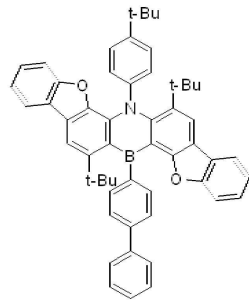


224

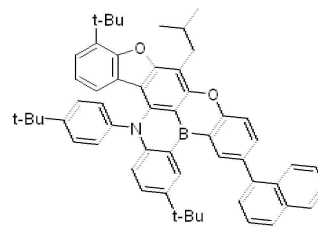
[0108]



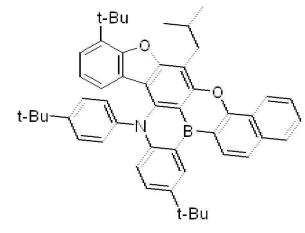
225



226

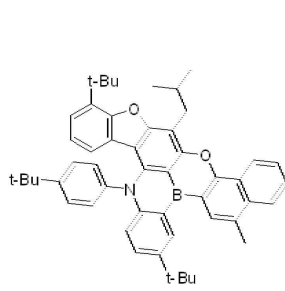


227

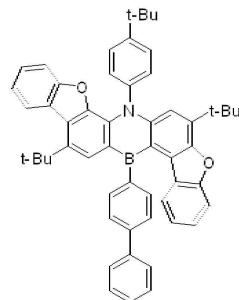


228

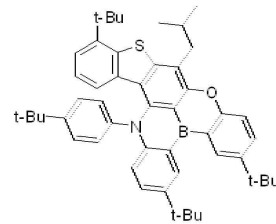
[0109]



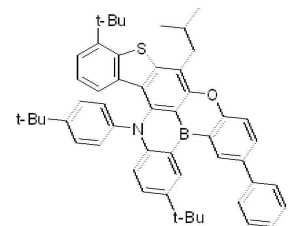
229



230

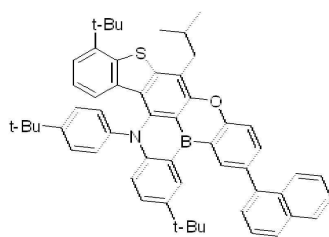


231

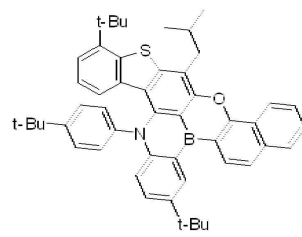


232

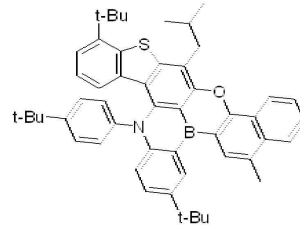
[0110]



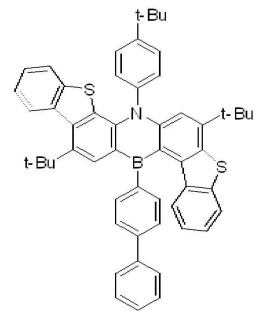
233



234

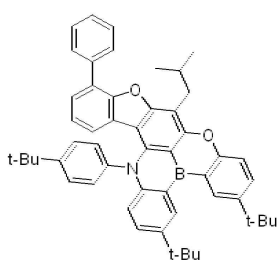


235

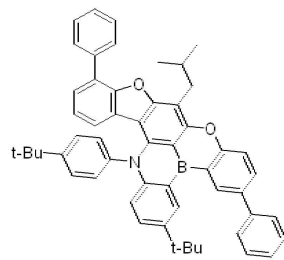


236

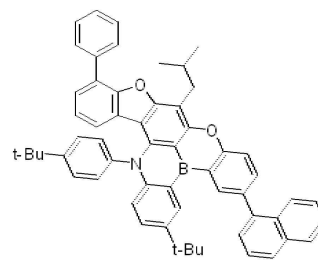
[0111]



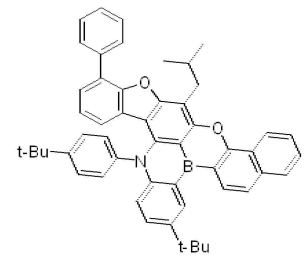
237



238

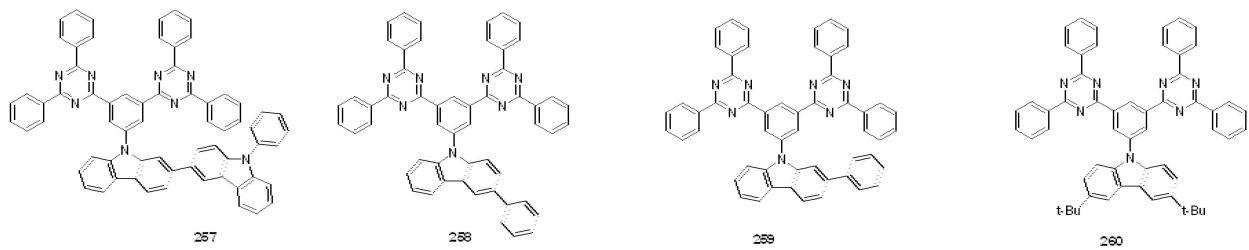
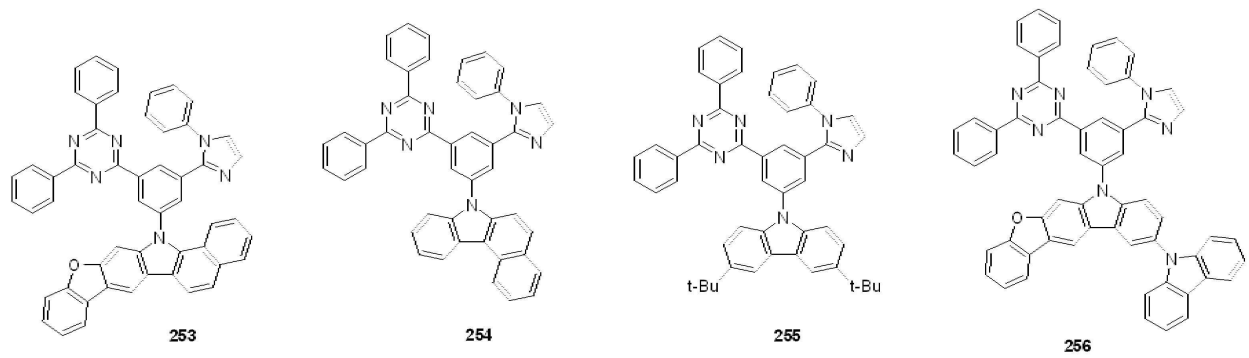
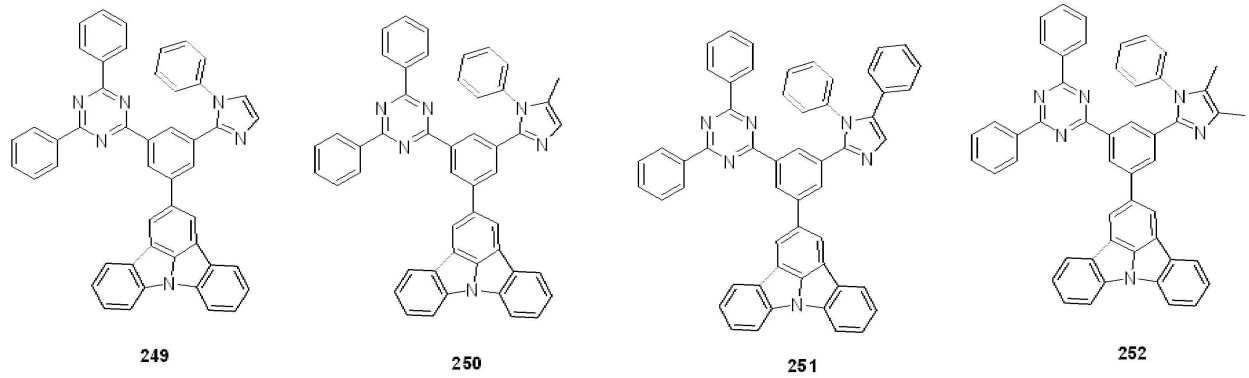
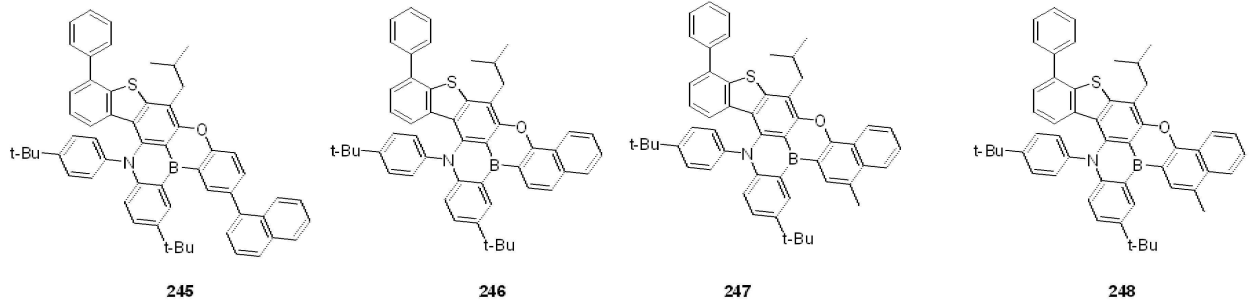
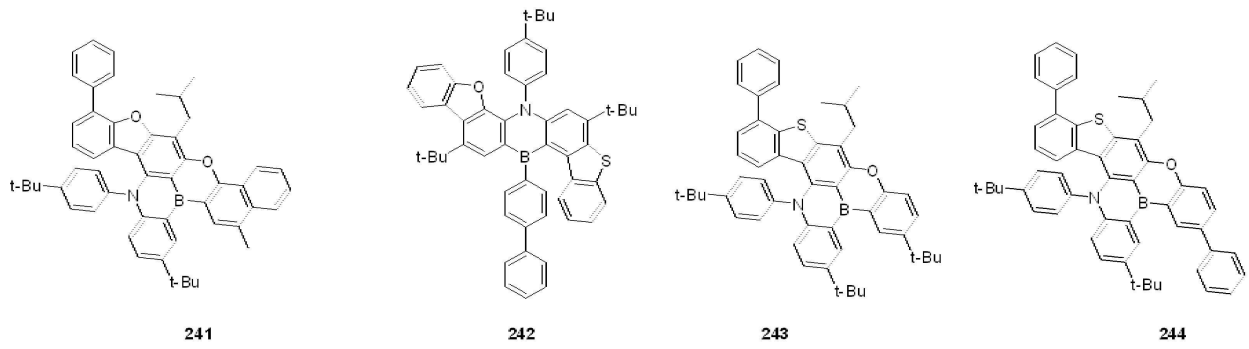


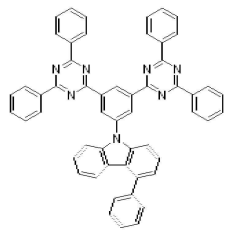
239



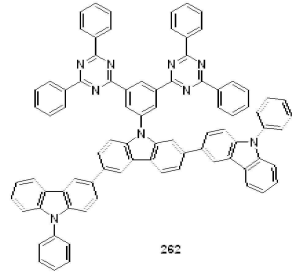
240

[0112]

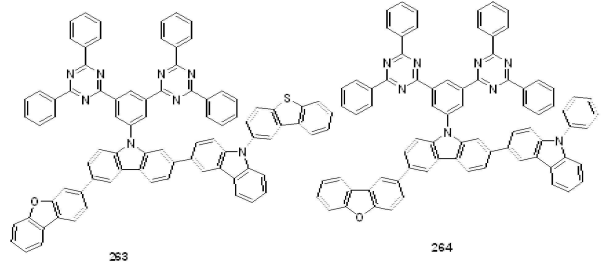




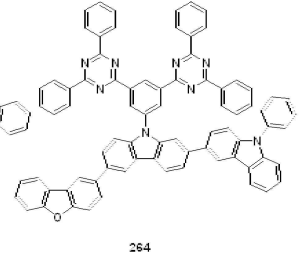
261



262

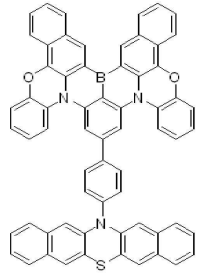


263

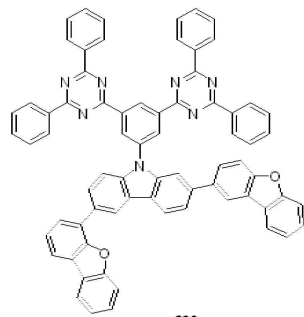


264

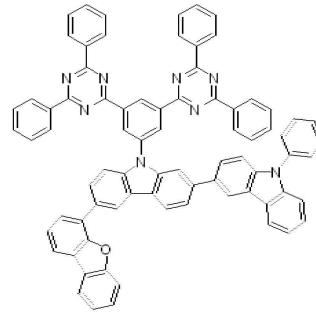
[0118]



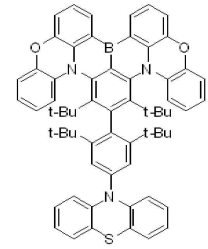
265



266

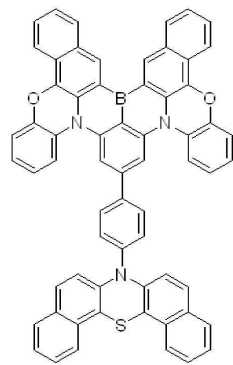


267

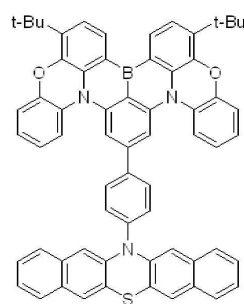


268

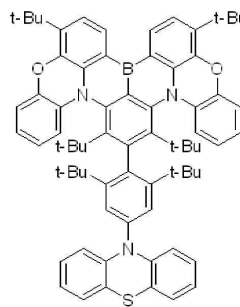
[0119]



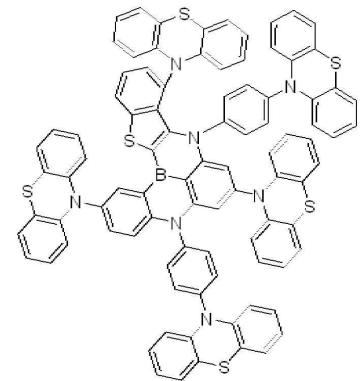
269



270

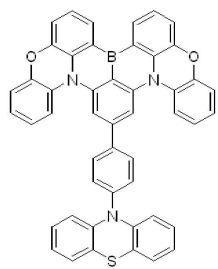


271

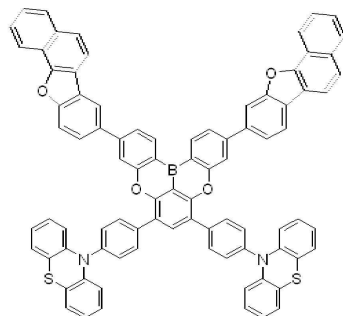


272

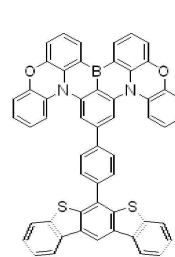
[0120]



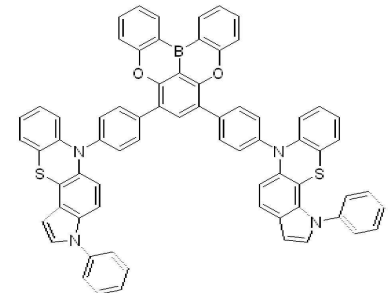
273



274

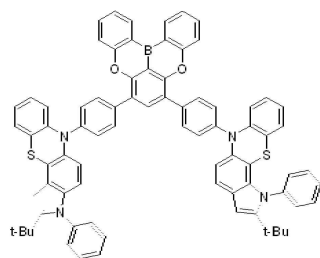


275

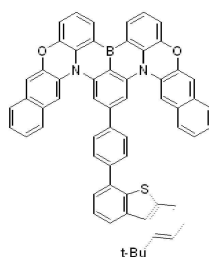


276

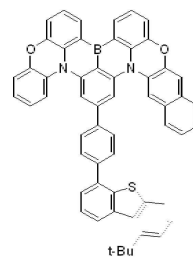
[0121]



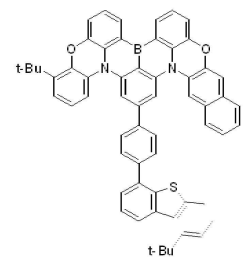
277



278

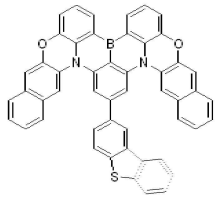


279

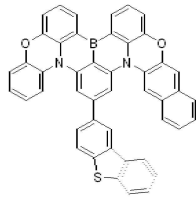


280

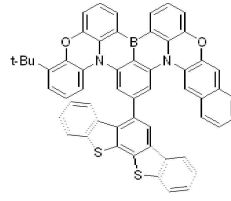
[0122]



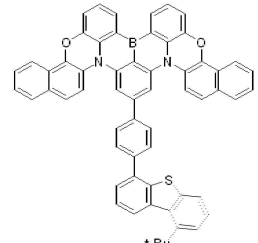
281



282

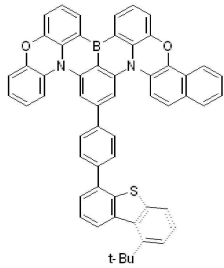


283

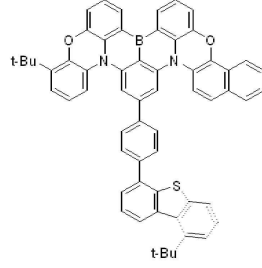


284

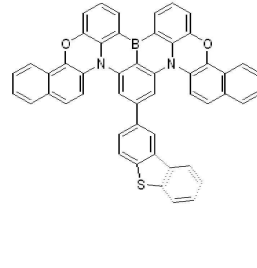
[0123]



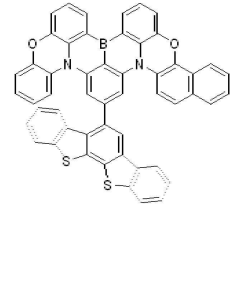
285



286

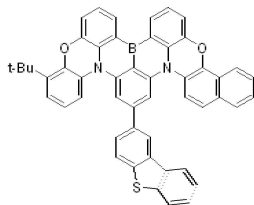


287

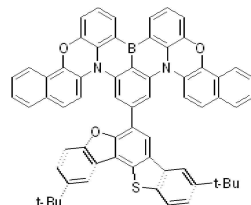


288

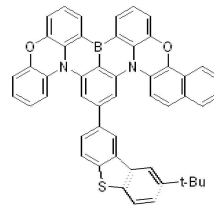
[0124]



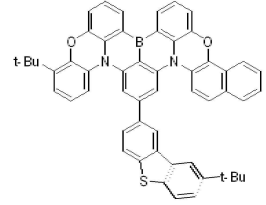
289



290

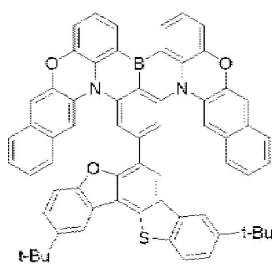


291

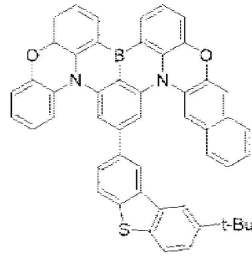


292

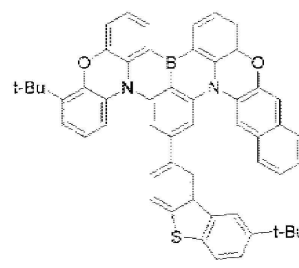
[0125]



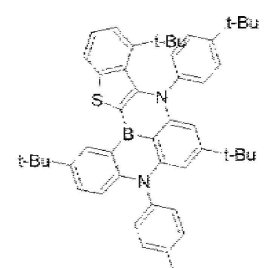
293



294

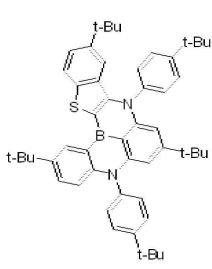


295

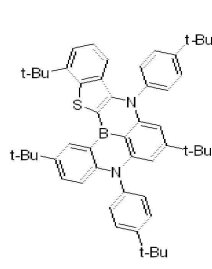


296

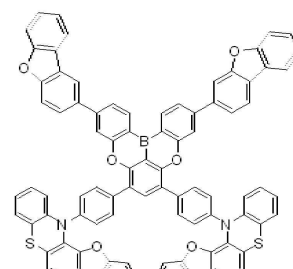
[0126]



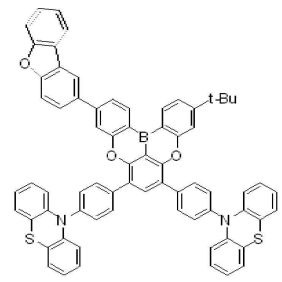
297



298

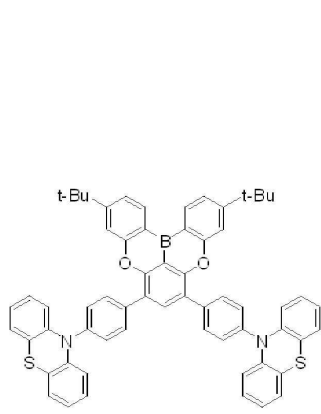


299

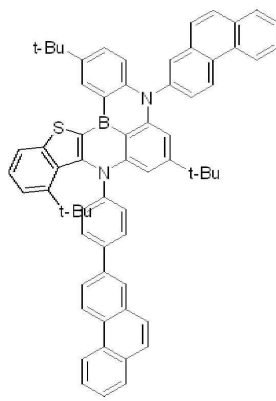


300

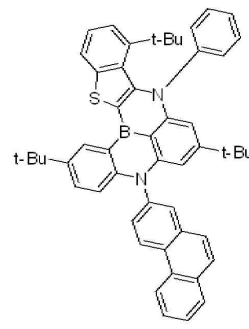
[0127]



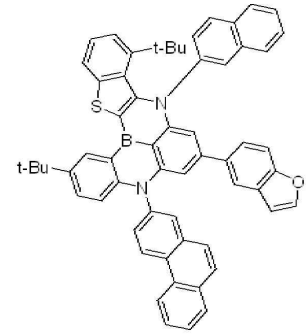
301



302

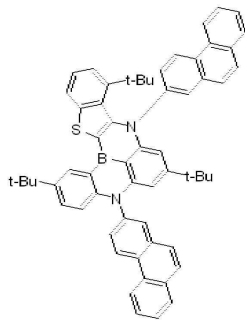


303

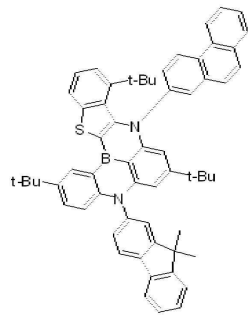


304

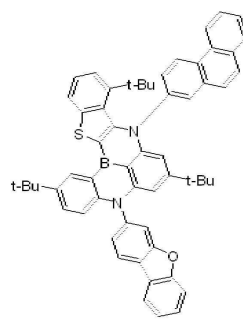
[0128]



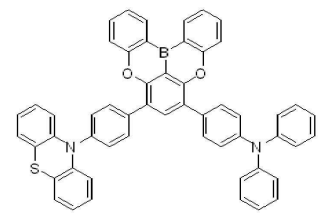
305



306

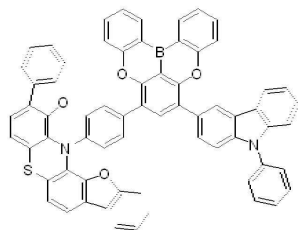


307

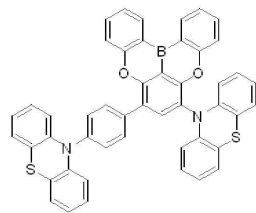


308

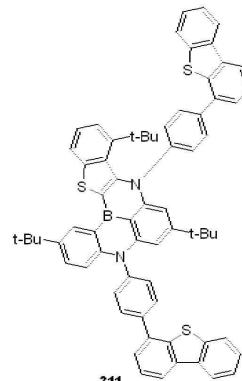
[0129]



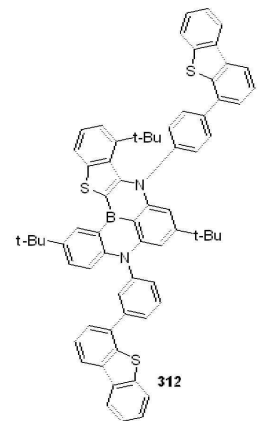
309



310

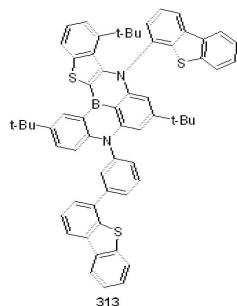


311

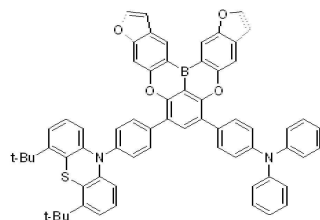


312

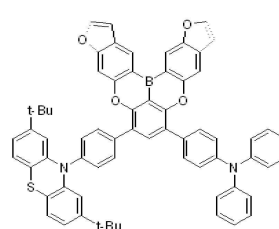
[0130]



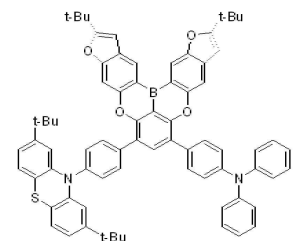
313



314

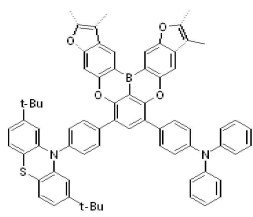


315

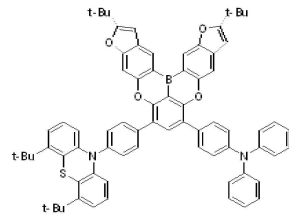


316

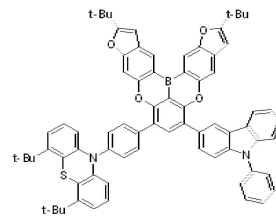
[0131]



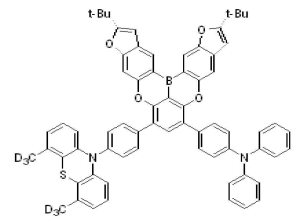
317



318

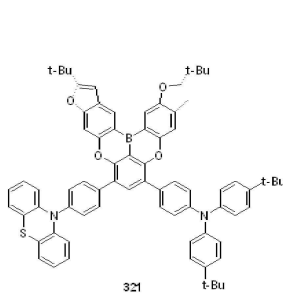


319

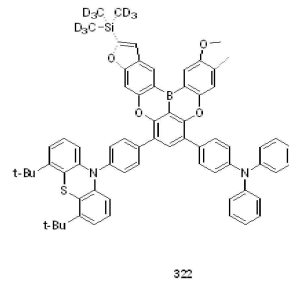


320

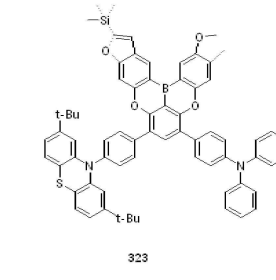
[0132]



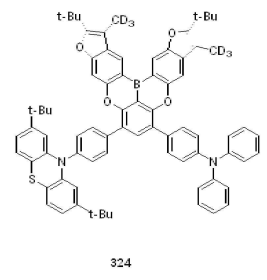
321



322

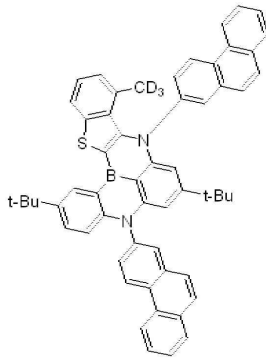


323

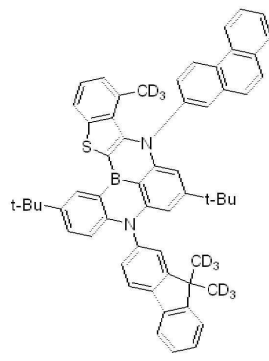


324

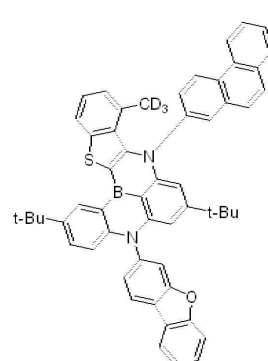
[0133]



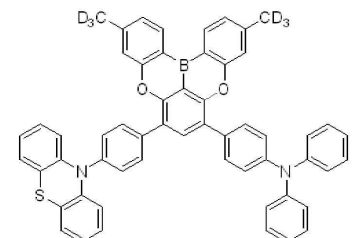
325



326

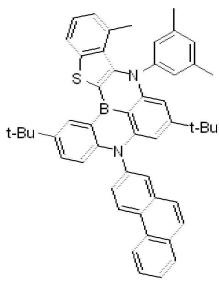


327

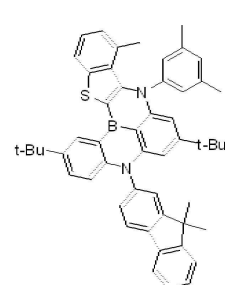


328

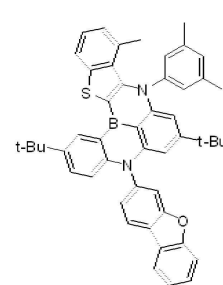
[0134]



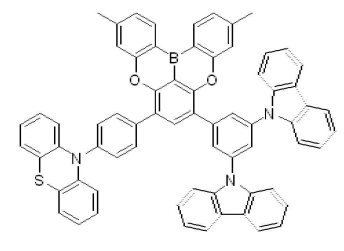
329



330

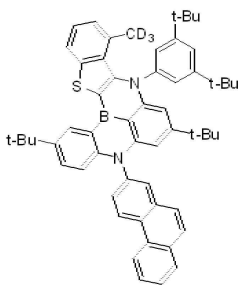


331

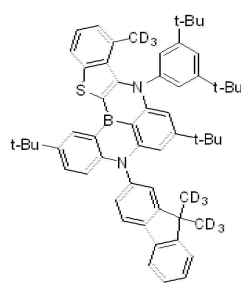


332

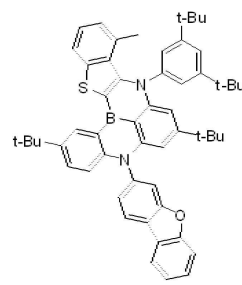
[0135]



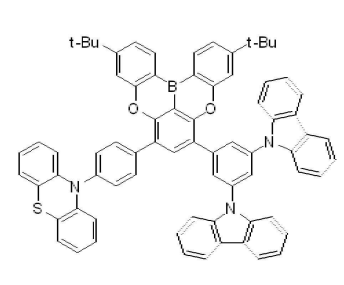
333



334

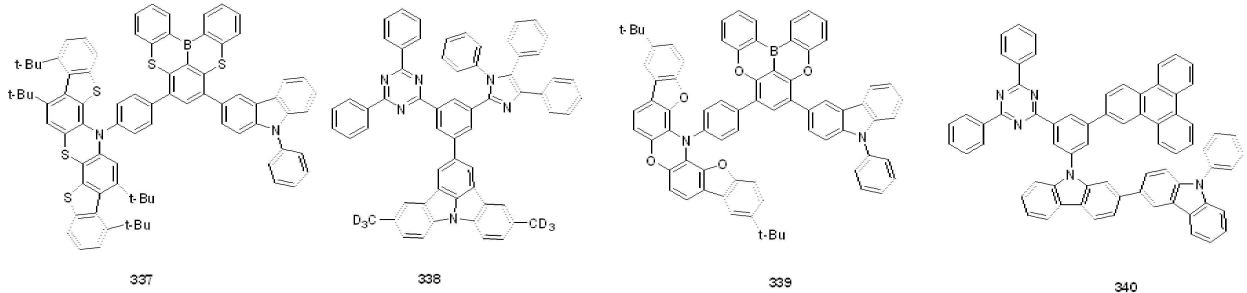


335

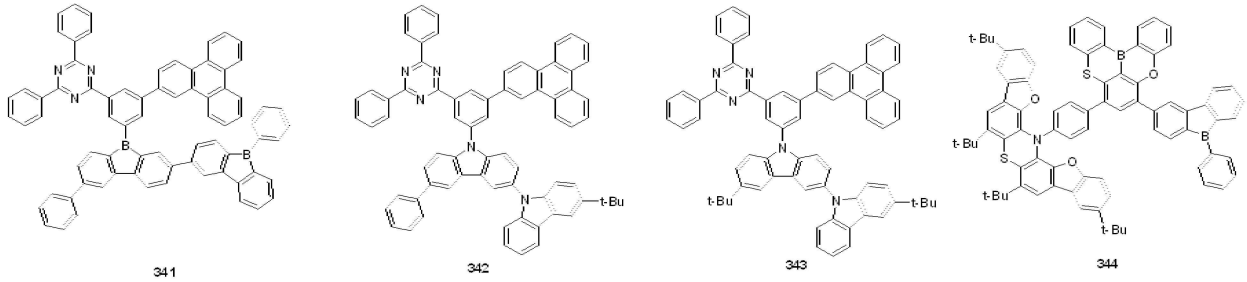


336

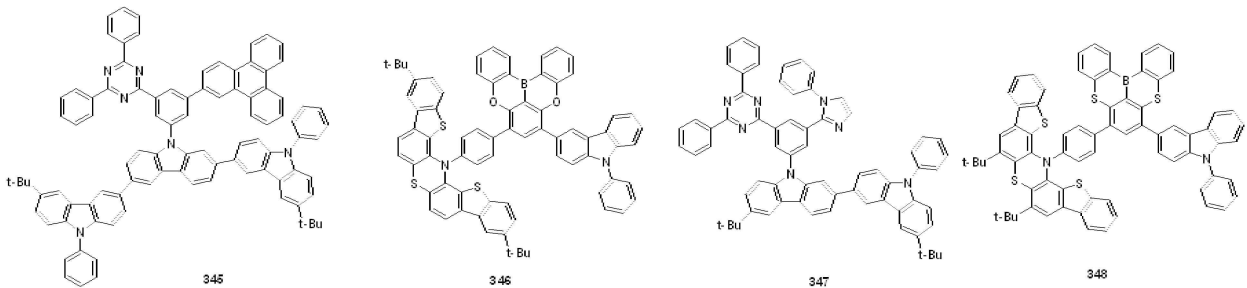
[0136]



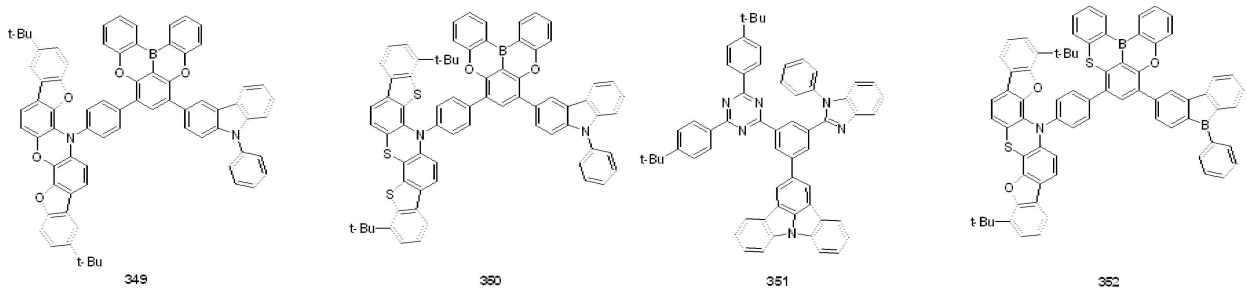
[0137]



[0138]



[0139]



[0140]

[0142]

이하에서, 본 발명의 유기전계발광소자에 대하여 예를 들어 설명한다. 그러나, 하기에 예시된 내용이 본 발명의 유기전계발광소자를 한정하는 것은 아니다.

[0143]

본 발명에 따른 유기 전계발광 소자의 제조방법으로는, 먼저 기판표면에 양극용 물질을 통상적인 방법으로 코팅하여 양극을 형성한다. 이때, 사용되는 기판은 투명성, 표면평활성, 취급용이성 및 방수성이 우수한 유리기판 또는 투명플라스틱기판이 바람직하다. 또한, 양극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화인듐아연(IZO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO) 등이 사용될 수 있다.

[0144]

다음으로, 상기 양극표면에 정공주입층(HIL) 물질을 통상적인 방법으로 진공열증착 또는 스핀코팅하여 정공주입층을 형성한다. 이러한 정공주입층 물질로는 구리프탈로시아닌(CuPc), 4,4',4"-트리스(3-메틸페닐아미노)트리페닐아민(m-MTDATA), 4,4',4"-트리스(3-메틸페닐아미노)페녹시벤젠(m-MTDAPB), 스타버스트(starburst)형아민류인 4,4',4"-트리(N-카바졸릴)트리페닐아민(TCTA), 4,4',4"-트리스(N-(2-나프틸)-N-페닐아미노)-트리페닐아민(2-TNATA) 또는 이데미츠사(Idemitsu)에서 구입가능한 IDE406을 예로 들 수 있다.

[0145]

상기 정공주입층 표면에 정공수송층(HTL) 물질을 통상적인 방법으로 진공열증착 또는 스핀코팅하여 정공수송층을 형성한다. 이때, 정공수송층 물질로는 비스(N-(1-나프틸-n-페닐))벤지딘(α-NPD), N,N'-다이(나프탈렌-1-일)-N,N'-바이페닐-벤지딘(NPB) 또는 N,N'-바이페닐-N,N'-비스(3-메틸페닐)-1,1'-바이페닐-4,4'-다이아민(TP

D)을 예로 들 수 있으며, 더욱 바람직하게는 본 발명의 화학식 2의 화합물이 사용될 수 있다.

[0146] 상기 정공수송층 표면에 발광층(EML) 물질을 통상적인 방법으로 진공열증착 또는 스핀코팅하여 발광층을 형성한다. 이때, 사용되는 발광 재료로서 예를 들면 촉광 형광재료, 형광증백제, 레이저 색소, 유기 신틸레이터 및 형광 분석용 시약을 들 수 있다. 구체적으로는, 카바졸계 화합물, 포스핀옥사이드계 화합물, 카바졸계 포스핀옥사이드 화합물, 비스((3,5-디플루오로-4-시아노페닐)피리딘) 이리듐 피콜리네이트(FCNIrpic), 트리스(8-히드록시퀴놀린) 알루미늄(Alq3), 안트라센, 페난트렌, 피렌, 크리센, 페릴렌, 코로넨, 루브렌 및 퀴나크리돈과 같은 폴리아로마틱 화합물, 쿼터페닐과 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)사이오펜, 1,4-디페닐-1,3-부타디엔, 1,6-디페닐-1,3,5-헥사트리엔, 1,1,4,4-테트라페닐-1,3-부타디엔과 같은 액체신틸레이션용 신틸레이터, 옥신유도체의 금속착체, 쿠마린 색소, 디시아노메틸렌피란 색소, 디시아노메틸렌사이오피란 색소, 폴리메틴 색소, 옥소벤즈안트라센 색소, 크산텐 색소, 카르보스티릴 색소, 페릴렌 색소, 옥사진 화합물, 스틸벤 유도체, 스피로 화합물, 옥사디아졸 화합물 등을 들 수 있다. 특히, 청색 유기전계발광소자의 경우, 본 발명의 화학식 1의 유기화합물을 도판트로 사용하는 것이 바람직할 수 있다.

[0147] 선택적으로는, 정공수송층과 발광층사이에 전자차단층(EBL)을 추가로 형성할 수 있다.

[0148] 상기 발광층표면에 전자수송층(ETL) 물질을 통상적인 방법으로 진공열증착 또는 스핀코팅하여 전자수송층을 형성한다. 이때, 사용되는 전자수송층 물질의 경우 특별히 제한되지 않으며, 바람직하게는 트리스(8-하이드록시퀴놀리놀라토)알루미늄(Alq3)을 사용할 수 있다.

[0149] 선택적으로는, 발광층과 전자수송층사이에 정공차단층(HBL)을 추가로 형성하고 발광층에 인광도판트를 함께 사용함으로써, 삼중항여기자 또는 정공이 전자수송층으로 확산되는 현상을 방지할 수 있다.

[0150] 정공차단층의 형성은 정공차단층물질을 통상적인 방법으로 진공열증착 및 스핀코팅하여 실시할 수 있으며, 정공차단층 물질의 경우 특별히 제한되지는 않으나, 바람직하게는 (8-하이드록시퀴놀리놀라토)리튬(Liq), 비스(8-하이드록시-2-메틸퀴놀리놀라토)-알루미늄비페녹사이드(BAlq), 바쓰쿠프로인 (bathocuproine, BCP) 및 LiF 등을 사용할 수 있다.

[0151] 상기 전자수송층 표면에 전자주입층(EIL) 물질을 통상적인 방법으로 진공열증착 또는 스핀코팅하여 전자주입층을 형성한다. 이때, 사용되는 전자주입층 물질로는 LiF, Liq, Li₂O, BaO, NaCl, CsF 등의 물질이 사용될 수 있다.

[0152] 상기 전자주입층표면에 음극용물질을 통상적인 방법으로 진공열증착하여 음극을 형성한다.

[0153] 이때, 사용되는 음극용물질로는 리튬(Li), 알루미늄(Al), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘(Ca), 마그네슘(Mg), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag) 등이 사용될 수 있다. 또한, 전면발광유기 전계발광 소자의 경우 산화인듐주석(ITO) 또는 산화인듐아연(IZO)를 사용하여 빛이 투과할 수 있는 투명한 음극을 형성할 수도 있다.

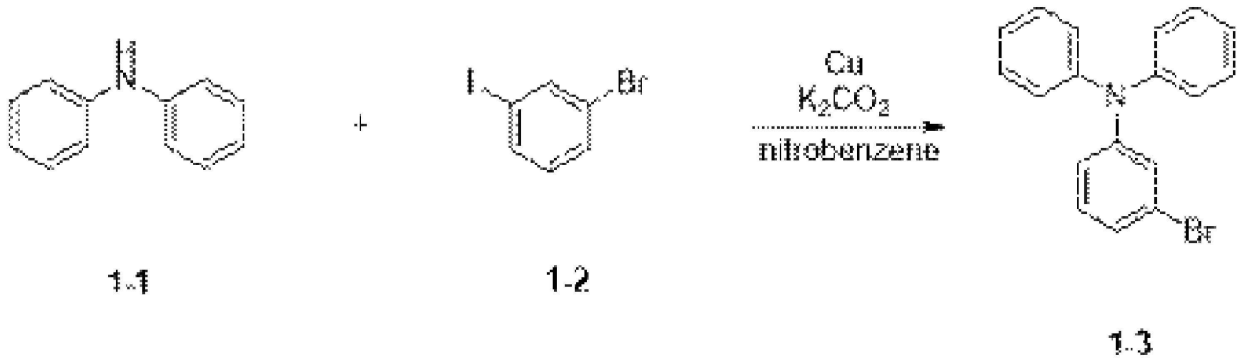
[0154] 상기 음극의 표면에는 본 발명의 캡핑층 형성용 조성물에 의해 캡핑층(CPL)이 형성될 수 있다.

[0155] 본 발명에 따른 유기전계발광소자는 상술한 바와 같은 순서, 즉 양극/정공주입층/정공수송층/발광층/전자수송층/전자주입층/음극 순으로 제조하여도 되고, 그 반대로 음극/전자주입층/전자수송층/발광층/정공수송층/정공주입층/양극 순으로 제조하여도 무방하다.

[0156] 다음은 상기 화학식 1 화합물의 합성방법을 대표적인 예를 들어 하기에 설명한다. 그러나, 본 발명의 화합물들의 합성방법이 하기 예시된 방법으로 한정되는 것은 아니며, 본 발명의 화합물들은 하기에 예시된 방법과 이 분야의 공지된 방법에 의해 제조될 수 있다.

[0157] <화학식 1의 화합물 합성>

[0158] <중간체 1-3의 합성>

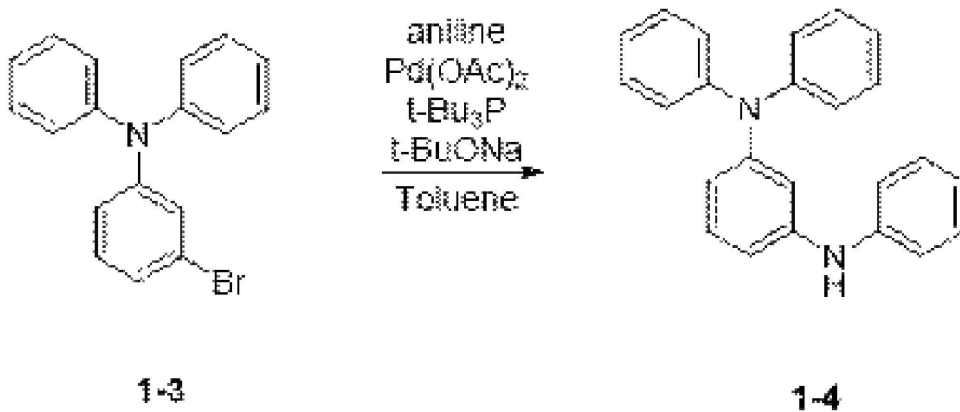


[0159]

[0160] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 1-1 100g(591mmol)과 1-2 185.8g(591mmol), Copper 11.3g(177mmol), potassium carbonate 245.0g(1.77mol), nitrobenzene 1L를 투입하고 12시간 동안 가열 환류한다. 반응 완결 후 EA로 씻어 주며 celite 여과하고 농축하였다. 유기용매를 농축 후 컬럼하여 1-3 126.5g을 66%의 수율로 얻었다.

[0161] 중간체 1-3 MS(FAB): 324(M⁺)

[0163] <중간체 1-4의 합성>

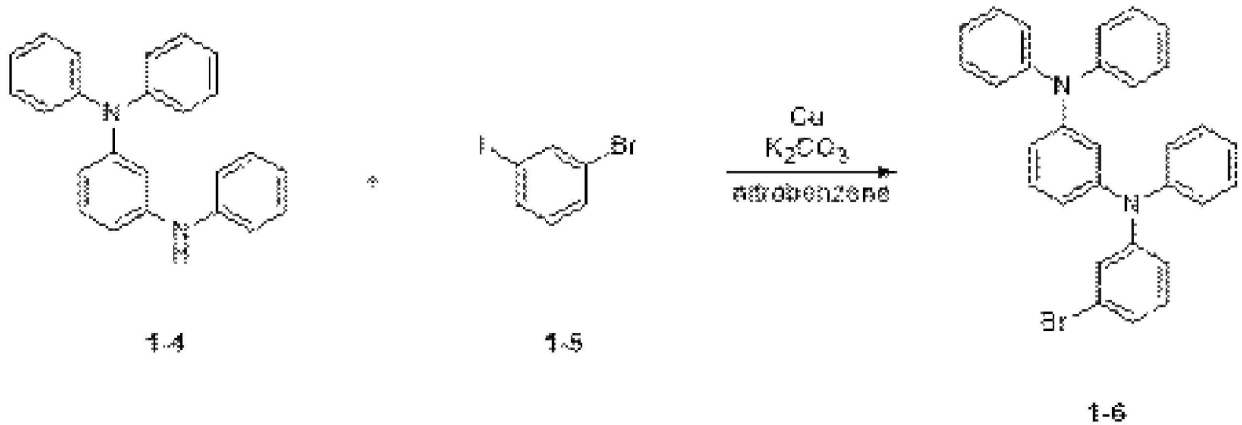


[0164]

[0165] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 1-3 126.5g(390mmol)과 aniline 72.6g(780mmol)을 투입한 후 Toluene 1.5L로 녹였다. Sodium tert-butoxide 112.4g(1.17mol)과 Palladium acetate 1.75g(8mmol), tri-tert-butyl phosphine(50% in toluene) 6.31g(16mmol)을 첨가한 후 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 투입하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 후 재결정하여 1-4 114.2g을 87%의 수율로 얻었다.

[0166] 중간체 1-4 MS(FAB): 336(M⁺)

[0168] <중간체 1-6의 합성>

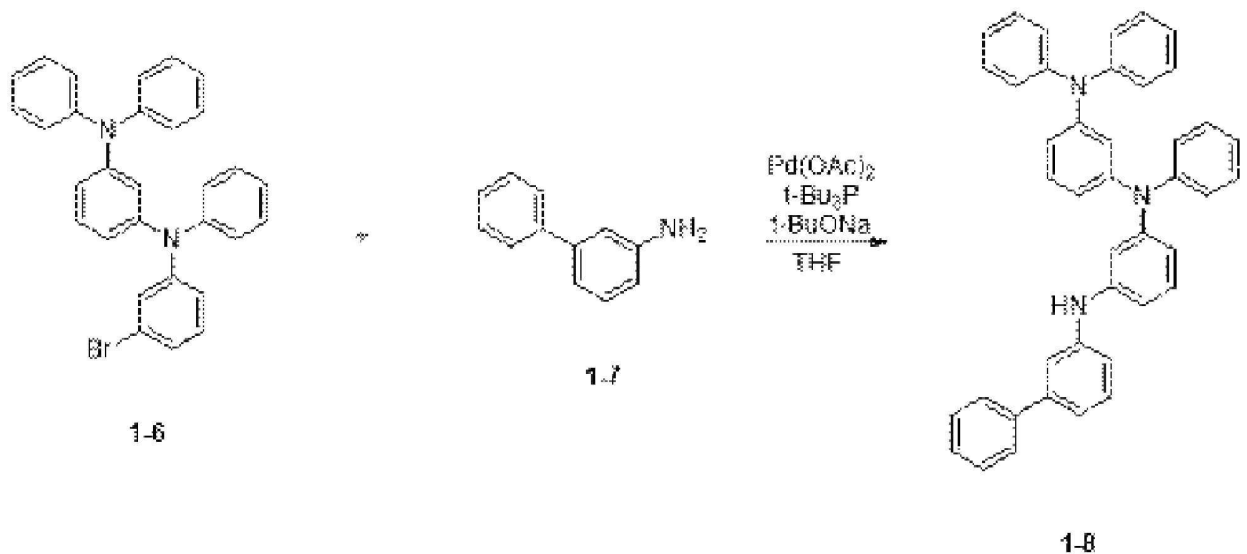


[0169]

[0170] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 1-4 114.2g(339mmol)과 1-5 128.0g(407mmol), Copper 6.47g(102mmol), potassium carbonate 140.7g(1.02mol), nitrobenzene 1L를 투입하고 12시간 동안 가열 환류한다. 반응 완결 후 EA로 씻어 주며 celite 여과하고 농축하였다. 유기용매를 농축 후 컬럼하여 1-6 123.4g을 74%의 수율로 얻었다.

[0171] 중간체 1-6 MS(FAB): 491(M⁺)

[0173] <중간체 1-8의 합성>

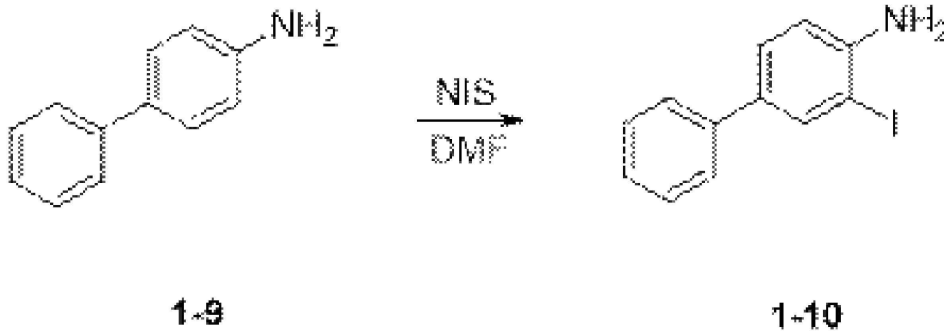


[0174]

[0175] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 1-6 123.4g(251mmol)과 1-7 85.0g(502mmol)을 투입한 후 THF 1.2L로 녹였다. Sodium tert-butoxide 72.4g(753mmol)과 Palladium acetate 1.13g(5mmol), tri-tert-butyl phosphine(50% in toluene) 4.06g(10mmol)을 첨가한 후 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 투입하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 후 재결정하여 1-8 116.5g을 80%의 수율로 얻었다.

[0176] 중간체 1-8 MS(FAB): 579(M⁺)

[0178] <중간체 1-10의 합성>

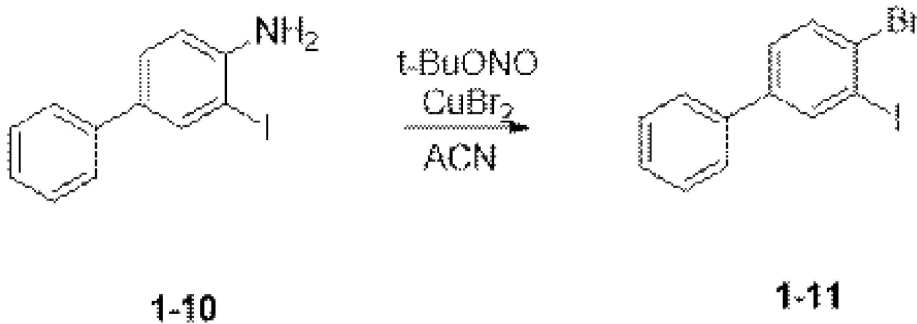


[0179]

[0180] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 1-9 100g(591mmol)을 투입하고 DMF 1L로 녹인 후 icebath를 설치하여 0도를 유지하였다. 0도를 유지하면서 N-iodosuccinimide 133.0g(591mmol)을 천천히 첨가하였다. 반응 완결 후 DMF를 농축하고 EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 및 재결정 하여 1-10 157.0g을 90%의 수율로 얻었다.

[0181] 중간체 1-10 MS(FAB): 295(M⁺)

[0183] <중간체 1-11의 합성>

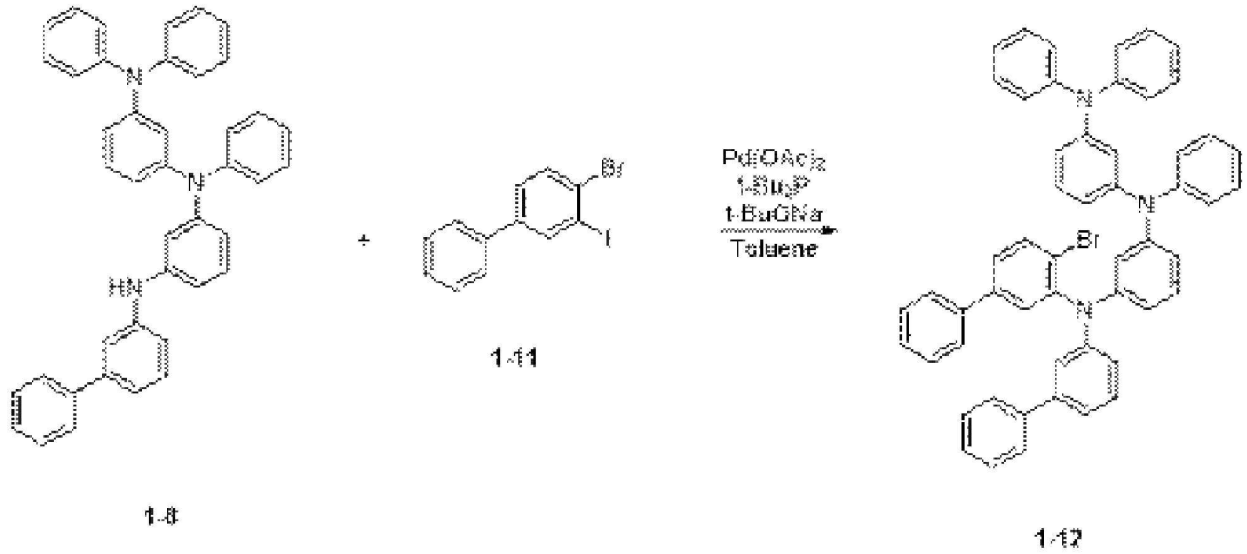


[0184]

[0185] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 1-10 157.0g(532mmol)을 투입한 후 acetonitrile 1.5L로 녹인다. Copper(II) bromide 142.5g(638mmol)을 투입한 후 60도로 가열하면서 t-Butyl nitrite 91.4g(798mmol)을 천천히 첨가한다. 1시간 가열 환류 후 반응이 완결되면 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼하여 1-11 116.5g을 61%의 수율로 얻었다.

[0186] 중간체 1-11 MS(FAB): 359(M⁺)

[0188] <중간체 1-12의 합성>

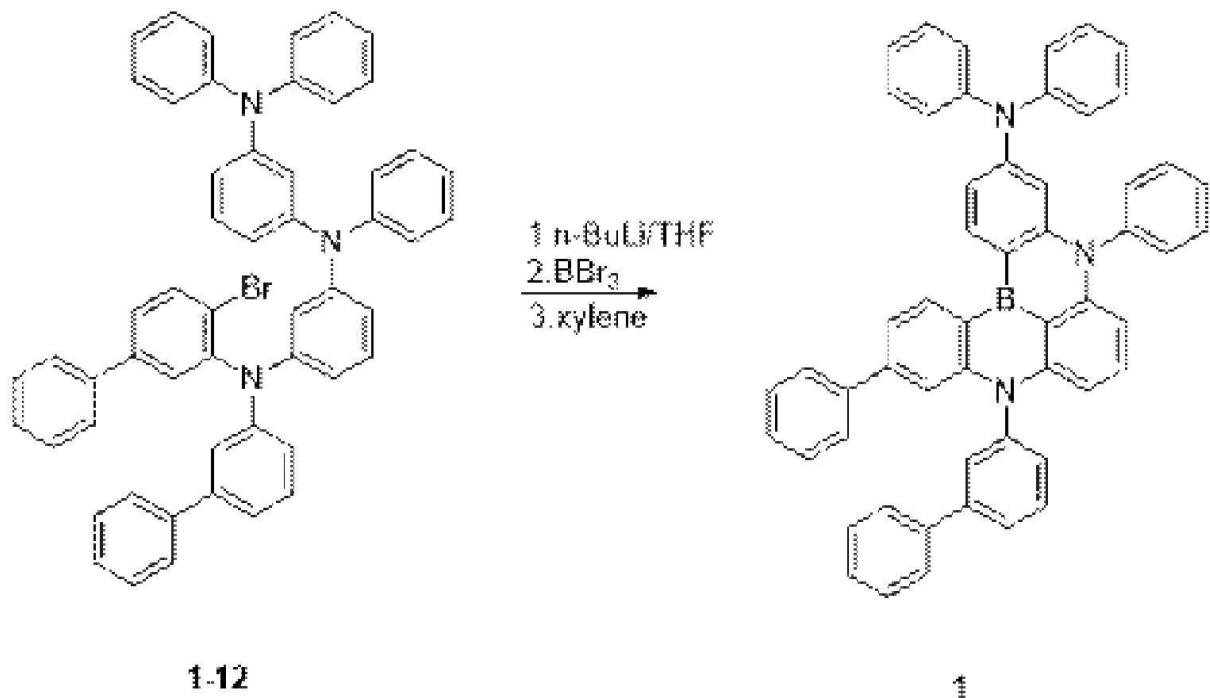


[0189]

[0190] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 1-8 116.5g(201mmol)과 1-11 86.5g(241mmol)을 투입한 후 Toluene 1.2L로 녹였다. Sodium tert-butoxide 57.9g(603mmol)과 Palladium acetate 900mg(4mmol), tri-tert-butyl phosphine(50% in toluene) 3.25g(8mmol)을 첨가한 후 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 투입하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 후 재결정하여 1-12 105.9g을 65%의 수율로 얻었다.

[0191] 중간체 1-12 MS(FAB): 810(M⁺)

[0193] <화합물-1의 합성>



[0194]

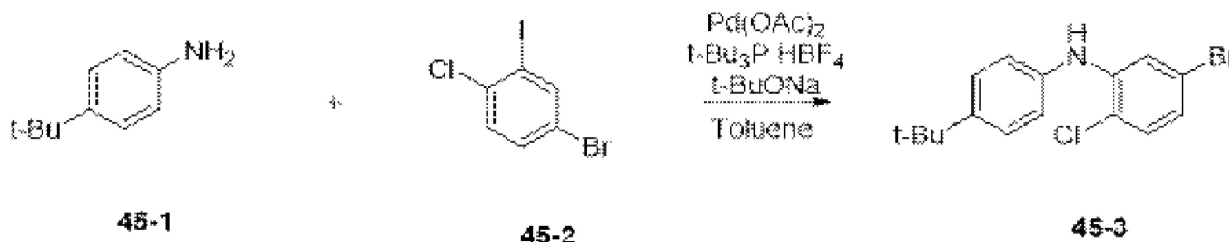
[0195] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 1-12 105.9g(131mmol)과 THF 500ml를 투입하고 질소 충전 후 Dryice bath를 이용하여 영하 78도를 유지하였다. 1.6M n-Butyllithium 261ml(418mmol)을 적가한 후 dryice bath를 제거하고 상온에서 교반하였다. 1시간 후 dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지한 후 boron tribromide 32.7g(131mmol)을 천천히 첨가하였다. Bath를 제거한 후 상온으로 천천히 승온시키고 xylene 1L를 첨가하여 가열하였다. 내부

온도계가 140도가 되도록 THF를 증류하여 제거하고 xylene만 남았을 때 condenser를 설치하여 3일 동안 가열 환류하였다. 반응 완결 후 상온으로 식히고 농축하였다. 걸름 후 재결정하여 화합물-1 27.1g를 28%의 수율로 얻었다.

[0196] NMR (DMSO, 300Hz): δ (ppm)= 8.86~8.95(t, 1H), 7.81~8.28(m, 3H), 7.56~7.73(m, 2H), 7.37~7.48(m, 7H), 7.17~7.34(m, 11H), 7.01~7.11(m, 7H), 6.74~6.96(m, 5H), 5.69~5.91(d, 2H)

[0197] MS(FAB): 739(M⁺)

[0199] <중간체 45-3의 합성>

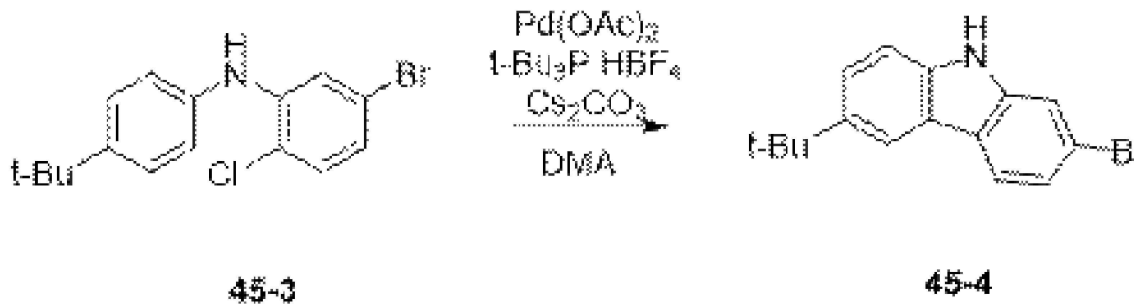


[0200]

[0201] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 45-1 100g(670mmol)과 45-2 212.6g(670mmol)을 Toluene 1.5L에 녹인 후 Sodium tert-butoxide 322g(3.35mol)을 첨가하였다. Palladium acetate 3.01g(13.4mmol)과 Tri-tert-butylphosphonium tetrafluoroborate 7.78g(26.8mmol)을 첨가한 후 5시간 동안 가열 환류하였다. 반응 종결을 확인 후 상온으로 식히고 물 1.5L를 첨가하고 유기층을 추출하였다. 물층을 EA 1L로 추가 세척하였다. 유기층 농축 후 걸름 후 재결정 하여 45-3 145.2g을 64%의 수율로 얻었다.

[0202] 중간체 45-3 MS(FAB): 338(M⁺)

[0204] <중간체 45-4의 합성>

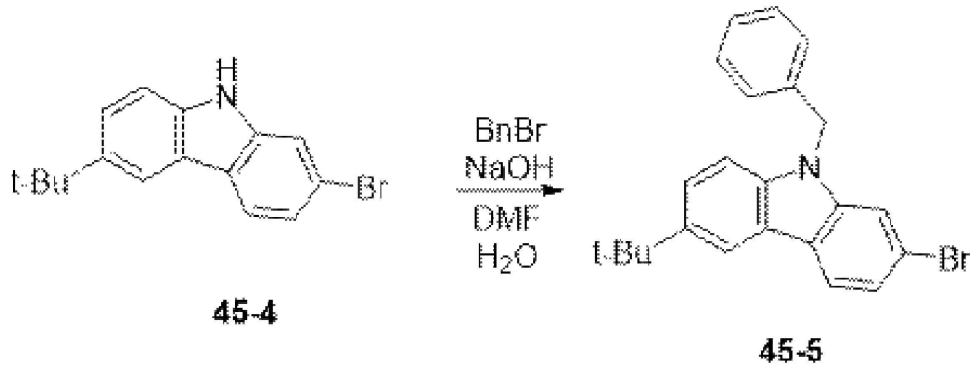


[0205]

[0206] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 45-3 145g(429mmol)을 Dimethylacetamide 1.5L에 녹인 후 Cesium carbonate 419g(1.286mol)을 첨가하였다. Palladium acetate 1.93g(9mmol)과 Tri-tert-butylphosphonium tetrafluoroborate 4.98g(17mmol)을 첨가한 후 5시간 동안 가열 환류하였다. 반응 종결을 확인 후 상온으로 식히고 EA 2L와 물 2L를 첨가하여 유기층을 추출했다. 유기층을 농축하고 걸름 후 재결정 하여 45-4 72.6g을 56%의 수율로 얻었다.

[0207] 중간체 45-4 MS(FAB): 302(M⁺)

[0209] <중간체 45-5의 합성>

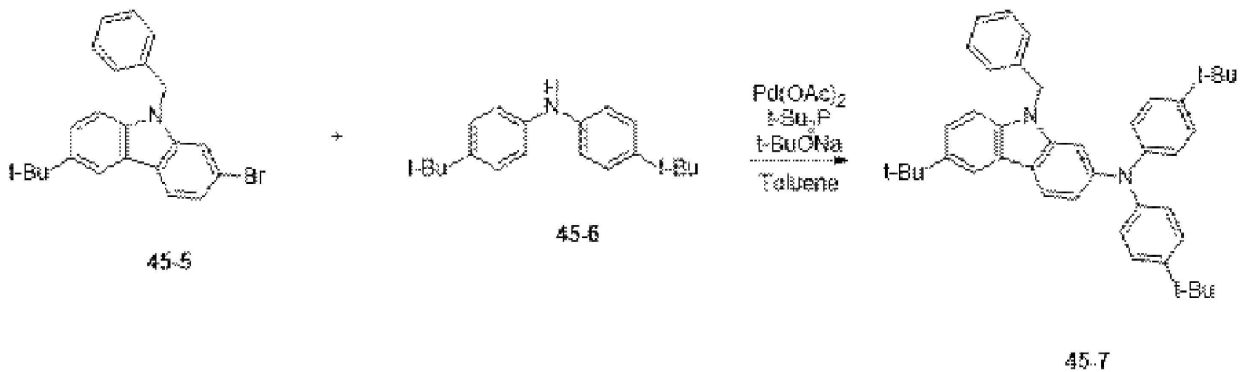


[0210]

[0211] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 45-4 72.6g(240mmol)을 첨가한 후 DMF 700ml를 투입하여 녹였다. NaOH 28.8g(720mmol)을 물 100ml에 녹인 후 투입하고 30분 교반하였다. Benzyl bromide 49.3g(288mmol)을 dropping funnel로 천천히 첨가하였다. 1시간 후 반응이 완결되어 EA 1L와 물 1L를 첨가하고 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼하여 45-5 66.8g을 92%의 수율로 얻었다.

[0212] 중간체 45-5 MS(FAB): 392(M⁺)

[0214] <중간체 45-7의 합성>

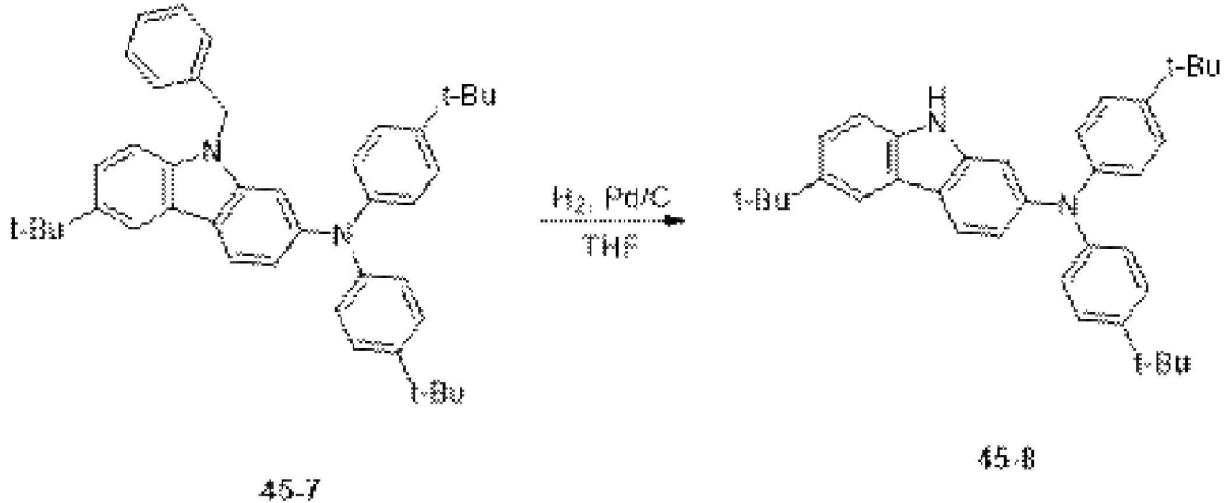


[0215]

[0216] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 45-5 66.8g(170mmol)과 45-6 58.5g(187mmol)을 투입한 후 Toluene 1L로 녹였다. Sodium tert-butoxide 49.1g(511mmol)과 Palladium acetate 760mg(3mmol), tri-tert-butyl phosphine(50% in toluene) 2.75g(7mmol)을 첨가한 후 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 투입하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 후 재결정하여 45-7 73.7g을 73%의 수율로 얻었다.

[0217] 중간체 45-7 MS(FAB): 592(M⁺)

[0219] <중간체 45-8의 합성>

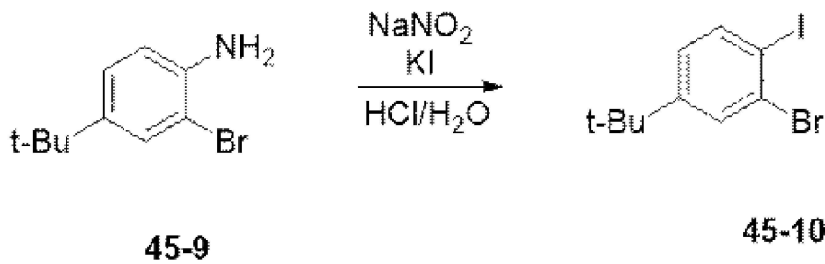


[0220]

[0221] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 45-7 73.7g(124mmol)을 투입하고 THF 700ml로 녹였다. Palladium on activated carbon(10%) 6.6g(6mmol)을 투입하고 수소를 bubbling하며 교반하였다. 반응 완결을 확인 후 질소로 1시간 bubbling하고 celite 여과하였다. THF를 농축한 후 재결정하여 45-8 59.3g을 95%의 수율로 얻었다.

[0222] 중간체 45-8 MS(FAB): 502(M⁺)

[0224] <중간체 45-10의 합성>

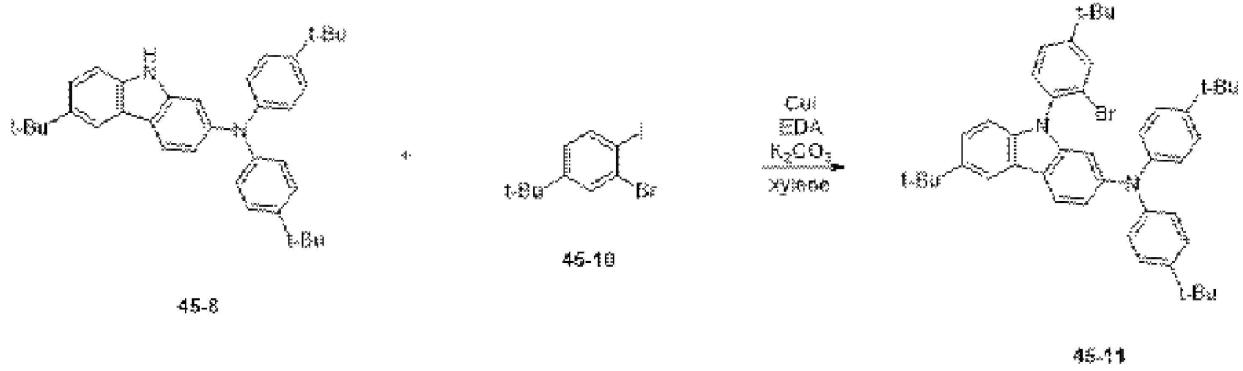


[0225]

[0226] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 mechanical stirrer를 설치하고 45-9 100g(438mmol)을 투입하고 물 200ml와 conc.HCl 200ml를 투입하였다. Ice-salt bath를 이용하여 영하 5도를 유지하고 물 100ml에 녹인 sodium nitrite 60.5g(877mmol)을 천천히 첨가하였다. 30분 후 물 100ml에 녹인 potassium iodide 145.5g(877mmol)을 천천히 첨가하였다. Bath를 제거하여 천천히 상온으로 승온한 후 2시간 교반하였다. 반응 완결을 확인 후 물 500ml를 첨가하여 교반한 후 여과하였다. 컬럼 후 재결정하여 45-10 62.4g을 41%의 수율로 얻었다.

[0227] 중간체 45-10 MS(FAB): 339(M⁺)

[0229] <중간체 45-11의 합성>

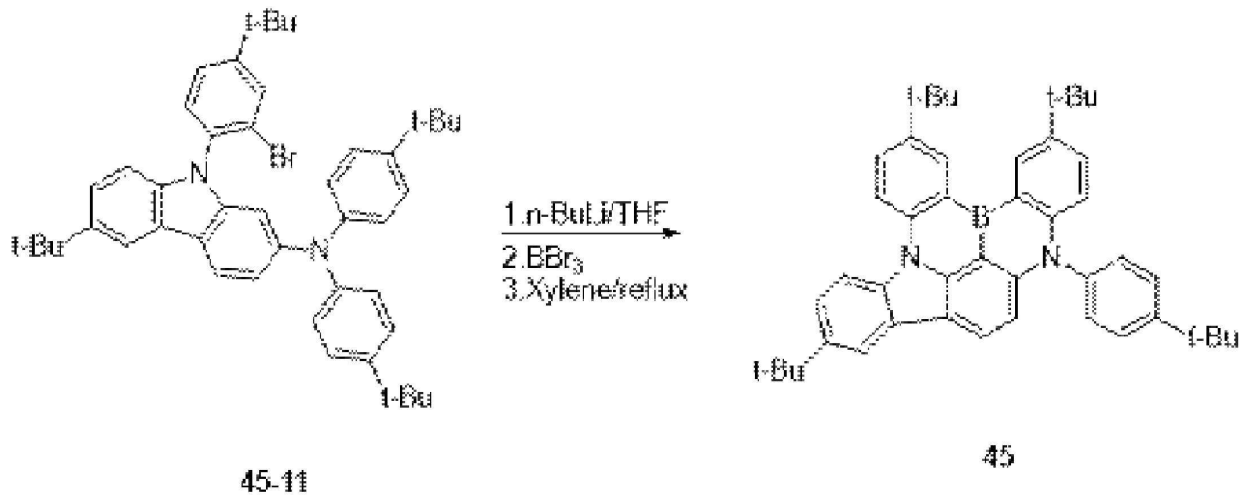


[0230]

[0231] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 45-8 59.3g(118mmol)과 45-10 48.0g(142mmol)을 투입한 후 xylene 600ml를 첨가하였다. Copper(I) iodide 4.5g(24mmol)과 ethylene diamine 2.84g(24mmol), potassium carbonate 32.6g(236mmol)을 첨가한 후 가열 환류하였다. 반응 완결 후 EA로 씻어주며 celite 여과하고 농축하였다. 컬럼 후 재결정하여 45-11 64.9g을 77%의 수율로 얻었다.

[0232] 중간체 45-11 MS(FAB): 713(M⁺)

[0234] <화합물-45의 합성>



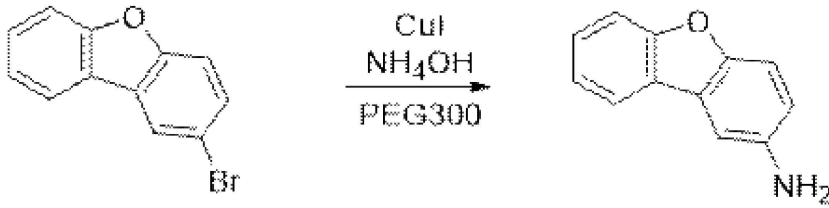
[0235]

[0236] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 45-11 64.9g(91mmol)과 THF 300ml를 투입하고 질소 충전 후 Dryice bath를 이용하여 영하 78도를 유지하였다. 1.6M n-Butyllithium 187ml(300mmol)을 적가한 후 dryice bath를 제거하고 상온에서 교반하였다. 1시간 후 dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지한 후 boron tribromide 22.8g(91mmol)을 천천히 첨가하였다. Bath를 제거한 후 상온으로 천천히 승온시키고 xylene 500ml를 첨가하여 가열하였다. 내부 온도계가 140도가 되도록 THF를 증류하여 제거하고 xylene만 남았을 때 condenser를 설치하여 3일 동안 가열 환류였다. 반응 완결 후 상온으로 식히고 농축하였다. 컬럼 후 재결정하여 화합물-45 22.8g를 39%의 수율로 얻었다.

[0237] NMR (DMSO, 300Hz): δ (ppm)= 8.91~8.98(s, 1H), 8.21~8.29(d, 1H), 7.82~7.89(m, 1H), 7.62~7.68(m, 1H), 7.41~7.53(m, 4H), 7.25~7.35(m, 2H), 7.01~7.15(m, 7H), 5.62~5.78(s, 2H), 1.43~1.52(s, 18H), 1.28~1.39(s, 18H)

[0238] MS(FAB): 642(M⁺)

[0240] <중간체 107-2의 합성>



107-1

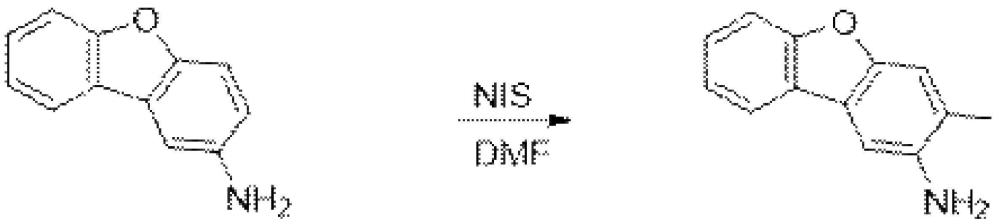
107-2

[0241]

[0242] 1L 고압반응기에 107-1 100g(405mmol)과 ammonia(25-30%) 200ml, PEG300 400ml를 투입한 후 copper(I) iodide 7.7g(40mmol)을 첨가하여 180도에서 밤새 교반하였다. 상온으로 식힌 후 반응액에 EA 1L와 물 1L를 투입하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축한 후 재결정하여 107-2 71.9g을 97%의 수율로 얻었다.

[0243] 중간체 107-2 MS(FAB): 183(M⁺)

[0245] <중간체 107-3의 합성>



107-2

107-3

[0246]

[0247] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 107-2 71.92g(393mmol)을 투입하고 DMF 700ml로 녹인 후 icebath를 설치하여 0도를 유지하였다. 0도를 유지하면서 N-iodosuccinimide 88.3g(393mmol)을 천천히 첨가하였다. 반응 완결 후 DMF를 농축하고 EA 500ml와 물 500ml를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 및 재결정 하여 107-3 51.0g을 42%의 수율로 얻었다.

[0248] 중간체 107-3 MS(FAB): 309(M⁺)

[0250] <중간체 107-4의 합성>



107-3

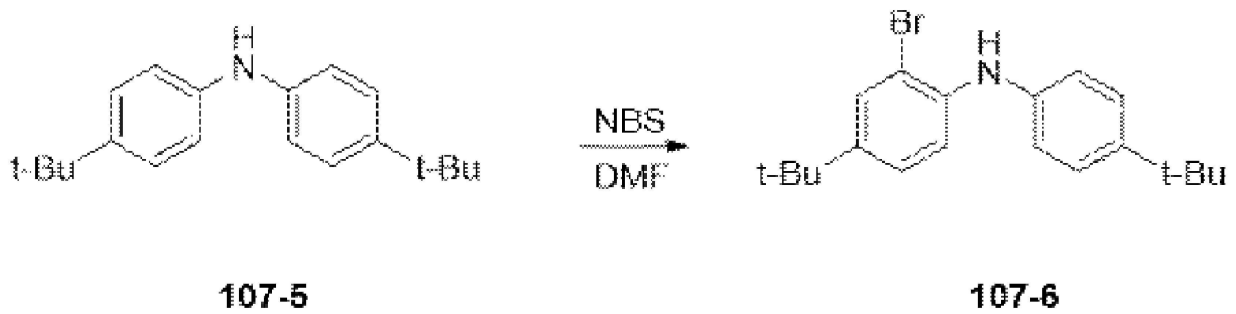
107-4

[0251]

[0252] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 107-3 51.0g(165mmol)을 투입한 후 acetonitrile 500ml로 녹인다. Copper(II) bromide 44.2g(198mmol)을 투입한 후 60도로 가열하면서 t-Butyl nitrite 28.3g(247mmol)을 천천히 첨가한다. 1시간 가열 환류 후 반응이 완결되면 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼하여 107-4 44.9g을 73%의 수율로 얻었다.

[0253] 중간체 107-4 MS(FAB): 372(M⁺)

[0255] <중간체 107-6의 합성>

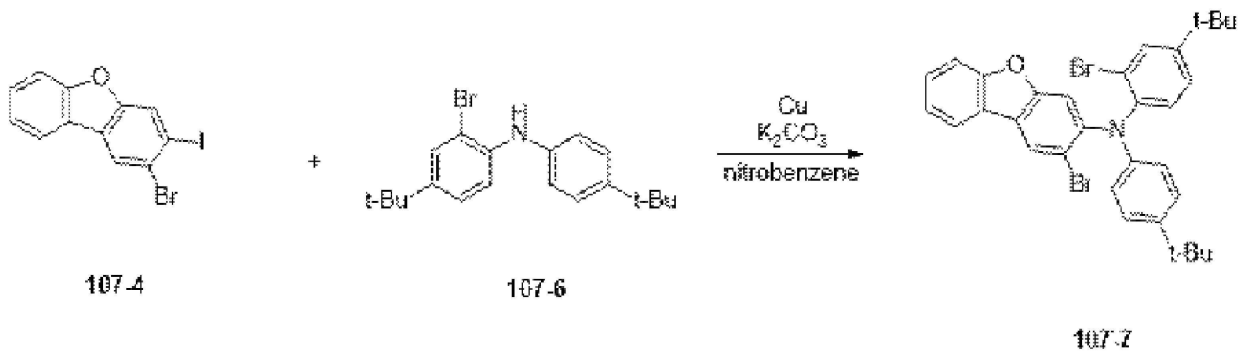


[0256]

[0257] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 107-5 50g(178mmol)을 투입한 후 DMF 500ml로 녹였다. Icebath를 이용하여 0도를 유지하고 N-Bromosuccinimide 31.6g(178mmol)을 천천히 첨가하였다. 반응 완결 후 DMF를 증류하여 농축하고 컬럼하여 107-6 58.3g을 91%의 수율로 얻었다.

[0258] 중간체 107-6 MS(FAB): 360(M⁺)

[0260] <중간체 107-7의 합성>

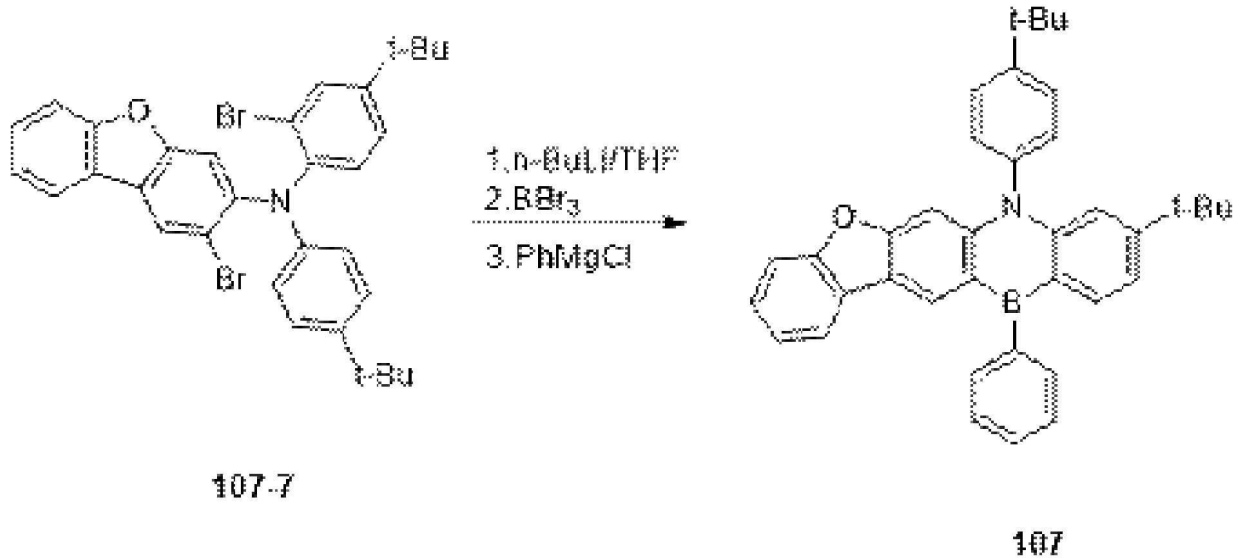


[0261]

[0262] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 107-4 44.9g(120mmol)과 107-6 43.4g(120mmol), Copper 2.3g(36mmol), potassium carbonate 49.9g(361mmol), nitrobenzene 500ml를 투입하고 12시간 동안 가열 환류한다. 반응 완결 후 EA로 씻어주며 celite 여과하고 농축하였다. 유기용매를 농축 후 컬럼하여 107-7 40.8g을 56%의 수율로 얻었다.

[0263] 중간체 107-7 MS(FAB): 605(M⁺)

[0265] <화합물-107의 합성>



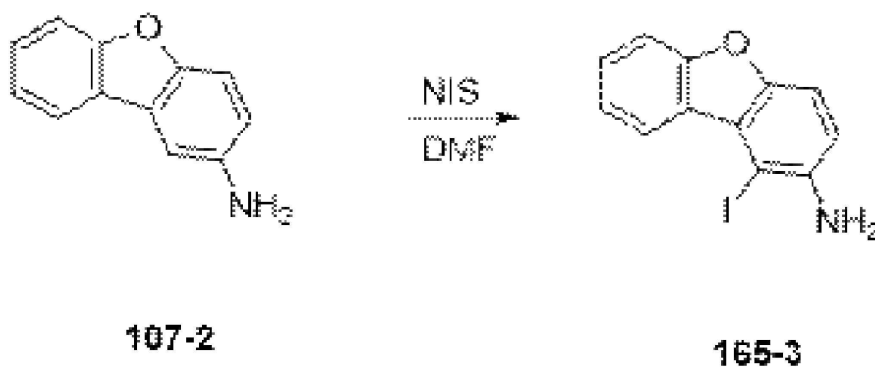
[0266]

[0267] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 107-7 40.8g(67mmol)을 투입하고 THF 400ml로 녹였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 1.6M n-Butyllithium 177ml(283mmol)을 적가하였다. Bath를 제거하고 상온으로 천천히 승온 후 1시간 교반하였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 Boron tribromide 16.9g(67mmol)을 천천히 첨가하였다. 1시간 후 Phenylmagnesium(3M) 23ml(67mmol)을 추가로 투입한하고 Bath를 제거하여 상온으로 천천히 승온시키고 xylene 500ml를 첨가하여 가열하였다. 내부 온도계가 140도가 되도록 THF를 증류하여 제거하고 xylene만 남았을 때 condenser를 설치하여 3일 동안 가열 환류였다. 반응 완결 후 상온으로 식히고 농축하였다. 컬럼 후 재결정하여 화합물-107 12.5g를 35%의 수율로 얻었다.

[0268] NMR (DMSO, 300Hz): δ (ppm)= 7.81~8.28(m, 2H), 7.52~7.73(m, 5H), 7.31~7.46(m, 6H), 7.13~7.25(m, 4H), 6.94~7.09(d, 1H), 1.43~1.53(s, 9H), 1.28~1.39(s, 9H),

[0269] MS(FAB): 533(M⁺)

[0271] <중간체 165-3의 합성>

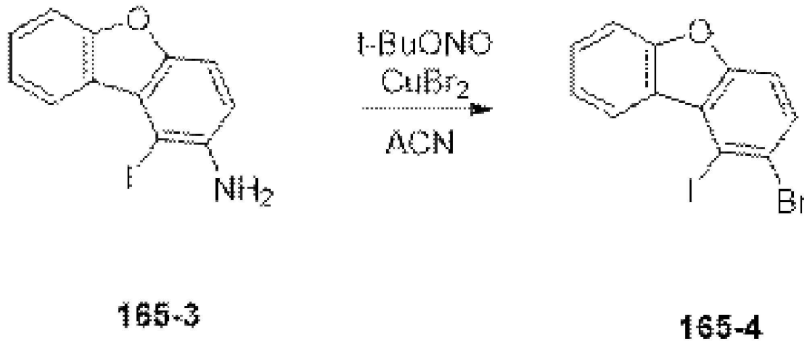


[0272]

[0273] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 107-2 71.92g(393mmol)을 투입하고 DMF 700ml로 녹인 후 icebath를 설치하여 0도를 유지하였다. 0도를 유지하면서 N-iodosuccinimide 88.3g(393mmol)을 천천히 첨가하였다. 반응 완결 후 DMF를 농축하고 EA 500ml와 물 500ml를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 및 재결정 하여 165-3 43.7g을 36%의 수율로 얻었다.

[0274] 중간체 165-3 MS(FAB): 309(M⁺)

[0276] <중간체 165-4의 합성>

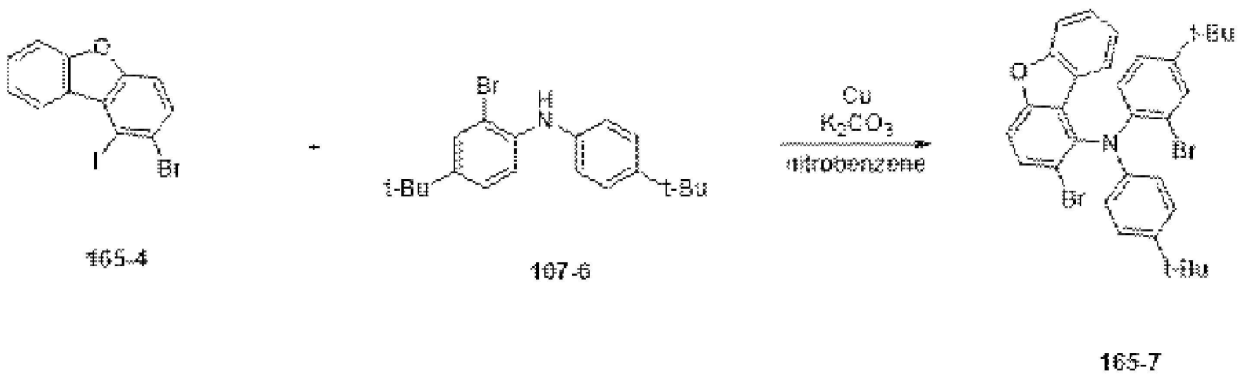


[0277]

[0278] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 165-3 43.7g(141mmol)을 투입한 후 acetonitrile 500ml로 녹인다. Copper(II) bromide 37.9g(170mmol)을 투입한 후 60도로 가열하면서 t-Butyl nitrite 24.3g(212mmol)을 천천히 첨가한다. 1시간 가열 환류 후 반응이 완결되면 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼하여 165-4 39.5g을 75%의 수율로 얻었다.

[0279] 중간체 165-4 MS(FAB): 372(M⁺)

[0281] <중간체 165-7의 합성>

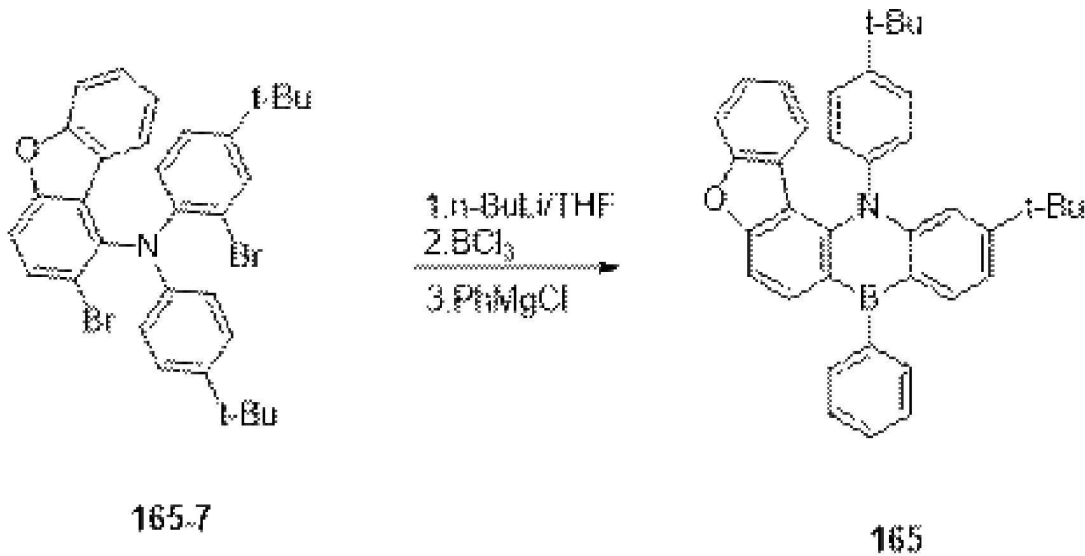


[0282]

[0283] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 165-4 39.5g(106mmol)과 107-6 39.2g(106mmol), Copper 2.0g(32mmol), potassium carbonate 44.0g(318mmol), nitrobenzene 500ml를 투입하고 12시간 동안 가열 환류한다. 반응 완결 후 EA로 씻어주며 celite 여과하고 농축하였다. 유기용매를 농축 후 컬럼하여 165-7 39.1g을 61%의 수율로 얻었다.

[0284] 중간체 165-7 MS(FAB): 605(M⁺)

[0286] <화합물-165의 합성>



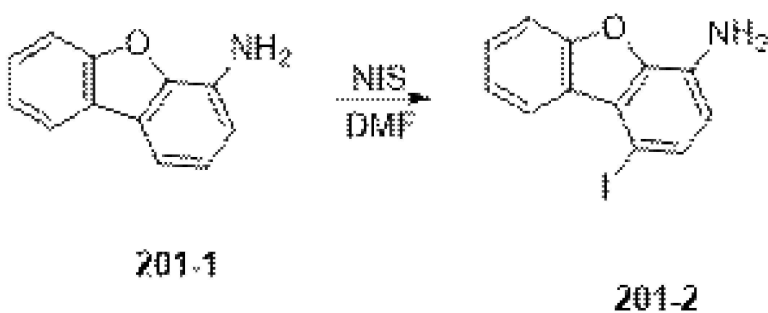
[0287]

[0288] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 165-7 39.1g(65mmol)을 투입하고 THF 400ml로 녹였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 1.6M n-Butyllithium 170ml(272mmol)을 적가하였다. Bath를 제거하고 상온으로 천천히 승온 후 1시간 교반하였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 Boron tribromide 16.2g(65mmol)을 천천히 첨가하였다. 1시간 후 Phenylmagnesium(3M) 22ml(65mmol)을 추가로 투입한하고 Bath를 제거하여 상온으로 천천히 승온시키고 xylene 500ml를 첨가하여 가열하였다. 내부 온도계가 140도가 되도록 THF를 증류하여 제거하고 xylene만 남았을 때 condenser를 설치하여 3일 동안 가열 환류였다. 반응 완결 후 상온으로 식히고 농축하였다. 컬럼 후 재결정하여 화합물-165 13.2g를 38%의 수율로 얻었다.

[0289] NMR (DMSO, 300Hz): δ (ppm)= 7.73~8.28(m, 3H), 7.57~7.69(m, 2H), 7.31~7.48(m, 8H), 7.14~7.25(m, 4H), 6.94~7.09(d, 1H), 1.43~1.52(s, 9H), 1.29~1.39(s, 9H),

[0290] MS(FAB): 533(M⁺)

[0292] <중간체 201-2의 합성>

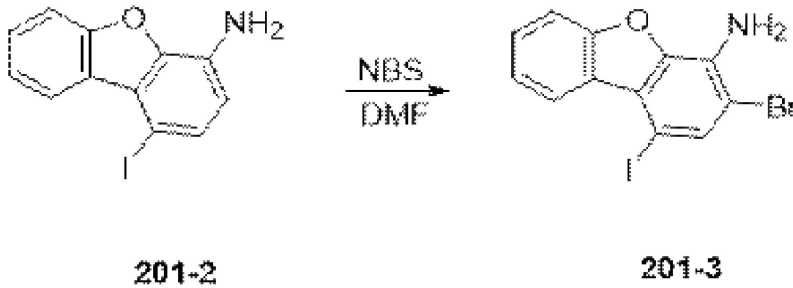


[0293]

[0294] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-1 100g(546mmol)을 투입하고 DMF 1L로 녹인 후 icebath를 설치하여 0도를 유지하였다. 0도를 유지하면서 N-iodosuccinimide 122.8g(546mmol)을 천천히 첨가하였다. 반응 완결 후 DMF를 농축하고 EA 1L와 물 1L 를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 및 재결정 하여 201-2 121.5g을 72%의 수율로 얻었다.

[0295] 중간체 201-2 MS(FAB): 309(M⁺)

[0297] <중간체 201-3의 합성>

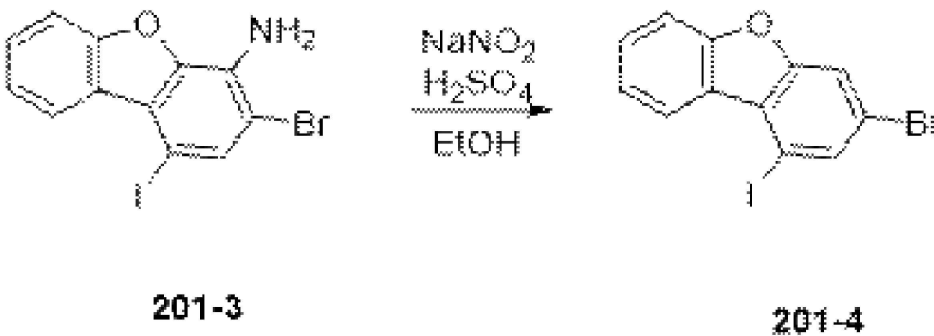


[0298]

[0299] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-2 121.5g(393mmol)을 투입하고 DMF 1L로 녹인 후 icebath를 설치하여 0도를 유지하였다. 0도를 유지하면서 N-Bromosuccinimide 69.9g(393mmol)을 천천히 첨가하였다. 반응 완결 후 DMF를 농축하고 EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 컬럼 및 재결정 하여 201-3 134.2g을 88%의 수율로 얻었다.

[0300] 중간체 201-3 MS(FAB): 388(M⁺)

[0302] <중간체 201-4의 합성>

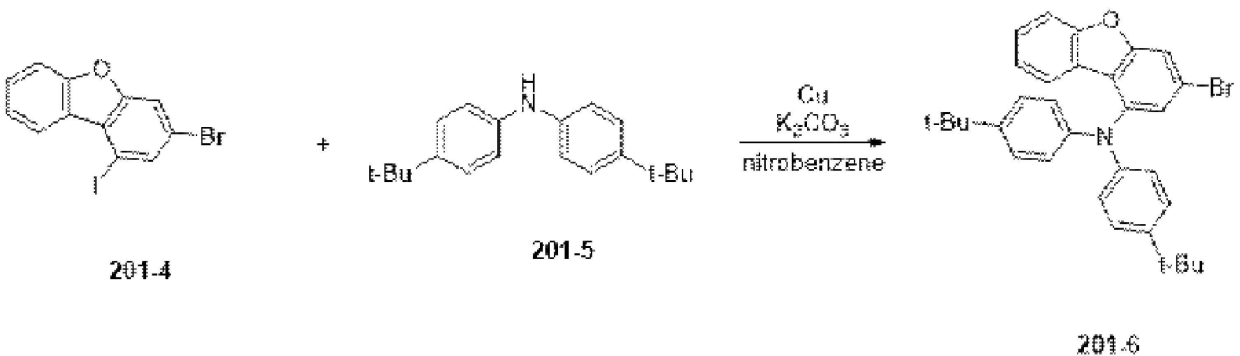


[0303]

[0304] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-3 134.2g(346mmol)과 ethanol 1.3L를 투입하고 황산 270ml를 천천히 첨가하였다. 가열 환류하면서 Sodium nitrite 123.1g(692mmol)을 나누어 천천히 첨가하였다. 투입 완료 후 3시간 가열 환류하고 반응이 완결되면 상온으로 식혔다. 물 1.5L를 첨가하고 생성된 고체를 여과하고 컬럼하여 201-4 80.0g을 62%의 수율로 얻었다.

[0305] 중간체 201-4 MS(FAB): 372(M⁺)

[0307] <중간체 201-6의 합성>



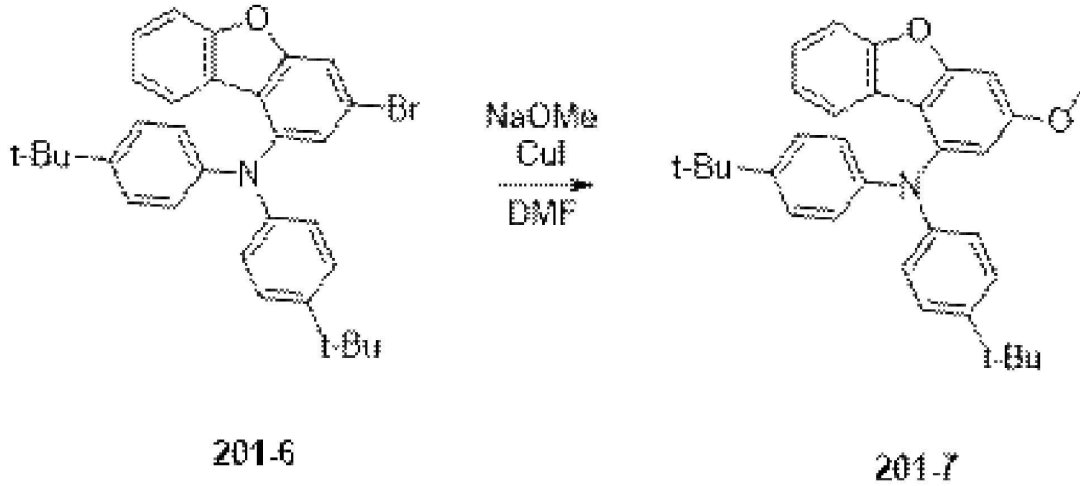
[0308]

[0309] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-4 80.0g(214mmol)과 D-5 67.1g(214mmol), Copper 4.1g(64mmol), potassium

carbonate 88.9g(643mmol), nitrobenzene 800ml를 투입하고 12시간 동안 가열 환류한다. 반응 완결 후 EA로 씻어주며 celite 여과하고 농축하였다. 유기용매를 농축 후 걸림하여 201-6 72.3g을 64%의 수율로 얻었다.

[0310] 중간체 201-6 MS(FAB): 526(M⁺)

[0312] <중간체 201-7의 합성>

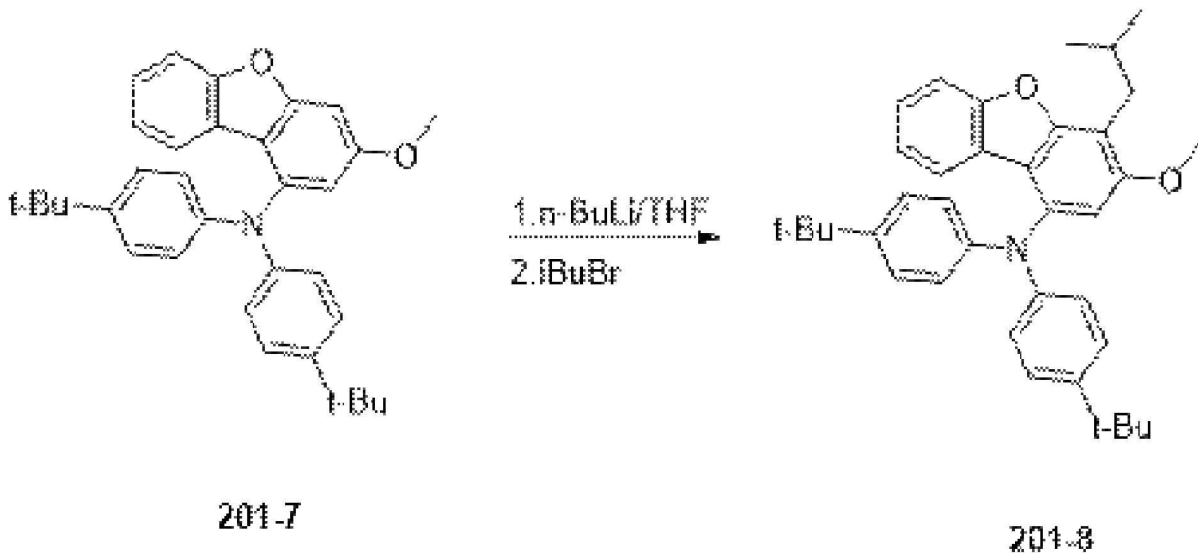


[0313]

[0314] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-6 72.3g(137mmol)과 DMF 350ml, Copper(I) iodide 58.1g(274mmol)를 투입하였다. Sodium methoxide(30% in MeOH) 321g(1.78mol)을 천천히 투입한 후 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출하였다. 유기층을 농축 후 걸림하여 201-7 61.0g을 93%의 수율로 얻었다.

[0315] 중간체 201-7 MS(FAB): 477(M⁺)

[0317] <중간체 201-8의 합성>



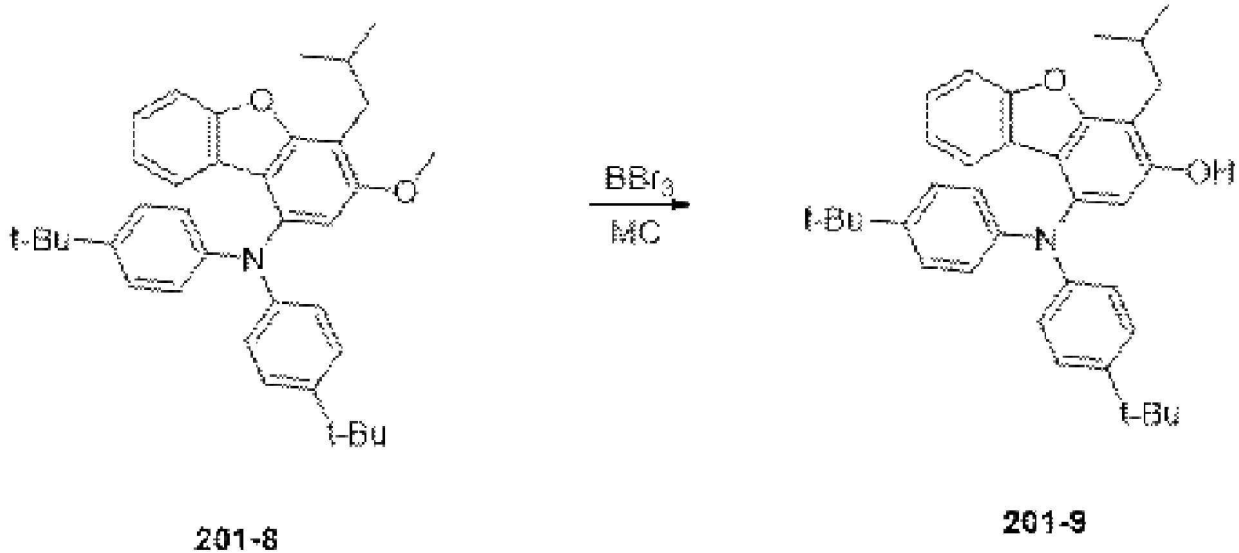
[0318]

[0319] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-7 61g(128mmol)을 투입하고 THF 600ml로 녹였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 n-Butyllithium(1.6M) 88ml(140mmol)을 적가하였다. Bath를 제거하고 상온으로 승온한 후 30분 교반하였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 isobutyl bromide 21.0g(153mmol)을 적가한 후 bath를 제거하여 서서히 상온으로 승온했다. 반응 완결 후 농축하고 EA 500ml와 물 500ml를 투입하여 유기층

을 추출하였다. 농축 후 컬럼하여 201-8 57.2g을 84%의 수율로 얻었다.

[0320] 중간체 201-8 MS(FAB): 533(M⁺)

[0322] <중간체 201-9의 합성>

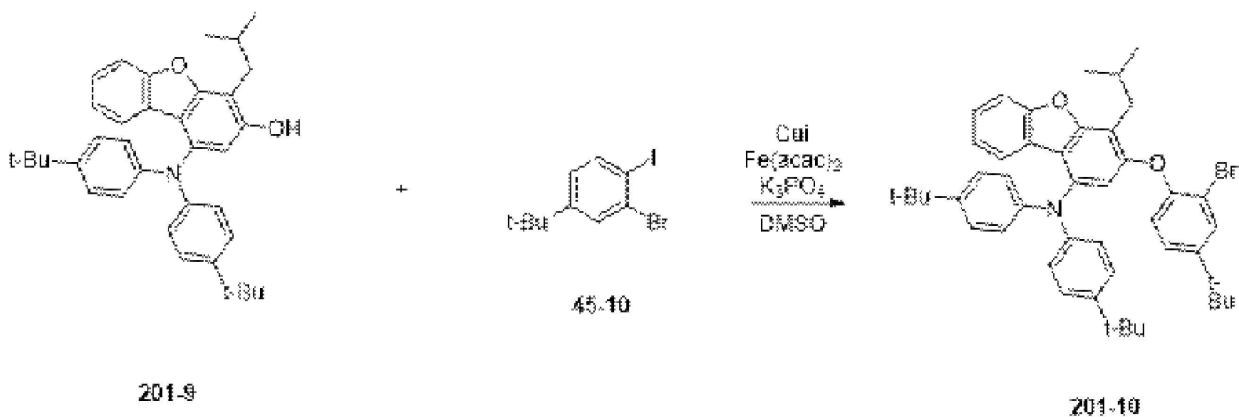


[0323]

[0324] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-8 57.2g(107mmol)를 MC 600ml에 녹이고 icebath를 설치하여 0도를 유지하였다. Boron tribromide 29.5g(118mmol)을 천천히 적가하고 반응 완결을 확인 후 물 500ml를 첨가하였다. 유기층을 추출 후 농축하고 재결정하여 201-9 50.1g을 90%의 수율로 얻었다.

[0325] 중간체 201-9 MS(FAB): 519(M⁺)

[0327] <중간체 201-10의 합성>

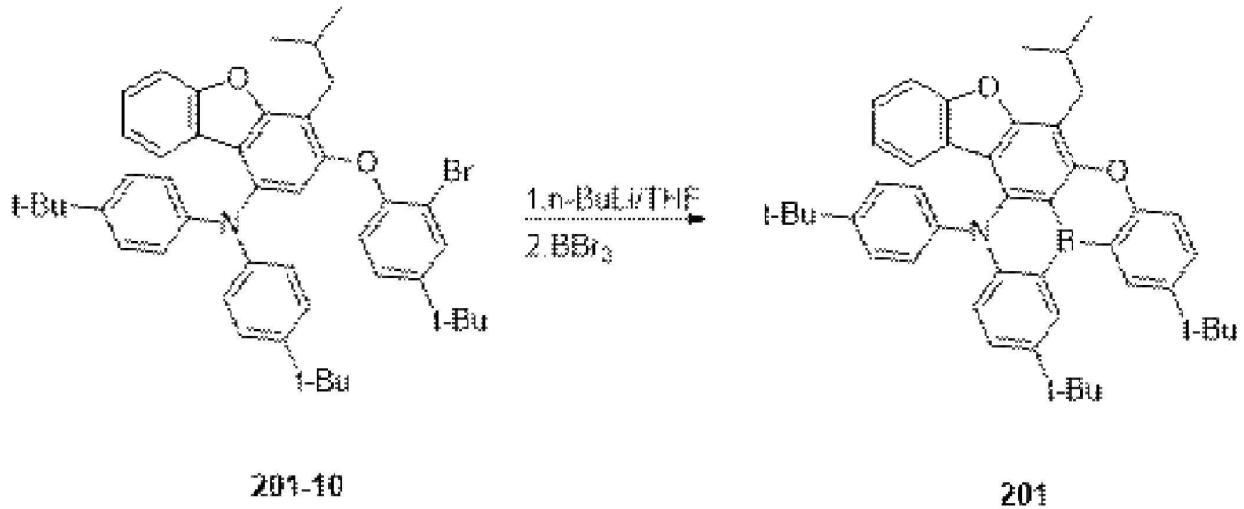


[0328]

[0329] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-9 50.1g(96mmol)과 45-10 32.7g(96mmol), Potassium phosphate tribasic 41.0g(193mmol)을 투입한 후 DMSO 500ml를 첨가하였다. Copper(I) iodide 3.7g(19mmol)과 Iron(III) acetyl acetonate 6.8g(19mmol)을 첨가한 후 110도로 가열하였다. 반응 완결 후 상온으로 식히고 EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출하고 농축하였다. 컬럼 후 201-10 50.8g을 72%의 수율로 얻었다.

[0330] 중간체 201-10 MS(FAB): 730(M⁺)

[0332] <화합물-201의 합성>



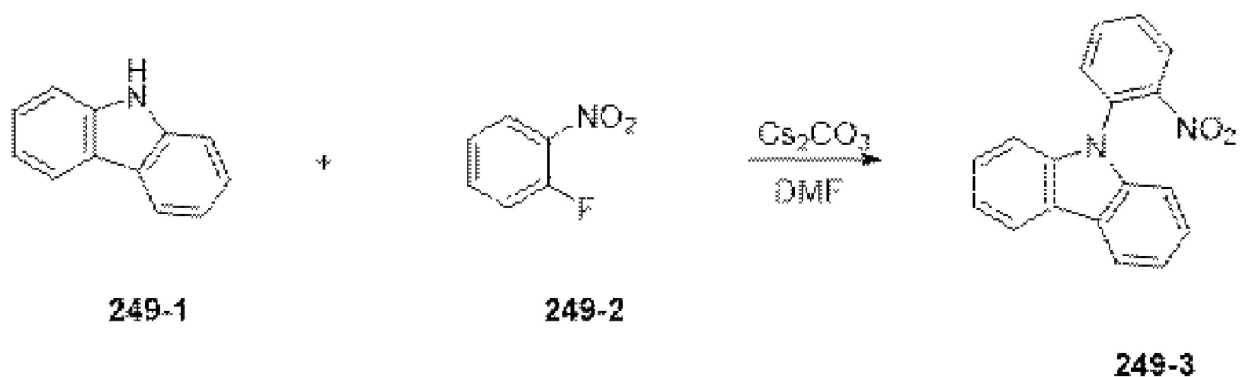
[0333]

[0334] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 201-10 50.8g(69mmol)을 투입하고 THF 400ml로 녹였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 1.6M n-Butyllithium 139ml(222mmol)을 적가하였다. Bath를 제거하고 상온으로 천천히 승온 후 1시간 교반하였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 Boron tribromide 17.4g(69mmol)을 천천히 첨가하였다. Bath를 제거하여 상온으로 천천히 승온시키고 xylene 500ml를 첨가하여 가열하였다. 내부 온도계가 140도가 되도록 THF를 증류하여 제거하고 xylene만 남았을 때 condenser를 설치하여 3일 동안 가열 환류였다. 반응 완결 후 상온으로 식히고 농축하였다. 컬럼 후 재결정하여 화합물-201 14.6g을 32%의 수율로 얻었다.

[0335] NMR (DMSO, 300Hz): δ (ppm)= 7.92~8.05(d, 1H), 7.56~7.69(m, 2H), 7.29~7.48(m, 4H), 7.02~7.21(m, 6H), 6.84~6.98(d, 1H), 2.47~2.54(d, 2H), 1.91~1.99(m, 1H), 1.42~1.53(s, 18H), 1.28~1.39(s, 9H), 0.91~0.99(d, 6H)

[0336] MS(FAB): 659(M⁺)

[0338] <중간체 249-3의 합성>

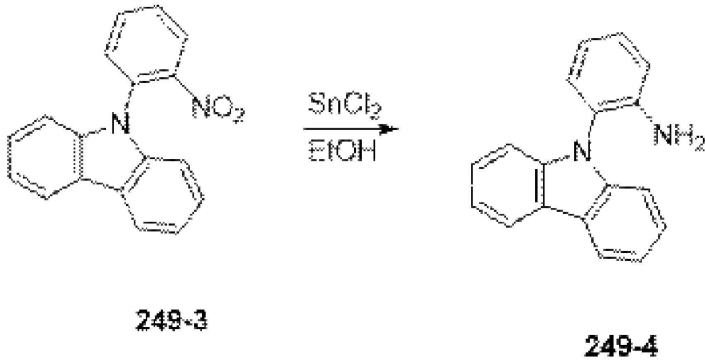


[0339]

[0340] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-1 100g(598mmol)과 249-2 92.8g(658mmol), Cesium carbonate 584.5g(1.79mol), DMF 1L를 투입한 후 가열 환류하였다. 반응 완결이 종결된 후 상온으로 식히고 농축하였다. EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출하고 Silicagel filter 후 농축하였다. 재결정 후 249-3 117.3g을 68%의 수율로 얻었다.

[0341] 중간체 249-3 MS(FAB): 288(M⁺)

[0343] <중간체 249-4의 합성>

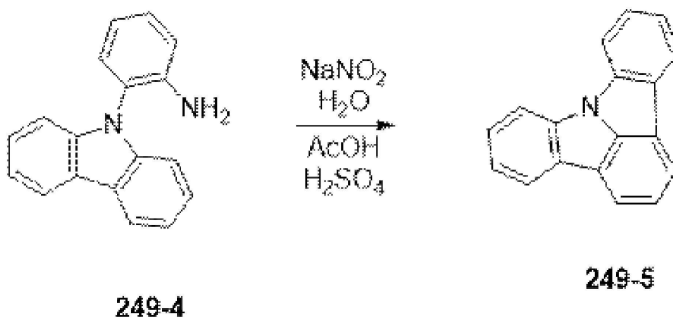


[0344]

[0345] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-3 117.3g(407mmol)과 Tin(II) chloride dehydrate 183.5g(813mmol)을 첨가한 후 Ethanol 1L를 투입하여 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 농축하였다. EA 1L와 물 1L를 첨가하여 유기층을 추출 후 농축하였다. 컬럼 후 재결정하여 249-4 88.2g을 84%의 수율로 얻었다.

[0346] 중간체 249-4 MS(FAB): 258(M⁺)

[0348] <중간체 249-5의 합성>

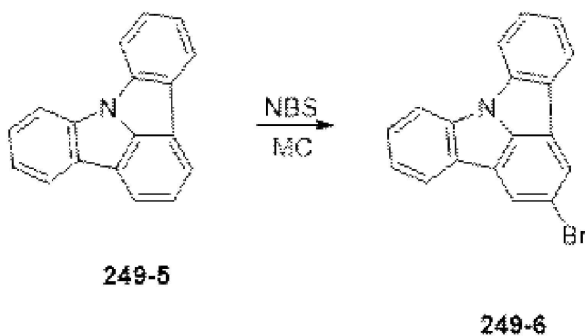


[0349]

[0350] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-4 88.2g(342mmol)과 acetic acid 880ml, 황산 88g을 투입하였다. Sodium nitrite 47.1g(683mmol)을 물 88ml에 녹인 후 적가하고 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 acetic acid를 증류하였다. EA 1L와 물 1L를 첨가하여 추출한 후 유기층을 농축하였다. 컬럼 후 재결정 하여 249-5 46.2g을 56%의 수율로 얻었다.

[0351] 중간체 249-5 MS(FAB): 241(M⁺)

[0353] <중간체 249-6의 합성>



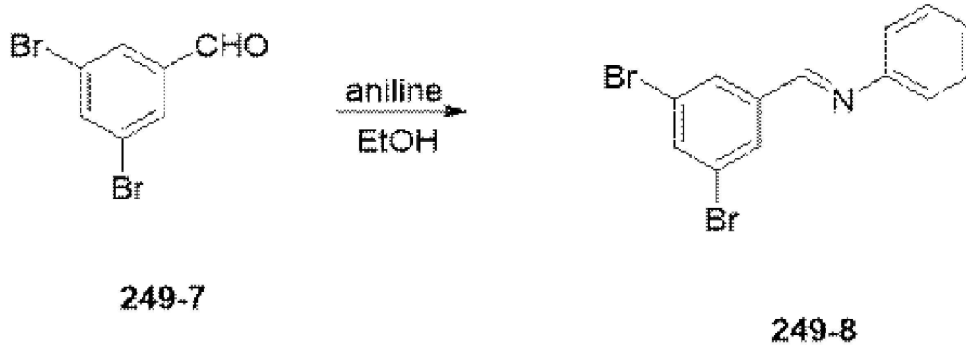
[0354]

[0355] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-5 46.2g(191mmol)을 투입하고 MC 500ml로 녹였다. Ice bath를 설치하여 0도를 유지 후 N-Bromosuccinimide 34.1g(191mmol)을 천천히 첨가하였다. 반응 완결을 확인 후 물 500ml를 투입하

고 유기층을 추출 후 농축하였다. 컬럼 후 재결정하여 249-6 44.1g을 72%의 수율로 얻었다.

[0356] 중간체 249-6 MS(FAB): 320(M⁺)

[0358] <중간체 249-8의 합성>

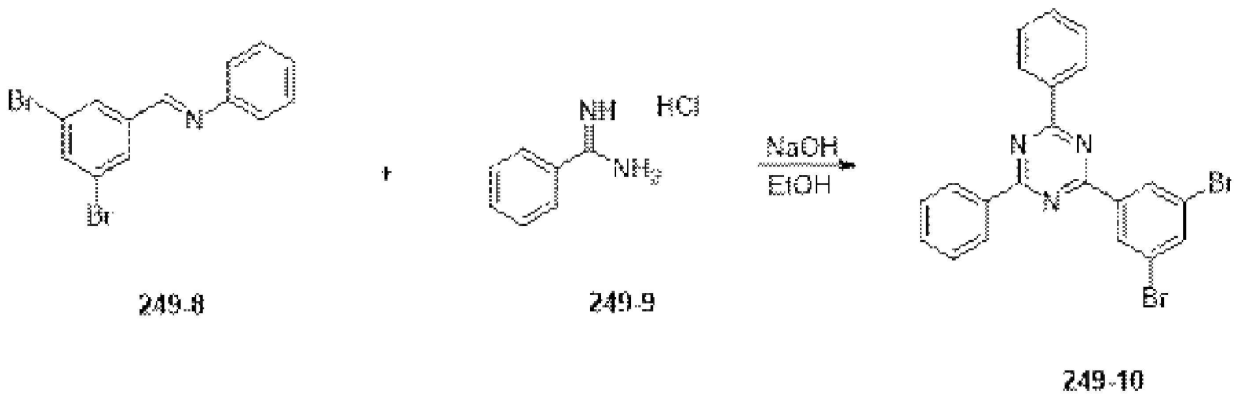


[0359]

[0360] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-7 100g(379mmol)과 Ethanol 1L를 투입하고 교반하면서 aniline 35.3g(379mmol)을 투입하였다. 가열 환류하고 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 여과하였다. 249-8 125.9g을 98%의 수율로 얻었다.

[0361] 중간체 249-8 MS(FAB): 339(M⁺)

[0363] <중간체 249-10의 합성>

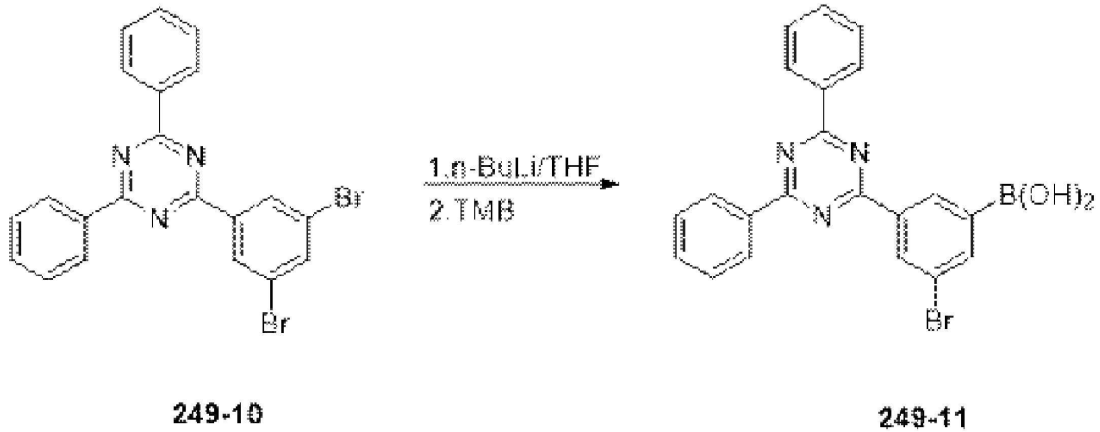


[0364]

[0365] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-8 125.9g(477mmol)과 249-9 74.7g(477mmol)을 투입한 후 EtOH 1L를 투입하고 교반하였다. Sodium hydroxide 57.2g(1.43mol)을 천천히 투입한 후 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 여과 후 재결정 하였다. 249-10 198.3g을 89%의 수율로 얻었다.

[0366] 중간체 249-10 MS(FAB): 467(M⁺)

[0368] <중간체 249-11의 합성>

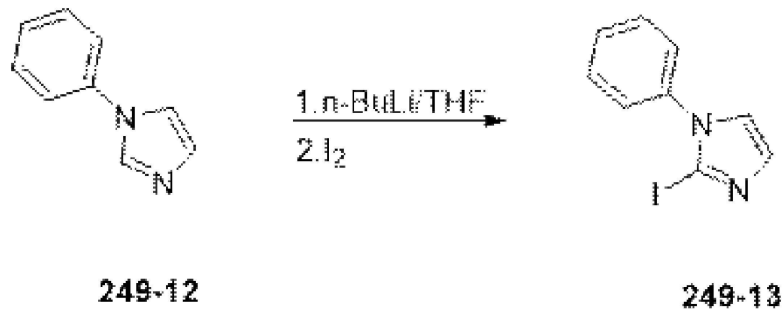


[0369]

[0370] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-10 198.3g(425mmol)을 투입하고 THF 2L로 녹였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 n-Butyllithium(1.6M) 271ml(433mmol)을 적가하였다. 30분 후 Trimethylborate 48.5g(467mmol)을 첨가하였다. 반응 완결을 확인 후 농축하고 2N HCl 1L와 EA 1L를 투입한 후 추출하였다. 유기층 농축 후 재결정하여 249-11 122.9g을 67%의 수율로 얻었다.

[0371] 중간체 249-11 MS(FAB): 432(M⁺)

[0373] <중간체 249-13의 합성>

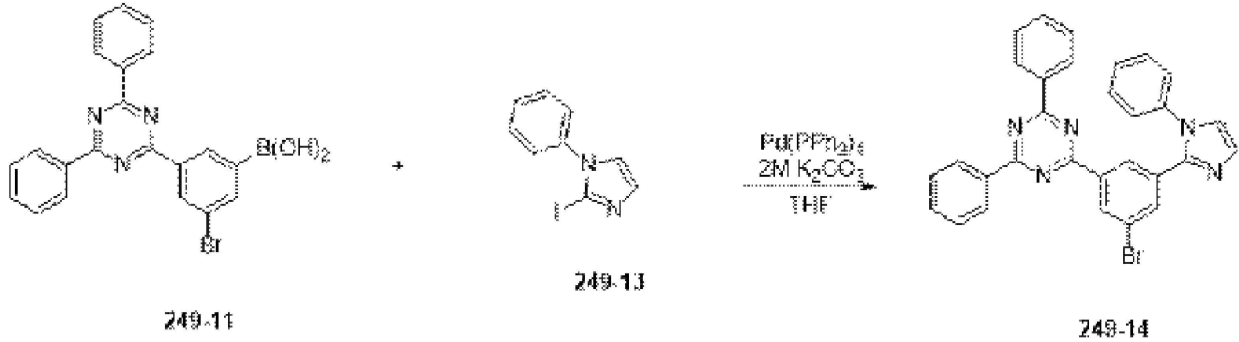


[0374]

[0375] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-12 50g(347mmol)을 투입한 후 THF 500ml로 녹였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 n-Butyllithium(1.6M) 221ml(354mmol)을 적가하였다. 30분 후 iodine 96.8g(381mmol)을 투입하고 상온으로 승온하였다. 반응 완결을 확인 후 농축하고 EA 500ml와 물 500ml를 투입한 후 유기층을 추출하였다. 재결정하여 249-13 127.4g을 85%의 수율로 얻었다.

[0376] 중간체 249-13 MS(FAB): 270(M⁺)

[0378] <중간체 249-14의 합성>

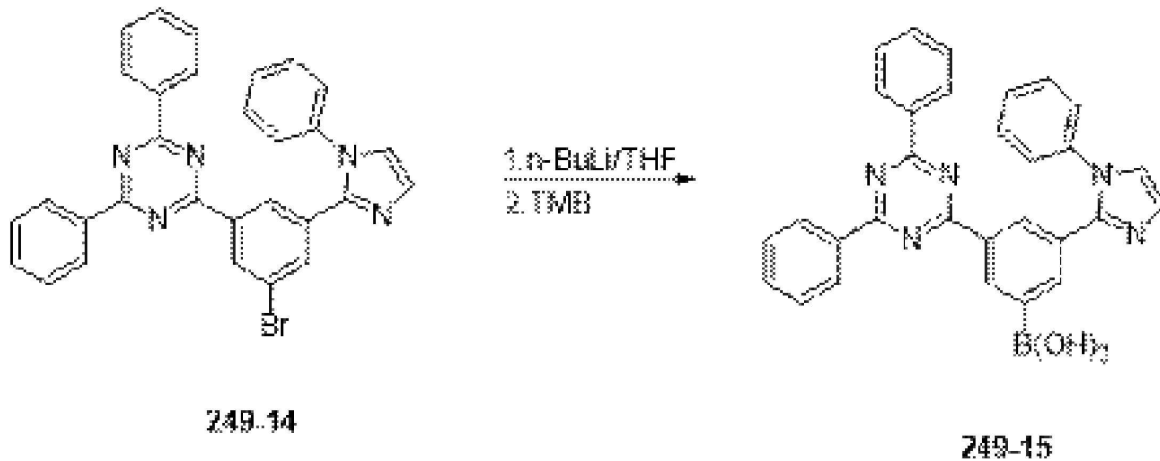


[0379]

[0380] 3L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-11 100g(231mmol)과 249-13 75.0g(278mmol), Pd(PPh₃)₄ 13.4g(12mmol), 2M K₂CO₃ 347ml(694mmol), THF 1L를 투입한 후 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 농축하였다. MC 500ml와 물 500ml를 투입한 후 유기층을 추출하고 농축하였다. 컬럼 후 재결정 하여 249-14 67.5g을 55%의 수율로 얻었다.

[0381] 중간체 249-14 MS(FAB): 530(M⁺)

[0383] <중간체 249-15의 합성>

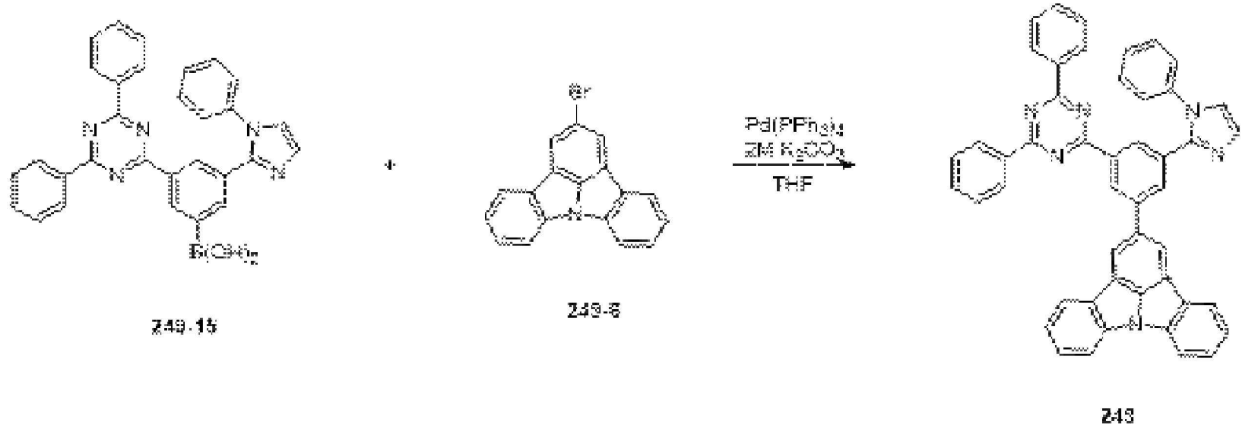


[0384]

[0385] 2L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-14 67.5g(127mmol)을 투입하고 THF 700ml로 녹였다. Dryice bath를 설치하여 영하 78도를 유지하고 n-Butyllithium(1.6M) 81ml(130mmol)을 적가하였다. 30분 후 Trimethylborate 14.6g(140mmol)을 첨가하였다. 반응 완결을 확인 후 농축하고 2N HCl 500ml와 EA 500ml를 투입한 후 추출하였다. 유기층 농축 후 재결정하여 249-15 37.2g을 59%의 수율로 얻었다.

[0386] 중간체 249-15 MS(FAB): 495(M⁺)

[0388] <화합물-249의 합성>



[0389]

[0390] 1L 3구 둥근 바닥 플라스크에 249-15 37.2g(75mmol)과 249-6 24.1g(75mmol), Pd(PPh₃)₄ 4.3g(4mmol), 2M K₂CO₃ 113ml(225mmol), THF 400ml를 투입한 후 가열 환류하였다. 반응 완결을 확인 후 상온으로 식히고 농축하였다. MC 500ml와 물 500ml를 투입한 후 유기층을 추출하고 농축하였다. 컬럼 후 재결정 하여 화합물-249 34.7g을 67%의 수율로 얻었다.

[0391]

NMR (DMSO, 300Hz): δ (ppm)= 8.31~8.45(m, 4H), 8.15~8.26(d, 2H), 7.95~8.11(m, 3H), 7.64~7.83(m, 2H), 7.46~7.61(m, 14H), 7.32~7.41(m, 2H), 7.11~7.20(m, 3H)

[0392]

MS(FAB): 690(M⁺)

[0394]

이하, 유기전계발광소자의 실시예 및 실험예를 통하여 본 발명을 더욱 상세하게 설명하기로 한다. 이들 실시예 및 실험예는 단지 본 발명을 예시하기 위한 것이므로, 본 발명의 범위가 이들 실시예 및 실험예에 제한되는 것은 아니다.

[0395]

<유기전계발광소자 제조>

[0396]

실시예 1

[0397]

반사층이 형성된 기판 위에 ITO로 양극을 형성하고, N₂ 플라즈마 또는 UV-Ozone으로 표면처리 하였다. 그 위에 정공주입층(HIL)으로 HAT-CN을 10nm의 두께로 증착시켰다. 이어서 정공수송층(HTL)으로 NPD를 120nm 두께로 증착시켰다. 상기 정공수송층 위에 발광층(EML)으로 blue EML을 형성할 수 있는 9,10-비스(2-나프틸)안트라센(ADN)을 25nm 증착 시키면서 도판트로 본 발명의 화학식 1의 화합물로서 화합물 1을 약 5%정도 도핑하였다. 그 위에 ET-254와 LiQ를 1:1로 혼합하여 30nm의 두께로 전자 수송층(ETL)을 증착하였으며, 그 위에 전자 주입층(EIL)으로 LiQ를 10nm 두께로 증착시켰다. 그 후, 음극으로 마그네슘과 은(Ag)을 9:1로 혼합한 혼합물을 15nm의 두께로 증착시켰으며, 상기 음극 위에 캡핑층으로 N4,N4'-비스[4-[비스(3-메틸페닐)아미노]페닐]-N4,N4'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(DNTPD)을 65nm 두께로 증착시켰다. 그 위에 UV 경화형 접착제로 흡습제가 함유된 셀 캡(seal cap)을 합착하여 대기중의 O₂나 수분으로부터 유기전계발광소자를 보호할 수 있게 하여 유기전계발광소자를 제조하였다.

[0399]

실시예 2 내지 51

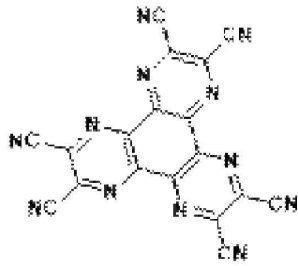
[0400]

상기 실시예 1에서 blue EML의 도판트로 화학식 1의 화합물 1대신, 각각 화학식 1의 화합물 3, 19, 24, 27, 35, 37, 45, 55, 56, 64, 72, 88, 93, 102, 107, 123, 140, 145, 151, 158, 161, 165, 178, 184, 201, 215, 221, 224, 226, 230, 236, 242, 249, 263, 264, 265, 268, 275, 290, 293, 301, 320, 337, 339, 344, 346, 348, 349, 350, 352을 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 실시하여 실시예 2 내지 51의 유기전계발광소자를 제조하였다.

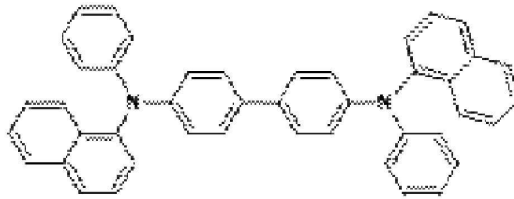
[0402] 비교예 1

[0403] 발광층(EML)으로 blue EML의 도판트로 2,5,8,11-Tetra-butyl-Perylene (t-Bu-Perylene)을 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1와 동일하게 실시하여 유기전계발광소자를 제조하였다.

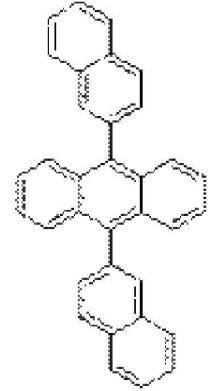
[0404] 상기 실시예 1 내지 51, 비교예 1에서 사용한 화합물을 하기에 나타내었다.



HAT-CN

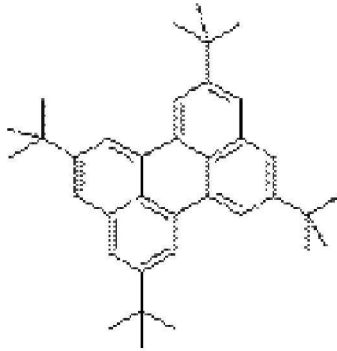


NPD

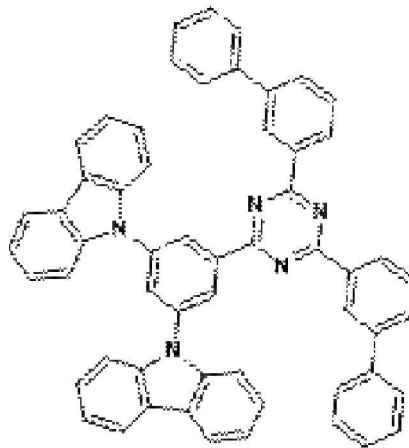


ADN

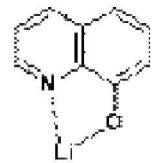
[0405]



t-Bu-Perylene



ET254



LIQ

[0406]

[0407] 시험예: 유기전계발광소자의 특성 평가

[0408] 상기 실시예 1 내지 51 및 비교예 1에서 제조한 유기전계발광소자의 특성을 전류 밀도 10mA/cm²에서 측정하였으며, 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

[0409]

	Voltage (V)	EQE (%)	T ₉₅ (hr)	Wavelength
실시예1	3.6	9.2	384	462
실시예2	3.2	8.3	362	461
실시예3	3.5	9.1	381	462
실시예4	3.6	9.7	396	461
실시예5	3.4	9.4	392	460
실시예6	3.4	9.1	386	462
실시예7	3.7	8.9	398	462
실시예8	3.6	10.3	367	461
실시예9	3.3	10.7	406	460

실시예10	3.2	10.1	392	461
실시예11	3.5	10.4	398	463
실시예12	3.7	9.8	402	458
실시예13	3.2	10.7	394	457
실시예14	3.4	10.9	381	460
실시예15	3.3	10.8	386	459
실시예16	3.8	8.7	355	464
실시예17	3.5	10.9	398	460
실시예18	3.7	10.5	376	459
실시예19	3.4	10.1	392	460
실시예20	3.5	10.3	395	460
실시예21	3.6	10.4	377	461
실시예22	3.5	10.1	391	460
실시예23	3.7	9.2	374	464
실시예24	3.4	10.3	396	460
실시예25	3.9	7.1	314	464
실시예26	3.3	10.1	408	459
실시예27	3.4	9.9	398	461
실시예28	3.3	9.6	405	462
실시예29	3.4	10.5	392	461
실시예30	3.3	10.3	396	461
실시예31	3.3	9.8	391	460
실시예32	3.5	10.1	395	462
실시예33	3.4	9.9	408	460
실시예34	3.4	8.2	375	464
실시예35	3.1	7.9	361	463
실시예36	3.3	7.8	384	464
실시예37	3.3	10.1	381	461
실시예38	3.2	10.9	417	462
실시예39	3.5	10.6	394	460
실시예40	3.3	9.3	390	463
실시예41	3.4	9.1	387	463
실시예42	3.5	10.2	399	464
실시예43	3.1	10.6	402	459
실시예44	3.4	11	396	460
실시예45	3.1	10.1	405	462
실시예46	3.3	10.4	401	461
실시예47	3.3	11.1	392	459
실시예48	3.4	10.5	407	462
실시예49	3.2	10.3	429	457
실시예50	3.5	11.3	391	459
실시예51	3.4	10.6	387	460
비교예 1	4.7	6.2	96	466

- [0410] 상기 실험 결과, 본 발명의 화학식 1의 유기화합물을 도판트로서 발광층에 포함한 실시예 1 내지 51의 유기전계 발광소자가 비교예 1의 종래의 유기전계발광소자와 비교하여 효율 및 전압 특성에서 향상된 결과를 보였다.
- [0411] 또한, 잔상 수명(T₉₅)을 측정한 결과에서 비교예 1의 유기전계발광소자는 100 시간이하의 수명을 가진 반면에, 실시예 1 내지 51의 경우는 300시간 이상의 장수명을 갖는 것으로 확인되었으며, 특히, 실시예 9, 12, 26, 28, 33, 38, 43, 45, 46, 48, 49의 유기전계발광소자는 400 시간 이상의 장수명을 갖는 것으로 확인되어 기존 Blue 재료의 수명 한계를 극복하여, 유기전계발광소자 용도 범위를 더욱 확대할 수 있을 것이다.
- [0412] 또한 본 발명의 화학식 1의 화합물을 도판트로서 발광층에 사용한 실시예 1 내지 51의 유기전계발광소자는 비교예 1의 종래의 유기전계발광소자와 비교하여 효율 및 전압 특성에서 현저히 향상된 결과를 보였다.
- [0413] 따라서, 본 발명의 화학식 1의 유기화합물을 도판트로서 발광층에 포함하는 유기전계발광소자는 효율, 전압 및 수명의 특성이 우수함을 알 수 있다.