



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년09월12일  
(11) 등록번호 10-1307622  
(24) 등록일자 2013년09월05일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*C07F 7/02* (2006.01) *C09K 11/06* (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2006-0085845  
(22) 출원일자 2006년09월06일  
심사청구일자 2011년04월11일  
(65) 공개번호 10-2008-0022429  
(43) 공개일자 2008년03월11일  
(56) 선행기술조사문헌  
US6310231 B1  
US20050214572 A1
- (73) 특허권자  
동우 화인켐 주식회사  
전라북도 익산시 약촌로 132 (신흥동)
- (72) 발명자  
이득상  
경기 평택시 현덕면 방축리 동우화인켐 기숙사  
고경문  
경기도 평택시 안중읍 안현로서7길 79, 늘푸른아파트 108동 202호  
이종순  
경기도 평택시 안중읍 서동대로 1832-23, 우림아파트 102-1006
- (74) 대리인  
서경민, 서만규

전체 청구항 수 : 총 5 항

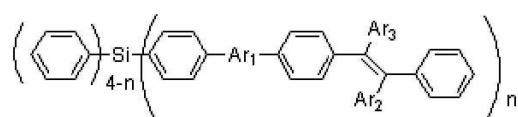
심사관 : 오세주

(54) 발명의 명칭 유기 실란계 화합물, 이를 포함하는 발광물질, 및 유기전기발광소자

### (57) 요 약

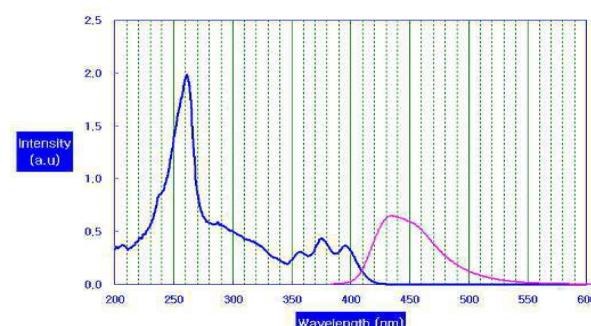
본 발명에 따른 유기 실란계 화합물은 하기 화학식 1의 구조를 갖는다.

[화학식 1]



(상기 식에서 n은 1 내지 4까지의 정수이고, Ar<sub>1</sub>은 탄소수 6 내지 24의 방향족, 불포화 지방족을 포함하는 탄소수 6 내지 30의 방향족, 및 탄소수 2 내지 24의 불포화 헤테로고리 화합물로 이루어지는 군에서 선택되고, Ar<sub>2</sub>, Ar<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 수소, 탄소수 6 내지 24의 방향족, 및 불포화 지방족을 포함하는 탄소수 6 내지 30의 방향족으로 이루어지는 군에서 선택된다.)

대 표 도 - 도1

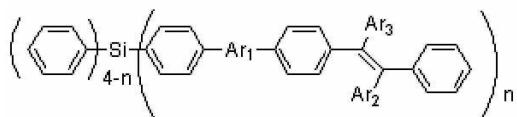


## 특허청구의 범위

### 청구항 1

하기 화학식 1의 구조를 갖는 유기 실란계 화합물.

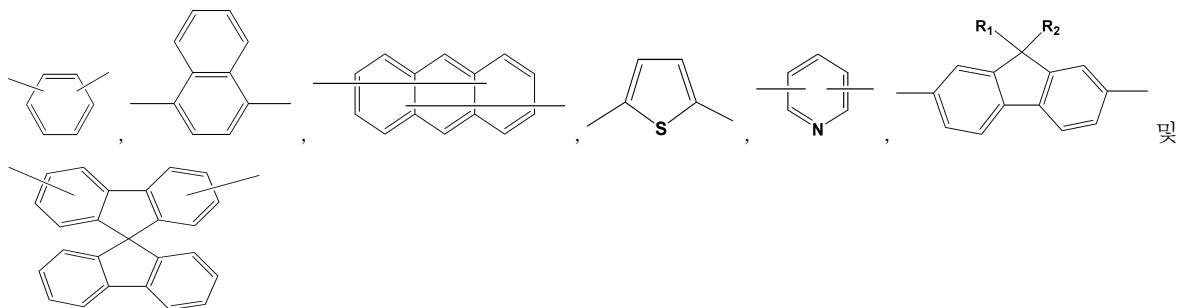
[화학식 1]



(상기 식에서 n은 1 내지 4까지의 정수이고, Ar<sub>1</sub>은 탄소수 6 내지 24의 방향족, 불포화 지방족을 포함하는 탄소수 6 내지 30의 방향족, 및 탄소수 2 내지 24의 불포화 헤테로고리 화합물로 이루어지는 군에서 선택되고, Ar<sub>2</sub>, Ar<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 수소, 탄소수 6 내지 24의 방향족, 및 불포화 지방족을 포함하는 탄소수 6 내지 30의 방향족으로 이루어지는 군에서 선택된다.)

### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 화학식 1의 Ar<sub>1</sub>은 다음 화학식의 치환기들로 이루어지는 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 실란계 화합물:



(위의 구조에서 R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>는 탄소수 1 내지 20의 알킬기를 갖는다)

### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 화학식 1의 Ar<sub>2</sub>, Ar<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 수소, 페닐, 스틸벤, 페닐스틸벤, 및 디페닐스틸벤으로 이루어지는 군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 실란계 화합물.

### 청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항의 유기 실란계 화합물을 포함하는 발광물질.

### 청구항 5

양극, 음극 및 발광층을 포함하는 유기전기발광소자에 있어서, 상기 발광층은 제4항의 발광물질을 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자.

## 명세서

## 발명의 상세한 설명

### 발명의 목적

#### 발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

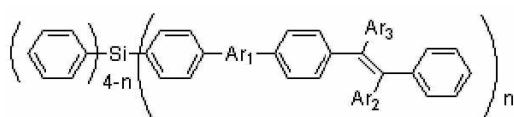
- [0010] 본 발명은 유기 실란계 화합물, 이를 포함하는 발광물질 및 이를 사용한 유기전기발광소자에 관한 것이다.
- [0011] 유기 EL 소자의 발광 매커니즘을 살펴보면 다음과 같다. 양극에서 정공 주입층(Hole Injection Layer: HIL)의 가전대(Valance Band 또는 Highest Occupied Molecular Orbital: HOMO)로 주입된 정공은 정공 전달층(Hole Transporting Layer: HTL)을 통하여 발광층(Emitting Layer)으로 진행하고, 동시에 음극에서 전자 주입층(Electron Injection Layer)을 통하여 발광층으로 전자가 이동하여 정공과 결합하여 엑시톤(exciton)을 형성한다. 이 엑시톤이 바닥상태로 떨어지면서 빛을 방출한다.
- [0012] 상기와 같은 유기 EL 소자의 원리를 이용하여 1987년 이스트만 코닥(Eastman Kodak)사에서는 정공 전달층으로 TPD(N-N'-Diphenyl-N-N'-bis (methylphenyl-1,1'-biphenyl-4,4'-diamine)를 발광층으로 Alq<sub>3</sub>(tris(8-hydroxy-quinoline) aluminium complex)을 사용한 전기발광 소자를 개발하였다. 이후에 유기물을 이용한 전기발광 소자에 대한 연구가 활발해지고 있다.
- [0013] 이스트만 코닥사에서는 안트라센 유도체를 사용하여 정공 수송 물질 및 청색 발광물질에 대하여 개시하고 있다. 또한, 이데미쓰사의 경우 안트라센계 및 바이안트라센계를 사용하여 청색 발광을 하는 물질에 대하여 개시하고 있다. 또한 방향족 디메틸리딘 화합물을 사용하여 겉가지의 폐닐기가 결정화를 방해하는 청색 발광 화합물에 대하여 개시된 바 있다.
- [0014] 현재까지 녹색 발광 재료로는 이스트만 코닥사의 Alq<sub>3</sub>가 널리 사용되고 있으나, 청색 발광 재료는 발광효율이나 수명 등의 개선할 점이 많이 남아 있다.
- [0015] 본 발명은 성능이 향상된 유기전기발광소자의 개발을 위해 유기 실란계 화합물을 도입하는 것을 고려하였다.
- [0016] 주사슬에 실리콘을 도입하면, 여러 가지 우수한 특성을 가질 수 있다. 먼저, 실리콘의 도입으로 분자간의 입체 장애를 부여하게 되어 분자간의 패킹을 막아 농도 소광(concentration quenching)을 억제하여 발광 효율을 증가시킬 수 있다.
- [0017] 실리콘을 기본으로 한 물질은 LUMO(lowest unoccupied molecular orbital)를 낮추고, 실리콘 원소의 d-궤도 관여로 상대적으로 짧은  $\pi$ -컨쥬게이션 길이를 가지기 때문에, 밴드 캡을 증가시켜 청색 발광물질을 만들 수 있다. 그리고, 방향족 발색단을 가진 유기 실리콘 화합물은 우수한 전하 수송 능력을 가지고 있어서, 매우 효과적인 유기전기발광소자를 만들 수 있고, 또한 실리콘을 포함하는  $\pi$ -전자 시스템에서 전자 수송 물질로 작용할 수 있다.
- [0018] 또한, 실리콘은 전자 주게 그룹으로 작용하거나, 또는 전자 밴드캡을 증가시키고, 전극과의 계면특성 및 박막형 성 능력이 우수해질 수 있다.
- [0019] 그리고, 방향족 발색단을 가진 유기 실리콘 화합물은 우수한 전하 수송 능력을 가지고 있어서, 매우 효과적인 유기전기발광소자를 만들 수 있다.
- [0020] 본 발명자들은 전자친화성이 강한 실리콘을 포함하는 신규의 화합물과 스텔베이 붙은 나프탈렌, 안트라센 등 아릴기를 도입하여 소자의 안정성과 발광효율을 증가시킨 유기전기발광소자용 물질을 개시하고자 한다.

- [0021] 본 발명의 목적은 청색 발광물질로 사용하기에 적합한 유기 실란계 화합물을 제공하기 위한 것이다.
- [0022] 본 발명의 다른 목적은 청색 발광 효율 및 색좌표가 우수한 유기 실란계 화합물을 포함하는 발광물질을 제공하기 위한 것이다.
- [0023] 본 발명의 또 다른 목적은 유기 실란계 화합물을 포함한 물질로 이루어진 유기전기발광소자를 제공하기 위한 것이다.
- [0024] 본 발명의 상기 및 기타의 목적들은 하기 설명되는 본 발명에 의하여 모두 달성될 수 있다.

### 발명의 구성 및 작용

- [0025] 상기의 목적을 달성하기 위한 본 발명은,
- [0026] 하기 화학식 1의 구조를 갖는 유기 실란계 화합물을 제공한다.

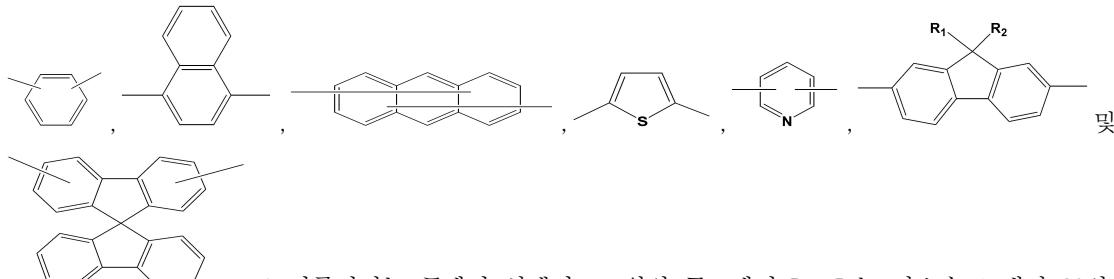
[0027] [화학식 1]



[0028]

[0029] (상기 식에서 n은 1 내지 4까지의 정수이고, Ar<sub>1</sub>은 탄소수 6 내지 24의 방향족, 불포화 지방족을 포함하는 탄소수 6 내지 30의 방향족, 및 탄소수 2 내지 24의 불포화 헤테로고리 화합물로 이루어지는 군에서 선택되고, Ar<sub>2</sub>, Ar<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 수소, 탄소수 6 내지 24의 방향족, 및 불포화 지방족을 포함하는 탄소수 6 내지 30의 방향족으로 이루어지는 군에서 선택된다.)

[0030] 또한, 상기 화학식 1의 Ar<sub>1</sub>은



로 이루어지는 군에서 선택되고, 위의 구조에서 R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>는 탄소수 1 내지 20의 알킬기를 가지면서, 탄소수 6내지 20의 아릴기로 이루어진 군으로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 실란계 화합물을 제공한다.

[0031] 또한, 상기 화학식 1의 Ar<sub>2</sub>, Ar<sub>3</sub>는 각각 독립적으로 수소, 페닐, 스틸벤, 페닐스틸벤, 및 디페닐스틸벤으로 이루어지는 군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 유기 실란계 화합물을 제공한다.

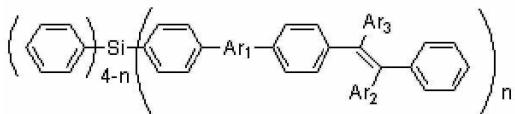
[0032] 본 발명은 또한, 전술한 유기 실란계 화합물을 포함하는 발광물질을 제공한다.

[0033] 본 발명은 또한, 양극, 음극 및 발광층을 포함하는 유기전기발광소자에 있어서, 상기 발광층은 전술한 발광물질을 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 유기전기발광소자를 제공한다.

[0034] 이하 본 발명의 보다 상세하게 설명한다.

[0035] 본 발명에 따른 유기 실란계 화합물은 하기 화학식 1의 구조를 갖는다.

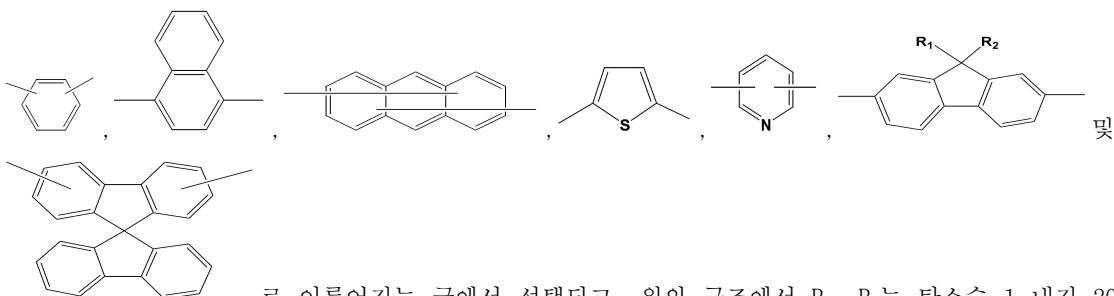
[0036] [화학식 1]



[0037]

[0038] (상기 식에서  $n$ 은 1 내지 4까지의 정수이고,  $\text{Ar}_1$ 은 탄소수 6 내지 24의 방향족, 불포화 지방족을 포함하는 탄소수 6 내지 30의 방향족, 및 탄소수 2 내지 24의 불포화 헤테로고리 화합물로 이루어지는 군에서 선택되고,  $\text{Ar}_2$ ,  $\text{Ar}_3$ 는 각각 독립적으로 수소, 탄소수 6 내지 24의 방향족, 및 불포화 지방족을 포함하는 탄소수 6 내지 30의 방향족으로 이루어지는 군에서 선택된다.)

[0039] 제한되지 않으나 바람직하기로는 상기 화학식 1의  $\text{Ar}_1$ 은



로 이루어지는 군에서 선택되고, 위의 구조에서  $\text{R}_1$ ,  $\text{R}_2$ 는 탄소수 1 내지 20의 알킬기를 가지면서, 탄소수 6 내지 20의 아릴기로 이루어진 군으로부터 선택되는 것이 좋다. 또한, 상기 화학식 1의  $\text{Ar}_2$ ,  $\text{Ar}_3$ 는 각각 독립적으로 수소, 페닐, 스틸벤, 페닐스틸벤, 및 디페닐스틸벤으로 이루어지는 군에서 선택되는 것이 좋다.

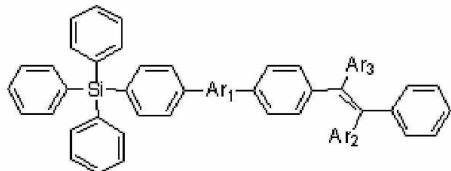
[0040] 본 발명에 따른 유기 실란계 화합물은 실리콘을 도입함으로써 LUMO(lower unoccupied molecular orbital)를 낮출 수 있고, 실리콘 원소가 d-오비탈에 관여하기 때문에 상대적으로 짧은  $\pi$ -전류케이션 길이를 가진다. 또한, 실릴 유도체가 전자 당김체로 작용하고 밴드갭(band gap)을 증가시킴으로써 청색 발광을 내는 발광체로 사용하기에 적합하다. 나아가, 실리콘을 도입함으로써 실리콘을 포함하는  $\pi$ -전자시스템에서 효과적인 전자 수송 물질(electron transport material)로 작용할 수 있다.

[0041] 본 발명에 따른 유기 실란계 화합물은 상기 화학식 1에서 4가의 실리콘 화합물이 모두 같은 평면 위에 존재하지 않기 때문에 분자간의 패킹을 막아줌으로써 농도 소광(concentration quenching)을 억제하여 발광 효율을 증가시키는 역할을 한다. 또한, 본 발명에서 도입되는 페닐 실리콘은 전극과의 계면 특성 및 박막형성능력을 향상 시켜준다. 그리고 상기 화학식 1에서 스틸벤이 붙은 안트라센의 도입은 분자간 패킹을 막아 줌으로서 발광 효율을 증가시킬 수 있을 뿐 아니라, 스틸벤이 붙은 안트라센은 발광 효율이 우수한 그룹이다.

[0042] 아래에서는 본 발명에 따른 실란계 화합물의 구체적인 예들을 살펴본다. 하기의 예들은 본 발명을 설명하기 위한 예시일 뿐이므로, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.

[0043] 상기 화학식 1에서  $n$ 이 1 일 경우 하기 화학식 1-1의 구조를 갖는다.

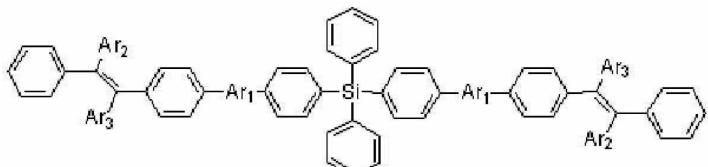
[0044] [화학식 1-1]



[0045]

[0046] 상기 화학식 1에서  $n \leq 2$  일 경우, 하기 화학식 1-2의 구조를 갖는다.

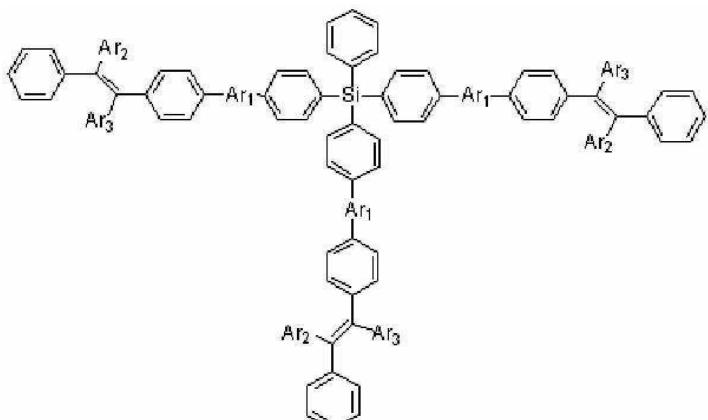
[0047] [화학식 1-2]



[0048]

[0049] 상기 화학식 1에서  $n \leq 3$  일 경우, 하기 화학식 1-3의 구조를 갖는다.

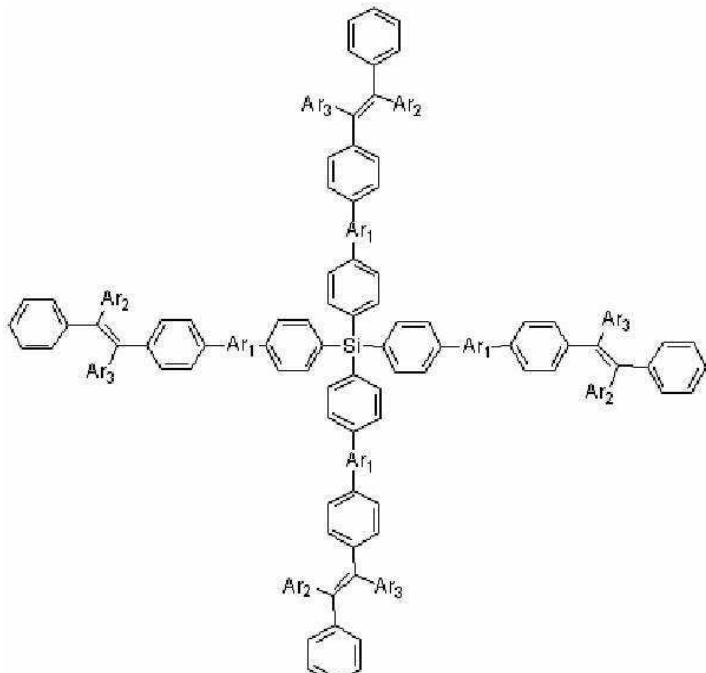
[0050] [화학식 1-3]



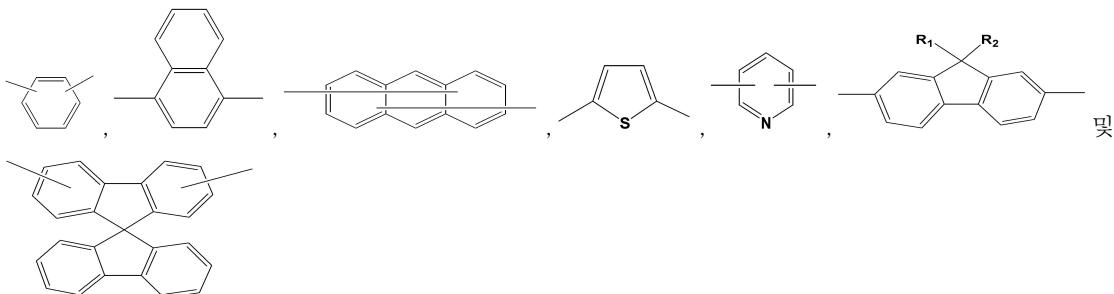
[0051]

[0052] 상기 화학식 1에서  $n \leq 4$  일 경우, 하기 화학식 1-4의 구조를 갖는다.

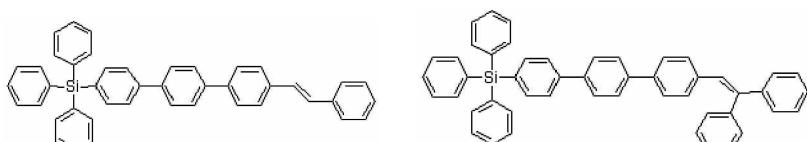
[0053] [화학식 1-4]



[0054]

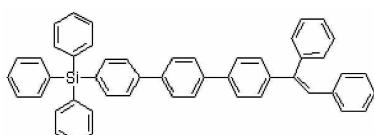
[0055] 한편, 본 발명에 따른 실란계 화합물에서 사용되는 중간체, Ar<sub>1</sub>은 다음과 같은 구조를 가질 수 있다.

[0056] 삭제

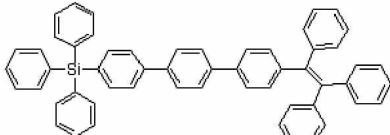
[0057] 위의 구조에서 R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>는 탄소수 1 내지 20의 알킬기를 가지면서, 탄소수 6내지 20의 아릴기로 이루어진 군으로부터 선택되는 것이다.[0058] 상기 화학식 1에서 Ar<sub>2</sub>, Ar<sub>3</sub>은 각각 독립적으로 프로톤, 페닐 등으로 이루어진 군으로부터 선택된다.[0059] 상기 화학식 1에서 n이 1 즉, 1-브랜치(branch)를 가지는 구조에 한하고, Ar<sub>1</sub>은 이고, Ar<sub>2</sub>, Ar<sub>3</sub>가 각각 수소, 페닐이면 구조식은 다음과 같다.

[0060]

[0061] 화합물 1



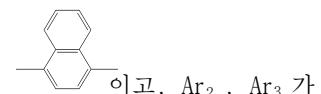
화합물 2



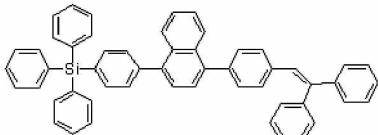
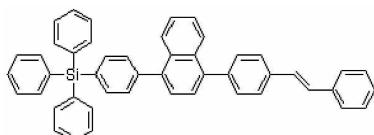
[0062]

[0063] 화합물 3

화합물 4



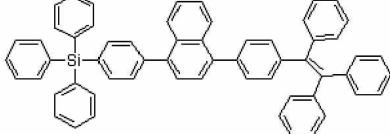
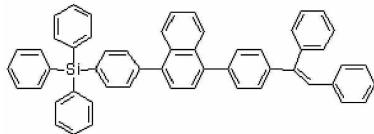
[0064] 상기 화학식 1에서  $n=1$  즉, 1-브랜치(branch)를 가지는 구조에 한하고,  $Ar_1$ 은 각각 수소, 페닐이면 구조식은 다음과 같다.



[0065]

화합물 5

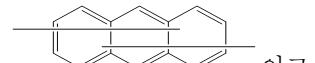
화합물 6



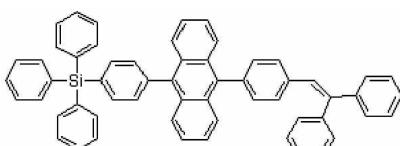
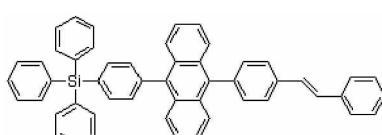
[0066]

화합물 7

화합물 8



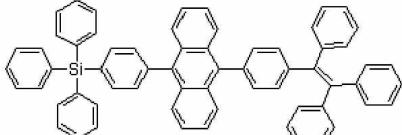
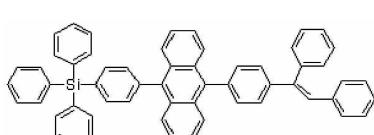
[0069] 상기 화학식 1에서  $n=1$  즉, 1-브랜치(branch)를 가지는 구조에 한하고,  $Ar_1$ 은  $Ar_2$ ,  $Ar_3$ 가 각각 수소, 페닐이면 구조식은 다음과 같다.



[0067]

화합물 9

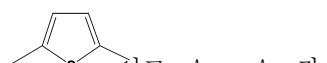
화합물 10



[0068]

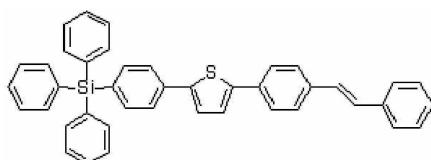
화합물 11

화합물 12

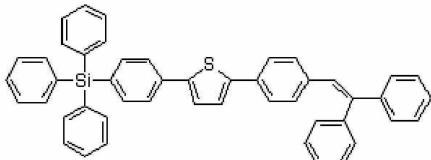


[0074] 상기 화학식 1에서  $n=1$  즉, 1-브랜치(branch)를 가지는 구조에 한하고,  $Ar_1$ 은  $Ar_2$ ,  $Ar_3$ 가

각각 수소, 페닐이면 구조식은 다음과 같다.

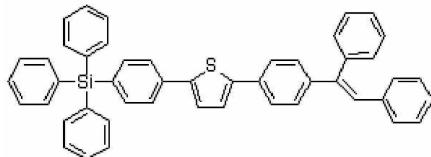


[0075]

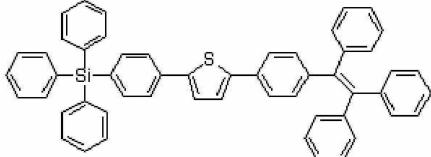


화합물 13

화합물 14

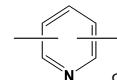


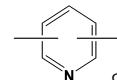
[0077]

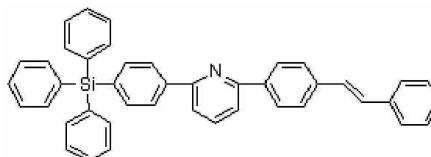


화합물 15

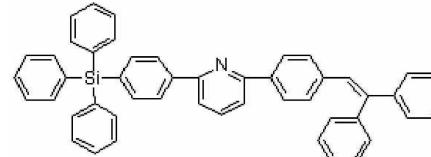
화합물 16



[0079] 상기 화학식 1에서  $n=1$  즉, 1- 브랜치(branch)를 가지는 구조에 한하고,  $Ar_1$ 은 이고,  $Ar_2$ ,  $Ar_3$  가 각각 수소, 페닐이면 구조식은 다음과 같다.

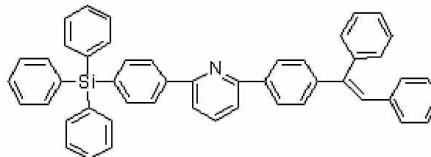


[0080]

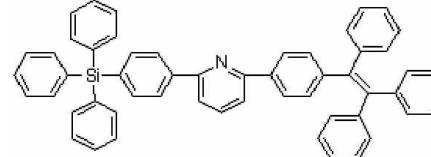


화합물 17

화합물 18

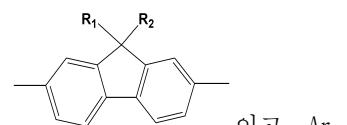


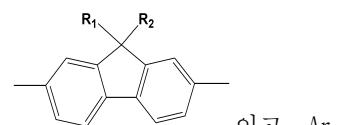
[0082]

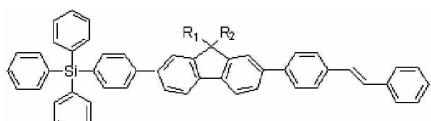


화합물 19

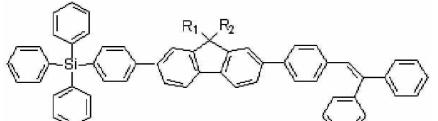
화합물 20



[0084] 상기 화학식 1에서  $n=1$  즉, 1- 브랜치(branch)를 가지는 구조에 한하고,  $Ar_1$ 은 이고,  $Ar_3$  가 각각 수소, 페닐이면 구조식은 다음과 같다.

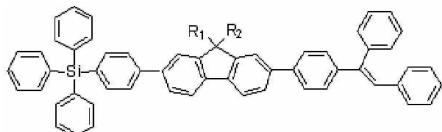


[0085]



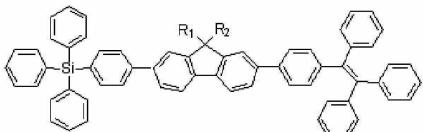
화합물 21

화합물 22

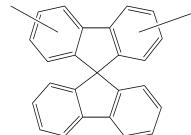


[0087]

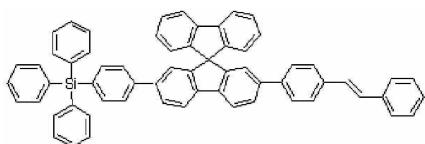
화합물 23



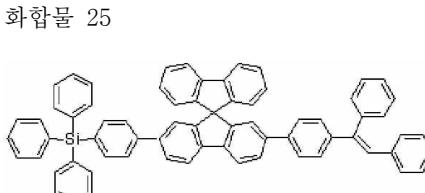
화합물 24

이고,  $Ar_2$ ,

[0089] 상기 화학식 1에서  $n=1$  즉, 1- 브랜치(branch)를 가지는 구조에 한하고,  $Ar_1$ 은  $Ar_3$  가 각각 수소, 페닐이면 구조식은 다음과 같다.



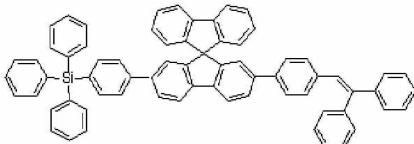
[0090]



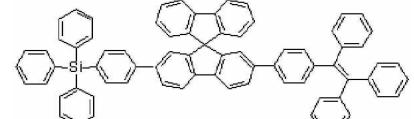
[0092]



[0093]



화합물 26



화합물 28

[0094] 상기 화학식 1에서  $n=2, 3, 4$ 일 때의 구체적인 구조식은 상기  $n=1$ 일 때의 구조식을 살펴보면 충분히 알 수 있으므로, 설명을 생략한다.

[0095] 이하에서는 본 발명에 따른 발광물질을 설명한다.

[0096] 본 발명은 상기 화학식 1의 유기 실란계 화합물을 포함하는 발광물질을 제공한다. 상기 화학식 1의 화합물이 함유된 발광물질이라면 모두 본 발명에 포함된다.

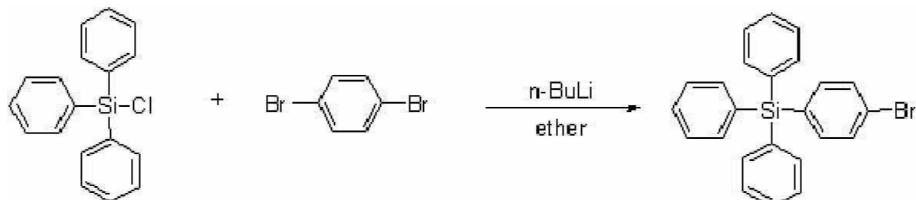
[0097] 일례로, 유기전기발광소자에서 사용되는 발광물질을 들 수 있다.

[0098] 청색계 발광물질인 경우의 예로는, 제한되지 않으나 상기 화학식 1의 화합물이 포함되고, (4,4'-비스(2,2-디페닐-에텐-1-일)디페닐(DPVBi), 비스(스티릴)아민(DSA)계, 비스(2-메틸-8-퀴놀리놀라토)(트리페닐실록시)알루미늄(III)(SA1q), 비스(2-메틸-8-퀴놀리놀라토)(파라-페놀라토)알루미늄(III)(BA1q), 비스(살렌)진크(II), 1,3-비스[4-(N,N-디메틸아미노)페닐-1,3,4-옥사디아조릴]벤젠(ODX8), 3-(비페닐-4-일)-5-(4-디메틸아미노)4-(4-에틸페닐)-1,2,4-트리아졸(p-EtTAZ), 3-(4-비페닐)-4-페닐-5-(4-터셔리-부틸페닐)-1,2,4-트리아졸(TAZ), 2,2',7,7'-테트라akis(비-페닐-4-일)-9,9'-스페로플루오렌(Spiro-DPVBi), 트리스(파라-터-페닐-4-일)아민(p-TTA), 5,5-비스(디메지틸보릴)-2,2-비티오펜(BMB-2T) 및 퍼릴렌(perylene) 등이 더 포함될 수 있고, 특히 (4,4'-비스(2,2-디페닐-에텐-1-일)디페닐(DPVBi), 비스(스티릴)아민(DSA)계가 바람직하다.

[0099] 적색계, 녹색계 발광물질의 경우에, 상기 화학식 1의 화합물이 포함되고, 본 기술분야에서 사용되는 적색계, 녹색계 발광물질이 더 포함될 수 있다. 본 기술분야에서 사용되는 적색, 녹색계 발광물질은 잘 알려져 있으므로 자세한 설명은 생략한다.

- [0100] 이하에서는 본 발명에 따른 유기전기발광소자를 설명한다.
- [0101] 본 발명에 따른 유기전기발광소자는 양극, 음극 및 발광층을 포함하는 유기전기발광소자에 있어서, 상기 발광층은 전술한 발광물질을 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0102] 도 5는 본 발명의 일실시예에 따른 유기전기발광소자를 도시한 도로서, 기판(1), 양극(anode, 2), 정공전달층(3), 발광층(4), 전자전달층(5), 음극(cathode, 6)을 구비한다.
- [0103] 상기 양극(2) 재료의 예로는 ITO, IZO, 주석 옥사이드, 아연 알루미늄 옥사이드, 및 티타늄 니트라이드 등의 금속 옥사이드 또는 금속 니트라이드; 금, 백금, 은, 구리, 알루미늄, 니켈, 코발트, 리드, 몰리브덴, 텉스텐, 탄탈륨, 니오븀 등의 금속; 이러한 금속의 합금 또는 구리 요오드화물의 합금; 폴리아닐린, 폴리티오펜, 폴리페릴, 폴리페닐렌비닐렌, 폴리(3-메틸티오펜), 및 폴리페닐렌설파가드 등의 전도성 중합체가 있다. 상기 양극(2)은 전술한 재료들 중 한 가지 타입으로만 형성되거나 또는 복수개의 재료의 혼합물로도 형성될 수 있다. 또한, 동일한 조성 또는 상이한 조성의 복수개의 층으로 구성되는 다층 구조가 형성될 수 있다.
- [0104] 상기 정공 전달층(3)은 4,4'-비스[N-(1-나프틸)-N-페닐-아미노]-바이페닐(NPD)나 N,N'-디페닐-N,N'-비스(3-메틸페닐)-1,1'-바이페닐-4,4'-디아민(TPD) 등의 물질을 사용할 수 있다.
- [0105] 상기 발광층(4)은 전술한 발광물질을 포함하여 이루어진 것을 특징으로 하며, 자세히 전술하였고, 본 기술분야에서 잘 알려진 구성이므로 설명을 생략한다.
- [0106] 상기 전자전달층(5)은 아릴 치환된 옥사디아졸, 아릴-치환된 트리아졸, 아릴-치환된 웬안트롤린, 벤족사졸, 또는 벤즈시아졸 화합물을 포함할 수 있으며, 예를 들면, 1,3-비스(N,N-t-부틸-페닐)-1,3,4-옥사디아졸(ODX-7); 3-페닐-4-(1'-나프틸)-5-페닐-1,2,4-트리아졸(TAZ); 2,9-디메틸-4,7-디페닐-웬안트롤린(바소큐프로인 또는 BCP); 비스(2-(2-하이드록시페닐)-벤족사졸레이트)징크; 또는 비스(2-(2-하이드록시페닐)-벤즈시아졸레이트)아연; 전자 수송 물질은 (4-비페닐)(4-t-부틸페닐)옥시디아졸(PDB)과 트리스(8-퀴놀리나토)알루미늄(III)(Alq3)를 사용할 수 있으며, 바람직하게는 트리스(8-퀴놀리나토)알루미늄(III)(Alq3)가 바람직하다.
- [0107] 본 발명의 음극(6)은 Al, Ca, Mg, Ag 등 일함수가 낮은 금속을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 Al을 사용하는 것이 바람직하다.
- [0108] 이하에서는 본 발명의 일실시예에 따른 유기 실란계 화합물의 합성 예, 유기전기발광소자의 제조 예를 통하여 본 발명을 더 상세하게 설명한다.
- [0109] **합성 예**
- [0110] **합성 예 1: 화합물 10의 제조**
- [0111] 4-브로모페닐-트리페닐실란의 제조
- [0112] 하기 반응식 1과 같이, 디브로모벤젠 4g(17mmol)을 에테르에 녹이고, 온도를 낮추어 n-BuLi를 첨가한 다음, 여기에 트리클로로페닐실란을 첨가하여 상온에서 반응하였다. 반응이 끝난 후 반응물을 에테르를 이용하여 추출한 후 용매를 감압하여 제거하였다. 생성물을 칼럼으로 분리한 후 감압여과하여 건조하였다. 66% 수율;  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , ppm): 7.54-7.5(m, Ar-H), 7.45(Ar-H), 7.40-7.35(m, Ar-H). IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ): 1568, 1477-1376, 1110, 810, 727, 698. MS (EI) (calcd for  $\text{C}_{24}\text{H}_{19}\text{BrSi}$ , 414; Found: 414).

## 반응식 1

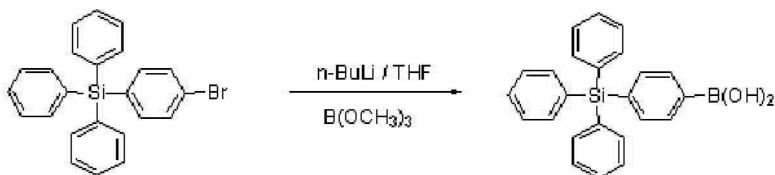


[0113]

## [0114] 4-페닐보로닉액시드트리페닐실란의 제조

[0115] (4-브로모페닐)-트리페닐실란 8.3g(20mmol)을 THF에 녹이고 온도를 낮추어 n-BuLi을 첨가한다. 여기에 트리메틸보레이트를 첨가하고 상온에서 반응하였다. 묽은 염산에 끓고 30분 교반하였다. 염화메틸로 추출한 후 감압하에서 용매를 제거하고, 생성물을 칼럼으로 분리한 후, 감압여과하여 건조하였다 : 50% 수율;  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ ): 7.54(6H, Ar-H), 7.5(2H, Ar-H), 7.4(2H, Ar-H), 7.36(9H, Ar-H), 2.0 (s, 2H, B-(OH)<sub>2</sub>). IR (KBr,  $\text{cm}^{-1}$ ): 1589, 1491, 1374-1277, 829, 725, 695. MS (EI) (calcd for  $\text{C}_{24}\text{H}_{21}\text{BO}_2\text{Si}$ , 380.14; found, 381).:

## 반응식 2

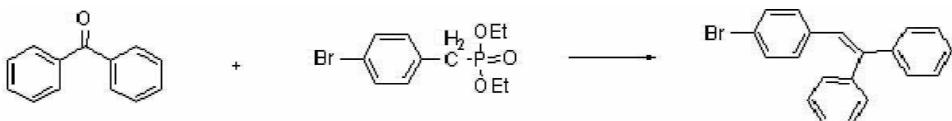


[0116]

## [0117] 1,1-디페닐-2-(4-브로모페닐)에텐의 제조

[0118] 하기 반응식 13과 같이, 벤조페논 11.8g(65mmol), 4-브로모벤질(디에틸포스포네이트) 20g, NaH, 18-crown-6을 THF에 녹이고, 24시간 환류하여 반응하였다. 반응이 끝난 후 반응물을 에테르를 이용하여 추출한 후 용매를 감압하여 제거하였다. 생성물을 칼럼으로 분리한 후 감압여과하여 건조하였다. 75% 수율; MS (EI) (calcd for  $\text{C}_{20}\text{H}_{15}\text{Br}$ , 334.04; Found: 334).:

## 반응식 3

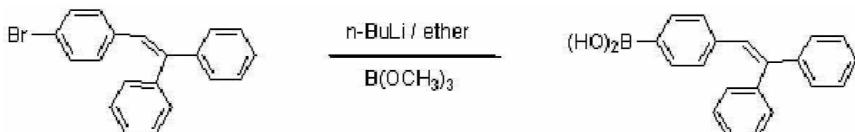


[0119]

## [0120] 1,1-디페닐-2-(4-디하이드록시보론페닐)에텐의 제조

[0121] 하기 반응식 4와 같이, 1,1-디페닐-2-(4-브로모페닐)에텐 16.7g(50mmol)을 에테르에 녹이고, 온도를 저온으로 떨어뜨린 다음 n-BuLi을 첨가한 후, 트리메틸보레이트를 첨가한다. 반응물을 냉각시킨 후, 묽은 염산용액에 끓고 30분동안 교반하였다. 염화메틸로 추출한 후 감압하에서 용매를 제거하였다. 생성물을 칼럼으로 분리한 후 감압여과하여 건조하였다 : 50% 수율 MS (EI) (calcd for  $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{BO}_2$ , 300.13; Found: 300).:

## 반응식 4



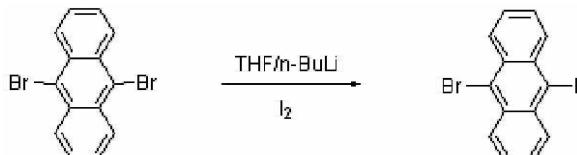
[0122]

[0123] 삭제

[0124] 9-브로모-10-아이오도-안트라센의 제조

디브로모안트라센 15g(44.6mmol)을 THF에 녹이고 온도를 낮추어 n-BuLi을 첨가한다. 여기에 아이오딘을 첨가하고 저온에서 반응하였다. 염화메틸로 추출한 후 감압하에서 용매를 제거하고, 생성물은 칼럼으로 분리한 후, 감압여과하여 건조하였다 : 90% 수율; MS (EI) (calcd for C<sub>14</sub>H<sub>8</sub>BrI, 381.89; found, 382).:

## 반응식 5

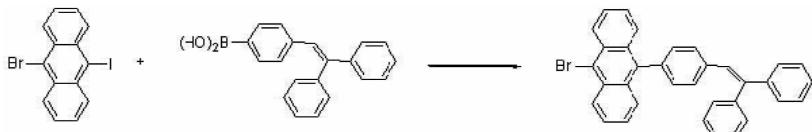


[0126]

[0127] 10-브로모-9-(1'-페닐스틸렌)안트라센의 제조

하기 반응식 8과 같이, 상기와 같이 제조된 9-브로모-10-아이오도-안트라센의 12.2g(32mmol), 1,1-디페닐-2-(4-디하이드록시보론페닐)에텐의 9.2g, 2몰의 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Pd(PPh<sub>3</sub>)<sub>4</sub> 및 틀루엔을 넣고 10 시간 동안 환류시켰다. 염화메틸로 추출하고 용매를 제거한 후, 헥산으로 칼럼하였다. 98% 수율; MS (EI) (calcd for C<sub>34</sub>H<sub>23</sub>Br, 510.1; Found: 510).

## 반응식 6

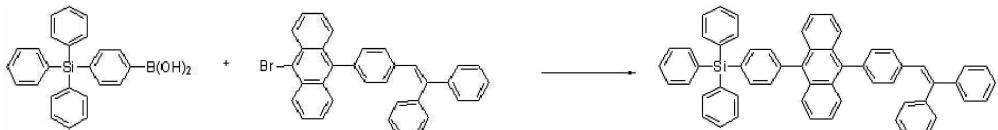


[0129]

[0130] 화합물 10의 제조

하기 반응식 7과 같이, 상기와 같이 제조된 10-브로모-9-(1'-페닐스틸렌)안트라센 1.7g(3.3mmol), 4-페닐보로닉 액시드트리페닐실란 1.9g, 2몰의 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, Pd(PPh<sub>3</sub>)<sub>4</sub> 및 틀루엔을 넣고 10 시간 동안 환류시켰다. 염화메틸로 추출하고 용매를 제거한 후, 헥산으로 칼럼하였다. 68% 수율; MS (EI) (calcd for C<sub>53</sub>H<sub>42</sub>Si, 766.31; Found: 766).

## 반응식 7



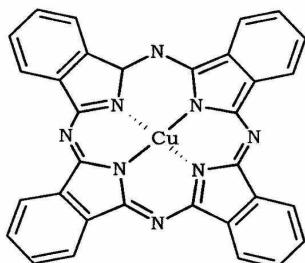
[0133] 상기와 같이 제조된 화합물 10의 UV 및 PL 강도를 도 1에 나타내고, CIE 색좌표를 도 2에 도시하였다.

[0134] 소자의 제작

[0135] 실시예 1: 화합물 10을 청색 발광층 물질로 사용한 청색 유기전기발광소자의 제조

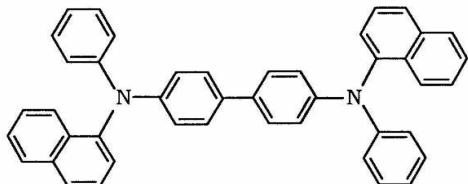
[0136] 도 5에 도시한 바와 같이, 유리 기판(1) 상에 ITO 전극(2)을 형성한 다음, UV-오존 크리닝 혹은 산소 프라즈마 크리닝을 거친 후, 이 상부에 정공 주입층으로 하기 화학식 2-1의 구조를 갖는 CuPc(phthalocyanine copper complex)를 100Å 두께로 증착시켰다. 여기에 정공 전달층(3)으로 하기 화학식 2-2의 구조를 갖는 NPD(N,N'-bis(naphthalen-1-yl)-N,N'-bis(phenyl)benzidine)를 400Å의 두께로 증착시킨 후, 청색 발광물질로 합성예 1에서 얻은 화합물 10을 300Å 두께의 발광층(4)을 형성시켰다. 전자 전달층(5)으로 하기 화학식 2-3의 구조를 갖는 Alq3 (tris-(8-hydroxyquinoline) aluminium(III))을 300Å 두께로 진공 증착하였다. 그 후 상부에 Al:Li 층(6)을 진공증착하여 1000Å 두께의 알루미늄·리튬 전극을 형성함으로써 청색 유기전기발광소자를 제조하였다. 실시예에 사용한 장비는 브이티에스사의 EL증착기를 사용하였다.

[0137] [화학식 2-1]



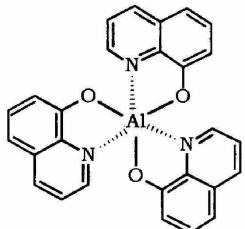
[0138]

[0139] [화학식 2-2]



[0140]

[0141] [화학식 2-3]

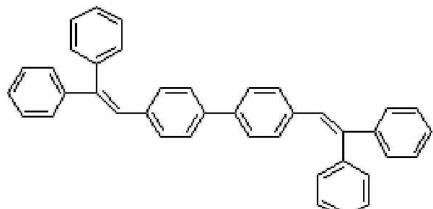


[0142]

[0143] 비교예 1: 청색 유기전기발광소자의 제조

[0144] 발광층(4)을 형성할 때, 합성예 1에서 얻은 화합물 10 대신에 하기 화학식 2-4의 구조를 갖는 DPVB1를 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법에 따라 실시하여 청색 유기전기발광소자를 제조하였다.

[0145] [화학식 2-4]



[0146]

[0147] 상기와 같이 제조된 실시예 및 비교예의 유기전기발광소자에 대한 특성, 즉 구동전압, 색좌표, 효율을 다음과 같이 측정하였고, 그 결과를 표 1에 나타내었다.

[0148] 1) 구동전압

[0149] 제조된 유기전기발광소자에 대하여 전압변화에 따른 전류밀도의 변화를 측정하였다. 측정은 전류밀도를  $2.5\text{mA}/\text{cm}^2$ 에서부터  $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 까지  $2.5\text{mA}$ 씩 증가시키면서 전류-전압계(Kethley SMU 236)를 이용하여 단위소자에 흐르는 전류값을 측정하였다.

[0150] 2) 색좌표

[0151] 제조된 유기전기발광소자에 대하여 전류밀도를  $2.5\text{mA}/\text{cm}^2$ 에서부터  $100\text{mA}/\text{cm}^2$ 까지  $2.5\text{mA}$ 씩 증가시키면서 색도계(Minolta CS-100A)를 이용하여 측정하였다.

[0152] 3) 효율

[0153] 위에서 측정한 휘도와 전류밀도를 이용하여 발광효율을 계산하였다.

[0154] 4) ELmax

[0155] 전원 공급 장치(Kethley SMU 236)에서 전원을 공급하고 포토다이오드(Ocean Optics)에서 측정한 스펙트럼의 최고의 강도(intensity)에서 파장을 ELmax로 정하였다.

[0156] [표 1]

	ELmax	구동전압	색좌표	발광효율	전력효율
비교예 1	465nm @ $10\text{mA/cm}^2$	9V @ $10\text{mA/cm}^2$	(0.15, 0.16) @ $10\text{mA/cm}^2$	3.12cd/A @ $10\text{mA/cm}^2$	1.11 $\text{lm/W}$ @ $10\text{mA/cm}^2$
실시예 1	467nm @ $10\text{mA/cm}^2$	9.1V @ $10\text{mA/cm}^2$	(0.15, 0.11) @ $10\text{mA/cm}^2$	3.7cd/A @ $10\text{mA/cm}^2$	1.27 $\text{lm/W}$ @ $10\text{mA/cm}^2$

### 발명의 효과

[0158] 본 발명은 청색 발광물질로 특히 사용하기에 적합한 유기 실란계 화합물과 청색 발광 효율 및 색좌표가 우수한 유기 실란계 화합물을 포함하는 발광물질 및 유기 실란계 화합물을 포함한 물질로 이루어진 유기전기발광소자를 제공하는 발명의 효과를 갖는다. 특히 실란계 화합물은 우수한 열적 안정성을 가지면서 유기전기발광소자에서 청색 발광물질로 사용 가능하다.

### 도면의 간단한 설명

[0001] 도 1은 본 발명의 합성예 1에 따른 화합물 10을 사용한 용액상태의 UV 및 PL 스펙트럼을 나타낸 그래프이다.

[0002] 도 2는 본 발명의 합성예 1에 따른 화합물 10을 사용한 용액 상태의 CIE 색좌표를 나타낸 그래프이다.

[0003] 도 3는 본 발명의 합성예 1에 따른 화합물 10을 사용한 TGA 데이터를 나타낸 그래프이다.

[0004] 도 4는 본 발명의 합성예 1에 따른 화합물 10을 사용한 EL 스펙트럼을 나타낸 그래프이다.

[0005] 도 5는 본 발명의 실시예 1에 따른 유기전기발광소자를 나타낸 개략도이다.

\* 도면의 부호에 대한 간단한 설명 \*

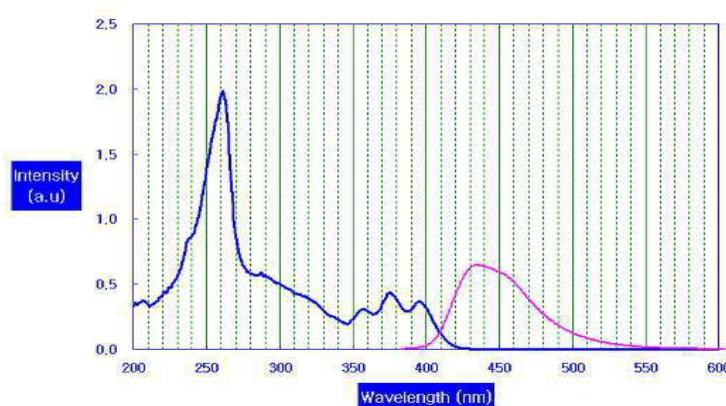
[0007] 1: 기판 2: 양극(anode)

[0008] 3: 정공 전달층 4: 발광층

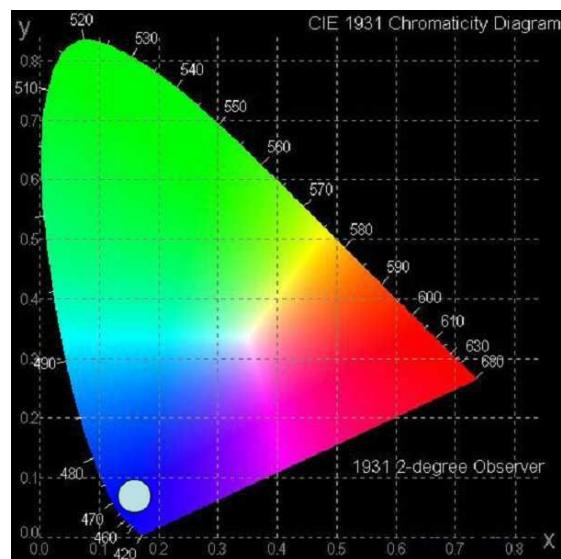
[0009] 5: 전자 전달층 6: 음극(cathode)

### 도면

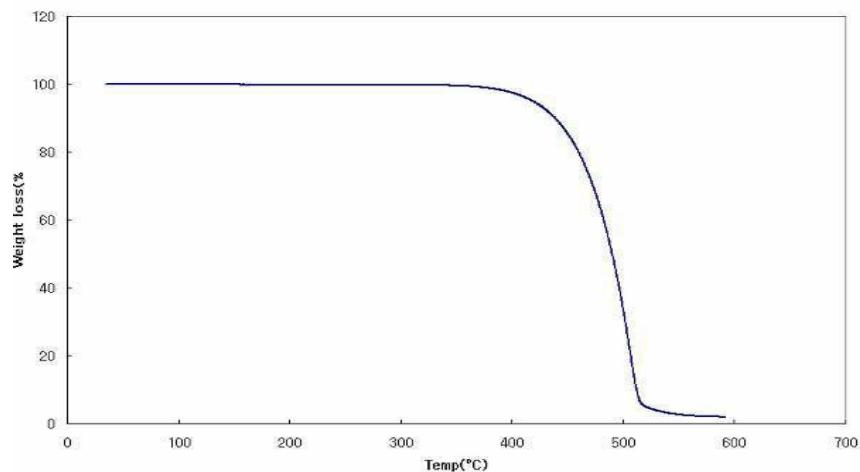
#### 도면1



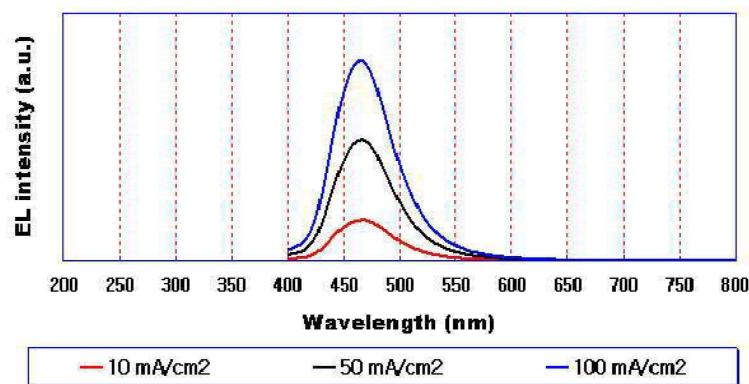
## 도면2



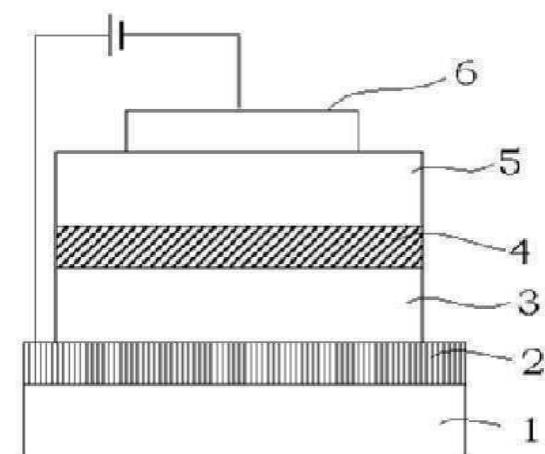
## 도면3



## 도면4



## 도면5



专利名称(译)	标题 : 有机硅烷化合物 , 含有它的发光材料和有机电致发光器件		
公开(公告)号	<a href="#">KR101307622B1</a>	公开(公告)日	2013-09-12
申请号	KR1020060085845	申请日	2006-09-06
[标]申请(专利权)人(译)	东友精细化工有限公司		
申请(专利权)人(译)	东宇精细化工有限公司		
当前申请(专利权)人(译)	东宇精细化工有限公司		
[标]发明人	LEE DEUG SANG 이득상 GO KYOUNG MOON 고경문 LEE JONG SOON 이종순		
发明人	이득상 고경문 이종순		
IPC分类号	C09K11/06 C09K C07F C07F7/02		
CPC分类号	C07F7/0805 C07F7/0812 C09K11/06 C09K2211/1014 C09K2211/1022 C09K2211/1029 C09K2211/1092 H01L51/0094 H01L51/5012		
其他公开文献	KR1020080022429A		
外部链接	<a href="#">Espacenet</a>		

#### 摘要(译)

提供基于有机硅烷的化合物以适合用作蓝色电致发光材料 , 并且具有优异的蓝色电致发光效率和色坐标。有机硅烷类化合物具有下式1表示的结构 , 其中n为1-4的整数 , Ar 1选自C 6-24芳族化合物 , 含不饱和脂肪族基的C 6-30芳族化合物和C 2-。24个不饱和杂环化合物 , Ar 2和Ar 3各自独立地选自氢 , C 6-24芳族化合物和含不饱和脂族基的C 6-30芳族化合物。

