



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0003927
(43) 공개일자 2019년01월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01L 51/00 (2006.01) H01L 51/52 (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01L 51/006 (2013.01)
H01L 51/0003 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0034007
(22) 출원일자 2018년03월23일
심사청구일자 없음
(30) 우선권주장
1020170083479 2017년06월30일 대한민국(KR)

(71) 출원인
덕산네오룩스 주식회사
충청남도 천안시 서북구 입장면 쌍골길 21-32
(72) 발명자
박용욱
경기도 안성시 공도읍 공도로 142 106동 602호
(만정리, 디자인시티블루밍아파트)
이제우
경기도 고양시 덕양구 백양로 108 (화정동, 은빛
마을11단지) 1109동 1803호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인(유한)유일하이스트

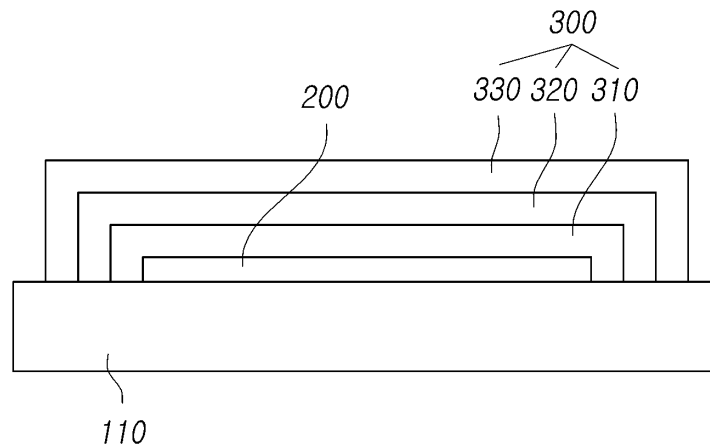
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 유기발광소자 봉지용 조성물 및 이를 포함하는 유기발광 표시장치

(57) 요약

본 발명은 외부에서 침투되는 수분과 산소를 막아 장치용 부재의 신뢰성을 향상시킬 수 있는 유기전기발광소자용 봉지용 조성물 및 이를 포함하는 봉지화된 장치를 제공한다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

H01L 51/0008 (2013.01)

H01L 51/0058 (2013.01)

H01L 51/5237 (2013.01)

(72) 발명자

강문성

충청남도 천안시 서북구 성거읍 천홍3길 19-1 12
동 304호 (천홍리, 신비텔)

박윤석

경기도 안양시 동안구 귀인로 213, 107동 703호

문성윤

충청남도 천안시 서북구 부성8길 29 (두정동, 계룡
리슈빌아파트), 104동 1302호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 R0004227

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술진흥원

연구사업명 지역특화산업육성

연구과제명 Flexible OLED의 유연봉지를 위한 인쇄용 유연 유기 봉지소재 개발

기 여 율 1/1

주관기관 덕산네오룩스 주식회사

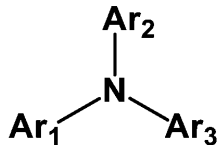
연구기간 2016.08.01 ~ 2017.07.31

명세서

청구범위

청구항 1

(A) 하기 화학식 1로 표시되는 자외선 차단제 1중량% 내지 10중량%, (B) 디(메트)아크릴레이트 20중량% 내지 70중량%, (C) 모노(메트)아크릴레이트 5중량% 내지 40중량% 및 (D)개시제 1중량% 내지 10중량%를 포함하는 유기발광소자 봉지용 조성물.



화학식 1

상기 화학식 1에서,

1) Ar_1 , Ar_2 및 Ar_3 은 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며 $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; O, N, S, Si 및 P 중 적어도 하나의 헤테로원자를 포함하는 $C_2\sim C_{60}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 지방족고리와 $C_6\sim C_{30}$ 의 방향족고리의 융합고리기; $C_1\sim C_{60}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{60}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{60}$ 의 알킨일기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴옥시기; $L'-N(Ar_4)(Ar_5)$ 중 어느 하나로 선택되고,

2) L' 은 단일결합; $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴렌기; $C_2\sim C_{60}$ 의 헤테로고리기; 플루오렌일렌기; $C_3\sim C_{30}$ 의 지방족고리와 $C_6\sim C_{30}$ 의 방향족고리의 융합고리기 중 어느 하나로 선택되고,

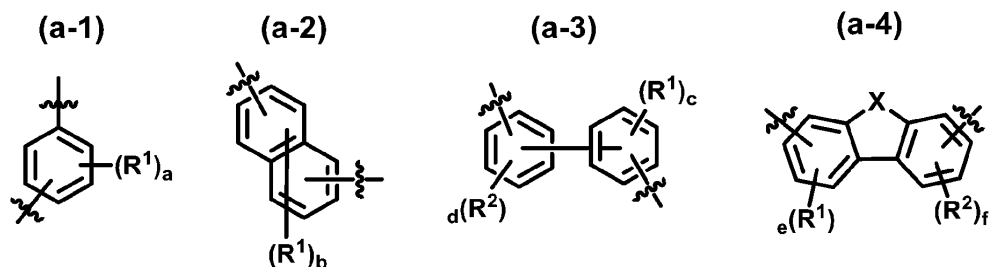
3) Ar_4 , Ar_5 는 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며 $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; O, N, S, Si 및 P 중 적어도 하나의 헤테로원자를 포함하는 $C_2\sim C_{60}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 지방족고리와 $C_6\sim C_{30}$ 의 방향족고리의 융합고리기; $C_1\sim C_{60}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{60}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{60}$ 의 알킨일기; $C_1\sim C_{60}$ 의 알콕시기; $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴옥시기 중 어느 하나로 선택된다.

상기 Ar_1 내지 Ar_5 및 L' 가 상기 아릴기, 플루오렌일기, 아릴렌기, 헤테로고리기, 융합고리기, 알킬기, 알켄일기, 알킨일기, 알콕시기, 아릴옥시기인, 플루오렌일렌기인 경우, 이들 각각은 할로젠; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 화학식 1의 L' 은 하기 화학식 (a-1) 내지 화학식 (a-4) 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.



상기 화학식 (a-1) 내지 화학식 (a-4)에서,

1) R^1 , R^2 는 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며, 서로 독립적으로 할로젠; 수소; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기 중 어느 하나로 선택되고,

2) a, c 및 d는 각각 0~4의 정수이고, b는 0~6의 정수이며, e 및 f는 0~3의 정수이고,

상기 a, b, c, d, e 및 f가 2 이상인 경우 각각 복수로서 서로 동일하거나 상이하며 복수의 R^1 끼리 혹은 복수의 R^2 끼리 혹은 이웃한 R^1 과 R^2 는 서로 결합하여 고리를 형성할 수 있으며,

3) X는 NR' , O, S 및 $CR'R''$ 중 어느 하나이고,

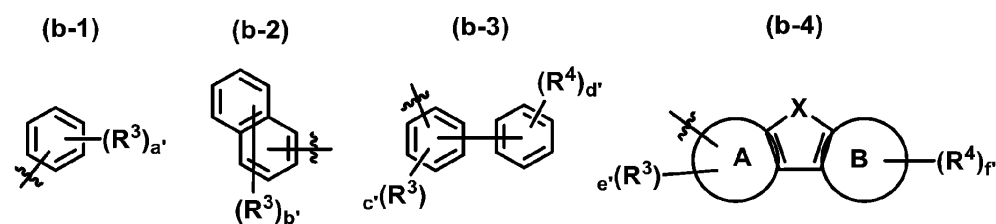
4) R' 및 R'' 은 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며 수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기; $C_2\sim C_{20}$ 의 헤테로고리기; $C_1\sim C_{20}$ 의 알킬기 중 어느 하나로 선택되고, R' 과 R'' 은 서로 결합하여 스파이로 고리를 형성할 수 있다.

상기 R^1 , R^2 , R' 및 R'' 이 상기 아릴기, 실란기, 실록산기, 알킬싸이오기, 알콕시기, 알킬기, 알켄일기, 알킨일기, 헤테로고리기, 플루오렌일기, 시클로알킬기, 아릴알킬기, 아릴알켄일기인 경우, 이들 각각은 할로젠; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 화학식 1의 Ar_4 및 Ar_5 는 하기 화학식 (b-1) 내지 화학식 (b-4) 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.



상기 화학식 (b-1) 내지 화학식 (b-4)에서,

- 1) R^3 , R^4 는 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며, 할로젠; 수소; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아틸기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아틸기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아틸기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기 중 어느 하나로 선택되고,
- 2) a' , d' , e' 은 0-5의 정수, b' 은 0-9의 정수 c' 은 0-4의 정수, f' 는 0-6의 정수이며,
상기 a' , b' , c' , d' , e' 및 f' 가 2 이상인 경우, 각각 복수로서 서로 동일하거나 상이하며 복수의 R^3 끼리 혹은 복수의 R^4 끼리 혹은 이웃한 R^3 와 R^4 는 서로 결합하여 방향족고리 또는 헤테로방향족 고리를 형성할 수 있고,
- 3) X 는 NR' , O , S 및 $CR'R''$ 중 어느 하나이고,
- 4) R' 및 R'' 은 $C_6\sim C_{20}$ 의 아틸기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{20}$ 의 헤테로고리기; $C_1\sim C_{20}$ 의 알킬기 중 어느 하나로 선택되며, R' 과 R'' 은 서로 결합하여 스파이로 고리를 형성할 수 있으며,
- 5) A환 및 B환은 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며 $C_6\sim C_{30}$ 의 아틸기, $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기 중 어느 하나로 선택된다.

상기 R^3 , R^4 , R' 및 R'' 이 상기 아틸기, 실란기, 실록산기, 시아노기, 니트로기, 알킬싸이오기, 알콕시기, 알킬기, 알켄일기, 알킨일기, 플루오렌일기, 헤테로고리기, 시클로알킬기, 아릴알킬기, 아릴알켄일기인 경우, 이들 각각은 할로젠; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아틸기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아틸기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아틸기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 화학식 1의 Ar_1 , Ar_2 , Ar_3 중 적어도 1개가 치환 또는 비치환된 플루오렌일기 유도체인 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 유기발광소자 봉지용 조성물은 광경화성 개시제를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 화학식 1로 표시되는 화합물 중 서로 상이한 화합물 2종 이상이 혼합되어 있는 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.

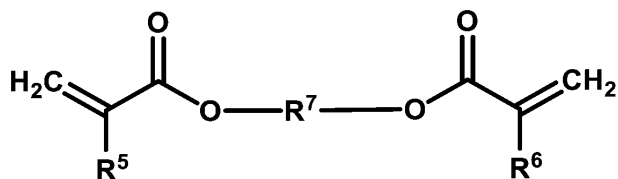
청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 (B)디(메트)아크릴레이트는 하기 화학식 2으로 표시되는 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용

조성물.

화학식 2



상기 화학식 2에서,

- 1) R^5 및 R^6 는 수소; 중수소; 삼중수소; $C_1\sim C_{60}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{60}$ 의 알케닐기; $C_1\sim C_{60}$ 의 알콕시기; 하이드록시기 중 어느 하나로 선택되고,
- 2) R^7 은 $C_1\sim C_{60}$ 의 알킬렌기; $C_6\sim C_{60}$ 아릴렌기; 플루오렌일렌기; $C_2\sim C_{60}$ 의 헤테로고리기 중 어느 하나로 선택된다.

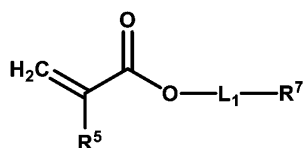
상기 R^5 내지 R^7 이 상기 알킬기, 알케닐기, 알콕시기, 하이드록시기, 알킬렌기, 아릴렌기, 플루오렌일렌기, 헤테로고리기인 경우 이들 각각은 할로젠; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 (C)모노(메트)아크릴레이트는 아래 하기 화학식 3으로 표시되는 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.

화학식 3



상기 화학식 3에서,

- 1) L_1 은 단일결합; $C_1\sim C_{26}$ 의 알킬렌기; $C_2\sim C_{26}$ 의 알케닐기; $C_1\sim C_{26}$ 의 알콕시기; $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴렌기; $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴옥시기 중 어느 하나로 선택되고,
- 2) R^5 는 수소; 중수소; 삼중수소; $C_1\sim C_{60}$ 의 알킬기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_2\sim C_{60}$ 의 알케닐기; $C_1\sim C_{60}$ 의 알콕시기; 하이드록시기 중 어느 하나로 선택되며,
- 3) R^7 은 $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴기; $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴옥시기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{60}$ 의 헤테로고리기 중 어느 하나로 선택된다.

상기 L_1 , R^5 및 R^7 이 상기 알킬렌기, 알킬기, 알케닐기, 알콕시기, 아릴렌기, 아릴옥시기, 시클로알킬기, 하이드록시기, 아릴기, 플루오렌일기, 헤테로고리인 경우 이들 각각은 할로젠; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는

비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1 \sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1 \sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1 \sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2 \sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2 \sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6 \sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6 \sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2 \sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3 \sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7 \sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8 \sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 유기발광소자 봉지용 조성물은 광안정제를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.

청구항 10

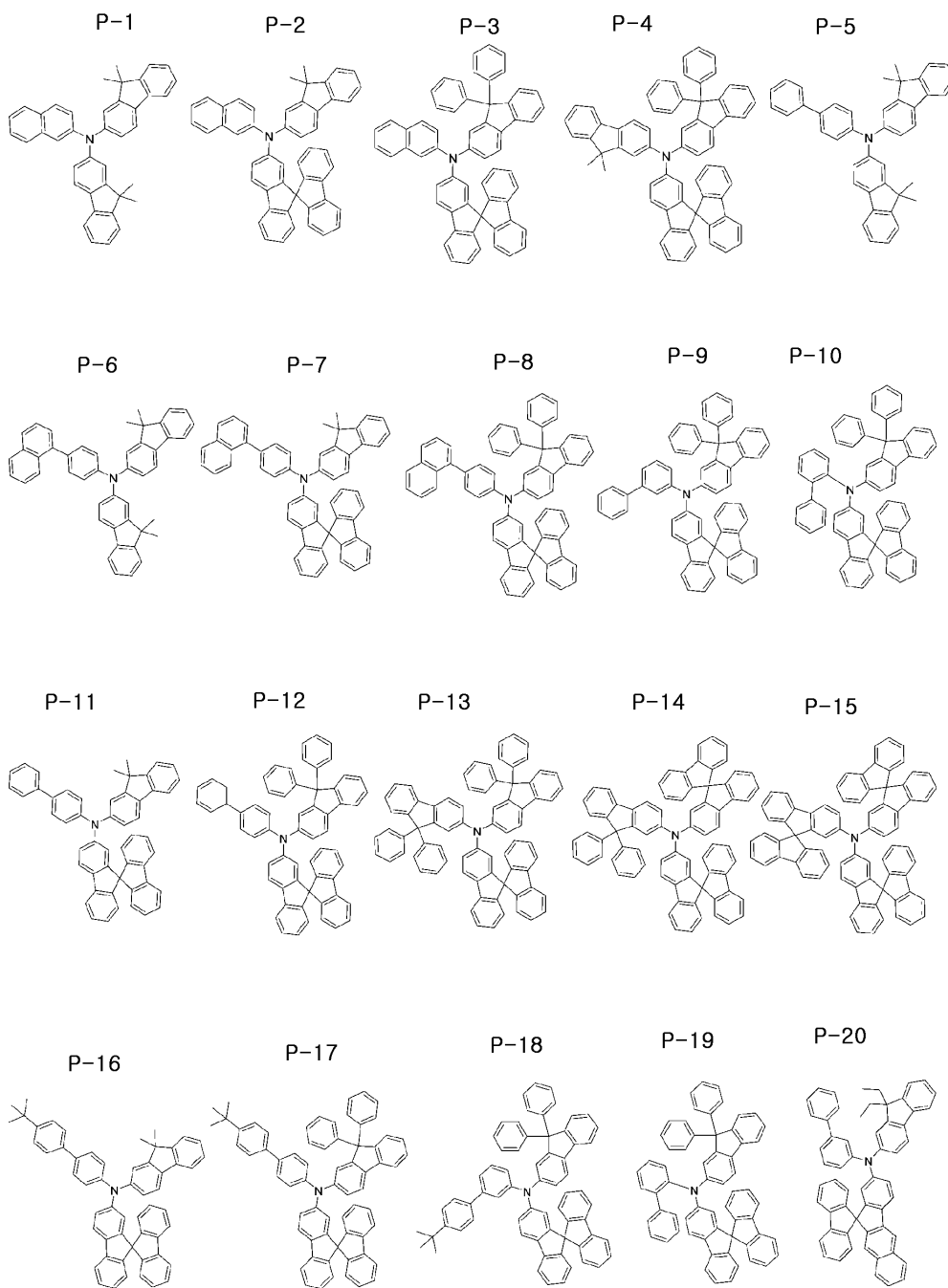
제 9항에 있어서,

상기 광안정제는 상기 (A)자외선 차단제, 상기 (B)디(메트)아크릴레이트, 상기 (C1)모노(메트)아크릴레이트 및 상기 (D)개시제의 총 함에 대해 0.1 내지 10 중량% 가 포함되는 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.

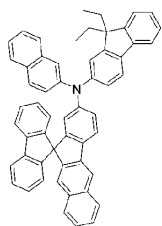
청구항 11

제 1항에 있어서,

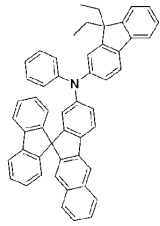
상기 화학식 1로 표시되는 화합물은 하기 화학식 나타내는 화합물 중 어느 하나인 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.



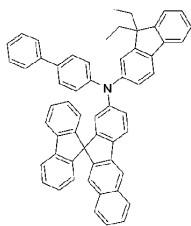
P-21



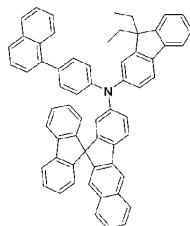
P-22



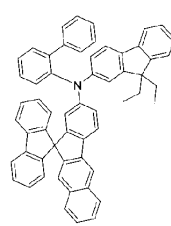
P-23



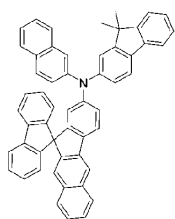
P-24



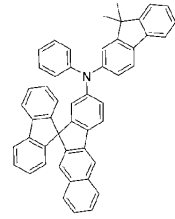
P-25



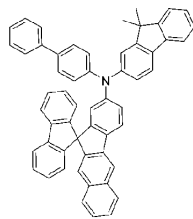
P-26



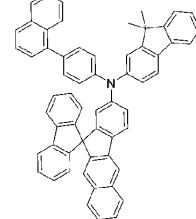
P-27



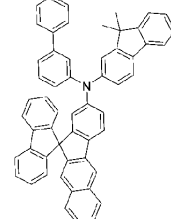
P-28



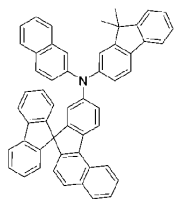
P-29



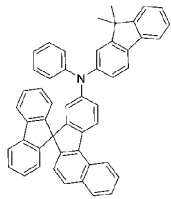
P-30



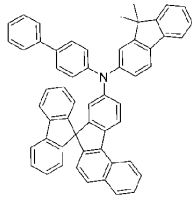
P-31



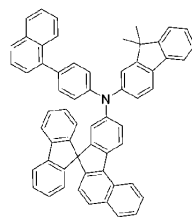
P-32



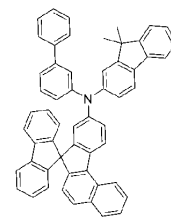
P-33



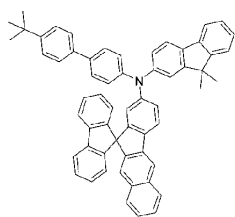
P-34



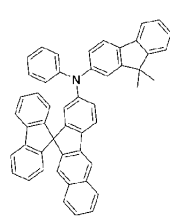
P-35



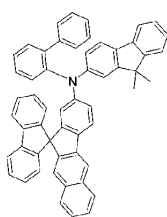
P-36



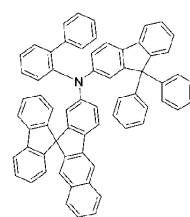
P-37



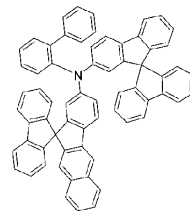
P-38



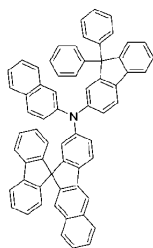
P-39



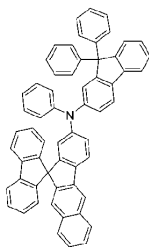
P-40



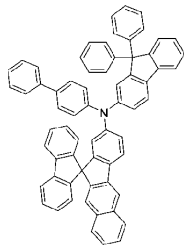
P-41



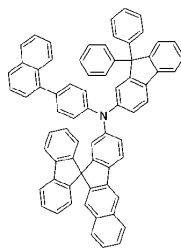
P-42



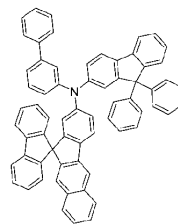
P-43



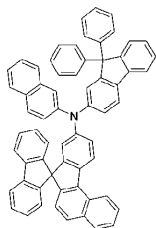
P-44



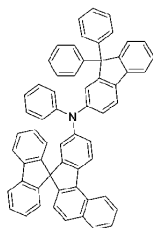
P-45



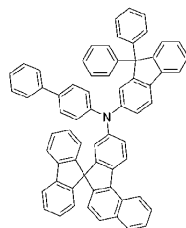
P-46



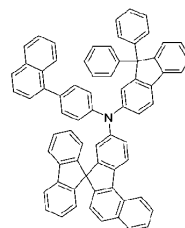
P-47



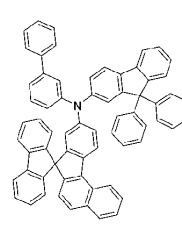
P-48



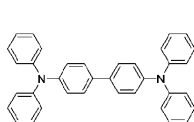
P-49



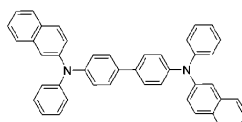
P-50



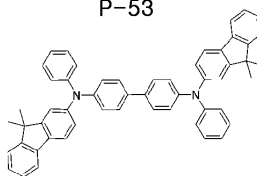
P-51



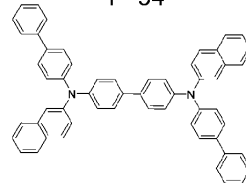
P-52



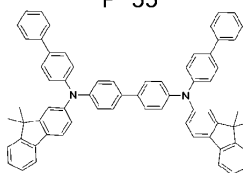
P-53



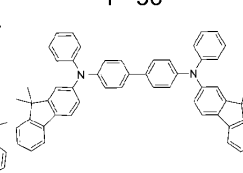
P-54



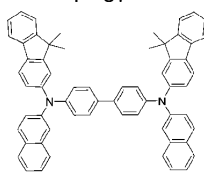
P-55



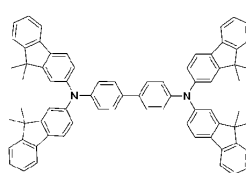
P-56

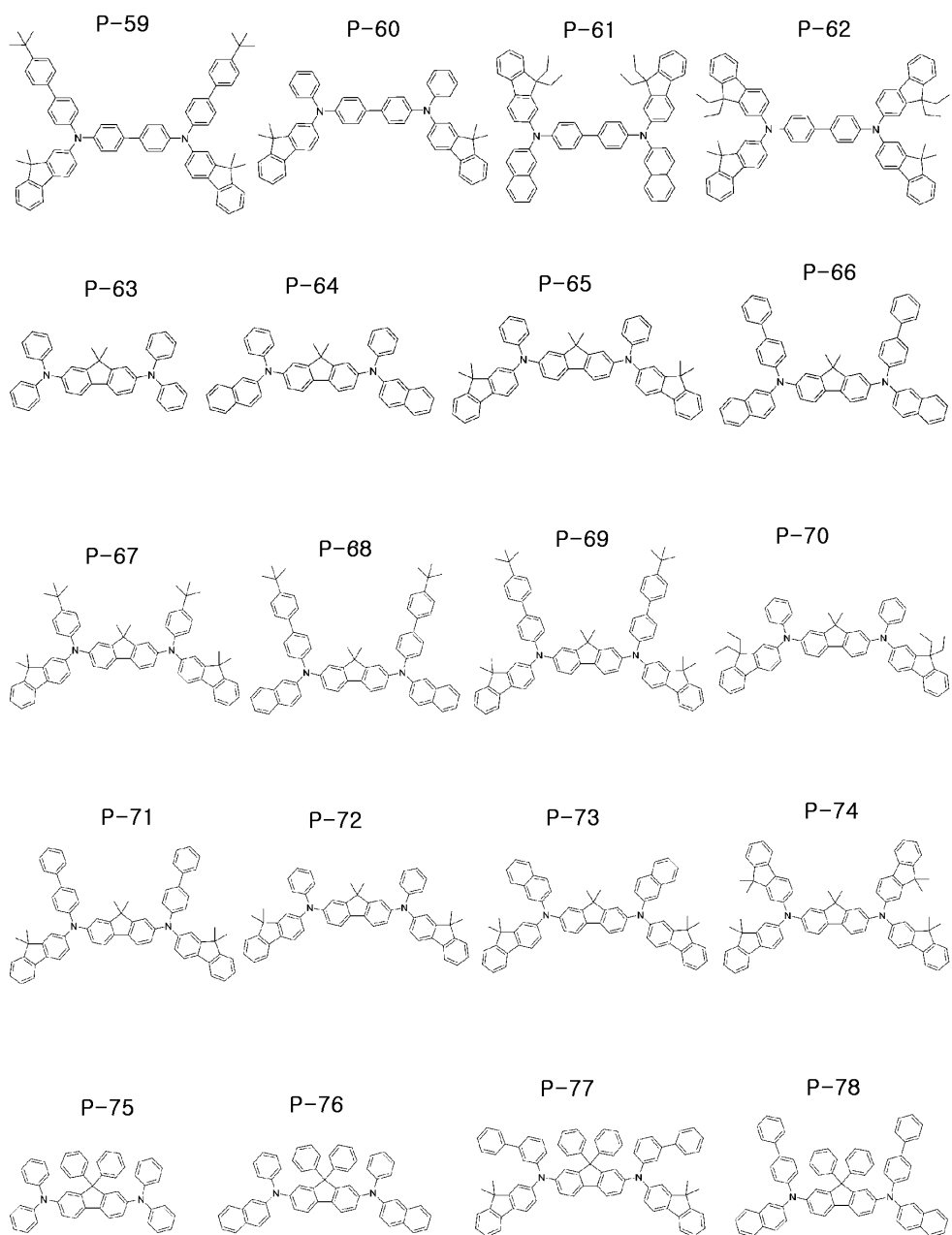


P-57

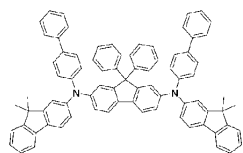


P-58

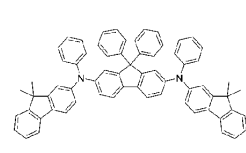




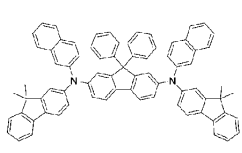
P-79



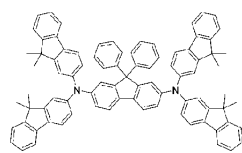
P-80



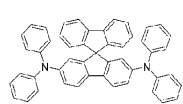
P-81



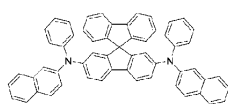
P-82



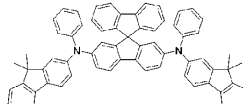
P-83



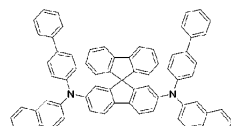
P-84



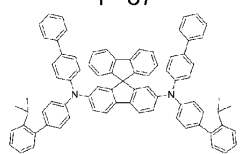
P-85



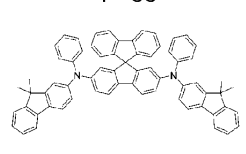
P-86



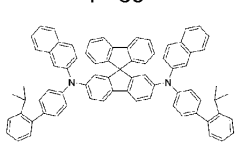
P-87



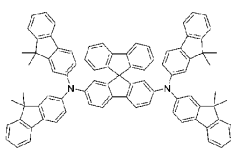
P-88



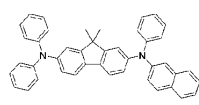
P-89



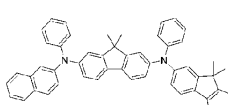
P-90



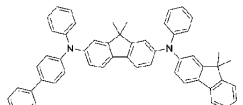
P-91



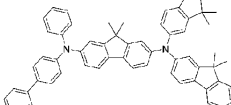
P-92



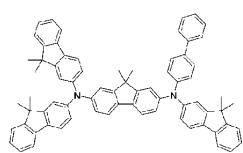
P-93



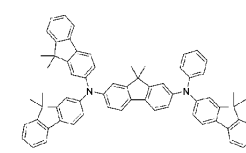
P-94



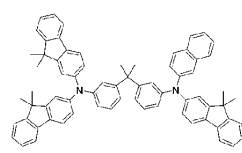
P-95



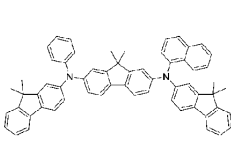
P-96



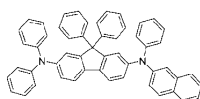
P-97



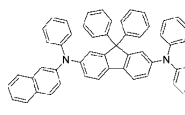
P-98



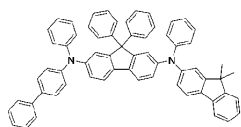
P-99



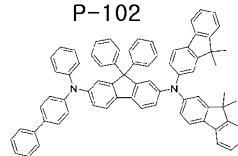
P-100



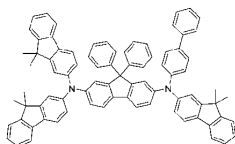
P-101



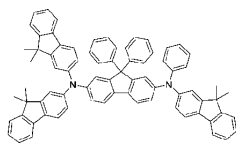
P-102



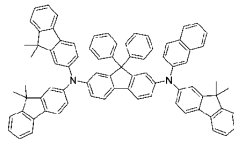
P-103



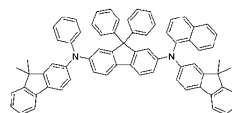
P-104



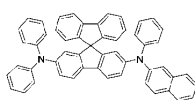
P-105



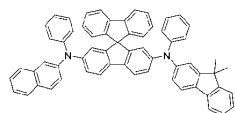
P-106



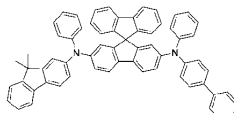
P-107



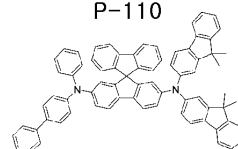
P-108



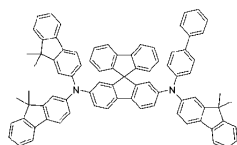
P-109



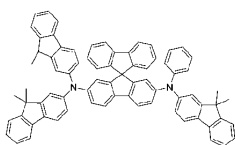
P-110



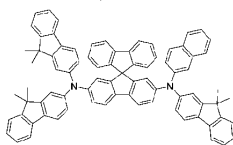
P-111



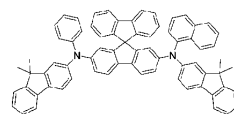
P-112



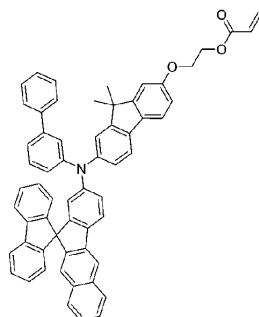
P-113



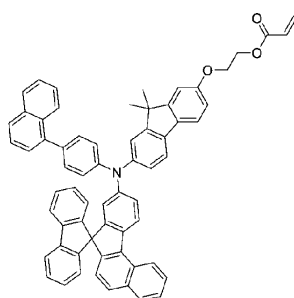
P-114



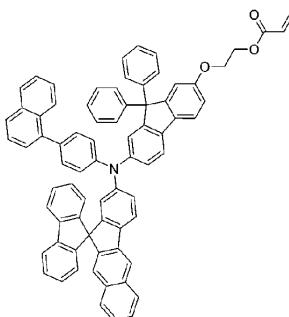
P-115



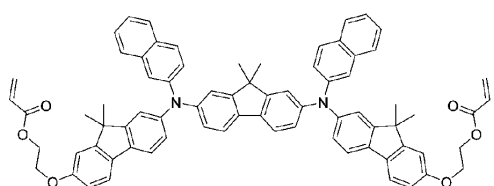
P-116



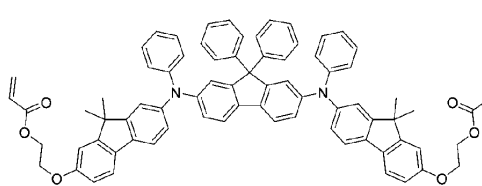
P-117



P-118



P-119



청구항 12

제 1항에 있어서,

상기 유기발광소자 봉지용 조성물은 25℃에서 점도가 5cps 내지 40cps인 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.

청구항 13

제 1항에 있어서,

상기 유기발광소자 봉지용 조성물의 광투과도가 400nm에서 10% 미만, 440nm에서 투과도 90% 이상인 것을 특징으로 하는 유기발광소자 봉지용 조성물.

청구항 14

유기발광소자 위에 형성되는 장벽층이 무기 장벽층과 유기 장벽층으로 이루어지고, 상기 유기 장벽층은 제 1항 내지 제 11항 중 어느 한 항의 유기발광소자 봉지용 조성물로 형성되는 것을 특징으로 하는 유기발광 표시장치.

청구항 15

제 14항에 있어서,

상기 유기 장벽층은 상기 유기발광소자 봉지용 조성물을 잉크젯, 진공 증착, 스핀코팅 또는 슬릿코팅 방법으로 형성한 것을 특징으로 하는 유기발광 표시장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 자외선 차단형 수지 조성물, 이것을 사용하여 유기발광소자를 수분, 산소, 빛을 포함한 외부자극으로부터 보호하며, 유연성을 갖는 봉지기술에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기발광소자(OLED, Organic Light Emitting Diode)는 캐소드(Cathode)로부터 주입된 전자와 애노드(anode)로부터 주입된 정공이 유기 발광부의 발광층에서 결합하여 전자-정공쌍(Electron-Hole pair)을 형성하고, 그들이 재결합 하는 과정에서 자체 발광하는 평판 표시 소자이다. 유기발광소자는 빛의 삼원색인 빨강, 초록, 파란색 및 백색에서 높은 발광효율을 나타내며, 구동전압 및 소비전력이 낮고, 시야각이 넓으며, 화소의 응답속도가 빨라 고화질의 동영상상을 표할 수 있는 장점을 가지고 있다.

[0003] 또한 유기발광소자는 유리 또는 플라스틱 등의 기판 위에 두께 1mm 이하로 제작할 수 있는 초박형, 초경량 디스플레이 구현이 가능하여, 플렉시블 디스플레이 분야에서 활발하게 연구되고 있다. 그러나 유기발광소자는 산소나 수분에 의해 발광재료 및 전극재료가 산화되고 그로 인해 흑점(dark spot) 및 화소 수축(pixel shrinkage)등과 같은 문제점이 발생하여 결국 수명과 효율의 감소현상이 발생한다. 또한 태양광을 비롯한 외부의 빛으로 인하여 OLED소자의 수명과 효율이 감소되는 결과가 보고되고 있다. 태양광은 자외선 2.5%, 가시광선 51.5%, 자외선 40.6%의 광량 비율을 가지고 있으며, 이 중 자외선은 광량은 적지만 에너지적으로 높아 유기발광재료의 분해 및 열화를 일으켜 저분자 및 고분자 재료의 분자 결합이 파괴된다. 이때, UV에 의한 유기재료 및 유기-금속 재료가 분해되는 일반적인 경로는 없다. 보통 유기발광소자의 유기물 및 유기-금속재료는 광 여기하에서 기저상태에서 일중항 여기상태로 광 흡수가 일어나고, 기저 상태로 돌아올 때 광을 방사하게 된다. 이때, 유기 혹은 유기-금속 분자내의 결합에너지가 일중항 여기상태의 에너지와 유사하거나 낮은 결합부위에 해리가 발생 할 수 있다. 또한, 이때 발생한 라디칼에 의해 부가반응을 하여 중성의 포화 분해 생성물을 형성 하여 불순물로 작용할 수 있다.

[0004] 이로 인해 유기발광소자가 외부의 빛(태양광)을 장시간 받게 되었을 때, 소자로 유입되는 자외선으로 인하여 유기발광소자의 유기재료 혹은 유기-금속재료가 지속적인 stress를 받게 되어 재료의 분자 결합이 파괴되고, 파괴된 분자들의 결합으로 인하여, 유기발광소자의 색좌표 변화, 구동전압 상승 및 수명의 감소를 야기하게 되므로 유기발광소자로 자외선이 유입되는 것을 막아야 한다.

- [0005] 위와 같이 유기발광소자 내로 유입되는 산소나 수분, 자외선을 차단하는 봉지(encapsulation)기술의 개발이 필수적인 key technology 중 하나이다.
- [0006] 이러한 봉지기술은 크게 Can(Glass encap), TFE(thin film encap), Hybrid 3가지 방식으로 나눌 수 있으며, 각 방식은 Gas barrier 특성을 갖는 금속 또는 유리재질의 cover plate와 흡습제(getter)를 갖는 Can방식과 소자 상층에 유기물 또는 무기 다층박막으로 장벽특성(barrier property)을 구현하는 전면봉지(face sealing)법이라 칭할 수 있는 TEF 방식과 플라스틱 barrier film을 cover plate로 사용하고 passivation 박막과의 사이에 접착층을 위치시키는 Hybrid방식으로 설명할 수 있다. 실링 방법에 관하여 한국공개특허 제2011-0071039에 개시되어져있다.
- [0007] 현재까지 널리 사용되고 있는 Can(Glass encap) 방식은 기판과 덮개로 구성된 2개의 glass 사이에 유기발광소자를 두고, 글라스 파우더를 레이저로 녹여 밀봉하거나, UV 접착제를 사용하여 밀봉하는 기술로 가장 좋은 봉지 특성을 보여주고 있으나, 소자내의 비활성 기체로 인해 열전도 특성이 나빠지며, 대면적화에 따른 글라스 가공에 의한 비용이 증가되는 단점이 있으며, 유연성이 요구되는 플렉시블 OLED 패널 제작에도 적용하기에는 어려움을 갖고 있는 상태이다.
- [0008] 이러한 글라스 봉지 기술의 단점을 보완하기 위해서, 유기발광소자 전면을 산소나 수분에 높은 차단성을 갖는 Al_2O_3 와 같은 무기층과, 폴리머의 유기층을 박막으로 교대로 적층하여, 유기발광소자를 보호하는 다층 박막 봉지 기술인 TFE(Thin film encapsulation)가 활발하게 연구되고 있다.
- [0009] 상기 TFE 방식에 사용되는 유기장벽층은 무기장벽층 사이에 위치하고, 무기장벽층은 $AlxOy$, $SiOx$, $SiNy$, $SiOxNy$ 등의 금속 산화/질화물일 수 있으며, 무기장벽층은 유기장벽층 위에 스퍼터링 증착법(sputtering deposition) 또는 플라즈마 강화 화학적 증착법(PECVD) 등의 공정을 통해 형성 될 수 있다.
- [0010] 미국특허 7767498호에서 박막의 유기장벽층과 무기장벽층의 쌓이 많을수록 수분과 산소의 장벽특성(barrier property)에 유리하다고 밝히고 있으나, 진공조건에서 수회의 성막공정을 거치면서 이물혼입에 따른 장벽특성의 저하와 함께 수율의 저하가 단점으로 보고되고 있다.
- [0011] 최근 연구에서는 장벽특성을 유지하면서 수율 저하를 극복하기 위해 박막다층구조에서 유기/무기 장벽층의 두께를 두껍게 하고 층수를 줄이는 방향으로 연구가 진행되고 있으며, 그 이유로는 장벽층의 두께를 높이면서 그 수를 줄이면 공정 수가 줄어들게 되어 이물질 혼입에 따른 특성 저하와 수율 저하를 극복하면서 제조경비 절감 효과를 볼 수 있기 때문이다.
- [0012] 따라서 본 발명에서는 rigid display에서 유연발광소자(flexible OLED)로 변환되는 디스플레이 개발방향에 부합하도록 성막 시 유연성을 가지면서, 자외선으로부터 유기발광소자를 보호 가능한 봉지재 조성물을 제공한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0013] 본 발명의 목적은 자외선 차단 능력을 가지며 잉크젯 공정에 적합한 봉지용 조성물을 제공하는 것이다.
- [0014] 본 발명의 다른 목적은 후막형성이 가능하며 유연성을 갖는 봉지용 조성물을 제공하는 것이다.
- [0015] 본 발명의 또 다른 목적은 환경에 민감한 장치용 부재의 봉지를 위해 장벽층을 형성할 수 있는 봉지용 조성물을 제공하는 것이다.

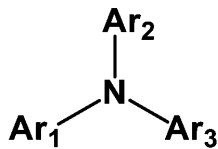
과제의 해결 수단

- [0016] 본 발명에서 사용되어지는 봉지재는 400nm 이하의 자외선을 차단하고, 440nm 이상의 가시광선 영역의 빛을 투과하여 유기발광소자를 자외선으로부터 보호하면서, 유기발광소자의 효율을 저하시키지 않는 것을 목적으로 한다.
- [0017] 따라서 본 발명에서 사용되어지는 봉지재에 포함되는 자외선 차단제는 400nm이하의 자외선을 흡수하여 유기발광소자로 자외선이 침투하는 것을 막는 역할을 하는것과 동시에 가시광선 영역의 빛을 투과하여야 한다. 이것은 유기재료의 고유한 특성인 에너지 밴드갭으로 계산 되어진다.
- [0018] 빛의 파장과 에너지의 관계는 하기 식 1)로 나타내어진다.
- [0019] 식 1)

- [0020] $\Delta E = hv = hc / \lambda$ [eV]
- [0021] λ [nm] = $hc / \Delta E = (1240 \text{ [eVnm]}) / (\Delta E \text{ [eV]})$
- [0022] $hc = (4.13566733 \times 10^{-15} \text{ [eVs]}) (3 \times 10^8 \text{ [m/s]}) \simeq 1240 \text{ [eVnm]}$
- [0023] ΔE : 전자의 기저 상태와 여기 상태의 에너지차이
- [0024] h : Plank's constant (= $6.626 \times 10^{-34} \text{ [JS]} = 4.13566733 \times 10^{-15} \text{ [eVs]}$)
- [0025] v : 전자파의 진동수
- [0026] λ : 전자파의 파장
- [0027] c : 광속 (= $3.00 \times 10^8 \text{ [m/s]}$)

[0028] 상기 식 1)에 따르면, 자외선은 3.1 [eV] 이상의 전자 에너지 레벨에 해당하며, 이것은 재료의 에너지 밴드갭에 해당된다. 그러나 본 발명의 봉지용 조성물에 포함되는 자외선 차단제는 400nm 이하의 자외선을 5% 이하로 차단하고, 440nm의 가시광선을 90% 이상 투과해야 하므로, 2.95 ~3.1 [ev] 의 전자 에너지 레벨을 갖는다.

[0029] 또한, 본 발명의 봉지용 조성물은 하기 화학식 1의 자외선 차단제를 포함할 수 있다.



화학식 1

[0030]

발명의 효과

[0031] 본 발명의 질소에 방향족 유도체들이 결합되어 있는 자외선 흡수제를 이용함으로써, 봉지용 조성물의 경화 후 외부에서 침투되는 수분과 산소, 자외선을 막아 유기발광소자의 신뢰성을 향상시킬 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0032] 도 1은 본 발명에 일 실시예에 따른 유기전기발광소자에 대한 예시도이다.

도 2는 유기전기발광소자를 포함하는 전자장치의 구조의 일례를 개략적으로 도시한 도면이다.

도 3은 본 발명의 실시예들에 따른 투과율 그래프이다.

도 4는 비교예들에 따른 투과율 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

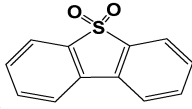
[0033] 이하, 본 발명의 실시예를 첨부된 도면을 참조하여 상세하게 설명한다.

[0034] 각 도면의 구성요소들에 참조부호를 부가함에 있어서, 동일한 구성요소들에 대해서는 비록 다른 도면상에 표시되더라도 가능한 한 동일한 부호를 가지도록 하고 있음에 유의해야 한다. 또한, 본 발명을 설명함에 있어, 관련된 공지 구성 또는 기능에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명은 생략한다.

[0035] 또한, 본 발명의 구성 요소를 설명하는 데 있어서, 제 1, 제 2, A, B, (a), (b) 등의 용어를 사용할 수 있다. 이러한 용어는 그 구성 요소를 다른 구성 요소와 구별하기 위한 것일 뿐, 그 용어에 의해 해당 구성 요소의 본질이나 차례 또는 순서 등이 한정되지 않는다. 어떤 구성 요소가 다른 구성요소에 "연결", "결합" 또는 "접속"된다고 기재된 경우, 그 구성 요소는 그 다른 구성요소에 직접적으로 연결되거나 또는 접속될 수 있지만, 각 구성 요소 사이에 또 다른 구성 요소가 "연결", "결합" 또는 "접속"될 수도 있다고 이해되어야 할 것이다.

[0036] 본 명세서 및 첨부된 청구의 범위에서 사용된 바와 같이, 달리 언급하지 않는 한, 하기 용어의 의미는 하기와 같다.

- [0037] 본 명세서에서 사용된 용어 "할로" 또는 "할로겐"은 다른 설명이 없는 한 불소(F), 브롬(Br), 염소(Cl) 또는 요오드(I)이다.
- [0038] 본 발명에 사용된 용어 "알킬" 또는 "알킬기"는 다른 설명이 없는 한 1 내지 60의 탄소수의 단일결합을 가지며, 직쇄 알킬기, 분지쇄 알킬기, 사이클로알킬(지환족)기, 알킬-치환된 사이클로알킬기, 시클로알킬-치환된 알킬기를 비롯한 포화 지방족 작용기의 라디칼을 의미한다.
- [0039] 본 발명에 사용된 용어 "할로알킬기" 또는 "할로겐알킬기"는 다른 설명이 없는 한 할로겐으로 치환된 알킬기를 의미한다.
- [0040] 본 발명에 사용된 용어 "헤테로알킬기"는 알킬기를 구성하는 탄소 원자 중 하나 이상이 헤테로원자로 대체된 것을 의미한다.
- [0041] 본 발명에 사용된 용어 "알켄일기" 또는 "알킨일기"는 다른 설명이 없는 한 각각 2 내지 60의 탄소수의 이중결합 또는 삼중결합을 가지며, 직쇄형 또는 측쇄형 사슬기를 포함하며, 여기에 제한되는 것은 아니다.
- [0042] 본 발명에 사용된 용어 "시클로알킬"은 다른 설명이 없는 한 3 내지 60의 탄소수를 갖는 고리를 형성하는 알킬을 의미하며, 여기에 제한되는 것은 아니다.
- [0043] 본 발명에 사용된 용어 "알콕시기", "알콕시기", 또는 "알킬옥시기"는 산소 라디칼이 부착된 알킬기를 의미하며, 다른 설명이 없는 한 1 내지 60의 탄소수를 가지며, 여기에 제한되는 것은 아니다.
- [0044] 본 발명에 사용된 용어 "알켄옥실기", "알켄옥시기", "알켄일옥실기", 또는 "알켄일옥시기"는 산소 라디칼이 부착된 알켄일기를 의미하며, 다른 설명이 없는 한 2 내지 60의 탄소수를 가지며, 여기에 제한되는 것은 아니다.
- [0045] 본 발명에 사용된 용어 "아릴옥실기" 또는 "아릴옥시기"는 산소 라디칼이 부착된 아릴기를 의미하며, 다른 설명이 없는 한 6 내지 60의 탄소수를 가지며, 여기에 제한되는 것은 아니다.
- [0046] 본 발명에 사용된 용어 "아릴기" 및 "아릴렌기"는 다른 설명이 없는 한 각각 6 내지 60의 탄소수를 가지며, 이에 제한되는 것은 아니다. 본 발명에서 아릴기 또는 아릴렌기는 단일 고리 또는 다중 고리의 방향족을 의미하며, 이웃한 치환기가 결합 또는 반응에 참여하여 형성된 방향족 고리를 포함한다. 예컨대, 아릴기는 페닐기, 비페닐기, 테페닐기, 나프틸기, 안트라센일기, 플루오렌기, 스파이로플루오렌기, 스파이로바이플루오렌기일 수 있다.
- [0047] 접두사 "아릴" 또는 "아르"는 아릴기로 치환된 라디칼을 의미한다. 예를 들어 아릴알킬기는 아릴기로 치환된 알킬기이며, 아릴알켄일기는 아릴기로 치환된 알켄일기이며, 아릴기로 치환된 라디칼은 본 명세서에서 설명한 탄소수를 가진다.
- [0048] 또한 접두사가 연속으로 명명되는 경우 먼저 기재된 순서대로 치환기가 나열되는 것을 의미한다. 예를 들어, 아릴알콕시기의 경우 아릴기로 치환된 알콕시기를 의미하며, 알콕실카르보닐기의 경우 알콕시기로 치환된 카르보닐기를 의미하며, 또한 아릴카르보닐알켄일기의 경우 아릴카르보닐기로 치환된 알켄일기를 의미하며 여기서 아릴카르보닐기는 아릴기로 치환된 카르보닐기이다.
- [0049] 본 명세서에서 사용된 용어 "헤테로알킬"은 다른 설명이 없는 한 하나 이상의 헤테로원자를 포함하는 알킬을 의미한다. 본 발명에 사용된 용어 "헤테로아릴기" 또는 "헤테로아릴렌기"는 다른 설명이 없는 한 각각 하나 이상의 헤테로원자를 포함하는 탄소수 2 내지 60의 아릴기 또는 아릴렌기를 의미하며, 여기에 제한되는 것은 아니며, 단일 고리 및 다중 고리 중 적어도 하나를 포함하며, 이웃한 작용기기가 결합하여 형성될 수도 있다.
- [0050] 본 발명에 사용된 용어 "헤테로고리기"는 다른 설명이 없는 한 하나 이상의 헤테로원자를 포함하고, 2 내지 60의 탄소수를 가지며, 단일 고리 및 다중 고리 중 적어도 하나를 포함하며, 헤테로지방족 고리 및 헤테로방향족 고리를 포함한다. 이웃한 작용기가 결합하여 형성될 수도 있다.
- [0051] 본 명세서에서 사용된 용어 "헤테로원자"는 다른 설명이 없는 한 N, O, S, P 또는 Si를 나타낸다.
- [0052] 또한 "헤테로고리기"는, 고리를 형성하는 탄소 대신 S₀₂를 포함하는 고리도 포함할 수 있다. 예컨대, "헤테로고리기"는 다음 화합물을 포함한다.



[0053]

[0054]

다른 설명이 없는 한, 본 발명에 사용된 용어 "지방족"은 탄소수 1 내지 60의 지방족 탄화수소를 의미하며, "지방족고리"는 탄소수 3 내지 60의 지방족 탄화수소 고리를 의미한다.

[0055]

다른 설명이 없는 한, 본 발명에 사용된 용어 "고리"는 탄소수 3 내지 60의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 60의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 60의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

[0056]

전술한 헤테로화합물 이외의 그 밖의 다른 헤테로화합물 또는 헤테로라디칼은 하나 이상의 헤테로원자를 포함하며, 여기에 제한되는 것은 아니다.

[0057]

다른 설명이 없는 한, 본 발명에 사용된 용어 "카르보닐"이란 -COR'로 표시되는 것이며, 여기서 R'은 수소, 탄소수 1 내지 20의 알킬기, 탄소수 6 내지 30의 아릴기, 탄소수 3 내지 30의 사이클로알킬기, 탄소수 2 내지 20의 알켄일기, 탄소수 2 내지 20의 알킨일기, 또는 이들의 조합인 것이다.

[0058]

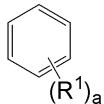
다른 설명이 없는 한, 본 발명에 사용된 용어 "에테르"란 -R-O-R'로 표시되는 것이며, 여기서 R 또는 R'은 각각 서로 독립적으로 수소, 탄소수 1 내지 20의 알킬기, 탄소수 6 내지 30의 아릴기, 탄소수 3 내지 30의 사이클로알킬기, 탄소수 2 내지 20의 알켄일기, 탄소수 2 내지 20의 알킨일기, 또는 이들의 조합인 것이다.

[0059]

또한 명시적인 설명이 없는 한, 본 발명에서 사용된 용어 "치환 또는 비치환된"에서 "치환"은 중수소, 할로젠, 아미노기, 니트릴기, 니트로기, C₁~C₂₀의 알킬기, C₁~C₂₀의 알콕시기, C₁~C₂₀의 알킬아민기, C₁~C₂₀의 알킬티오펜기, C₆~C₂₀의 아릴티오펜기, C₂~C₂₀의 알켄일기, C₂~C₂₀의 알킨일기, C₃~C₂₀의 시클로알킬기, C₆~C₂₀의 아릴기, 중수소로 치환된 C₆~C₂₀의 아릴기, C₈~C₂₀의 아릴알켄일기, 실란기, 붕소기, 게르마늄기, 및 C₂~C₂₀의 헤테로고리기로 이루어진 군으로부터 선택되는 1개 이상의 치환기로 치환됨을 의미하며, 이들 치환기에 제한되는 것은 아니다.

[0060]

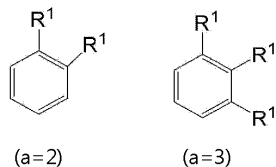
또한 명시적인 설명이 없는 한, 본 발명에서 사용되는 화학식은 하기 화학식의 지수 정의에 의한 치환기 정의와 동일하게 적용된다.



[0061]

[0062]

여기서, a가 0의 정수인 경우 치환기 R¹은 부존재하며, a가 1의 정수인 경우 하나의 치환기 R¹은 벤젠 고리를 형성하는 탄소 중 어느 하나의 탄소에 결합하며, a가 2 또는 3의 정수인 경우 각각 다음과 같이 결합하며 이때 R¹은 서로 동일하거나 다를 수 있으며, a가 4 내지 6의 정수인 경우 이와 유사한 방식으로 벤젠 고리의 탄소에 결합하며, 한편 벤젠 고리를 형성하는 탄소에 결합된 수소의 표시는 생략한다.



[0063]

[0064]

도 1은 본 발명에 일 실시예에 따른 봉지화된 장치에 대한 예시도이다.

[0065]

도 1을 참조하면, 기관(110) 상에 형성된 제 1전극(120), 제 2전극(180) 및 제 1전극(110)과 제 2전극(180) 사이에 본 발명에 따른 화합물을 포함하는 유기물층을 구비한다. 이때, 제 1전극(120)은 애노드(양극)이고, 제 2전극(180)은 캐소드(음극)일 수 있으며, 인버트형의 경우에는 제 1전극이 캐소드이고 제 2전극이 애노드일 수 있다.

[0066]

유기물층은 제 1전극(120) 상에 순차적으로 정공주입층(130), 정공수송층(140), 발광층(150), 전자수송층(160)

및 전자주입층(170)을 포함할 수 있다. 이때, 발광층(150)을 제외한 나머지 층들이 형성되지 않을 수 있다. 정공저지층, 전자저지층, 발광보조층(151), 버퍼층(141) 등을 더 포함할 수도 있고, 전자수송층(160) 등이 정공저지층의 역할을 할 수도 있을 것이다.

[0067] 또한, 미도시하였지만, 본 발명에 따른 유기전기발광소자(200)는 제 1전극(120)과 제 2전극(180) 중 적어도 일면 중 상기 유기물층과 반대되는 일면에 형성된 보호층 또는 광효율 개선층(Capping layer)을 더 포함할 수 있다.

[0068] 본 발명의 일 실시예에 따른 유기전기발광소자(200)는 PVD(physical vapor deposition) 방법을 이용하여 제조될 수 있다. 예컨대, 기판 상에 금속 또는 전도성을 가지는 금속 산화물 또는 이들의 합금을 증착시켜 제 1전극(120)을 형성하고, 그 위에 정공주입층(130), 정공수송층(140), 발광층(150), 전자수송층(160) 및 전자주입층(170)을 포함하는 유기물층을 형성한 후, 그 위에 제 2전극(180)으로 사용할 수 있는 물질을 증착시킴으로써 제조될 수 있다.

[0069] 또한, 유기물층은 다양한 고분자 소재를 사용하여 증착법이 아닌 용액 공정 또는 솔벤트 프로세스(solvent process), 예컨대 스핀코팅 공정, 노즐 프린팅 공정, 잉크젯 프린팅 공정, 슬롯코팅 공정, 딥코팅 공정, 롤투롤 공정, 닥터 블레이딩 공정, 스크린 프린팅 공정, 또는 열 전자법 등의 방법에 의하여 더 적은 수의 층으로 제조할 수 있다. 본 발명에 따른 유기물층은 다양한 방법으로 형성될 수 있으므로, 그 형성방법에 의해 본 발명의 권리범위가 제한되는 것은 아니다.

[0070] 본 발명에 따른 유기전기발광소자(200)는 사용되는 재료에 따라 전면 발광형, 후면 발광형 또는 양면 발광형일 수 있다.

[0071] WOLED(White Organic Light Emitting Device)는 고해상도 실현이 용이하고 공정성이 우수한 한편, 기존의 LCD의 칼라필터 기술을 이용하여 제조될 수 있는 이점이 있다. 주로 백라이트 장치로 사용되는 백색 유기발광소자에 대한 다양한 구조들이 제안되고 특허화되고 있다. 대표적으로, R(Red), G(Green), B(Blue) 발광부들을 상호 평면적으로 병렬배치(side-by-side) 방식, R, G, B 발광층이 상하로 적층되는 적층(stack) 방식이 있고, 청색(B) 유기발광층에 의한 전계발광과 이로부터의 광을 이용하여 무기형광체의 자발광(photo-luminescence)을 이용하는 색변환물질(color conversion material, CCM) 방식 등이 있는데, 본 발명은 이러한 WOLED에도 적용될 수 있을 것이다.

[0072] 또한, 본 발명에 따른 유기전기발광소자(200)는 유기발광소자(OLED), 유기태양전지, 유기감광체(OPC), 유기트랜지스터(유기 TFT), 단색 또는 백색 조명용 소자 중 하나일 수 있다.

[0073] 본 발명의 다른 실시예는 상술한 본 발명의 유기전기발광소자(200)를 포함하는 디스플레이장치와, 이 디스플레이장치를 제어하는 제어부를 포함하는 전자장치를 포함할 수 있다. 이때, 전자장치는 현재 또는 미래의 유무선 통신단말일 수 있으며, 휴대폰 등의 이동 통신 단말기, PDA, 전자사전, PMP, 리모콘, 네비게이션, 게임기, 각종 TV, 각종 컴퓨터 등 모든 전자장치를 포함한다.

[0074] 또한, 본 발명에서는 유기전기발광소자(200)를 보호하기 위한 봉지층(300)을 더 포함할 수 있다. 도 1에서는 봉지층(300)이 단일층인 구성을 개시하고 있으나, 본 발명은 이에 국한되지 않으며, 봉지층(300)이 다중층으로 이루어질 수도 있다. 이러한 구성을 도 2를 참조하여 검토하면 다음과 같다.

[0075] 도 2는 유기전기발광소자를 포함하는 전자장치의 구조의 일례를 개략적으로 도시한 도면이다. 도 2에 개시된 전자장치는 기판(110), 기판(110)상에 배치된 유기전기발광소자(200) 및 유기전기발광소자(200) 상에 배치된 봉지층(300)을 포함한다.

[0076] 한편, 도 2에서는 본 발명에 따른 봉지층(300)이 제 1봉지층(310) 및 제 2 봉지층(320)으로 구성되는 다중층으로 구성된 실시예를 개시한다. 도 2에서는 봉지층(300)이 3층인 구성을 개시하고 있으나, 본 발명은 봉지층(300)이 2층 또는 4층 이상인 구성을 모두 포함할 수 있다. 봉지층(300)이 3층 이상의 다중층으로 구성될 경우, 무기장벽층과 유기장벽층을 포함할 수 있다. 예를 들면, 제 1봉지층(310)이 무기장벽층일 경우, 제 2봉지층(320)은 유기장벽층일 수 있고 제 3봉지층(330)은 무기장벽층일 수 있으나, 제 1 내지 제 3봉지층(310, 320, 330)의 적층 순서가 이에 국한되는 것은 아니다. 예를 들면, 유기장벽층과 무기장벽층은 각각 1층이상, 10층 이하로 교대로 증착될 수 있으며, 바람직하게는 1층 이상 3층 이하일 수 있다.

[0077] 본 발명에 따른 봉지층(300)은 유연(flexible) 디스플레이 장치의 봉지 또는 캡슐화 용도로써 무기장벽층 사이에 위치하는 유기장벽층을 형성할 수 있으며, 상기 유기장벽층은 봉지용 조성물을 광경화시켜 형성할 수 있다.

상기 봉지용 조성물(유기장벽층 물질)은 증착, 스핀 도포, 슬릿 도포 등의 방법을 사용하여 도포할 수 있으며, 광경화 시 개시제를 사용할 수 있다.

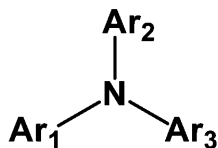
- [0078] 개시제는 광경화성 반응을 수행할 수 있는 통상의 광중합 개시제를 제한 없이 포함할 수 있다. 예를 들면 광중합 개시제는 트리아진계; 세토페논계; 벤조페논계; 티오크산톤계; 벤조인계; 인계; 옥심계 또는 이들의 혼합물을 포함할 수 있다.
- [0079] 트리아진계로는 2,4,6-트리클로로-s-트리아진; 2-페닐-4,6-비스(트리클로로 메틸)-s-트리아진; 2-(3',4'-디메톡시 스티릴)-4,6-비스(트리클로로 메틸)-s-트리아진; 2-(4'-메톡시 나프틸)-4,6-비스(트리클로로 메틸)-s-트리아진; 2-(p-메톡시 페닐)-4,6-비스(트리클로로 메틸)-s-트리아진; 2-(p-톨릴)-4,6-비스(트리클로로 메틸)-s-트리아진; 2-비페닐-4,6-비스(트리클로로 메틸)-s-트리아진; 비스(트리클로로 메틸)-6-스티릴-s-트리아진; 2-(나프토-1-일)-4,6-비스(트리클로로 메틸)-s-트리아진; 2-(4-메톡시 나프토-1-일)-4,6-비스(트리클로로 메틸)-s-트리아진; 2,4-트리클로로 메틸(피페로닐)-6-트리아진; 2,4-(트리클로로 메틸(4'-메톡시 스티릴))-6-트리아진 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0080] 아세토페논계로는, 2,2'-디에톡시 아세토페논; 2,2'-디부톡시 아세토페논; 2-히드록시-2-메틸 프로피오페논; p-t-부틸 트리클로로 아세토페논; p-t-부틸 디클로로 아세토페논; 4-클로로아세토페논; 2,2'-디클로로-4-페녹시 아세토페논; 2-메틸-1-(4-(메틸티오)페닐)-2-모폴리노 프로판-1-온; 2-벤질-2-디메틸 아미노-1-(4-모폴리노 페닐)-부탄-1-온 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0081] 벤조페논계로는 벤조페논; 벤조일 안식향산; 벤조일 안식향산 메틸; 4-페닐 벤조페논; 히드록시 벤조페논; 아크릴화 벤조페논; 4,4'-비스(디메틸 아미노)벤조페논; 4,4'-디클로로 벤조페논; 3,3'-디메틸-2-메톡시 벤조페논 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0082] 티오크산톤계로는 티오크산톤; 2-메틸 티오크산톤; 이소프로필 티오크산톤; 2,4-디에틸 티오크산톤; 2,4-디이소프로필 티오크산톤; 2-클로로 티오크산톤 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0083] 벤조인계로는 벤조인; 벤조인 메틸 에테르; 벤조인 에틸 에테르; 벤조인 이소프로필 에테르; 벤조인 이소부틸 에테르; 벤질 디메틸 케탈 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0084] 인계로는 비스벤조일페닐 포스핀옥사이드; 벤조일디페닐 포스핀옥사이드 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0085] 옥심계로는 2-(o-벤조일옥심)-1-[4-(페닐티오)페닐]-1,2-옥탄디온 및 1-(o-아세틸옥심)-1-[9-에틸-6-(2-메틸벤조일)-9H-카르바졸-3-일]에탄온, 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0086] 한편, 개시제는 고형분 기준으로 상기 조성물 중 0.1-20중량%, 바람직하게는 0.5-20중량%, 더 바람직하게는 0.5-10중량%, 가장 바람직하게는 0.5-7중량%로 포함 될 수 있다. 상기 범위에서, 노광시 광중합이 충분히 일어날 수 있고, 광중합 후 남은 미반응 개시제로 인하여 투과율이 저하되는 것을 막을 수 있다.
- [0087] 본 발명에서 광안정제는 그 자체로서 자외선을 흡수하는 능력을 갖고 있지 않으나 자외선을 흡수하는 물질과 공존하여 광안정화 효과를 갖는 광안정제를 의미하며, 통상적인 광안정제를 포함 할 수 있다. 예를 들면, 광안정제는 시아노아크릴레이트계; 힌더드 아민계(HALS); 금속착염계 또는 이들의 혼합물을 포함할 수 있다.
- [0088] 시아노아크릴레이트계는 에틸 2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트; 2-에틸헥실 2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트; 헥실 2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트; 옥틸 2-시아노-3-(4-메톡시페닐)-3-페닐아크릴레이트; 펜타에리트리톨 테트라키스(2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트); 에탄-1,2-다이일 비스(2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트) ; 2-(아크틸로일옥시)에틸 2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트; 2-(메타아크틸로일옥시)에틸 2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트; 프로판-1,2,3-트리일 트리시(2-시아노-3,3-디페닐아크릴레이트) 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0089] 힌더드 아민계(HALS)는 테트라키스[메틸렌 3-(3,5-디-터트-부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트]메탄; 싸이오디에틸렌 비스[3(3,5-디-터트-부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트]; 옥타데실-3-(3,5-디-터트-부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트; 아이소트리데실-3-(3,5-디-터트 부틸-4-히드록시페닐)프로피오네이트; 헥사메틸(3,5-다이-터트-부틸-4-하이드록시드로신아마이드); 이소-옥틸-3-(3,5-디-터트-부틸-4 하이드록시페닐)프로피오네이트 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0090] 금속착염계는 2,2'-싸이오비스(4-터트-옥틸페놀레이트)]-n-부틸아민 니켈(II); 니켈 비스[모노에틸(3,5-디-터트-부틸-4-하이드록시벤질)포스포네이트] 또는 이들의 혼합물이 될 수 있다.
- [0091] 또한, 광안정제는 상기 조성물 중 0.1 내지 10중량%, 바람직하게는 0.1 내지 5중량%, 더 바람직하게는 0.1 내지

3중량%로 포함 될 수 있다. 상기 범위에서 유기발광소자 봉지용 조성물이 장시간 자외선에 노출되었을 때, 자외선 흡수제의 기능이 장시간 유지될 수 있다.

[0092] 한편, 광경화를 이용한 유기장벽층 형성은 봉지용 조성물을 0.1~20 μm 바람직하게는 1~15 μm 가장 바람직하게는 1~10 μm 로 코팅하고 10~500 mW/cm^2 에서 1초~60 초 동안 조사하여 경화시킬 수 있다. 이때 경화율은 90%이상 일 수 있고, 바람직하게는 93% 이상일 수 있다. 이때 유기장벽층 내의 광경화 반응에 참여하지 못한 조성물과 개시제가 최소화되며 수분 및/또는 산소의 침투경로(pass-way)가 억제되어 양호한 장벽 특성을 가질 수 있다.

[0093] 또한, 상기 봉지용 조성물을 경화시킬 때(유기장벽층을 형성시킬 때), 코팅이 된 봉지용 조성물은 수축이 일어날 수 있으며, 상기 수축율은 1~20% 정도이며, 더 바람직하게는 1~15%일 수 있다. 상기 유기장벽층의 수축율이 20% 이상일 경우, 무기장벽층에 산소 및/또는 수분 침투로 인하여 흑점 (dark spot) 및 화소 수축(pixel shrinkage)이 발생하게 되며, 또한 2개 이상의 층을 이루는 유무기 다층장벽층 형성 시 휨 발생으로 발광소자의 결함으로 이어질 수 있다.

[0094] 구체적으로, 본 발명에 따른 봉지층(300)의 유기장벽층은 (A)하기 화학식 1로 표시되는 자외선 차단제 1중량% 내지 10중량%, (B) 디(메트)아크릴레이트 20중량% 내지 70중량%, (C) 모노(메트)아크릴레이트 5중량% 내지 40중량% 및 (D)개시제 1중량% 내지 10중량%를 포함하는 유기발광소자 봉지용 조성물이 제공된다.



화학식 1

[0095]

상기 화학식 1에서,

[0096]

[0097]

1) Ar_1 , Ar_2 및 Ar_3 은 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며 $\text{C}_6\sim\text{C}_{60}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; O, N, S, Si 및 P 중 적어도 하나의 헤테로원자를 포함하는 $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 헤테로고리기; $\text{C}_3\sim\text{C}_{30}$ 의 지방족고리와 $\text{C}_6\sim\text{C}_{30}$ 의 방향족고리의 융합고리기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{60}$ 의 알킬기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 알켄일기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 알킨일기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{30}$ 의 알콕시기; $\text{C}_6\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴옥시기; $\text{L}'\text{-N}(\text{Ar}_4)(\text{Ar}_5)$ 중 어느 하나로 선택되고,

[0098]

2) L' 은 단일결합; $\text{C}_6\sim\text{C}_{60}$ 의 아릴렌기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 헤테로고리기; 플루오렌일렌기; $\text{C}_3\sim\text{C}_{30}$ 의 지방족고리와 $\text{C}_6\sim\text{C}_{30}$ 의 방향족고리의 융합고리기 중 어느 하나로 선택되고,

[0099]

3) Ar_4 , Ar_5 는 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며 $\text{C}_6\sim\text{C}_{60}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; O, N, S, Si 및 P 중 적어도 하나의 헤테로원자를 포함하는 $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 헤테로고리기; $\text{C}_3\sim\text{C}_{30}$ 의 지방족고리와 $\text{C}_6\sim\text{C}_{30}$ 의 방향족고리의 융합고리기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{60}$ 의 알킬기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 알켄일기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 알킨일기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{60}$ 의 알콕시기; $\text{C}_6\sim\text{C}_{60}$ 의 아릴옥시기 중 어느 하나로 선택된다.

[0100]

상기 Ar_1 내지 Ar_5 및 L' 가 상기 아릴기, 플루오렌일기, 아릴렌기, 헤테로고리기, 융합고리기, 알킬기, 알켄일기, 알킨일기, 알콕시기, 아릴옥시기, 플루오렌일렌기인 경우, 이들 각각은 할로젠; 중수소; $\text{C}_6\sim\text{C}_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{30}$ 의 알킬싸이오기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{30}$ 의 알콕시기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{30}$ 의 알킬기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{30}$ 의 알켄일기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{30}$ 의 알킨일기; $\text{C}_6\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $\text{C}_6\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{30}$ 의 헤테로고리기; $\text{C}_3\sim\text{C}_{30}$ 의 시클로알킬기; $\text{C}_7\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $\text{C}_8\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴알켄일로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

[0101]

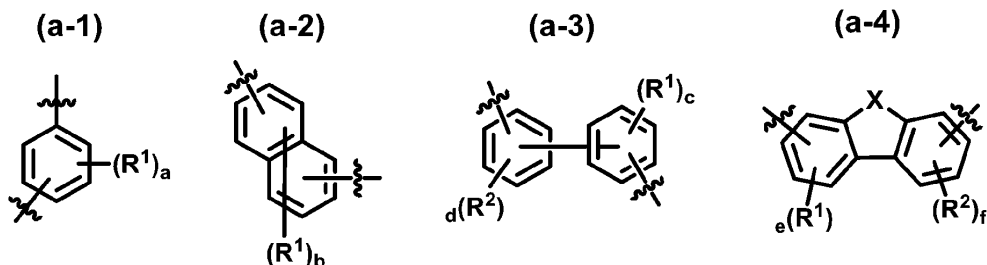
여기서, 상기 아릴기인 경우 탄소수는 6~60, 바람직하게는 탄소수 6~40, 보다 바람직하게는 탄소수 6~30의 아릴기일 수 있으며, 상기 헤테로고리기인 경우 탄소수는 2~60, 바람직하게는 탄소수 2~30, 보다 바람직하게는 탄소수 2~20의 헤테로고리일 수 있으며, 상기 알킬기인 경우 탄소수는 1~50, 바람직하게는 탄소수 1~30, 보다 바람

직하계는 탄소수 1~20, 특히 바람직하게는 탄소수 1~10의 알킬기일 수 있다.

[0102] 상기 전술한 아릴기 또는 아릴렌기일 경우, 구체적으로 아릴기 또는 아릴렌기는 서로 독립적으로 페닐기, 비페닐기, 터페닐기, 나프틸기, 페난트릴기 또는 페닐렌기, 비페닐렌기, 터페닐렌기, 나프틸렌기, 페난트릴렌기, 파이렌 또는 트리페닐렌 등일 수 있다.

[0103] 특히, 상기 화학식 1의 Ar_1 , Ar_2 및 Ar_3 중 적어도 1개는 치환 또는 비치환된 플루오렌일기 유도체일 수 있다.

[0104] 또한, 상기 화학식 1의 L' 은 하기 화학식 (a-1) 내지 화학식 (a-4) 중 어느 하나일 수 있다.



[0105]

[0106] 상기 화학식 (a-1) 내지 화학식 (a-4)에서,

[0107] 1) R^1 , R^2 는 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며, 서로 독립적으로 할로젠; 수소; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기 중 어느 하나로 선택되고,

[0108] 2) a , c 및 d 는 각각 0~4의 정수이고, b 는 0~6의 정수이며, e 및 f 는 0~3의 정수이고,

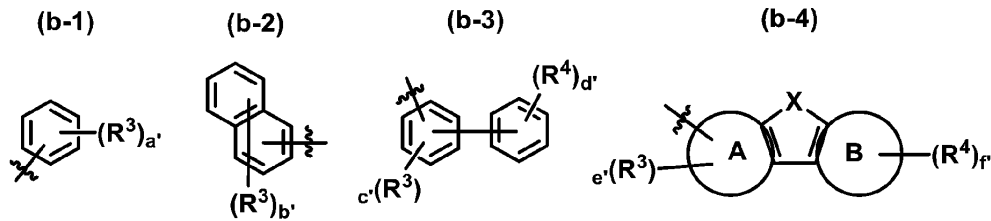
[0109] 상기 a , b , c , d , e 및 f 가 2 이상인 경우 각각 복수로서 서로 동일하거나 상이하며 복수의 R^1 끼리 혹은 복수의 R^2 끼리 혹은 이웃한 R^1 과 R^2 는 서로 결합하여 고리를 형성할 수 있으며,

[0110] 3) X 는 NR' , O , S 및 $CR'R''$ 중 어느 하나이고,

[0111] 4) R' 및 R'' 은 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며 수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기; $C_2\sim C_{20}$ 의 헤테로고리기; $C_1\sim C_{20}$ 의 알킬기 중 어느 하나로 선택되고, R' 과 R'' 은 서로 결합하여 스파이로 고리를 형성할 수 있다.

[0112] 상기 R^1 , R^2 , R' 및 R'' 이 상기 아릴기, 실란기, 실록산기, 알킬싸이오기, 알콕시기, 알킬기, 알켄일기, 알킨일기, 헤테로고리기, 플루오렌일기, 시클로알킬기, 아릴알킬기, 아릴알켄일기인 경우, 이들 각각은 할로젠; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

[0113] 또한, 상기 화학식 1의 Ar_4 및 Ar_5 는 하기 화학식 (b-1) 내지 화학식 (b-4) 중 어느 하나일 수 있다.



[0114]

[0115] 상기 화학식 (b-1) 내지 화학식 (b-4)에서,

[0116] 1) R^3 , R^4 는 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며, 할로젠; 수소; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기 중 어느 하나로 선택되고,

[0117] 2) a' , d' , e' 는 0-5의 정수, b' 은 0-9의 정수 c' 은 0-4의 정수, f' 는 0-6의 정수이며,

[0118] 상기 a' , b' , c' , d' , e' 및 f' 가 2 이상인 경우, 각각 복수로서 서로 동일하거나 상이하며 복수의 R^3 끼리 혹은 복수의 R^4 끼리 혹은 이웃한 R^3 와 R^4 는 서로 결합하여 방향족고리 또는 헤테로방향족 고리를 형성할 수 있고,

[0119] 3) X 는 NR' , O, S 및 $CR'R''$ 중 어느 하나이고,

[0120] 4) R' 및 R'' 은 $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{20}$ 의 헤테로고리기; $C_1\sim C_{20}$ 의 알킬기 중 어느 하나로 선택되며, R' 과 R'' 은 서로 결합하여 스파이로 고리를 형성할 수 있으며,

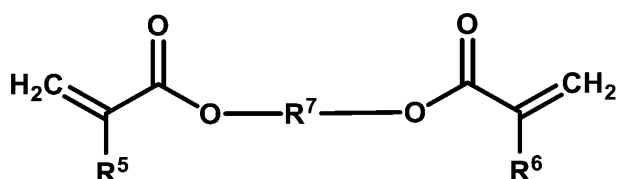
[0121] 5) A환 및 B환은 각각 서로 독립적으로 동일하거나 상이하며 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기, $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기 중 어느 하나로 선택된다.

[0122] 상기 R^3 , R^4 , R' 및 R'' 이 상기 아릴기, 실란기, 실록산기, 시아노기, 니트로기, 알킬싸이오기, 알콕시기, 알킬기, 알켄일기, 알킨일기, 플루오렌일기, 헤테로고리기, 시클로알킬기, 아릴알킬기, 아릴알켄일기인 경우, 이들 각각은 할로젠; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테로고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

[0123] 한편, 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물은 상기 화학식 1로 표시되는 화합물 중 서로 상이한 화합물 2종 이상이 혼합되어 있을 수 있다.

[0124] 또한, 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물에 포함되는 상기 (B)디(메트)아크릴레이트는 하기 화학식 2으로 표시될 수 있다.

화학식 2



[0125]

[0126]

상기 화학식 2에서,

[0127]

1) R^5 및 R^6 는 수소; 중수소; 삼중수소; $\text{C}_1\sim\text{C}_{60}$ 의 알킬기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 알케닐기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{60}$ 의 알콕시기; 하이드록시기 중 어느 하나로 선택되고,

[0128]

2) R^7 은 $\text{C}_1\sim\text{C}_{60}$ 의 알킬렌기; $\text{C}_6\sim\text{C}_{60}$ 아릴렌기; 플루오렌일렌기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 헤테로고리기 중 어느 하나로 선택된다.

[0129]

상기 R^5 내지 R^7 이 상기 알킬기, 알케닐기, 알콕시기, 하이드록시기, 알킬렌기, 아릴렌기, 플루오렌일렌기, 헤테로고리기인 경우 이들 각각은 할로젠; 중수소; $\text{C}_6\sim\text{C}_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{30}$ 의 알킬싸이오기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{30}$ 의 알콕시기; $\text{C}_1\sim\text{C}_{30}$ 의 알킬기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{30}$ 의 알켄일기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{30}$ 의 알킨일기; $\text{C}_6\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $\text{C}_6\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $\text{C}_2\sim\text{C}_{30}$ 의 헤테로고리기; $\text{C}_3\sim\text{C}_{30}$ 의 시클로알킬기; $\text{C}_7\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $\text{C}_8\sim\text{C}_{30}$ 의 아릴알켄일기로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.

[0130]

여기서, 상기 아릴기인 경우 탄소수는 6~60, 바람직하게는 탄소수 6~40, 보다 바람직하게는 탄소수 6~30의 아릴기일 수 있으며, 상기 헤테로고리기인 경우 탄소수는 2~60, 바람직하게는 탄소수 2~30, 보다 바람직하게는 탄소수 2~20의 헤테로고리일 수 있으며, 상기 알킬기인 경우 탄소수는 1~50, 바람직하게는 탄소수 1~30, 보다 바람직하게는 탄소수 1~20, 특히 바람직하게는 탄소수 1~10의 알킬기일 수 있다.

[0131]

상기 전술한 아릴기 또는 아릴렌기일 경우, 구체적으로 아릴기 또는 아릴렌기는 서로 독립적으로 페닐기, 비페닐기, 터페닐기, 나프틸기, 페난트릴기 또는 페닐렌기, 비페닐렌기, 터페닐렌기, 나프틸렌기, 페난트릴렌기, 파이렌 또는 트리페닐렌 등일 수 있다.

[0132]

본 발명의 유기발광소자 봉지용 조성물은 상기 화학식 2로 표시되는 디(메트)아크릴레이트를 포함함으로써, 광경화율을 더 높일 수 있고, 점도가 낮아 증착 등이 더 용이할 수 있다. 예를 들어, 상기 화학식 2에서 R^7 은 치환 또는 비치환된 $\text{C}_1\sim\text{C}_{60}$ 의 알킬렌기, 치환 또는 비치환된 $\text{C}_6\sim\text{C}_{60}$ 의 아릴렌기, 치환 또는 비치환된 플루오렌일렌기, 치환 또는 비치환된 $\text{C}_2\sim\text{C}_{60}$ 의 헤테로고리기가 될 수 있고, 바람직하게는 치환 또는 비치환된 $\text{C}_1\sim\text{C}_{60}$ 의 알킬렌기, 치환 또는 비치환된 $\text{C}_6\sim\text{C}_{60}$ 의 아릴렌기이며, 더 바람직하게는 치환 또는 비치환된 $\text{C}_1\sim\text{C}_{30}$ 의 알킬렌기이다.

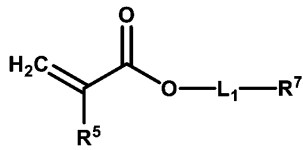
[0133]

더 구체적으로, 디(메트)아크릴레이트는 옥탄디올디(메트)아크릴레이트; 노난디올디(메트)아크릴레이트; 데칸디올디(메트)아크릴레이트; 운데칸디올디(메트)아크릴레이트; 도데칸디올디(메트)아크릴레이트; 데실디(메트)아크릴레이트; 운데실디(메트)아크릴레이트; 라우릴디(메트)아크릴레이트; 트리데실디(메트)아크릴레이트; 테트라데실디(메트)아크릴레이트; 펜타데실디(메트)아크릴레이트; 헥사데실디(메트)아크릴레이트; 헵타데실디(메트)아크릴레이트; 옥타데실디(메트)아크릴레이트; 노나데실디(메트)아크릴레이트; 아라키딜디(메트)아크릴레이트 중 하나 이상을 포함할 수 있지만, 이에 제한되지 않는다.

[0134]

또한, 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물에 포함되는 (C)모노(메트)아크릴레이트는 아래 하기 화학식 3으로 표시될 수 있다.

화학식 3



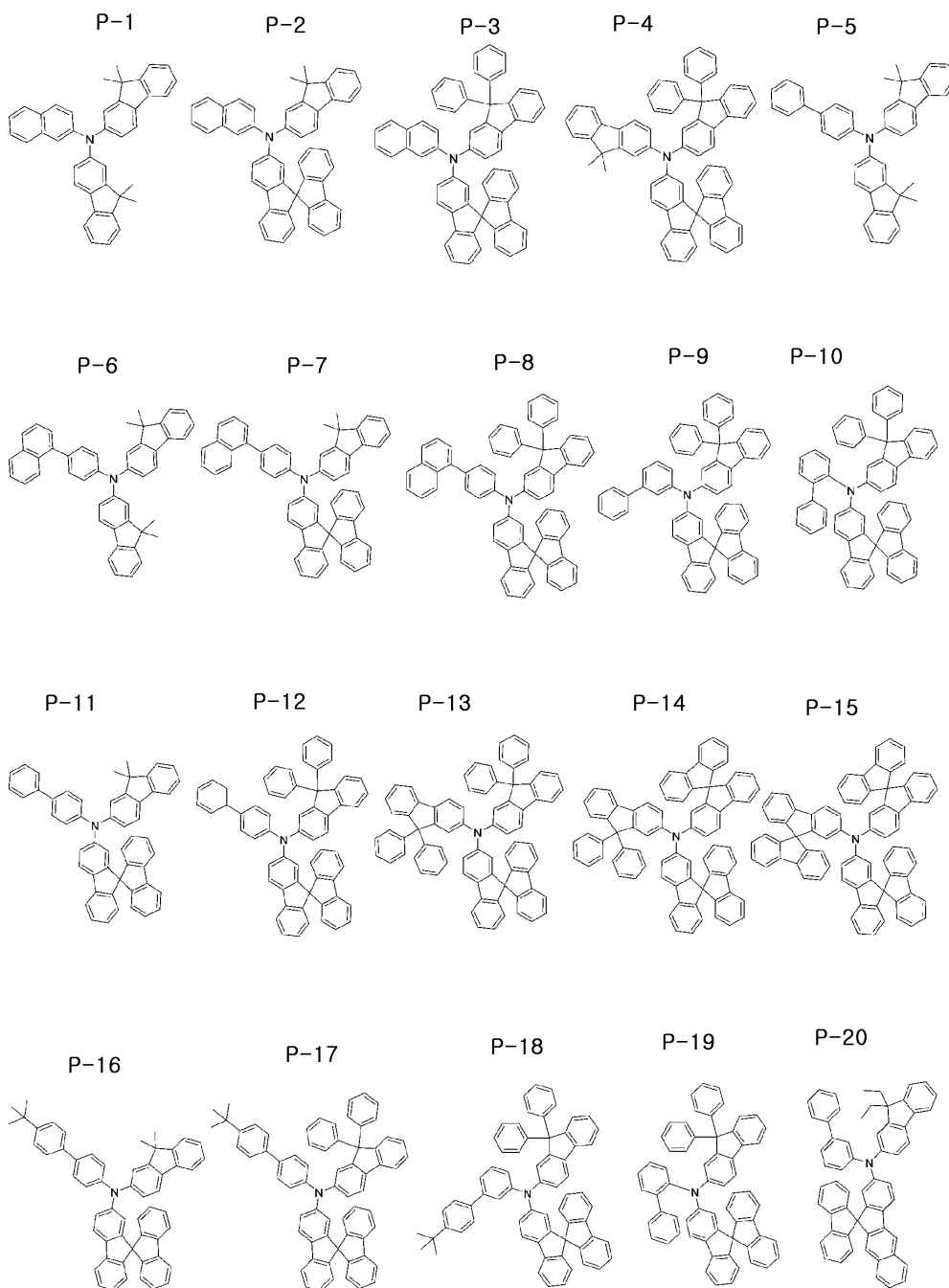
- [0135]
- [0136] 상기 화학식 3에서,
- [0137] 1) L_1 은 단일결합; $C_1\sim C_{26}$ 의 알킬렌기; $C_2\sim C_{26}$ 의 알케닐기; $C_1\sim C_{26}$ 의 알콕시기; $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴렌기; $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴옥시기 중 어느 하나로 선택되고,
- [0138] 2) R^5 는 수소; 중수소; 삼중수소; $C_1\sim C_{60}$ 의 알킬기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_2\sim C_{60}$ 의 알케닐기; $C_1\sim C_{60}$ 의 알콕시기; 하이드록시기 중 어느 하나로 선택되며,
- [0139] 3) R^7 은 $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴기; $C_6\sim C_{60}$ 의 아릴옥시기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{60}$ 의 헤테고리기 중 어느 하나로 선택된다.
- [0140] 상기 L_1 , R^5 및 R^7 이 상기 알킬기, 알케닐기, 알콕시기, 아릴렌기, 아릴옥시기, 시클로알킬기, 하이드록시기, 아릴기, 플루오렌일기, 헤테고리기인 경우 이들 각각은 할로젠; 중수소; $C_6\sim C_{20}$ 의 아릴기로 치환 또는 비치환된 실란기; 실록산기; 시아노기; 니트로기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬싸이오기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알콕시기; $C_1\sim C_{30}$ 의 알킬기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알켄일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 알킨일기; $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 중수소로 치환된 $C_6\sim C_{30}$ 의 아릴기; 플루오렌일기; $C_2\sim C_{30}$ 의 헤테고리기; $C_3\sim C_{30}$ 의 시클로알킬기; $C_7\sim C_{30}$ 의 아릴알킬기 및 $C_8\sim C_{30}$ 의 아릴알켄일기로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 치환기로 더욱 치환될 수 있으며, 또한 이들 치환기들은 서로 결합하여 고리를 형성할 수도 있으며, 여기서 '고리'란 탄소수 3 내지 20의 지방족고리 또는 탄소수 6 내지 20의 방향족고리 또는 탄소수 2 내지 20의 헤테로고리 또는 이들의 조합으로 이루어진 융합 고리를 말하며, 포화 또는 불포화 고리를 포함한다.
- [0141] 여기서, 상기 아릴기인 경우 탄소수는 6~60, 바람직하게는 탄소수 6~40, 보다 바람직하게는 탄소수 6~30의 아릴기일 수 있으며, 상기 헤테로고리기인 경우 탄소수는 2~60, 바람직하게는 탄소수 2~30, 보다 바람직하게는 탄소수 2~20의 헤테로고리일 수 있으며, 상기 알킬기인 경우 탄소수는 1~50, 바람직하게는 탄소수 1~30, 보다 바람직하게는 탄소수 1~20, 특히 바람직하게는 탄소수 1~10의 알킬기일 수 있다.
- [0142] 상기 전술한 아릴기 또는 아릴렌기일 경우, 구체적으로 아릴기 또는 아릴렌기는 서로 독립적으로 페닐기, 비페닐기, 터페닐기, 나프틸기, 페난트릴기 또는 페닐렌기, 비페닐렌기, 터페닐렌기, 나프틸렌기, 페난트릴렌기, 파이렌 또는 트리페닐렌 등일 수 있다.
- [0143] 예를 들면, R^7 은 페닐페녹시에틸기; 페녹시에틸기; 벤질기; 페닐기; 페닐페녹시기; 페녹시기; 페닐에틸기; 페닐프로필기; 페닐부틸기; 메틸페닐에틸기; 프로필페닐에틸기; 메톡시페닐에틸기; 시클로헥실페닐에틸기; 클로로페닐에틸기; 브로모페닐에틸기; 메틸페닐기; 메틸에틸페닐기; 메톡시페닐기; 프로필페닐기; 시클로헥실페닐기; 클로로페닐기; 브로모페닐기; 페닐페닐기; 바이페닐기; 터페닐(terphenyl)기; 쿼터페닐(quarterphenyl)기; 안트라센일(anthracenyl)기; 나프탈렌일기; 트리페닐레닐기; 메틸페녹시기; 에틸페녹시기; 메틸에틸페녹시기; 메톡시페닐옥시기; 프로필페녹시기; 시클로헥실페녹시기; 클로로페녹시기; 브로모페녹시기; 비페닐옥시기; 터페닐옥시(terphenyloxy)기; 쿼터페닐옥시(quarterphenyloxy)기; 안트라센일옥시(anthracenyloxy)기; 나프탈렌일옥시(naphthalenyloxy)기; 트리페닐렌일옥시(triphenylenyloxy)기가 될 수 있다.
- [0144] 한편, 상기 화학식 3은 바람직하게는 방향족계모노(메트)아크릴레이트이며, 구체적으로는 하기와 같다.
- [0145] 3-페녹시벤질 (메트)아크릴레이트; 2-페닐페녹시에틸 (메트)아크릴레이트; 페녹시에틸(메트)아크릴레이트; 페닐(메트)아크릴레이트; 페녹시(메트)아크릴레이트; 2-에틸페녹시(메트)아크릴레이트; 벤질(메트)아크릴레이트; 2-페닐에틸(메트)아크릴레이트; 3-페닐프로필(메트)아크릴레이트, 4-페닐부틸 (메트)아크릴레이트; 2-(2-메틸페닐)에틸(메트)아크릴레이트; 2-(3-메틸페닐)에틸 (메트)아크릴레이트; 2-(4-메틸페닐)에틸(메트)아크릴레이트; 2-(4-프로필페닐)에틸 (메트)아크릴레이트; 2-(4-(1-메틸에틸)페닐)에틸(메트)아크릴레이트; 2-(4-메톡시페닐)에틸 (메트)아크릴레이트; 2-(4-사이클로헥실페닐)에틸 (메트)아크릴레이트; 2-(2-클로로페닐)에틸

(메트)아크릴레이트; 2-(3-클로로페닐)에틸(메트)아크릴레이트; 2-(4-클로로페닐)에틸(메트)아크릴레이트; 2-(4-브로모페닐)에틸(메트)아크릴레이트; 2-(3-페닐페닐)에틸(메트)아크릴레이트; 4-(비페닐-2-일옥시)부틸(메트)아크릴레이트; 3-(비페닐-2-일옥시)부틸(메트)아크릴레이트; 2-(비페닐-2-일옥시)부틸(메트)아크릴레이트; 1-(비페닐-2-일옥시)부틸(메트)아크릴레이트; 4-(비페닐-2-일옥시)프로필(메트)아크릴레이트; 3-(비페닐-2-일옥시)프로필(메트)아크릴레이트; 2-(비페닐-2-일옥시)프로필(메트)아크릴레이트; 1-(비페닐-2-일옥시)프로필(메트)아크릴레이트; 4-(비페닐-2-일옥시)에틸(메트)아크릴레이트; 3-(비페닐-2-일옥시)에틸(메트)아크릴레이트; 2-(비페닐-2-일옥시)에틸(메트)아크릴레이트; 1-(비페닐-2-일옥시)에틸(메트)아크릴레이트; 2-(4-벤질페닐)에틸(메트)아크릴레이트; 1-(4-벤질페닐)에틸(메트)아크릴레이트 또는 이들의 구조 이성질체 중 하나 이상을 포함할 수 있지만, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0146] 또한, 본 발명에서 언급된 (메트)아크릴레이트는 일 예에 해당할 뿐 이로 한정되는 것은 아니며, 더욱이 본 발명은 구조 이성질체 관계에 있는 아크릴레이트를 모두 포함한다. 예를 들어, 본 발명의 일 예로 2-페닐에틸(메트)아크릴레이트만 언급되어 있더라도, 본 발명은 3-페닐에틸(메트)아크릴레이트, 4-페닐(메트)아크릴레이트를 중 하나 이상을 포함할 수 있지만, 이에 제한되지 않는다.

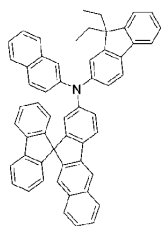
[0147] 또한, 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물은 광안정제를 더 포함할 수 있으며, 광안정제는 상기 (A)자외선 차단제, (B)디(메트)아크릴레이트, (C)모노(메트)아크릴레이트 및 (D)개시제의 총 함에 대해 0.1 내지 10 중량%가 포함될 수 있다.

[0148] 한편, 상기 화학식 1로 표시되는 화합물은 하기 화합물들 중 어느 하나일 수 있으며, 상기 화학식 1로 표시되는 화합물이 하기 화합물에만 한정되는 것은 아니다.

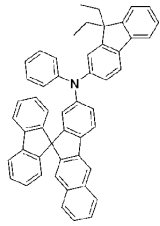


[0149]

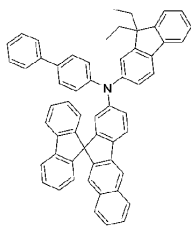
P-21



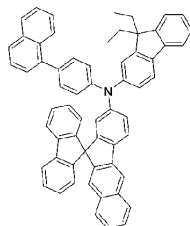
P-22



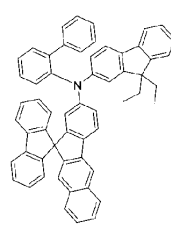
P-23



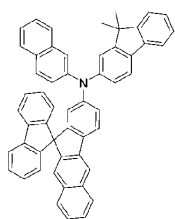
P-24



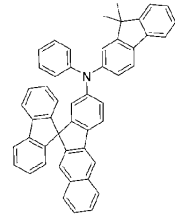
P-25



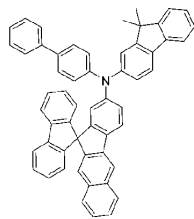
P-26



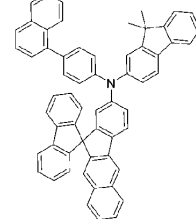
P-27



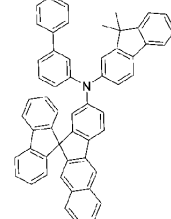
P-28



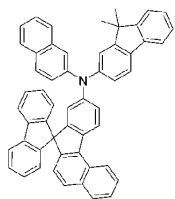
P-29



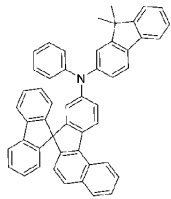
P-30



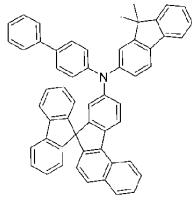
P-31



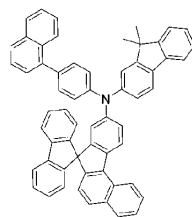
P-32



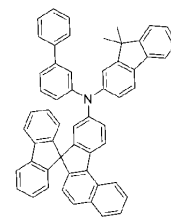
P-33



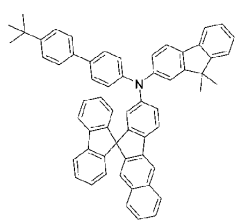
P-34



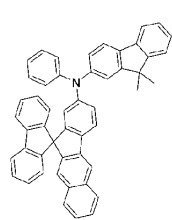
P-35



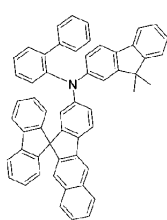
P-36



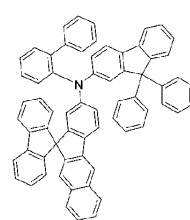
P-37



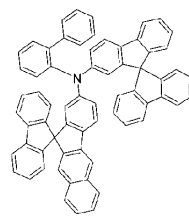
P-38



P-39

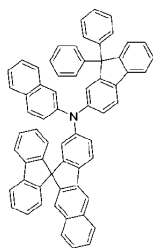


P-40

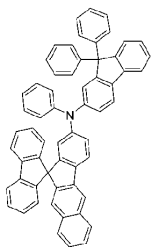


[0150]

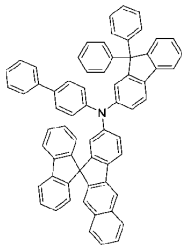
P-41



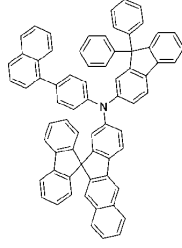
P-42



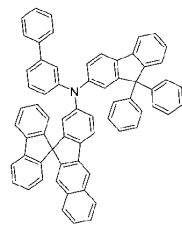
P-43



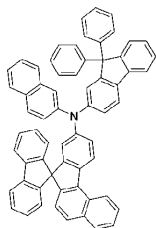
P-44



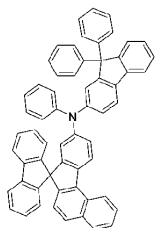
P-45



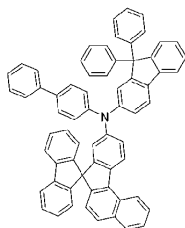
P-46



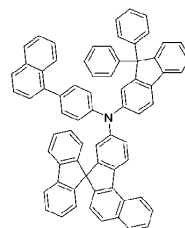
P-47



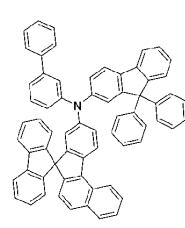
P-48



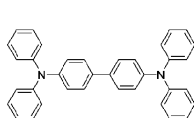
P-49



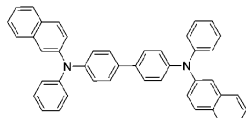
P-50



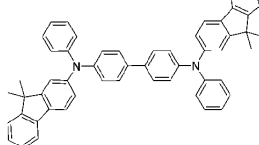
P-51



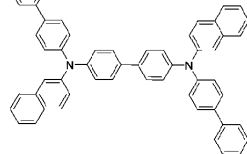
P-52



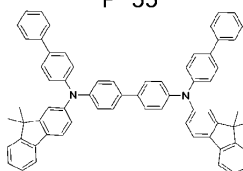
P-53



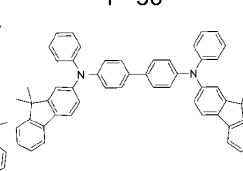
P-54



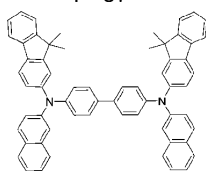
P-55



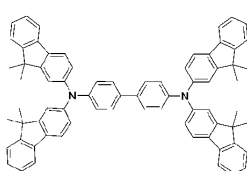
P-56



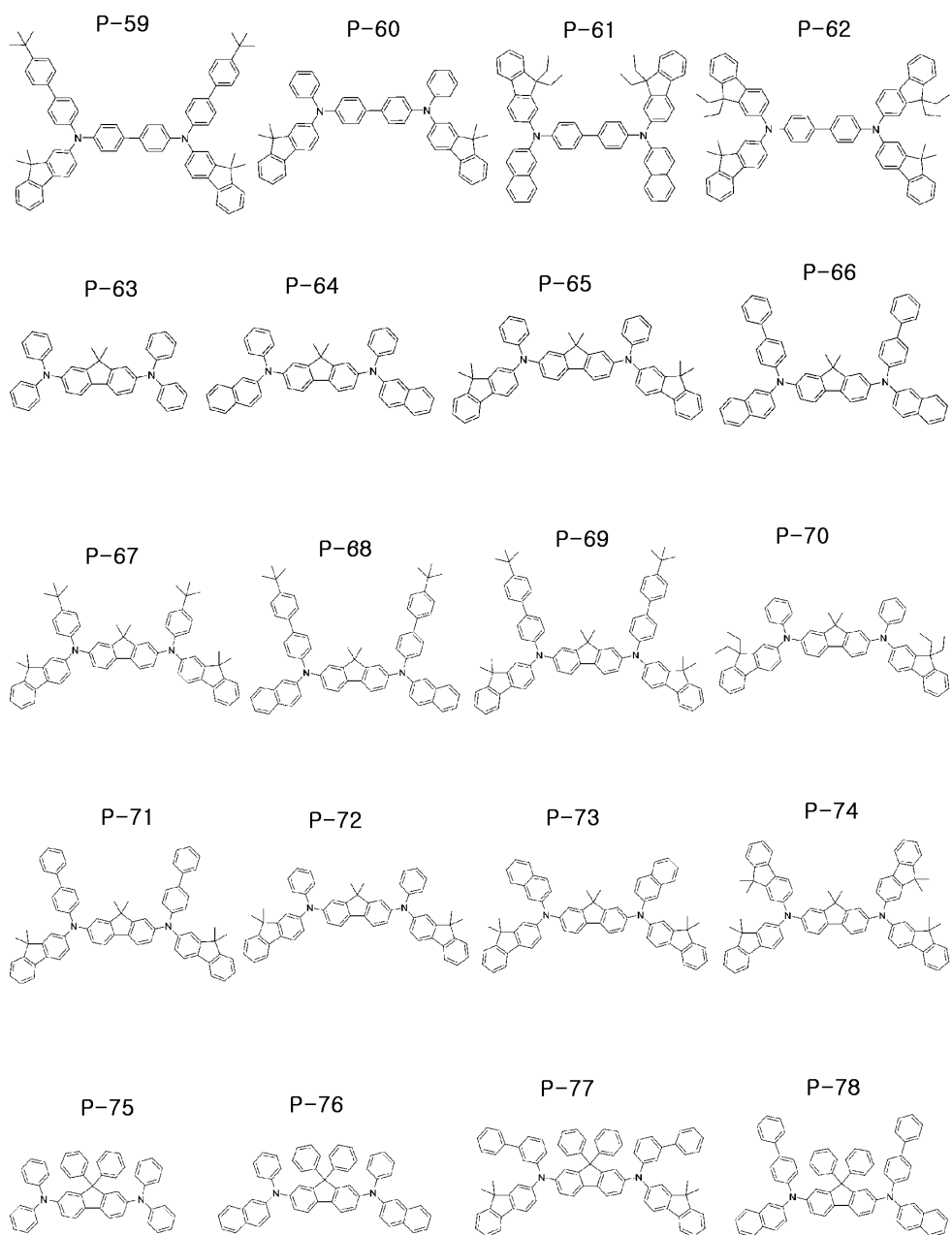
P-57



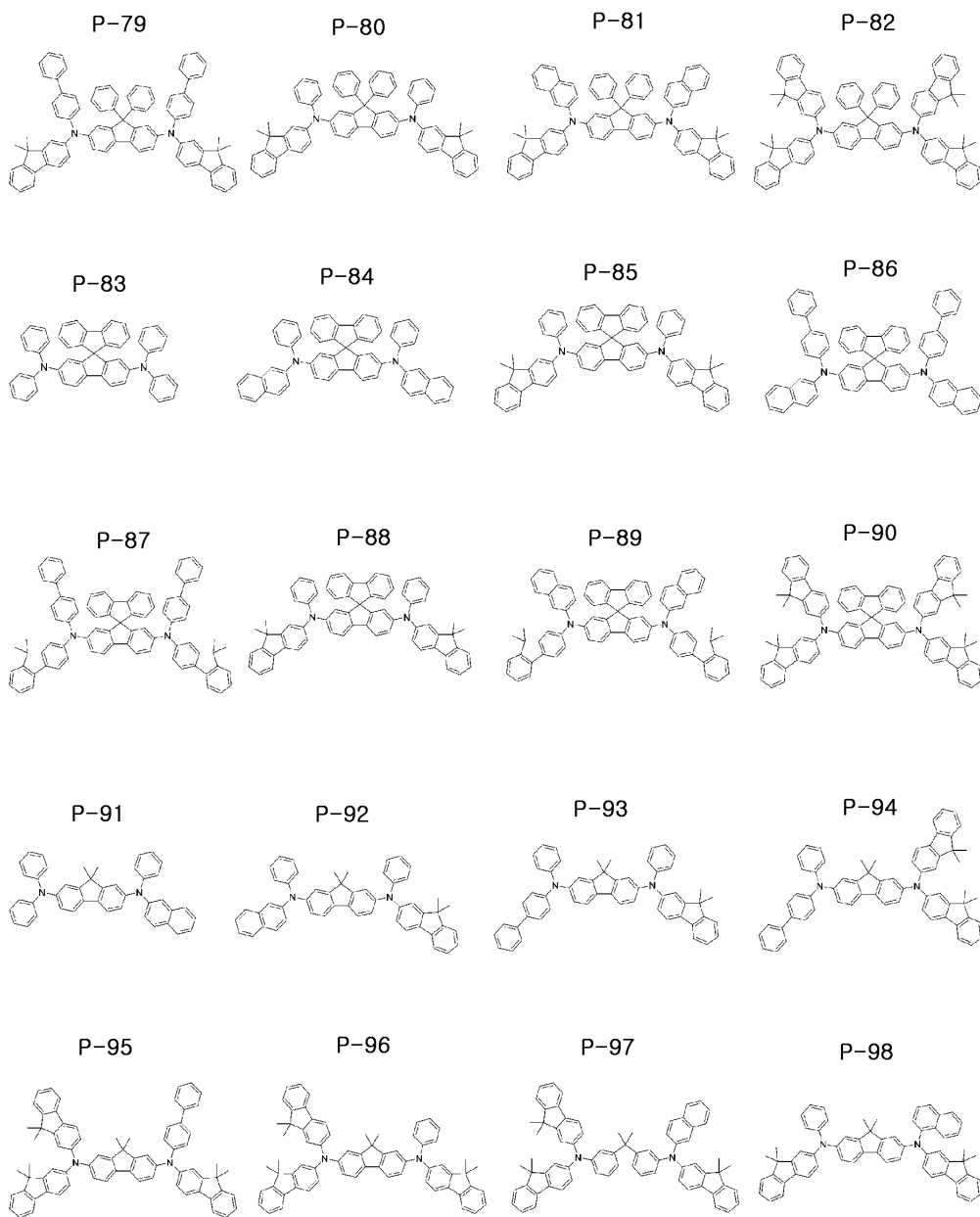
P-58



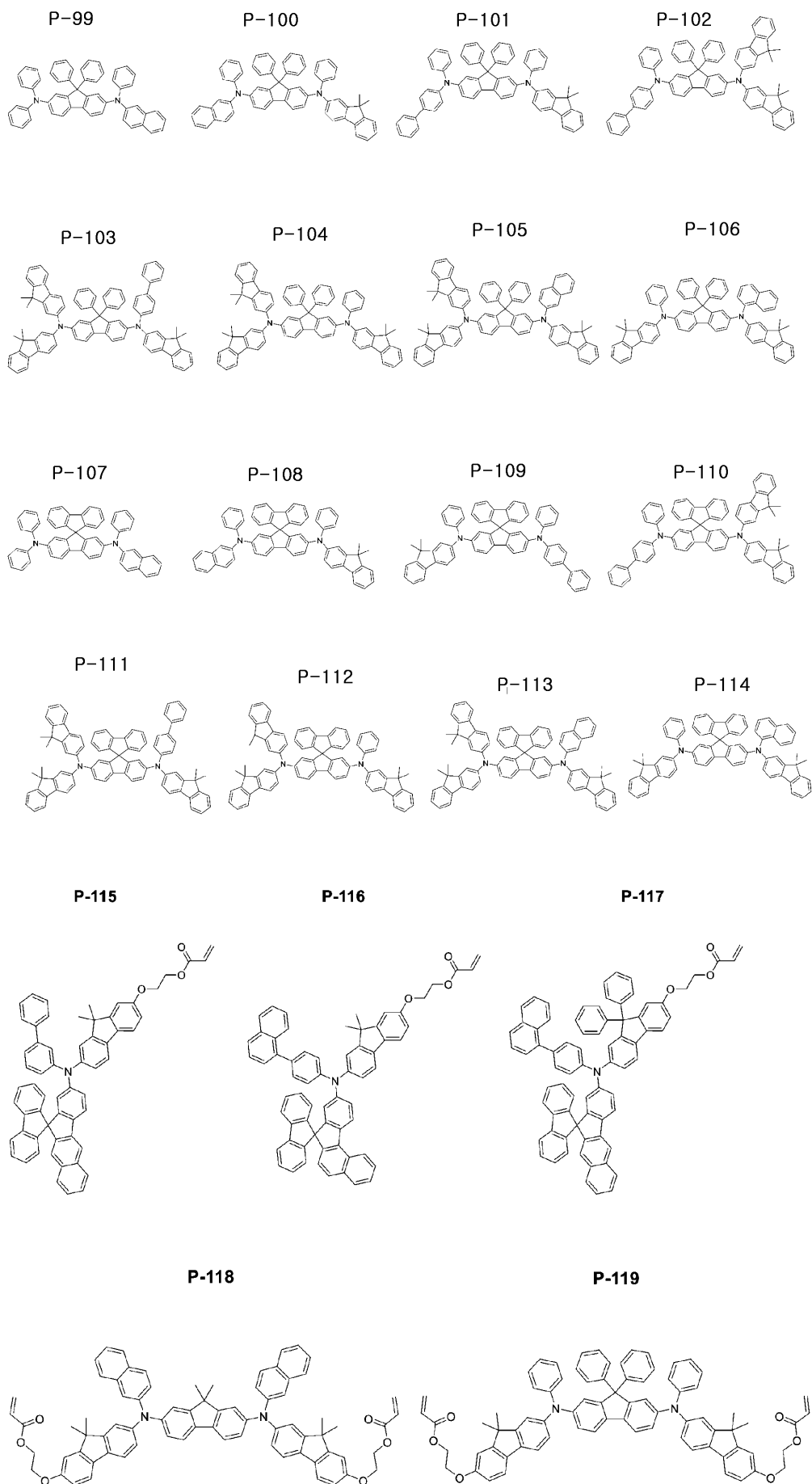
[0151]



[0152]



[0153]



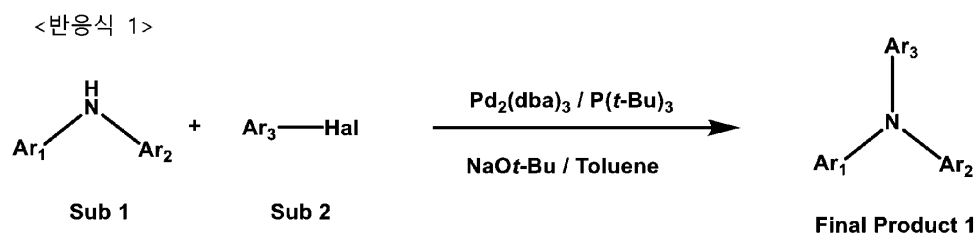
[0154]

[0155]

- [0156] 또한, 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물은 25℃에서 점도가 5cps 내지 40cps일 수 있다.
- [0157] 또한, 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물은 광경화성 개시제를 더 포함할 수 있다.
- [0158] 또한, 유기발광소자 상에 형성되는 장벽층이 무기장벽층과 유기장벽층으로 이루어지고, 상기 유기장벽층은 본 발명의 청구항 1항 내지 11항 중 어느 한 항에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물로 형성될 수 있다.
- [0159] 또한, 상기 유기장벽층은 상기 유기발광소자 봉지용 조성물을 잉크젯, 진공 증착, 스핀코팅 또는 슬릿코팅 방법으로 형성할 수 있다.
- [0160] 그리고, 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물의 광 투과도는 400nm에서 10% 미만, 440nm에서 투과도 90% 이상일 수 있다. 바람직하게는 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물의 광 투과도는 400nm에서 광투과도가 5% 미만, 430nm에서 90% 이상이며, 더 바람직하게는 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물의 광 투과도는 405nm에서 광투과도가 10% 미만, 430nm에서 90% 이상이며, 더 바람직하게는 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물의 광 투과도는 405nm에서 광투과도가 5% 미만, 430nm에서 90% 이상이며, 더 바람직하게는 본 발명에 따른 유기발광소자 봉지용 조성물의 광 투과도는 410nm에서 광투과도가 5% 미만, 430nm에서 90% 이상일 수 있다.
- [0161] 이하에서, 본 발명에 따른 화학식 1로 표시되는 화합물의 합성에 및 제조에 관하여 실시예를 들어 구체적으로 설명하지만, 본 발명이 하기의 실시예로 한정되는 것은 아니다.

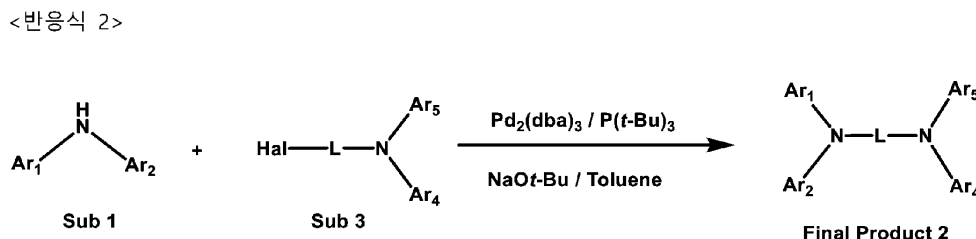
[0163] [합성예 1]

- [0164] 본 발명에 따른 화학식 1로 표시되는 화합물 (Final Product 1)은 하기 반응식 1과 같이 Sub 1 과 Sub 2가 반응하여 제조된다.



[0165]

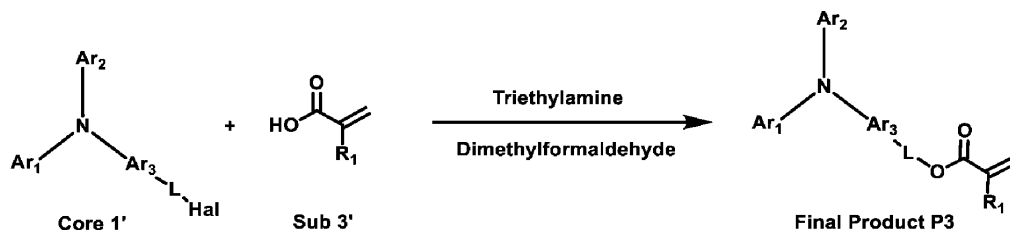
- [0166] 또한, 본 발명에 따른 화학식 1로 표시되는 화합물 (Final Product 2)은 하기 반응식 2와 같이 Sub 1과 Sub 3이 반응하여 제조된다.



[0167]

- [0168] 또한, 본 발명에 따른 화학식 1로 표시되는 화합물 (Final Product 3)은 하기 반응식 3과 같이 Core 1'과 Sub 3'이 반응하여 제조된다.

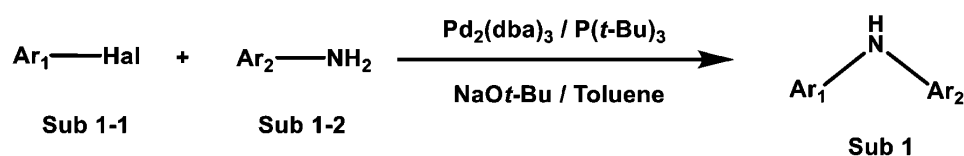
<반응식 3>



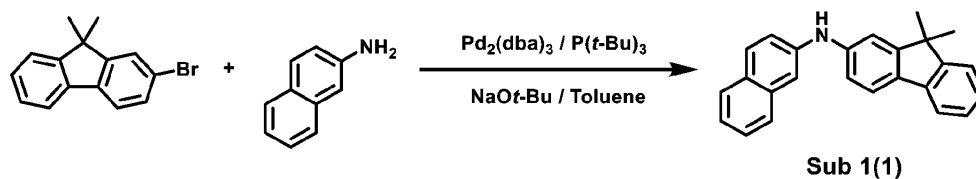
Sub 1 합성 예시

반응식 1의 Sub 1은 하기 반응식 4의 반응경로에 의해 합성될 수 있으며 이에 한정된 것은 아니다.

<반응식 4>

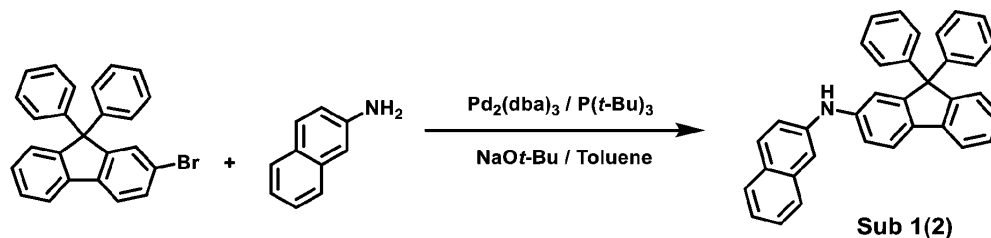


Sub 1(1)의 합성예시



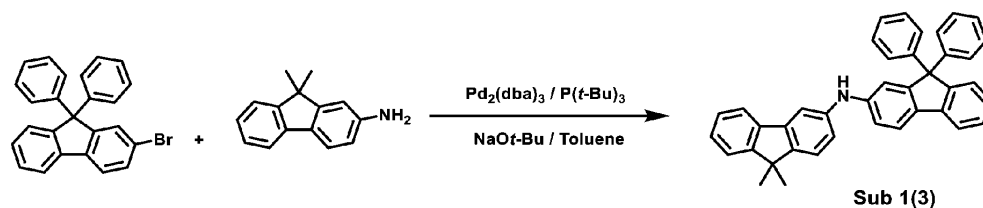
출발물질인 2-bromo-9,9-dimethyl-9H-fluorene (112.50 g, 411.83 mmol)과 naphthalen-2-amine (64.87 g, 453.01 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (2000 ml)으로 녹인 후에, $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (18.86 g, 20.59 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (16.66 ml, 41.18 mmol), NaOt-Bu (119.47 g, 1235.49 mmol)을 첨가하고 상온 에서 교반하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 100.5 g (수율: 73%)을 얻었다.

Sub 1(2)의 합성예시



출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (95.0 g, 239.10 mmol), naphthalen-2-amine (37.66 g, 263.01 mmol), toluene (1200 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (10.95 g, 11.96 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (9.675 ml, 23.91 mmol), NaOt-Bu (69.36 g, 717.31 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 83.73 g (수율: 76%)을 얻었다.

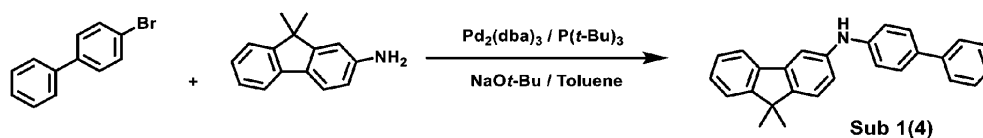
[0183] Sub 1(3)의 합성예시



[0184]

[0185] 출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (80.0 g, 201.35 mmol), 9,9-dimethyl-9H-fluoren-2-amine (46.35 g, 221.48 mmol), toluene (1000 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (9.22 g, 10.07 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (8.14 ml, 20.13 mmol), NaOt-Bu (58.41 g, 604.05 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 81.29 g (수율: 77%)을 얻었다.

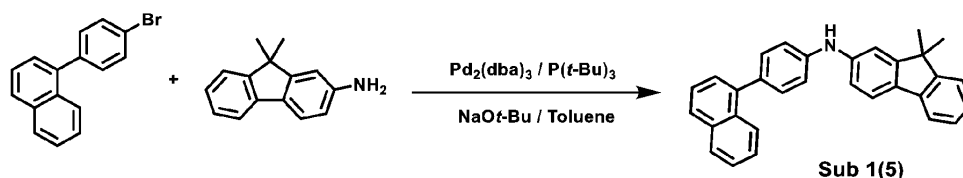
[0187] Sub 1(4)의 합성예시



[0188]

[0189] 출발물질인 4-bromo-1,1'-biphenyl (95.0 g, 407.53 mmol), 9,9-dimethyl-9H-fluoren-2-amine (93.82 g, 448.29 mmol), toluene (2000 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (18.66 g, 20.38 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (16.49 ml, 40.75 mmol), NaOt-Bu (118.23 g, 1222.60 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 114.76 g (수율: 78%)을 얻었다.

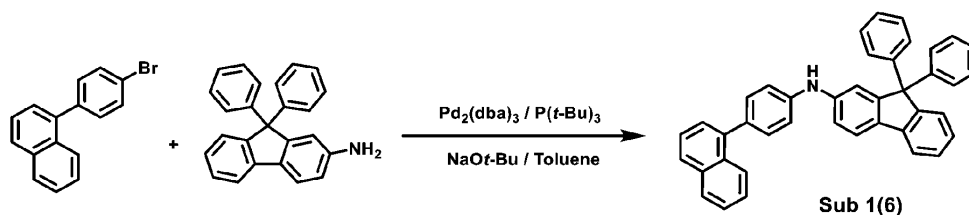
[0191] Sub 1(5)의 합성예시



[0192]

[0193] 출발물질인 1-(4-bromophenyl)naphthalene (88.0 g, 310.77 mmol), 9,9-dimethyl-9H-fluoren-2-amine (71.54 g, 341.84 mmol), toluene (1500 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (14.23 g, 15.54 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (12.57 ml, 31.08 mmol), NaOt-Bu (90.15 g, 932.30 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 93.62 g (수율: 73%)을 얻었다.

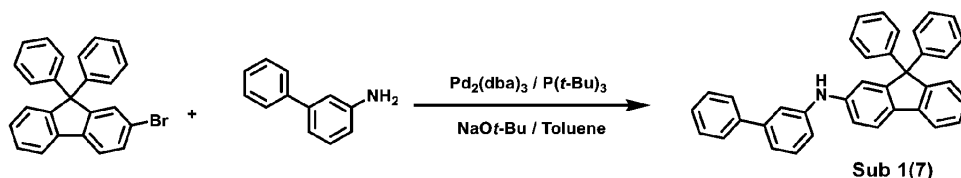
[0195] Sub 1(6)의 합성예시



[0196]

[0197] 출발물질인 1-(4-bromophenyl)naphthalene (65.0 g, 229.54 mmol), 9,9-diphenyl-9H-fluorene-2-amine (84.19 g, 252.50 mmol), toluene (1100 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (10.51 g, 11.48 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (9.28 ml, 22.95 mmol), NaOt-Bu (66.59 g, 688.63 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 94.80 g (수율: 77%)을 얻었다.

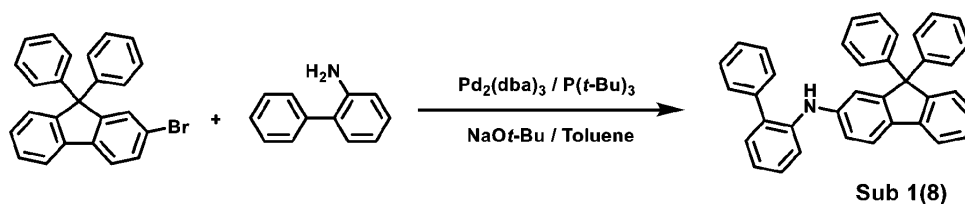
[0199] Sub 1(7)의 합성예시



[0200]

[0201] 출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (88.0 g, 221.48 mmol), [1,1'-biphenyl]-3-amine (41.23 g, 243.63 mmol), toluene (1100 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (10.14 g, 11.07 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (8.96 ml, 22.15 mmol), NaOt-Bu (64.25 g, 664.45 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 77.55 g (수율: 72%)을 얻었다.

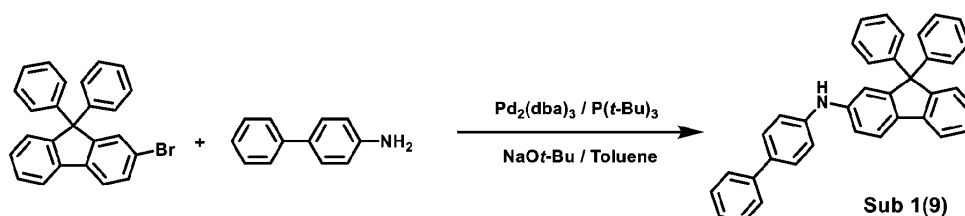
[0203] Sub 1(8)의 합성예시



[0204]

[0205] 출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (75.0 g, 188.76 mmol), [1,1'-biphenyl]-2-amine (35.14 g, 207.64 mmol), toluene (1000 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (8.64 g, 9.44 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (7.63 ml, 18.88 mmol), NaOt-Bu (54.76 g, 566.29 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 63.36 g (수율: 71%)을 얻었다.

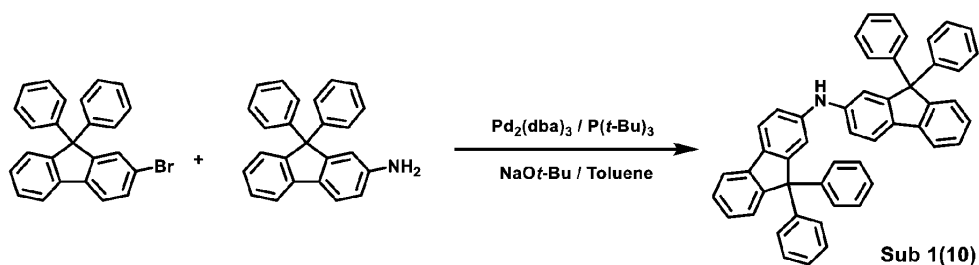
[0207] Sub 1(9)의 합성예시



[0208]

[0209] 출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (80.0 g, 201.35 mmol), [1,1'-biphenyl]-4-amine (37.48 g, 221.48 mmol), toluene (1000 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (9.22 g, 10.07 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (8.14 ml, 20.13 mmol), NaOt-Bu (58.41 g, 604.05 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 71.38 g (수율: 73%)을 얻었다.

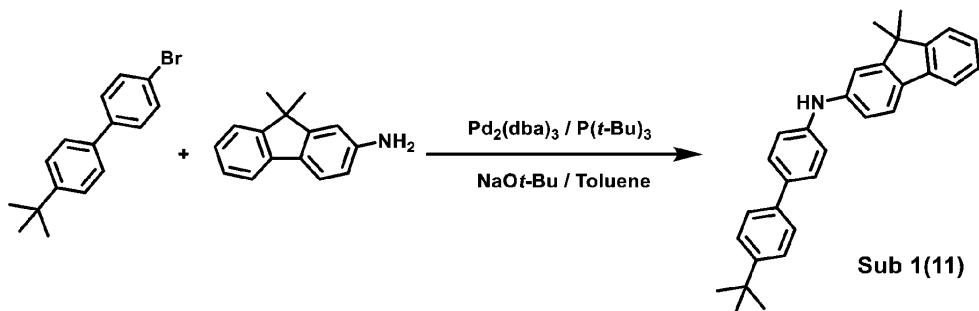
[0211] Sub 1(10)의 합성예시



[0212]

[0213] 출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (62.0 g, 156.05 mmol)과 9,9-diphenyl-9H-fluorene-2-amine (57.23 g, 171.65 mmol), toluene (800 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (7.14 g, 7.80 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (6.31 ml, 15.60 mmol), NaOt-Bu (45.27 g, 468.14 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 73.01 g (수율: 72%)을 얻었다.

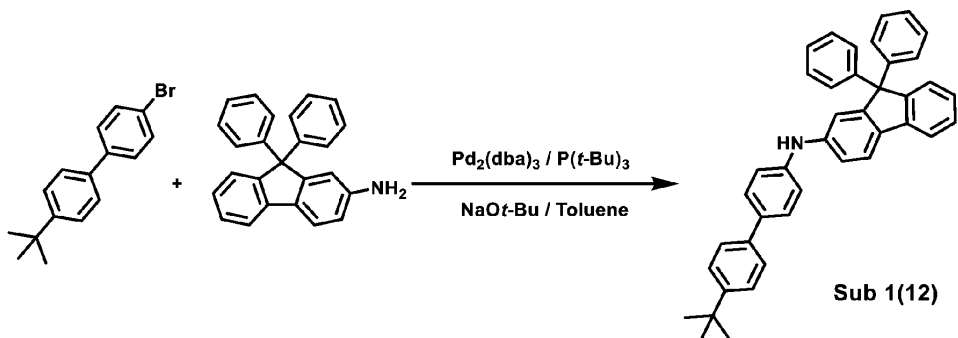
[0215] Sub 1(11)의 합성예시



[0216]

[0217] 출발물질인 4-bromo-4'-(tert-butyl)-1,1'-biphenyl (35.00 g, 121.02 mmol), 9,9-dimethyl-9H-fluorene-2-amine (27.82 g, 133.12 mmol), toluene (600 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (5.54 g, 6.05 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (4.89 ml, 12.10 mmol), NaOt-Bu (35.11 g, 363.05 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 35.22 g (수율: 70%)을 얻었다.

[0219] Sub 1(12)의 합성예시

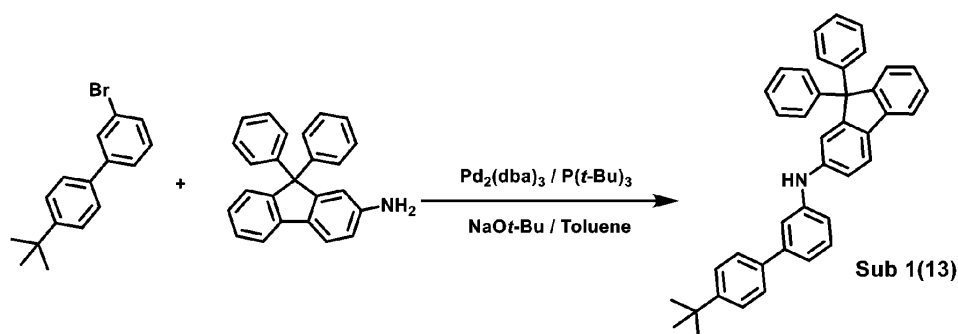


[0220]

[0221] 출발물질인 4-bromo-4'-(tert-butyl)-1,1'-biphenyl (32.00 g, 110.64 mmol), 9,9-diphenyl-9H-fluorene-2-amine (40.58 g, 121.71 mmol), toluene (550 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (5.07 g, 5.53 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (4.47 ml, 11.06 mmol), NaOt-Bu (32.10 g, 331.93 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 42.01 g (수율: 70%)을 얻었다.

g (수율: 70%)을 얻었다.

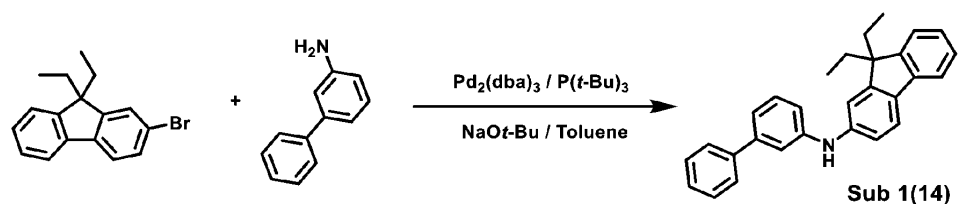
[0223] Sub 1(13)의 합성예시



[0224]

[0225] 출발물질인 3-bromo-4'-(tert-butyl)-1,1'-biphenyl (30.00 g, 103.73 mmol), 9,9-diphenyl-9H-fluoren-2-amine (38.04 g, 114.10 mmol), toluene (550 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (4.75 g, 5.19 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (4.19 ml, 10.37 mmol), NaOt-Bu (30.09 g, 311.18 mmol) 을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 38.71 g (수율: 69%)을 얻었다.

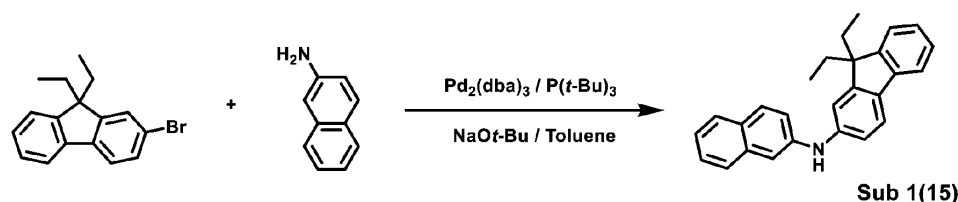
[0227] Sub 1(14)의 합성예시



[0228]

[0229] 출발물질인 2-bromo-9,9-diethyl-9H-fluorene (25.00 g, 82.99 mmol), [1,1'-biphenyl]-3-amine (15.45 g, 91.29 mmol), toluene (450 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (3.80 g, 4.15 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.35 ml, 8.30 mmol), NaOt-Bu (24.08 g, 248.98 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 21.95 g (수율: 68%)을 얻었다.

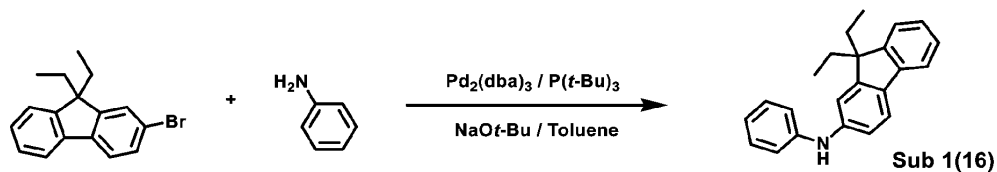
[0231] Sub 1(15)의 합성예시



[0232]

[0233] 출발물질인 2-bromo-9,9-diethyl-9H-fluorene (25.00 g, 82.99 mmol), naphthalen-2-amine (13.07 g, 91.29 mmol), toluene (420 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (3.80 g, 4.15 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.35 ml, 8.30 mmol), NaOt-Bu (24.08 g, 248.98 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 21.20 g (수율: 70%)을 얻었다.

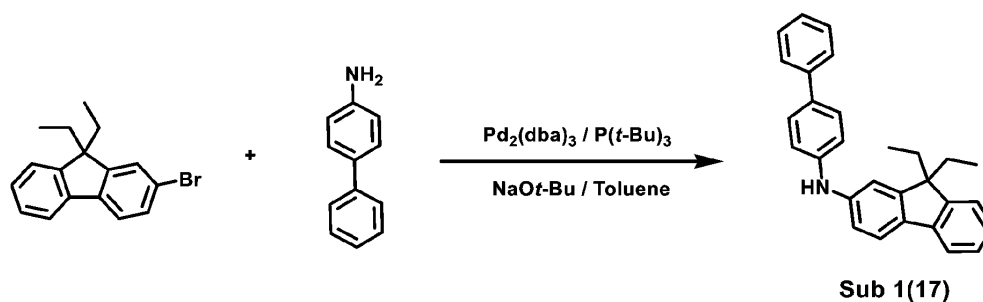
[0235] Sub 1(16)의 합성예시



[0236]

[0237] 출발물질인 2-bromo-9,9-diethyl-9H-fluorene (25.00 g, 82.99 mmol), aniline (8.50 g, 91.29 mmol), toluene (420 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (3.80 g, 4.15 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.35 ml, 8.30 mmol), NaOt-Bu (24.08 g, 248.98 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 17.93 g (수율: 68%)을 얻었다.

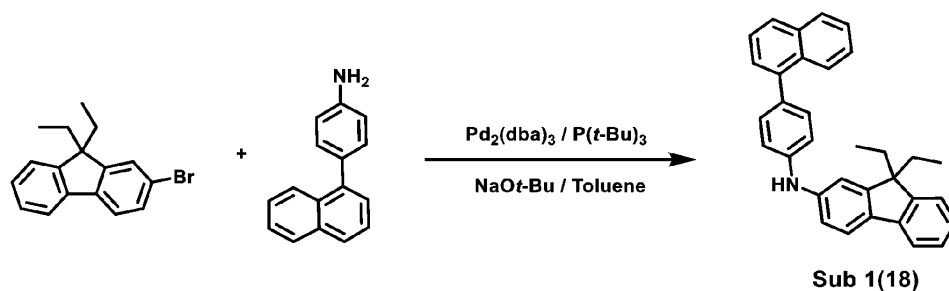
[0239] Sub 1(17)의 합성예시



[0240]

[0241] 출발물질인 2-bromo-9,9-diethyl-9H-fluorene (25.00 g, 82.99 mmol), 4-aminobiphenyl (15.45 g, 91.29 mmol), toluene (420 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (3.80 g, 4.15 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.35 ml, 8.30 mmol), NaOt-Bu (24.08 g, 248.98 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 23.05 g (수율: 71%)을 얻었다.

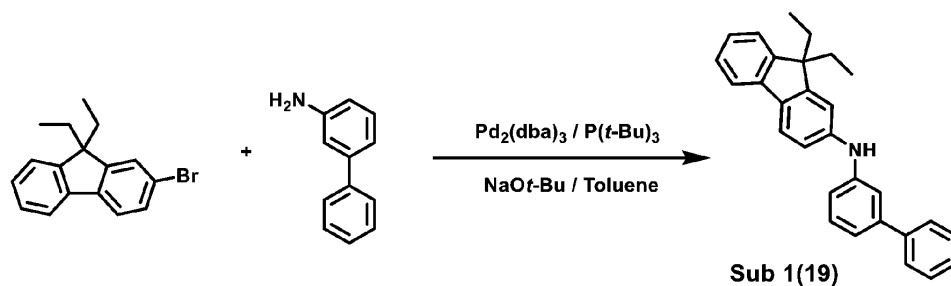
[0243] Sub 1(18)의 합성예시



[0244]

[0245] 출발물질인 2-bromo-9,9-diethyl-9H-fluorene (25.00 g, 82.99 mmol), 4-(naphthalen-1-yl)aniline (20.02 g, 91.29 mmol), toluene (420 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (3.80 g, 4.15 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.35 ml, 8.30 mmol), NaOt-Bu (24.08 g, 248.98 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 26.30 g (수율: 72%)을 얻었다.

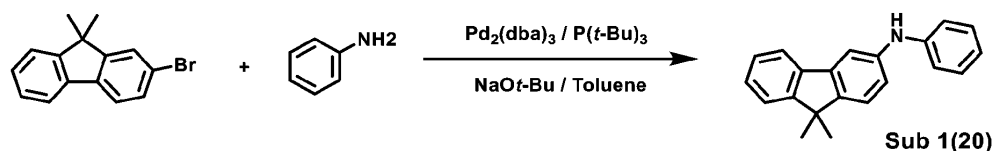
[0247] Sub 1(19)의 합성예시



[0248]

[0249] 출발물질인 2-bromo-9,9-diethyl-9H-fluorene (25.00 g, 82.99 mmol), [1,1'-biphenyl]-3-amine (15.45 g, 91.29 mmol), toluene (420 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (3.80 g, 4.15 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.35 ml, 8.30 mmol), NaOt-Bu (24.08 g, 248.98 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 22.75 g (수율: 70%)을 얻었다.

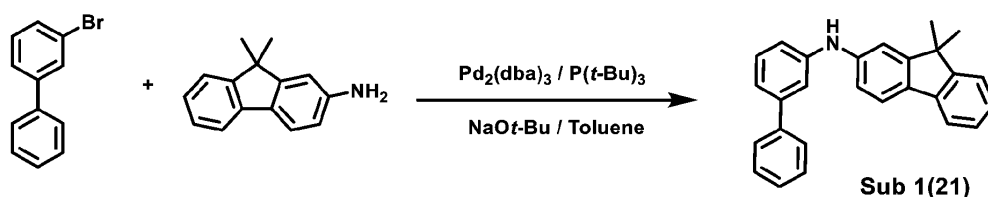
[0251] Sub 1(20)의 합성예시



[0252]

[0253] 출발물질인 2-bromo-9,9-dimethyl-9H-fluorene (100.00 g, 366.07 mmol), aniline (37.50 g, 402.68 mmol), toluene (1800 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (16.76 g, 18.30 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (14.81 ml, 36.61 mmol), NaOt-Bu (106.20 g, 1098.22 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 75.84 g (수율: 73%)을 얻었다.

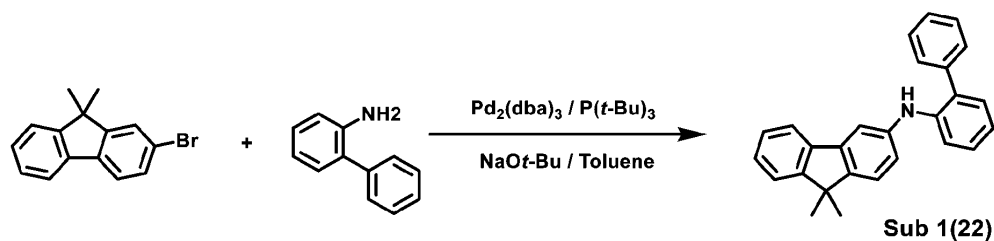
[0255] Sub 1(21)의 합성예시



[0256]

[0257] 출발물질인 3-bromo-1,1'-biphenyl (82.50 g, 353.91 mmol), 9,9-dimethyl-9H-fluorene-2-amine (91.48 g, 389.30 mmol), toluene (1750 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (16.20 g, 17.70 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (14.32 ml, 35.39 mmol), NaOt-Bu (102.67 g, 1061.73 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 99.02 g (수율: 77%)을 얻었다.

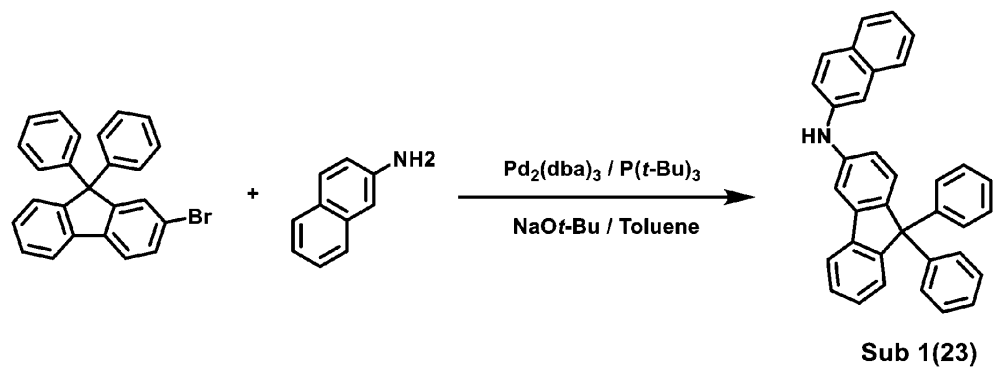
[0259] Sub 1(22)의 합성예시



[0260]

[0261] 출발물질인 2-bromo-9,9-dimethyl-9H-fluorene (100.00 g, 366.07 mmol)과 [1,1'-biphenyl]-2-amine (68.15 g, 402.68 mmol), toluene (1800 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (16.76 g, 18.30 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (14.81 ml, 36.61 mmol), NaOt-Bu (106.20 g, 1098.22 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 96.07 g (수율: 73%)을 얻었다.

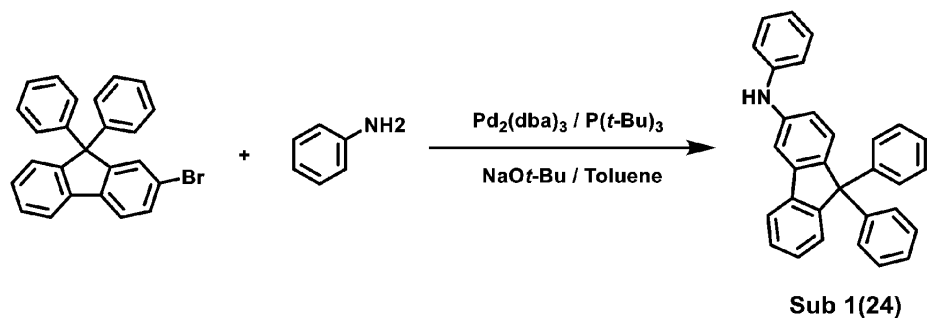
[0263] Sub 1(23)의 합성예시



[0264]

[0265] 출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (100.00 g, 251.69 mmol), naphthalen-2-amine (39.64 g, 276.85 mmol), toluene (1300 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (11.52 g, 12.58 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (10.18 ml, 25.17 mmol), NaOt-Bu (73.01 g, 755.06 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 88.60 g (수율: 77%)을 얻었다.

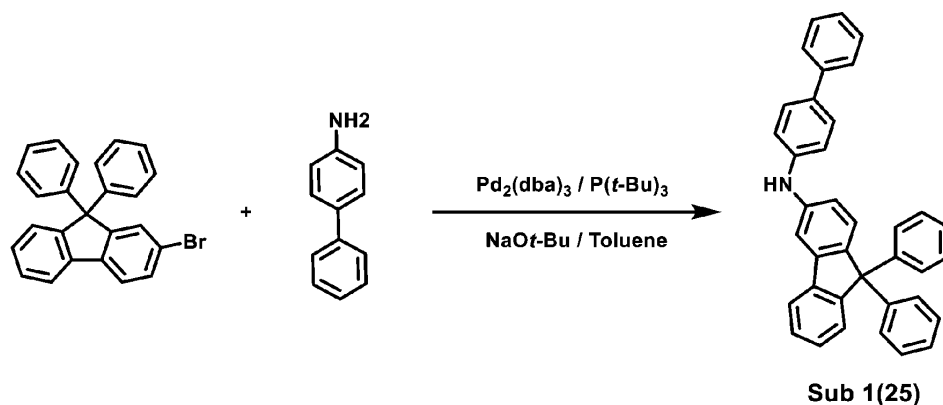
[0267] Sub 1(24)의 합성예시



[0268]

[0269] 출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (100.00 g, 251.69 mmol), aniline (25.78 g, 276.85 mmol), toluene (1250 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (11.52 g, 12.58 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (10.18 ml, 25.17 mmol), NaOt-Bu (73.01 g, 755.06 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 78.23 g (수율: 76%)을 얻었다.

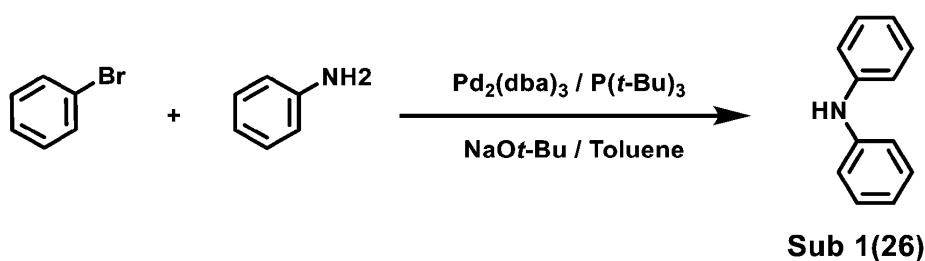
[0271] Sub 1(25)의 합성예시



[0272]

[0273] 출발물질인 2-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (100.00 g, 251.69 mmol), [1,1'-biphenyl]-4-amine (46.85 g, 276.85 mmol), toluene (1250 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (11.52 g, 12.58 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (10.18 ml, 25.17 mmol), NaOt-Bu (73.01 g, 755.06 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 96.43 g (수율: 79%)을 얻었다.

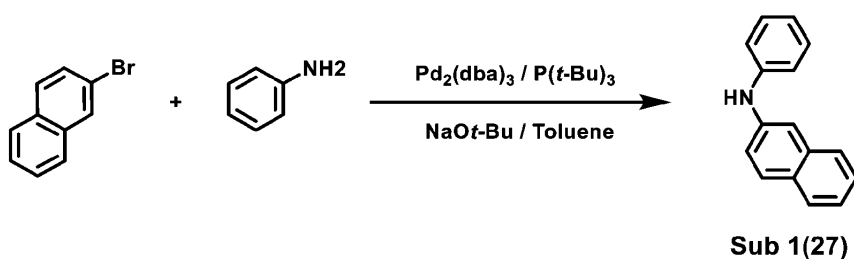
[0275] Sub 1(26)의 합성예시



[0276]

[0277] 출발물질인 bromobenzene (92.00 g, 585.95 mmol), aniline (60.03 g, 644.54 mmol), toluene (2000 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (26.83 g, 29.30 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (23.71 ml, 58.59 mmol), NaOt-Bu (169.98 g, 1757.85 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 72.28 g (수율: 73%)을 얻었다.

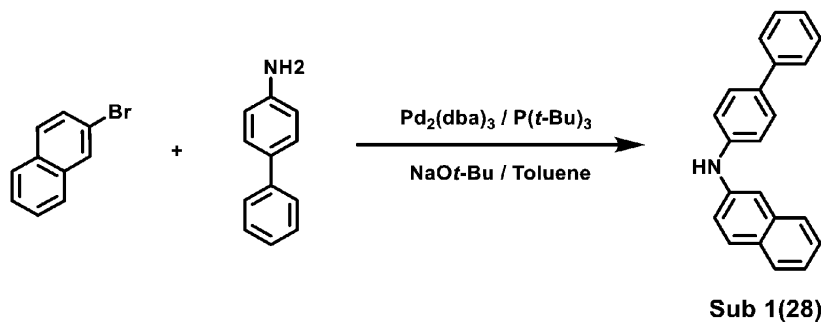
[0279] Sub 1(27)의 합성예시



[0280]

[0281] 출발물질인 2-bromonaphthalene (85.00 g, 410.49 mmol), aniline (42.05 g, 451.54 mmol), toluene (2000 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (18.79 g, 20.52 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (16.61 ml, 41.05 mmol), NaOt-Bu (119.08 g, 1231.47 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 66.70 g (수율: 74%)을 얻었다.

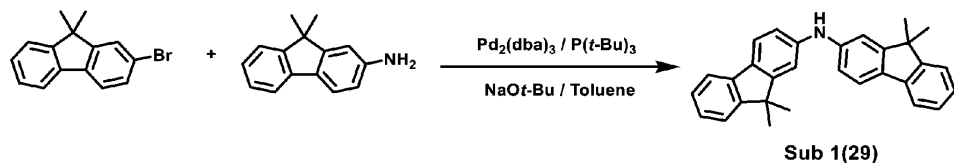
[0283] Sub 1(28)의 합성예시



[0284]

[0285] 출발물질인 2-bromonaphthalene (87.00 g, 420.15 mmol), [1,1'-biphenyl]-4-amine (78.21 g, 462.16 mmol), toluene (2000 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (19.24 g, 21.01 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (17.00 ml, 42.01 mmol), NaOt-Bu (121.88 g, 1260.44 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 93.82 g (수율: 76%)을 얻었다

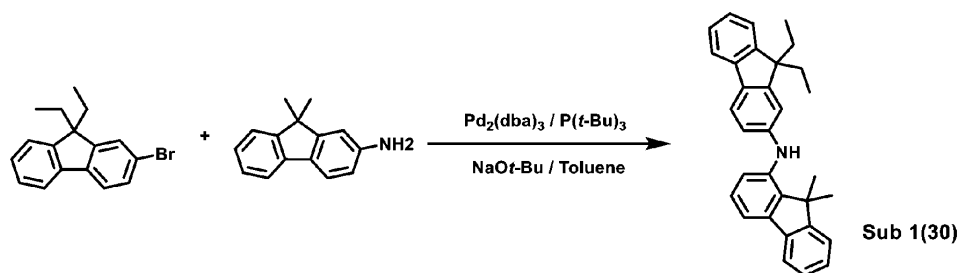
[0287] Sub 1(29)의 합성예시



[0288]

[0289] 출발물질인 2-bromo-9,9-dimethyl-9H-fluorene (100.0 g, 336.07 mmol), 9,9-dimethyl-9H-fluoren-2-amine (84.28 g, 402.68 mmol), toluene (1800 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (16.76 g, 18.30 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (14.81 ml, 36.61 mmol), NaOt-Bu (106.20 g, 1098.22 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 108.92 g (수율: 74%)을 얻었다.

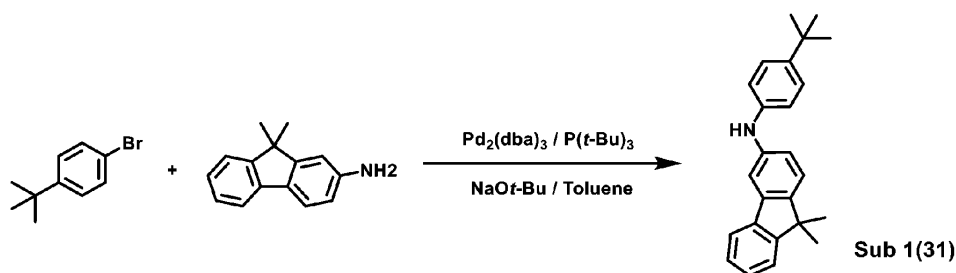
[0291] Sub 1(30)의 합성예시



[0292]

[0293] 출발물질인 2-bromo-9,9-diethyl-9H-fluorene (25.00 g, 82.99 mmol), 9,9-dimethyl-9H-fluoren-2-amine (19.11 g, 91.29 mmol), toluene (400 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (3.80 g, 4.15 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.35 ml, 8.30 mmol), NaOt-Bu (24.08 g, 248.98 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 25.06 g (수율: 70%)을 얻었다.

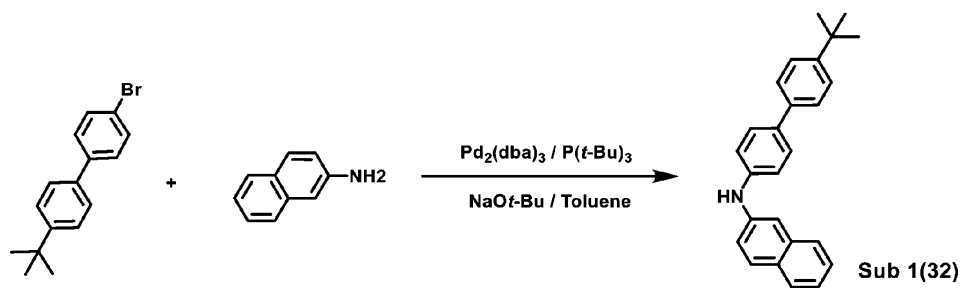
[0295] Sub 1(31)의 합성예시



[0296]

[0297] 출발물질인 1-bromo-4-(tert-butyl)benzene (25.00 g, 117.30 mmol), 9,9-dimethyl-9H-fluoren-2-amine (27.01 g, 129.04 mmol), toluene (600 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (5.37 g, 5.87 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (4.74 ml, 11.73 mmol), NaOt-Bu (34.03 g, 351.91 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 27.52 g (수율: 69%)을 얻었다.

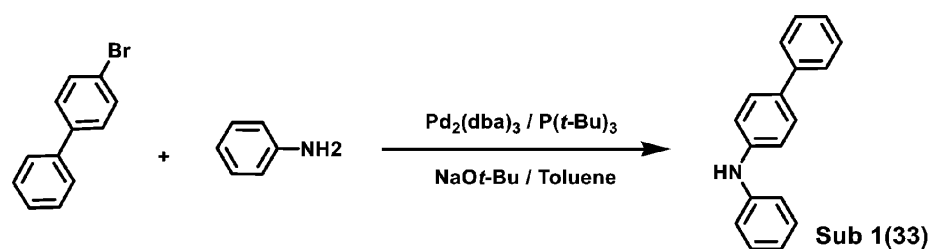
[0299] Sub 1(32)의 합성예시



[0300]

[0301] 출발물질인 4-bromo-4'-(tert-butyl)-1,1'-biphenyl (25.00 g, 86.44 mmol), naphthalen-2-amine (13.61 g, 95.08 mmol), toluene (450 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (3.96 g, 4.32 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.49 ml, 8.64 mmol), NaOt-Bu (25.08 g, 259.32 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 21.66 g (수율: 71%)을 얻었다.

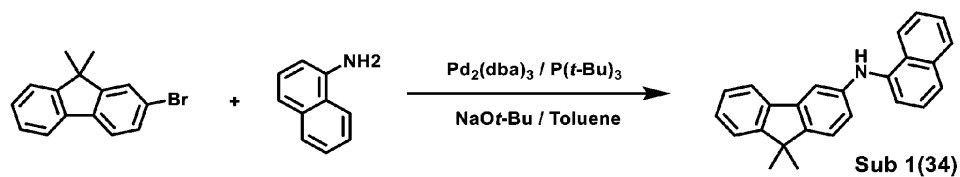
[0303] Sub 1(33)의 합성예시



[0304]

[0305] 출발물질인 4-bromo-1,1'-biphenyl (50.00 g, 214.49 mmol), aniline (21.97 g, 235.94 mmol), toluene (1000 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (9.82 g, 10.72 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (8.67 ml, 21.45 mmol), NaOt-Bu (62.22 g, 643.47 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 41.20 g (수율: 78%)을 얻었다.

[0307] Sub 1(34)의 합성예시

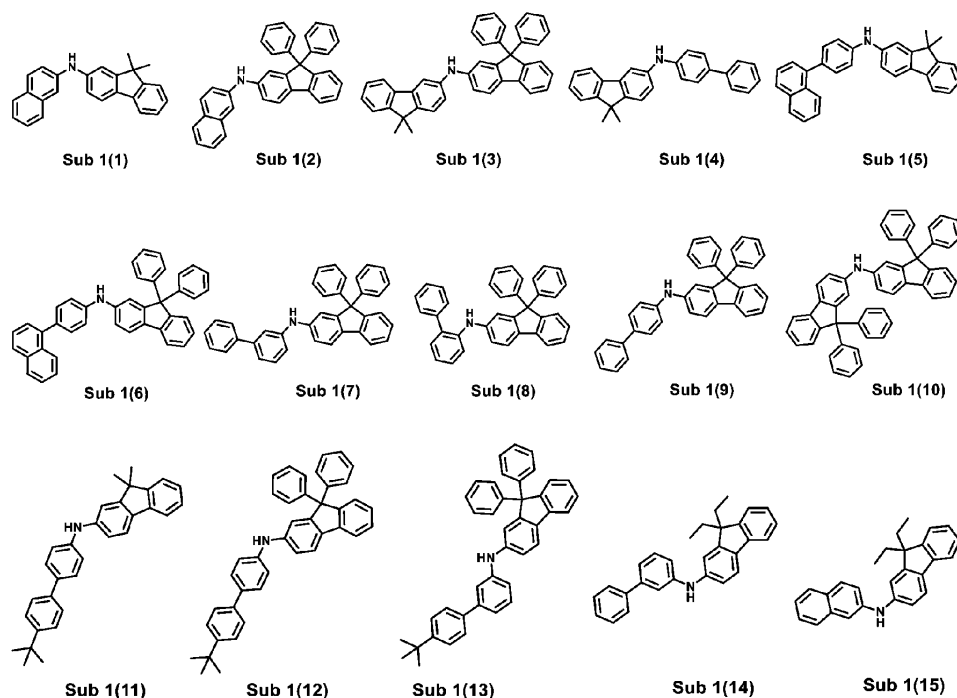


[0308]

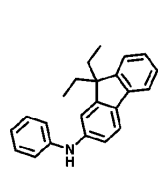
[0309] 출발물질인 2-bromo-9,9-dimethyl-9H-fluorene (50.00 g, 183.04 mmol), naphthalen-1-amine (33.78 g, 235.94 mmol), toluene (900 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (9.82 g, 10.72 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (8.67 ml, 21.45 mmol), NaOt-Bu (62.22 g, 643.47 mmol)을 상기 Sub 1(1)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 47.33 g (수율: 77%)을 얻었다.

[0311]

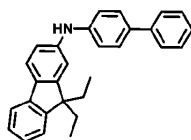
Sub 1에 속하는 화합물은 아래와 같은 화합물일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니며, 표 1은 Sub 1에 속하는 일부 화합물의 FD-MS(Field Desorption-Mass Spectrometry) 값을 나타낸 것이다.



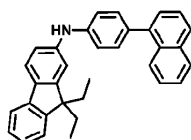
[0312]



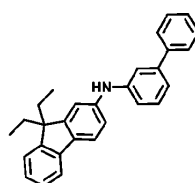
Sub 1(16)



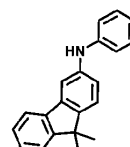
Sub 1(17)



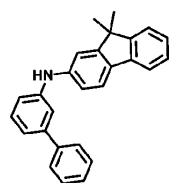
Sub 1(18)



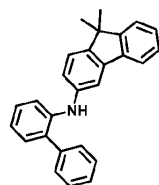
Sub 1(19)



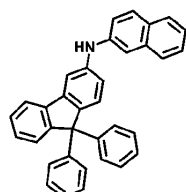
Sub 1(20)



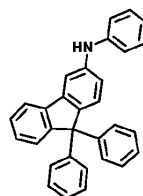
Sub 1(21)



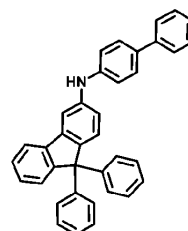
Sub 1(22)



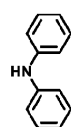
Sub 1(23)



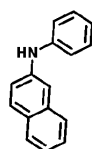
Sub 1(24)



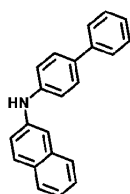
Sub 1(25)



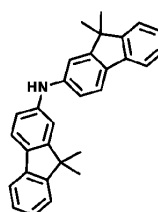
Sub 1(26)



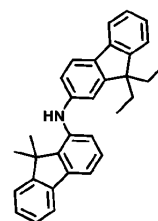
Sub 1(27)



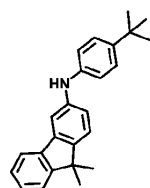
Sub 1(28)



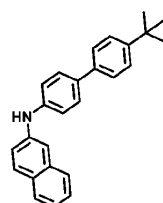
Sub 1(29)



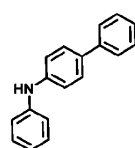
Sub 1(30)



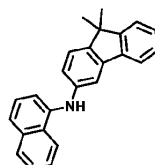
Sub 1(31)



Sub 1(32)



Sub 1(33)



Sub 1(34)

[0313]

표 1

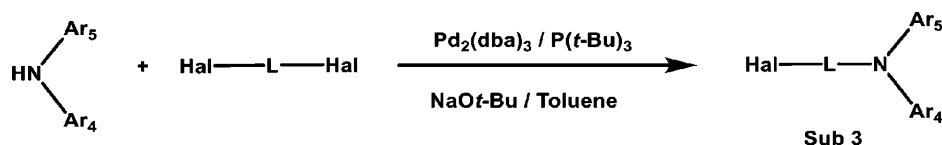
화합물	FD-MS	화합물	FD-MS
Sub 1(1)	m/z = 335.17 (C ₂₅ H ₂₁ N=335.45)	Sub 1(2)	m/z = 459.20 (C ₃₅ H ₂₅ N=459.59)
Sub 1(3)	m/z = 525.25 (C ₄₀ H ₃₁ N=525.70)	Sub 1(4)	m/z = 361.18 (C ₂₇ H ₂₃ N=361.49)
Sub 1(5)	m/z = 411.20 (C ₃₁ H ₂₅ N=411.55)	Sub 1(6)	m/z = 535.23 (C ₄₁ H ₂₉ N=535.69)
Sub 1(7)	m/z = 485.21 (C ₃₇ H ₂₇ N=485.63)	Sub 1(8)	m/z = 485.21 (C ₃₇ H ₂₇ N=485.63)
Sub 1(9)	m/z = 485.21 (C ₃₇ H ₂₇ N=485.63)	Sub 1(10)	m/z = 649.28 (C ₅₀ H ₃₅ N=649.84)
Sub 1(11)	m/z = 417.25 (C ₃₁ H ₃₁ N=417.60)	Sub 1(12)	m/z = 541.28 (C ₄₁ H ₃₅ N=541.74)
Sub 1(13)	m/z = 541.28 (C ₄₁ H ₃₅ N=541.74)	Sub 1(14)	m/z = 389.21 (C ₂₉ H ₂₇ N=389.54)
Sub 1(15)	m/z = 363.20 (C ₂₇ H ₂₅ N=363.50)	Sub 1(16)	m/z = 313.18 (C ₂₃ H ₂₃ N=313.44)
Sub 1(17)	m/z = 389.21 (C ₂₉ H ₂₇ N=389.54)	Sub 1(18)	m/z = 439.23 (C ₃₃ H ₂₉ N=439.60)
Sub 1(19)	m/z = 389.21 (C ₂₉ H ₂₇ N=389.54)	Sub 1(20)	m/z = 285.15 (C ₂₁ H ₁₉ N=285.39)
Sub 1(21)	m/z = 361.18 (C ₂₇ H ₂₃ N=361.49)	Sub 1(22)	m/z = 361.18 (C ₂₇ H ₂₃ N=361.49)
Sub 1(23)	m/z = 459.20 (C ₃₅ H ₂₅ N=459.59)	Sub 1(24)	m/z = 409.18 (C ₃₁ H ₂₃ N=409.53)
Sub 1(25)	m/z = 485.21 (C ₃₇ H ₂₇ N=485.63)	Sub 1(26)	m/z = 169.09 (C ₁₂ H ₁₁ N=169.23)
Sub 1(27)	m/z = 219.10 (C ₁₆ H ₁₃ N=219.29)	Sub 1(28)	m/z = 295.14 (C ₂₂ H ₁₇ N=295.39)
Sub 1(29)	m/z = 401.21 (C ₃₀ H ₂₇ N=401.55)	Sub 1(30)	m/z = 429.25 (C ₃₂ H ₃₁ N=429.61)
Sub 1(31)	m/z = 341.21 (C ₂₅ H ₂₇ N=341.50)	Sub 1(32)	m/z = 351.20 (C ₂₆ H ₂₅ N=351.49)
Sub 1(33)	m/z = 245.12 (C ₁₈ H ₁₅ N=245.33)	Sub 1(34)	m/z = 335.17 (C ₂₅ H ₂₁ N=335.45)

[0314]

[0316] Sub 3 합성 예시

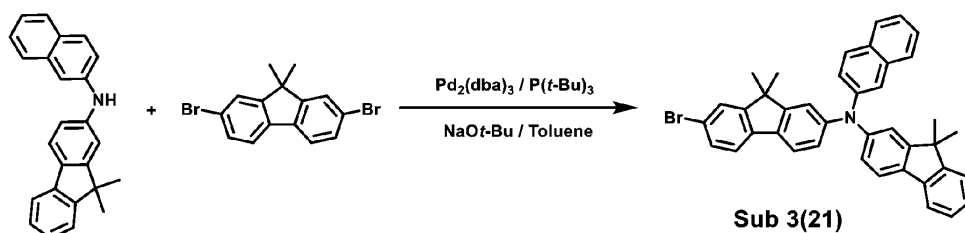
[0317] 반응식 2의 Sub 3은 하기 반응식 5의 반응경로에 의해 합성될 수 있으며 이에 한정된 것은 아니다.

<반응식 5>



[0318]

[0320] Sub 3(21)의 합성예시

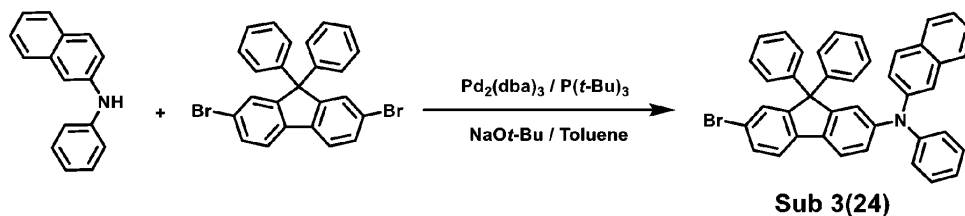


[0321]

[0322] 출발물질인 Sub 1(1) (15.00 g, 44.72 mmol)과 2,7-dibromo-9,9-dimethyl-9H-fluorene (16.53 g, 46.95 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (250 ml)으로 녹인 후에, Pd₂(dba)₃ (2.05 g, 2.24 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (1.80 ml, 4.47 mmol), NaOt-Bu (12.97 g, 134.15 mmol)을 첨가하고 80℃ 에서 교반하였다. 반응이 완료되면

물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 17.71 g (수율: 65%)을 얻었다.

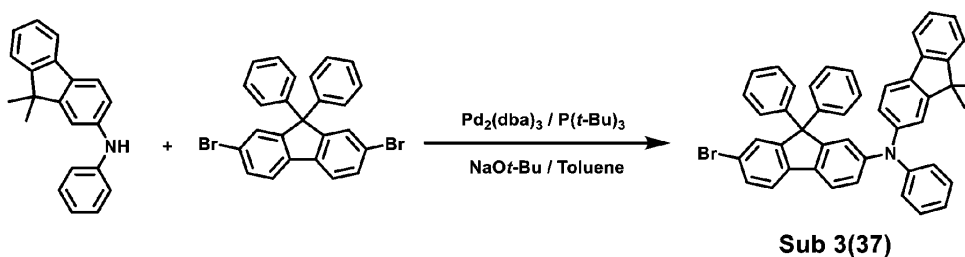
[0324] Sub 3(24)의 합성예시



[0325]

[0326] 출발물질인 Sub 1(27) (21.00 g, 95.76 mmol), 2,7-dibromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (47.88 g, 100.55 mmol), toluene (500 ml), Pd₂(dba)₃ (4.38 g, 4.79 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (3.87 ml, 9.58 mmol), NaOt-Bu (27.78 g, 287.29 mmol)을 상기 Sub 3(21)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 38.90 g (수율: 66%)을 얻었다.

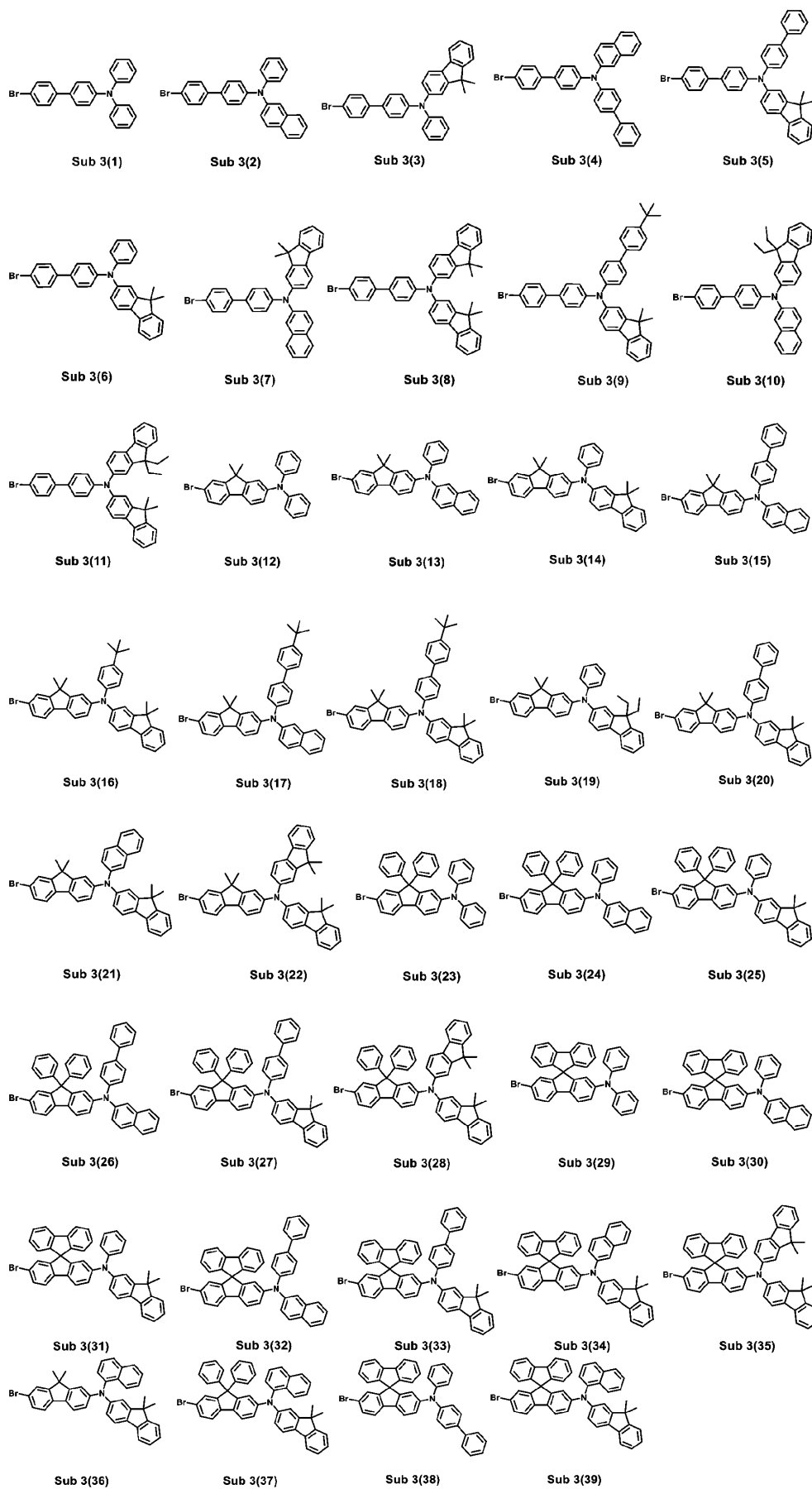
[0328] Sub 3(25)의 합성예시



[0329]

[0330] 출발물질인 Sub 1(20) (23.00 g, 80.59 mmol), 2,7-dibromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (47.88 g, 100.55 mmol), toluene (400 ml), Pd₂(dba)₃ (4.38 g, 4.79 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (3.87 ml, 9.58 mmol), NaOt-Bu (27.78 g, 287.29 mmol)을 상기 Sub 3(21)의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 36.97 g (수율: 67%)을 얻었다.

[0332] Sub 2에 속하는 화합물은 아래와 같은 화합물일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니며, 표 2는 Sub 2에 속하는 일부 화합물의 FD-MS(Field Desorption-Mass Spectrometry) 값을 나타낸 것이다.



[0333]

[0334]

표 2

화합물	FD-MS	화합물	FD-MS
Sub 3(1)	m/z = 399.06 (C ₂₄ H ₁₈ BrN=400.32)	Sub 3(2)	m/z = 449.08 (C ₂₈ H ₂₀ BrN=450.38)
Sub 3(3)	m/z = 515.12 (C ₃₃ H ₂₆ BrN=516.48)	Sub 3(4)	m/z = 525.11 (C ₃₄ H ₂₄ BrN=526.48)
Sub 3(5)	m/z = 592.58 (C ₃₉ H ₃₀ BrN=591.16)	Sub 3(6)	m/z = 515.12 (C ₃₃ H ₂₆ BrN=516.48)
Sub 3(7)	m/z = 565.14 (C ₃₇ H ₂₈ BrN=566.54)	Sub 3(8)	m/z = 631.19 (C ₄₂ H ₃₄ BrN=632.65)
Sub 3(9)	m/z = 647.22 (C ₄₃ H ₃₈ BrN=648.69)	Sub 3(10)	m/z = 593.17 (C ₃₉ H ₃₂ BrN=594.60)
Sub 3(11)	m/z = 659.22 (C ₄₄ H ₃₈ BrN=660.70)	Sub 3(12)	m/z = 439.09 (C ₂₇ H ₂₂ BrN=440.38)
Sub 3(13)	m/z = 489.11 (C ₃₁ H ₂₄ BrN=490.44)	Sub 3(14)	m/z = 555.16 (C ₃₆ H ₃₀ BrN=556.55)
Sub 3(15)	m/z = 565.14 (C ₃₇ H ₂₈ BrN=566.54)	Sub 3(16)	m/z = 612.66 (C ₄₀ H ₃₈ BrN=611.22)
Sub 3(17)	m/z = 621.20 (C ₄₁ H ₃₆ BrN=622.65)	Sub 3(18)	m/z = 687.25 (C ₄₆ H ₄₂ BrN=688.75)
Sub 3(19)	m/z = 583.19 (C ₃₈ H ₃₄ BrN=584.60)	Sub 3(20)	m/z = 631.19 (C ₄₂ H ₃₄ BrN=632.65)
Sub 3(21)	m/z = 605.17 (C ₄₀ H ₃₂ BrN=606.61)	Sub 3(22)	m/z = 671.22 (C ₄₅ H ₃₈ BrN=672.71)
Sub 3(23)	m/z = 563.12 (C ₃₇ H ₂₆ BrN=564.53)	Sub 3(24)	m/z = 613.14 (C ₄₁ H ₂₈ BrN=614.59)
Sub 3(25)	m/z = 679.19 (C ₄₆ H ₃₄ BrN=680.69)	Sub 3(26)	m/z = 689.17 (C ₄₇ H ₃₂ BrN=690.68)
Sub 3(27)	m/z = 755.22 (C ₅₂ H ₃₈ BrN=756.79)	Sub 3(28)	m/z = 795.25 (C ₅₅ H ₄₂ BrN=796.85)
Sub 3(29)	m/z = 561.11 (C ₃₇ H ₂₄ BrN=562.51)	Sub 3(30)	m/z = 611.12 (C ₄₁ H ₂₆ BrN=612.57)
Sub 3(31)	m/z = 677.17 (C ₄₆ H ₃₂ BrN=678.67)	Sub 3(32)	m/z = 687.16 (C ₄₇ H ₃₀ BrN=688.67)
Sub 3(33)	m/z = 753.20 (C ₅₂ H ₃₆ BrN=754.77)	Sub 3(34)	m/z = 727.19 (C ₅₀ H ₃₄ BrN=728.73)
Sub 3(35)	m/z = 793.23 (C ₅₅ H ₄₀ BrN=794.84)	Sub 3(36)	m/z = 605.17 (C ₄₀ H ₃₂ BrN=606.61)
Sub 3(37)	m/z = 729.20 (C ₅₀ H ₃₆ BrN=730.75)	Sub 3(38)	m/z = 637.14 (C ₄₃ H ₂₈ BrN=638.61)
Sub 3(39)	m/z = 727.19 (C ₅₀ H ₃₄ BrN=728.73)		

[0335]

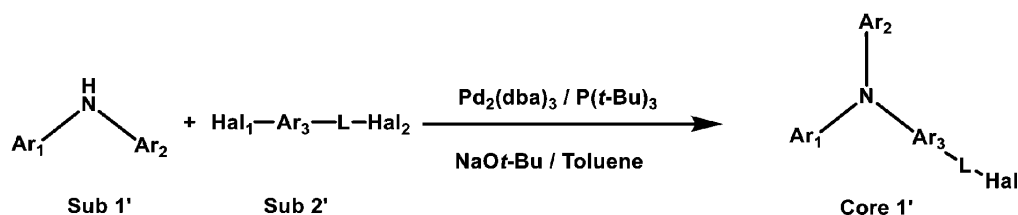
[0337]

Core 1' 합성 예시

[0338]

반응식 3의 Core 1'은 하기 반응식 6의 반응경로에 의해 합성될 수 있으며 이에 한정된 것은 아니다.

<반응식 6>



[0339]

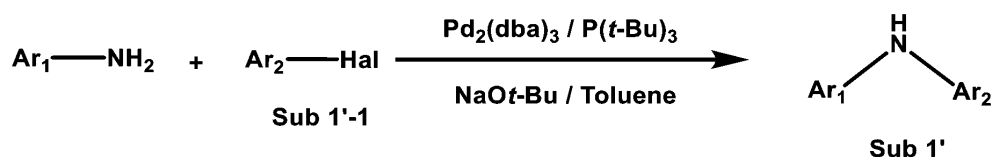
[0341]

Sub 1' 합성 예시

[0342]

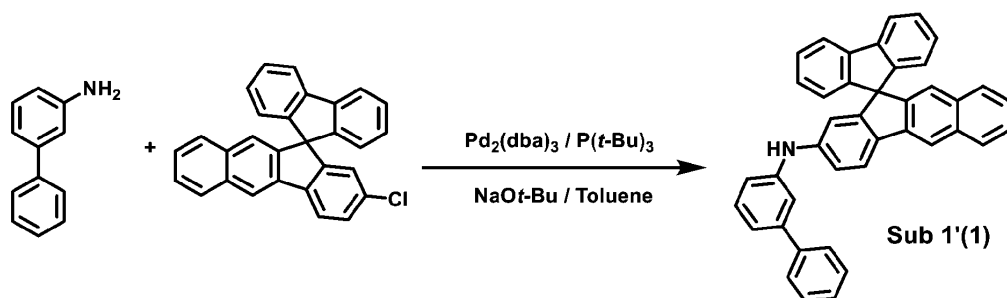
반응식 6의 Sub 1'은 하기 반응식 7의 반응경로에 의해 합성될 수 있으며 이에 한정된 것은 아니다.

<반응식 7>



[0343]

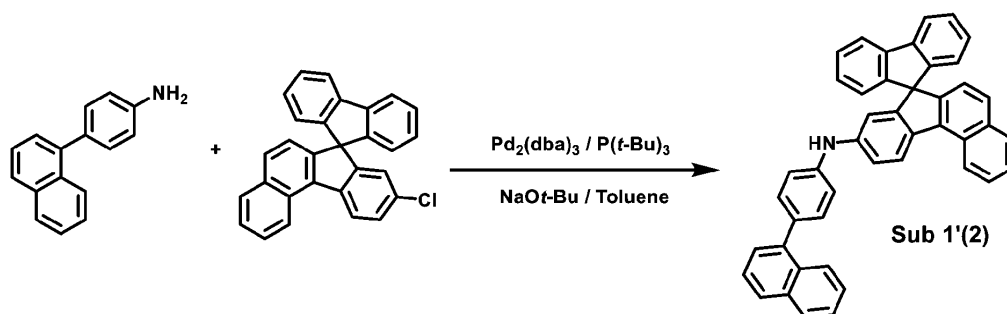
[0345] Sub 1'(1)의 합성예시



[0346]

[0347] 출발물질인 3-amino-1,1'-biphenyl (16.92 g, 100 mmol)과 2-chlorospiro[benzo[b]fluorene-11,9'-fluorene] (40.09 g, 100 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (2.74 g, 3 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 환류교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 27.21 g (수율: 51%)을 얻었다.

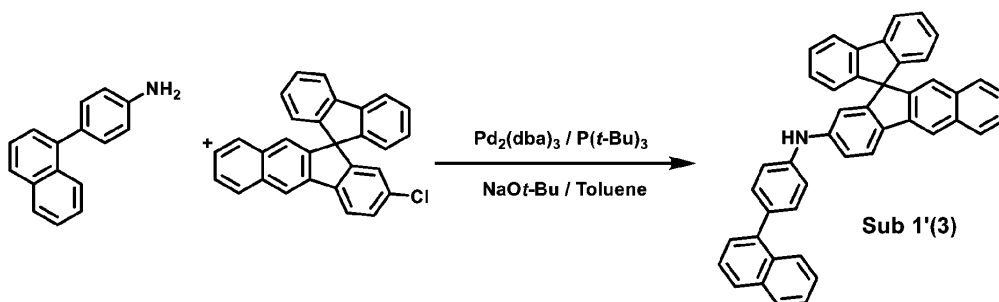
[0349] Sub 1'(2)의 합성예시



[0350]

[0351] 출발물질인 4-(naphthalen-1-yl)aniline (21.92 g, 100 mmol)과 9-chlorospiro[benzo[c]fluorene-7,9'-fluorene] (40.09 g, 100 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (2.74 g, 3 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 환류교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 29.76 g (수율: 51%)을 얻었다.

[0353] Sub 1'(3)의 합성예시

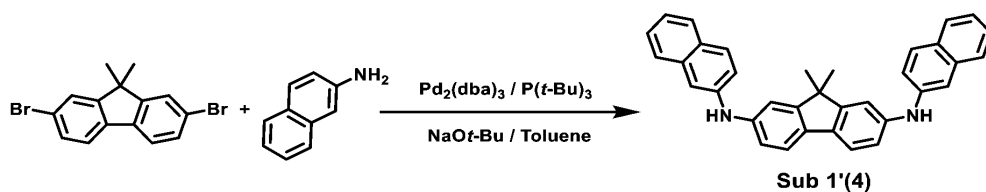


[0354]

[0355] 출발물질인 4-(naphthalen-1-yl)aniline (21.92 g, 100 mmol)과 2-chlorospiro[benzo[b]fluorene-11,9'-

fluorene] (40.09 g, 100 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (2.74 g, 3 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 환류교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 28.01 g (수율: 48%)을 얻었다.

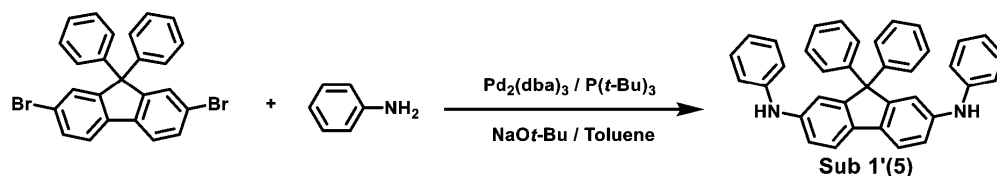
[0357] Sub 1'(4)의 합성예시



[0358]

[0359] 출발물질인 2,7-dibromo-9,9-dimethyl-9H-fluorene (35.20 g, 100 mmol)과 naphthalen-2-amine (31.50 g, 220 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (2.74 g, 3 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 상온 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 33.36 g (수율: 70%)을 얻었다.

[0361] Sub 1'(5)의 합성예시



[0362]

[0363] 출발물질인 2,7-dibromo-9,9-diphenyl-9H-fluorene (47.62 g, 100 mmol)과 aniline (20.48 g, 220 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (2.74 g, 3 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 상온 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 34.54 g (수율: 69%)을 얻었다.

[0365] Sub 1'의 예시는 다음과 같으나, 이에 한정되는 것은 아니며, 표 3은 Sub1'(1) 내지 Sub1'(5)에 대한 화합물들의 FD-MS(Field Desorption-Mass Spectrometry) 값을 나타낸 것이다.

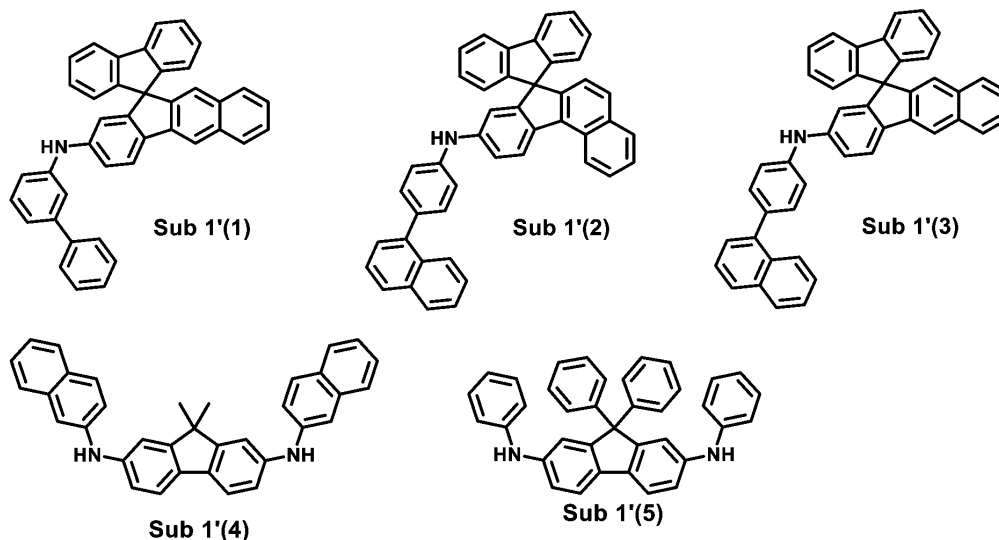


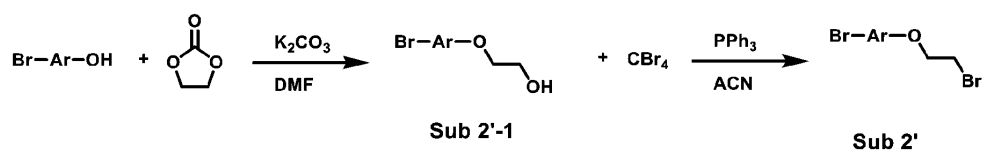
표 3

화합물	FD-MS	화합물	FD-MS
Sub 1'(1)	m/z = 533.21 (C ₄₁ H ₂₇ N=533.67)	Sub 1'(2)	m/z = 583.23 (C ₄₅ H ₂₉ N=583.73)
Sub 1'(3)	m/z = 583.23 (C ₄₅ H ₂₉ N=583.73)	Sub 1'(4)	m/z = 476.23 (C ₃₅ H ₂₆ N ₂ =476.62)
Sub 1'(5)	m/z = 500.23 (C ₃₇ H ₂₆ N ₂ =500.65)		

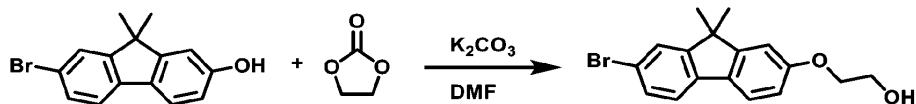
Sub 2' 합성 예시

반응식 6의 Sub 2'은 하기 반응식 8의 반응경로에 의해 합성될 수 있으며 이에 한정된 것은 아니다.

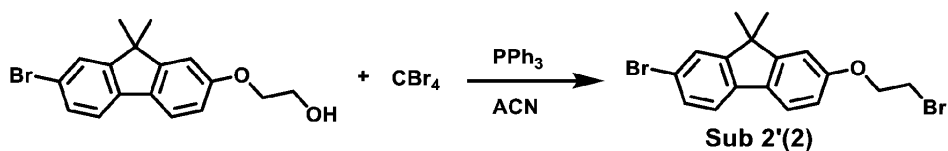
<반응식 8>



Sub 2'(2)의 합성예시



출발물질인 7-bromo-9,9-dimethyl-9H-fluoren-2-ol (28.91 g, 100 mmol)과 ethylenecarbonate (9.68 g, 110 mmol), K₂CO₃ (41.46 g, 300 mmol), DMF (330 ml)을 둥근바닥플라스크에 넣고 130 °C 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 30.98 g (수율: 93%)을 얻었다.



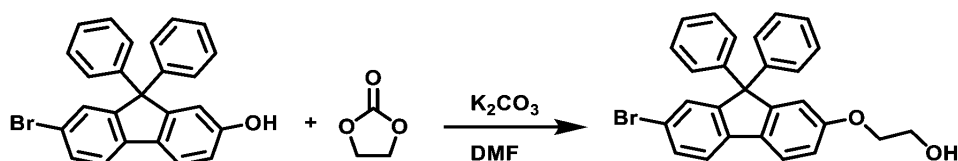
[0376]

[0377]

출발물질인 2-((7-bromo-9,9-dimethyl-9H-fluoren-2-yl)oxy)ethan-1-ol (33.32 g, 100 mmol)과 PPh₃ (31.47 g, 120 mmol), ACN (330 ml)을 둥근바닥플라스크에 넣고 0 °C 에서 CBr₄ (39.79 g, 120 mmol)을 천천히 넣고 교반 하였다. 20분 후, 다시 온도를 상온으로 올려 교반 하였다. 반응이 완료되면 반응용매를 농축하고 물과 유기용매를 이용하여 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 35.64 g (수율: 90%)을 얻었다.

[0379]

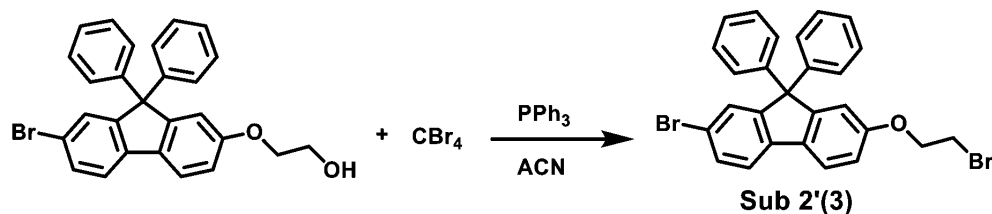
Sub 2'(3)의 합성예시



[0380]

[0381]

출발물질인 7-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluoren-2-ol (41.33 g, 100 mmol)과 ethylenecarbonate (9.68 g, 110 mmol), K₂CO₃ (41.46 g, 300 mmol), DMF (330 ml)을 둥근바닥플라스크에 넣고 130 °C 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 42.52 g (수율: 93%)을 얻었다.



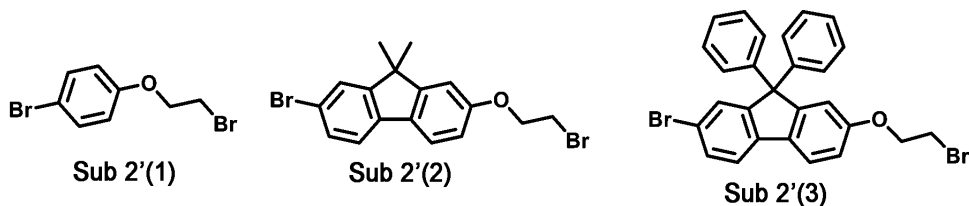
[0382]

[0383]

출발물질인 2-((7-bromo-9,9-diphenyl-9H-fluoren-2-yl)oxy)ethan-1-ol (45.73 g, 100 mmol)과 PPh₃ (31.47 g, 120 mmol), ACN (330 ml)을 둥근바닥플라스크에 넣고 0 °C 에서 CBr₄ (39.79 g, 120 mmol)을 천천히 넣고 교반 하였다. 20분 후, 다시 온도를 상온으로 올려 교반 하였다. 반응이 완료되면 반응용매를 농축하고 물과 유기용매를 이용하여 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 46.81 g (수율: 90%)을 얻었다.

[0385]

Sub 2'의 예시는 다음과 같으나, 이에 한정되는 것은 아니며, 표 4는 Sub2'(1) 내지 Sub2'(3)에 대한 화합물들의 FD-MS(Field Desorption-Mass Spectrometry) 값을 나타낸 것이다.

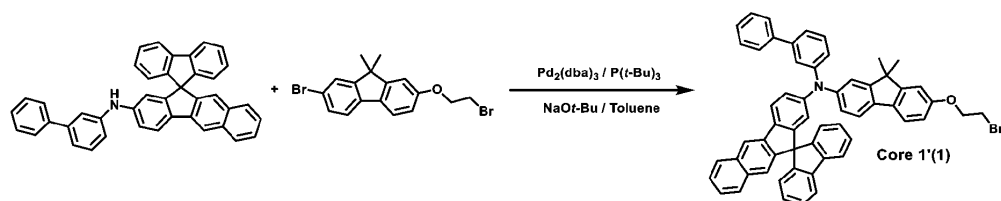


[0386]

표 4

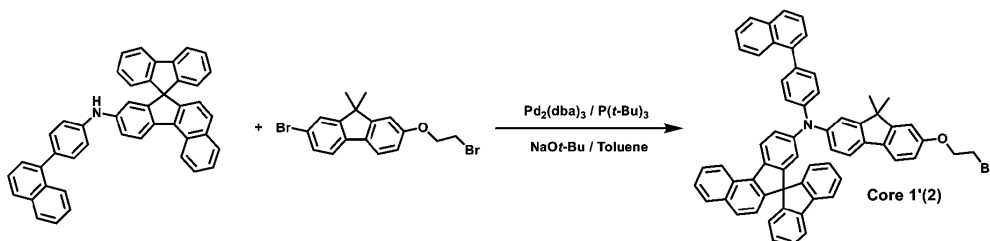
화합물	FD-MS	화합물	FD-MS
Sub 2'(1)	m/z = 277.89 (C ₈ H ₃ Br ₂ O=279.96)	Sub 2'(2)	m/z = 393.96 (C ₁₇ H ₁₆ Br ₂ O=396.12)
Sub 2'(3)	m/z = 517.99 (C ₂₇ H ₂₀ Br ₂ O=520.26)		

Core 1'(1)의 합성예시



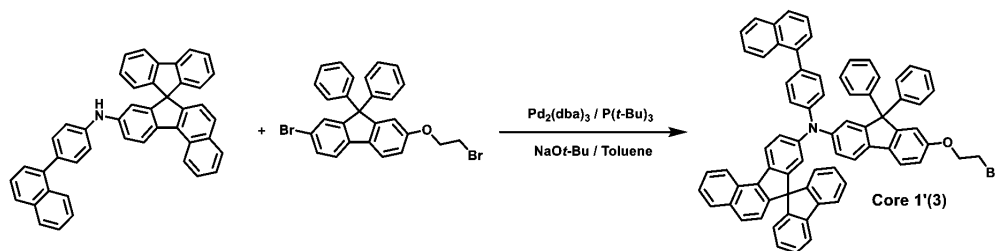
출발물질인 Sub1'(1) (53.36 g, 100 mmol)과 Sub2'(2) (39.61 g, 100 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, Pd₂(dba)₃ (2.74 g, 3 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 환류교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 38.19 g (수율: 45%)을 얻었다.

Core 1'(2)의 합성예시



출발물질인 Sub1'(2) (58.37 g, 100 mmol)과 Sub2'(2) (39.61 g, 100 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, Pd₂(dba)₃ (2.74 g, 3 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 환류교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 43.14 g (수율: 48%)을 얻었다.

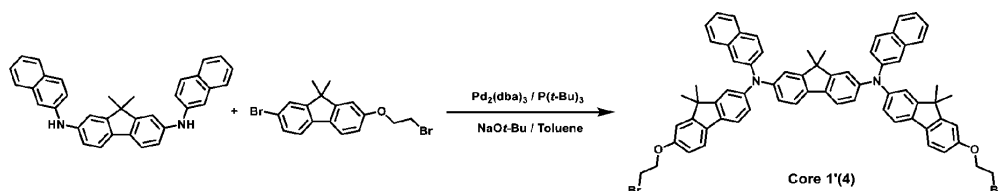
[0397] Core 1'(3)의 합성예시



[0398]

[0399] 출발물질인 Sub1'(3) (58.37 g, 100 mmol)과 Sub2'(3) (52.02 g, 100 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, Pd₂(dba)₃ (2.74 g, 3 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 환류교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 45.01 g (수율: 44%)을 얻었다.

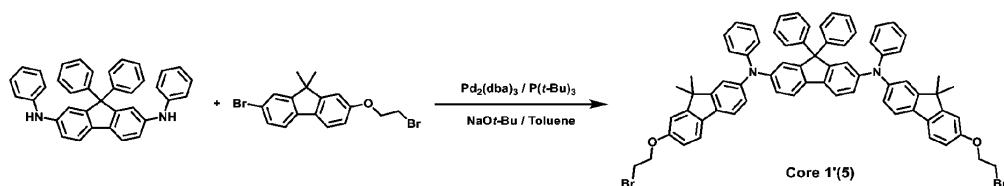
[0401] Core 1'(4)의 합성예시



[0402]

[0403] 출발물질인 Sub1'(4) (47.66 g, 100 mmol)과 Sub2'(2) (79.22 g, 200 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, Pd₂(dba)₃ (2.74 g, 3 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 환류교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 67.52 g (수율: 61%)을 얻었다.

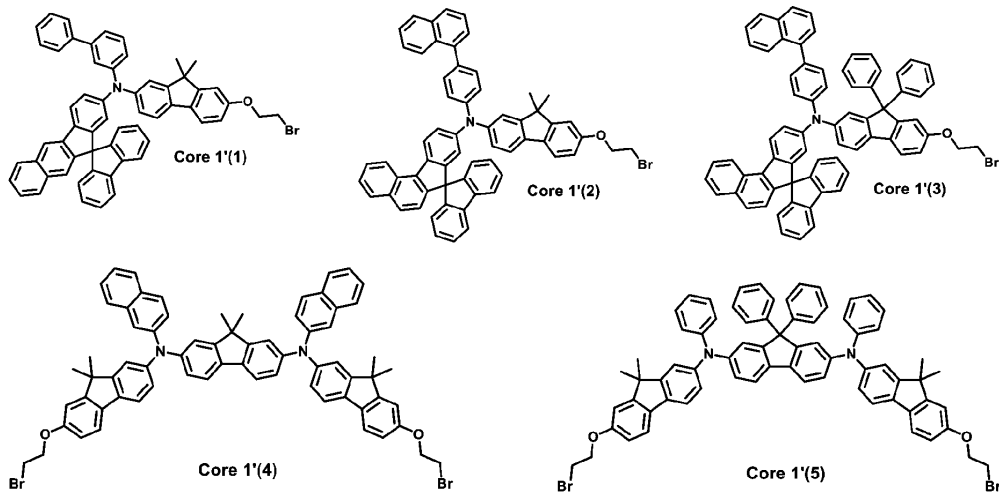
[0405] Core 1'(5)의 합성예시



[0406]

[0407] 출발물질인 Sub1'(5) (50.06 g, 100 mmol)과 Sub2'(2) (79.22 g, 200 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (330 ml)으로 녹인 후에, Pd₂(dba)₃ (2.74 g, 3 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (3.2 ml, 8 mmol), NaOt-Bu (28.83 g, 300 mmol)을 첨가하고 환류교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 62.20 g (수율: 55%)을 얻었다.

[0409] Core 1'의 예시는 다음과 같으나, 이에 한정되는 것은 아니며, 표 5는 Core 1'(1) 내지 Core 1'(5)에 대한 화합물들의 FD-MS(Field Desorption-Mass Spectrometry) 값을 나타낸 것이다.



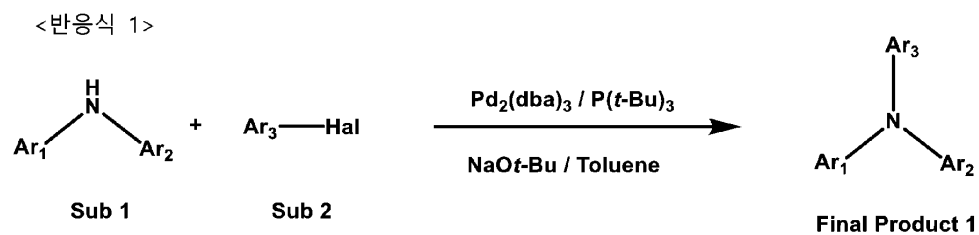
[0410]

표 5

화합물	FD-MS	화합물	FD-MS
Core 1'(1)	m/z = 533.21 (C ₄₁ H ₂₇ N=533.67)	Core 1'(2)	m/z = 583.23 (C ₄₅ H ₂₉ N=583.73)
Core 1'(3)	m/z = 583.23 (C ₄₅ H ₂₉ N=583.73)	Core 1'(4)	m/z = 476.23 (C ₃₅ H ₂₈ N ₂ =476.62)
Core 1'(5)	m/z = 500.23 (C ₃₇ H ₂₈ N ₂ =500.65)		

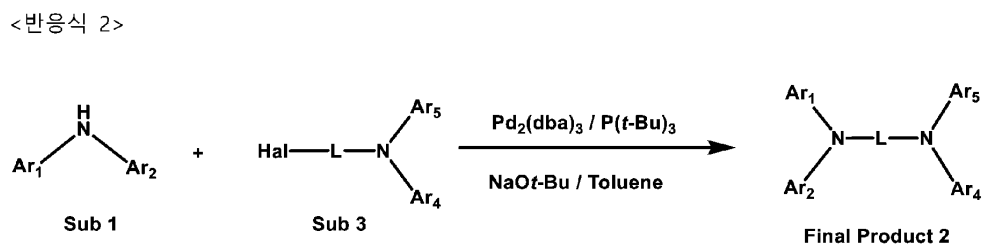
[0411]

[0413] 본 발명에 따른 화학식 1로 표시되는 화합물(Final Product 1)은 하기 반응식 1과 같이 Sub 1 과 Sub 2가 반응하여 제조된다.



[0414]

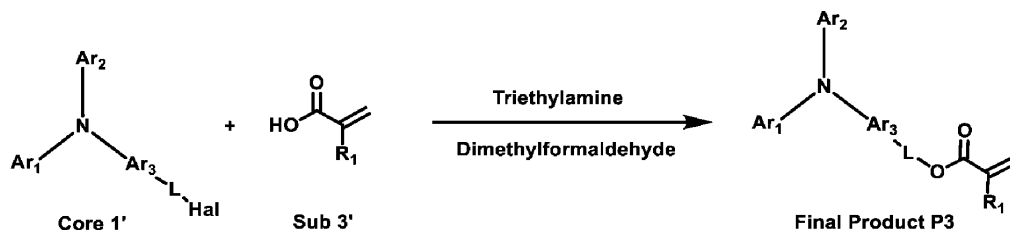
[0415] 또한, 본 발명에 따른 화학식 1로 표시되는 화합물(Final Product 2)은 하기 반응식 2와 같이 Sub 1과 Sub 3이 반응하여 제조된다.



[0416]

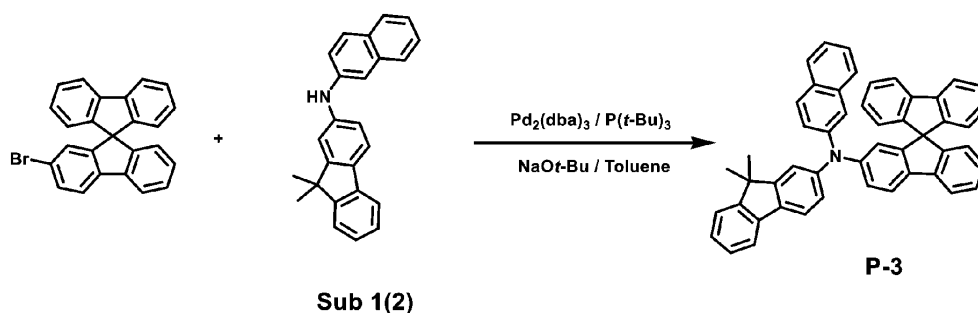
[0417] 또한, 본 발명에 따른 화학식 (1)로 표시되는 화합물 (Final Product 3)은 하기 반응식 3과 같이 Core 1'과 Sub 3'이 반응하여 제조된다.

<반응식 3>



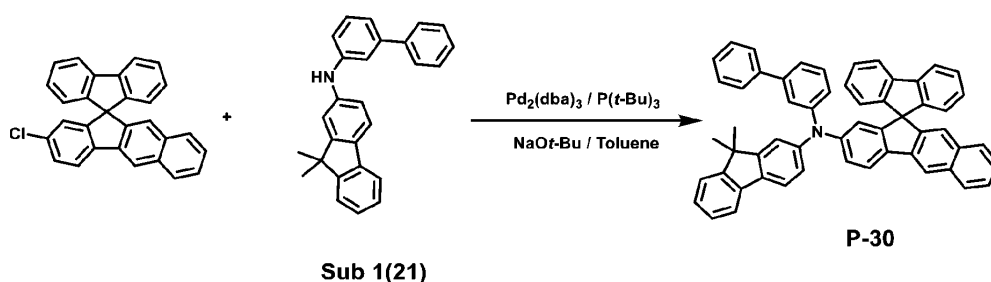
Final product 1 합성 예시

P-3 합성예시



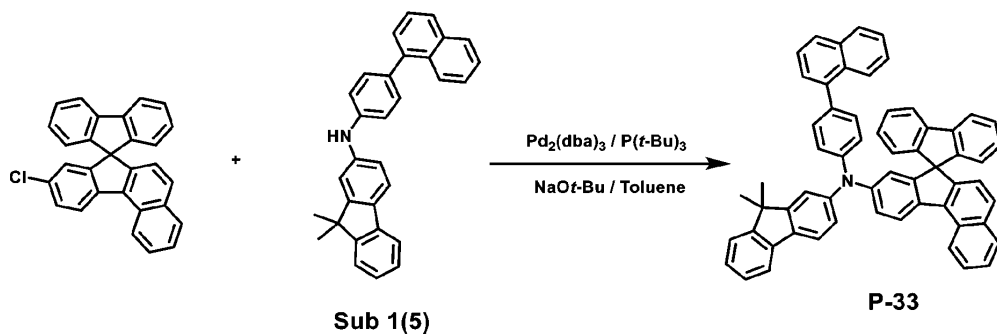
출발물질인 2-bromo-9,9'-spirobi[fluorene] (12.00 g, 30.36 mmol)과 Sub 1(2) (10.18 g, 30.36 mmol)을 둥근바닥플라스크에 toluene (150 ml)으로 녹인 후에, $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (1.39 g, 1.52 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (1.22 ml, 3.04 mmol), NaOt-Bu (8.81 g, 91.07 mmol)을 첨가하고 80℃ 에서 교반하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 16.41 g (수율: 83%)을 얻었다.

P-30 합성예시



출발물질인 2-chlorospiro[benzo[b]fluorene-11,9'-fluorene] (14.00 g, 34.92 mmol), Sub 1(21) (12.62 g, 34.92 mmol), toluene (180 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (1.60 g, 1.75 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (1.41 ml, 3.49 mmol), NaOt-Bu (10.13 g, 104.76 mmol)을 상기 P-3의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 20.73 g (수율: 82%)을 얻었다.

[0429] P-33 합성예시

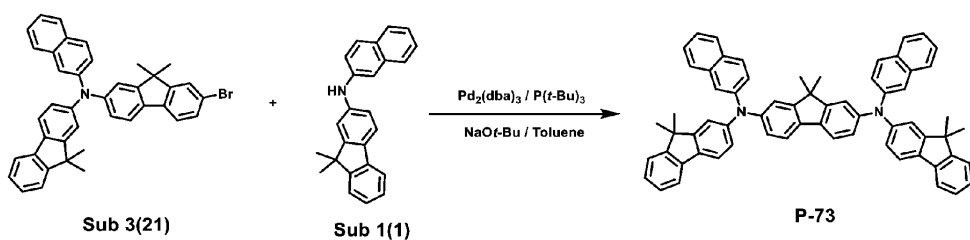


[0430]

[0431] 출발물질인 9-chlorospiro[benzo[c]fluorene-7,9'-fluorene] (11.50 g, 28.68 mmol), Sub 1(5) (11.81 g, 28.68 mmol), toluene (150 ml), Pd₂(dba)₃ (1.31 g, 1.43 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (1.16 ml, 2.87 mmol), NaOt-Bu (8.32 g, 86.05 mmol)을 상기 P-3의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 18.72 g (수율: 84%)을 얻었다.

[0433] Final product 2 합성 예시

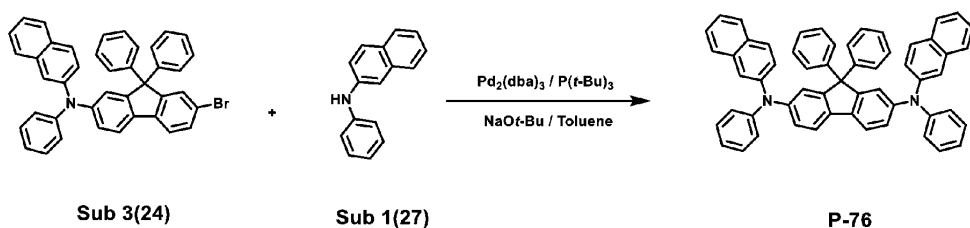
[0434] P-73 합성예시



[0435]

[0436] 출발물질인 Sub 3(21) (13.20 g, 21.76 mmol), Sub 1(1) (7.30 g, 21.76 mmol), toluene (110 ml), Pd₂(dba)₃ (1.00 g, 1.09 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (0.88 ml, 2.18 mmol), NaOt-Bu (6.31 g, 65.28 mmol)을 상기 P-3의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 15.98 g (수율: 85%)을 얻었다.

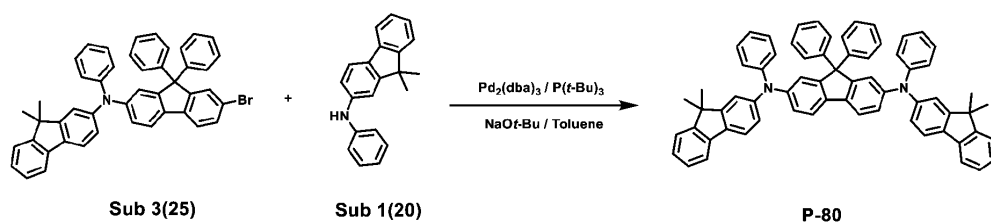
[0438] P-76 합성예시



[0439]

[0440] 출발물질인 Sub 3(24) (11.38 g, 18.52 mmol), Sub 1(27) (4.06 g, 18.52 mmol), toluene (100 ml), Pd₂(dba)₃ (0.85 g, 0.93 mmol), 50% P(t-Bu)₃ (0.74 ml, 1.85 mmol), NaOt-Bu (5.37 g, 55.55 mmol)을 상기 P-3의 실험방법과 동일하게 진행하여 생성물 11.96 g (수율: 86%)을 얻었다.

[0442] P-80 합성예시

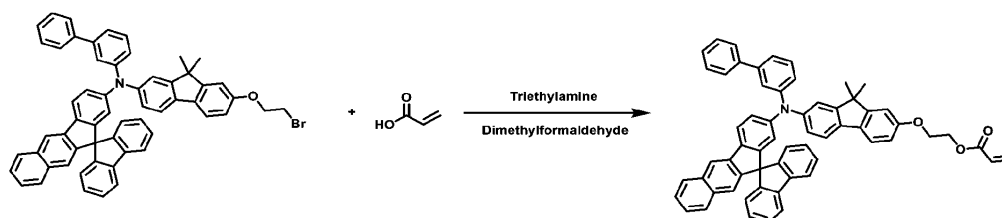


[0443]

[0444] 출발물질인 Sub 3(25) (16.72 g, 24.56 mmol), Sub 1(20) (7.01 g, 24.56 mmol), toluene (120 ml), $\text{Pd}_2(\text{dba})_3$ (1.12 g, 1.23 mmol), 50% $\text{P}(\text{t-Bu})_3$ (0.99 ml, 2.46 mmol), NaOt-Bu (7.13 g, 73.69 mmol) 을 상기 P-3의 실험 방법과 동일하게 진행하여 생성물 18.19 g (수율: 84%)을 얻었다.

[0446] Final product 3 합성 예시

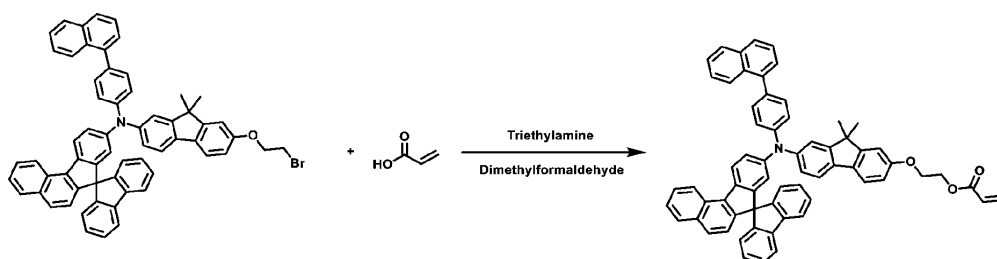
[0447] P-115 합성예시



[0448]

[0449] acrylic acid (7.2 g, 200 mmol), DMF (230 ml), TEA(41.87 ml, 300 mmol)을 둥근바닥플라스크에 넣고 10분간 교반한 후에, Corel'(1) (84.88 g, 100 mmol)과 DMF (100 ml)을 첨가하고 100 °C 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 42.00 g (수율: 50%)을 얻었다.

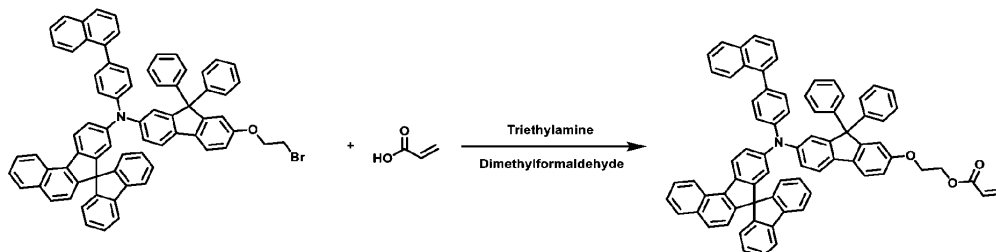
[0451] P-116 합성예시



[0452]

[0453] acrylic acid (7.2 g, 200 mmol), DMF (230 ml), TEA(41.87 ml, 300 mmol)을 둥근바닥플라스크에 넣고 10분간 교반한 후에, Corel'(2) (89.89 g, 100 mmol)과 DMF (100 ml)을 첨가하고 100 °C 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO_4 로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 47.17 g (수율: 53%)을 얻었다.

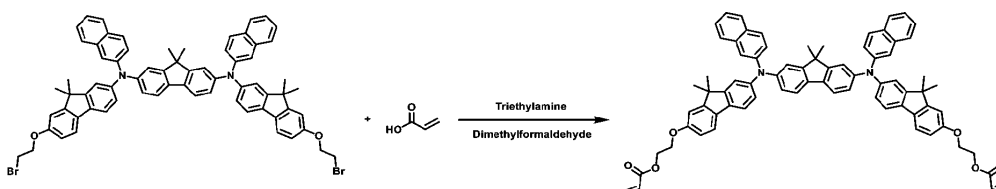
[0455] P-117 합성예시



[0456]

[0457] acrylic acid (7.2 g, 200 mmol), DMF (230 ml), TEA(41.87 ml, 300 mmol)을 둥근바닥플라스크에 넣고 10분간 교반한 후에, Core1'(3) (102.30 g, 100 mmol)과 DMF (100 ml)을 첨가하고 100 ℃ 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 51.67 g (수율: 51%)을 얻었다.

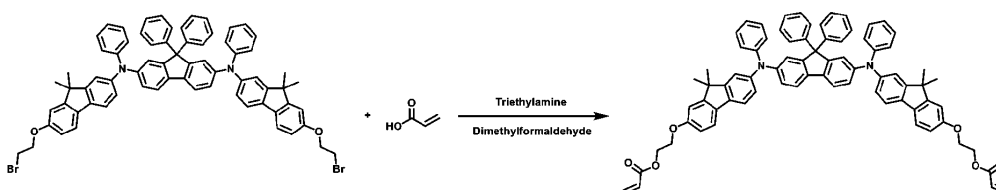
[0459] P-118 합성예시



[0460]

[0461] acrylic acid (7.2 g, 200 mmol), DMF (230 ml), TEA(41.87 ml, 300 mmol)을 둥근바닥플라스크에 넣고 10분간 교반한 후에, Core1'(4) (110.70 g, 100 mmol)과 DMF (100 ml)을 첨가하고 100 ℃ 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 43.57 g (수율: 40%)을 얻었다.

[0463] P-119 합성예시



[0464]

[0465] acrylic acid (7.2 g, 200 mmol), DMF (230 ml), TEA(41.87 ml, 300 mmol)을 둥근바닥플라스크에 넣고 10분간 교반한 후에, Core1'(5) (113.10 g, 100 mmol)과 DMF (100 ml)을 첨가하고 100 ℃ 에서 교반 하였다. 반응이 완료되면 물을 추가하여 반응을 완료하였다. 유기층을 추출 한 후, MgSO₄로 건조하고 농축 한 후 생성된 화합물을 silicagel column하여 생성물 44.53 g (수율: 40%)을 얻었다.

[0467] 또한, 표 6은 P-1 내지 P-114에 대한 화합물들의 FD-MS(Field Desorption-Mass Spectrometry) 값을 나타낸 것이고, 표 7은 P-115 내지 P-119에 대한 화합물들의 FD-MS(Field Desorption-Mass Spectrometry) 값을 나타낸 것이다.

표 6

화합물	FD-MS	화합물	FD-MS
P-1	m/z = 527.26 (C ₄₀ H ₃₃ N=527.71)	P-2	m/z = 649.28 (C ₅₀ H ₃₅ N=649.84)
P-3	m/z = 773.31 (C ₆₀ H ₃₉ N=773.98)	P-4	m/z = 839.36 (C ₆₅ H ₄₅ N=840.08)
P-5	m/z = 553.28 (C ₄₂ H ₃₅ N=553.75)	P-6	m/z = 603.29 (C ₄₆ H ₃₇ N=603.81)
P-7	m/z = 725.31 (C ₅₆ H ₃₉ N=725.94)	P-8	m/z = 849.34 (C ₆₆ H ₄₃ N=850.08)
P-9	m/z = 799.32 (C ₆₂ H ₄₁ N=800.02)	P-10	m/z = 799.32 (C ₆₂ H ₄₁ N=800.02)
P-11	m/z = 675.29 (C ₅₂ H ₃₇ N=675.88)	P-12	m/z = 799.32 (C ₆₂ H ₄₁ N=800.02)
P-13	m/z = 963.39 (C ₇₅ H ₄₉ N=964.22)	P-14	m/z = 961.37 (C ₇₅ H ₄₇ N=962.21)
P-15	m/z = 959.36 (C ₇₅ H ₄₅ N=960.19)	P-16	m/z = 731.36 (C ₅₆ H ₄₅ N=731.98)
P-17	m/z = 855.39 (C ₆₆ H ₄₉ N=856.13)	P-18	m/z = 855.39 (C ₆₆ H ₄₉ N=856.13)
P-19	m/z = 799.32 (C ₆₂ H ₄₁ N=800.02)	P-20	m/z = 753.34 (C ₅₈ H ₄₃ N=753.99)
P-21	m/z = 727.32 (C ₅₆ H ₄₁ N=727.95)	P-22	m/z = 677.31 (C ₅₂ H ₃₉ N=677.89)
P-23	m/z = 753.34 (C ₅₈ H ₄₃ N=753.99)	P-24	m/z = 803.36 (C ₆₂ H ₄₅ N=804.05)
P-25	m/z = 753.34 (C ₅₈ H ₄₃ N=753.99)	P-26	m/z = 699.29 (C ₅₄ H ₃₇ N=699.90)
P-27	m/z = 649.28 (C ₅₀ H ₃₅ N=649.84)	P-28	m/z = 725.31 (C ₅₆ H ₃₉ N=725.94)
P-29	m/z = 775.32 (C ₆₀ H ₄₁ N=776.00)	P-30	m/z = 725.31 (C ₅₆ H ₃₉ N=725.94)
P-31	m/z = 699.29 (C ₅₄ H ₃₇ N=699.90)	P-32	m/z = 649.28 (C ₅₀ H ₃₅ N=649.84)
P-33	m/z = 725.31 (C ₅₆ H ₃₉ N=725.94)	P-34	m/z = 775.32 (C ₆₀ H ₄₁ N=776.00)
P-35	m/z = 725.31 (C ₅₆ H ₃₉ N=725.94)	P-36	m/z = 781.37 (C ₆₀ H ₄₇ N=782.04)
P-37	m/z = 649.28 (C ₅₀ H ₃₅ N=649.84)	P-38	m/z = 725.31 (C ₅₆ H ₃₉ N=725.94)
P-39	m/z = 849.34 (C ₆₆ H ₄₃ N=850.08)	P-40	m/z = 847.32 (C ₆₆ H ₄₃ N=850.08)
P-41	m/z = 823.32 (C ₆₄ H ₄₁ N=824.04)	P-42	m/z = 773.31 (C ₆₀ H ₃₉ N=773.98)
P-43	m/z = 849.34 (C ₆₆ H ₄₃ N=850.08)	P-44	m/z = 899.36 (C ₇₀ H ₄₅ N=900.14)
P-45	m/z = 849.34 (C ₆₆ H ₄₃ N=850.08)	P-46	m/z = 823.32 (C ₆₄ H ₄₁ N=824.04)
P-47	m/z = 773.31 (C ₆₀ H ₃₉ N=773.98)	P-48	m/z = 849.34 (C ₆₆ H ₄₃ N=850.08)
P-49	m/z = 899.36 (C ₇₀ H ₄₅ N=900.14)	P-50	m/z = 849.34 (C ₆₆ H ₄₃ N=850.08)
P-51	m/z = 488.23 (C ₃₆ H ₂₈ N ₂ =488.63)	P-52	m/z = 588.26 (C ₄₄ H ₃₂ N ₂ =588.75)
P-53	m/z = 720.35 (C ₅₄ H ₄₄ N ₂ =720.96)	P-54	m/z = 740.32 (C ₅₆ H ₄₀ N ₂ =740.95)
P-55	m/z = 872.41 (C ₆₆ H ₅₂ N ₂ =873.16)	P-56	m/z = 720.35 (C ₅₄ H ₄₄ N ₂ =720.96)
P-57	m/z = 820.38 (C ₆₂ H ₄₈ N ₂ =821.08)	P-58	m/z = 952.48 (C ₇₂ H ₆₀ N ₂ =953.29)
P-59	m/z = 984.54 (C ₇₄ H ₆₈ N ₂ =985.37)	P-60	m/z = 720.35 (C ₅₄ H ₄₄ N ₂ =720.96)
P-61	m/z = 876.44 (C ₆₆ H ₅₆ N ₂ =877.19)	P-62	m/z = 1008.54 (C ₇₆ H ₆₈ N ₂ =1009.39)
P-63	m/z = 528.26 (C ₃₉ H ₃₂ N ₂ =528.70)	P-64	m/z = 628.29 (C ₄₇ H ₃₆ N ₂ =628.82)
P-65	m/z = 760.38 (C ₅₇ H ₄₈ N ₂ =761.03)	P-66	m/z = 780.35 (C ₅₉ H ₄₄ N ₂ =781.02)

[0468]

P-67	m/z = 872.51 (C ₆₅ H ₆₄ N ₂ =873.24)	P-68	m/z = 892.48 (C ₆₇ H ₆₀ N ₂ =893.23)
P-69	m/z = 1024.57 (C ₇₇ H ₇₂ N ₂ =1025.44)	P-70	m/z = 816.44 (C ₆₁ H ₅₆ N ₂ =817.13)
P-71	m/z = 912.44 (C ₆₉ H ₅₆ N ₂ =913.22)	P-72	m/z = 760.38 (C ₅₇ H ₄₈ N ₂ =761.03)
P-73	m/z = 860.41 (C ₆₅ H ₅₂ N ₂ =861.15)	P-74	m/z = 992.51 (C ₇₅ H ₆₄ N ₂ =993.35)
P-75	m/z = 652.29 (C ₄₉ H ₃₆ N ₂ =652.84)	P-76	m/z = 752.32 (C ₅₇ H ₄₀ N ₂ =752.96)
P-77	m/z = 1036.48 (C ₇₉ H ₆₀ N ₂ =1037.36)	P-78	m/z = 904.38 (C ₆₉ H ₄₈ N ₂ =905.16)
P-79	m/z = 1036.48 (C ₇₉ H ₆₀ N ₂ =1037.36)	P-80	m/z = 884.41 (C ₆₇ H ₅₂ N ₂ =885.17)
P-81	m/z = 984.44 (C ₇₅ H ₅₆ N ₂ =985.29)	P-82	m/z = 1116.54 (C ₈₅ H ₆₈ N ₂ =1117.49)
P-83	m/z = 650.27 (C ₄₉ H ₃₄ N ₂ =650.83)	P-84	m/z = 750.30 (C ₅₇ H ₃₈ N ₂ =750.95)
P-85	m/z = 882.40 (C ₆₇ H ₅₀ N ₂ =883.15)	P-86	m/z = 902.37 (C ₆₉ H ₄₆ N ₂ =903.14)
P-87	m/z = 1034.46 (C ₇₉ H ₅₈ N ₂ =1035.35)	P-88	m/z = 882.40 (C ₆₇ H ₅₀ N ₂ =883.15)
P-89	m/z = 982.43 (C ₇₅ H ₅₄ N ₂ =983.27)	P-90	m/z = 1114.52 (C ₈₅ H ₆₆ N ₂ =1115.48)
P-91	m/z = 578.27 (C ₄₃ H ₃₄ N ₂ =578.76)	P-92	m/z = 694.33 (C ₅₂ H ₄₂ N ₂ =694.92)
P-93	m/z = 720.35 (C ₅₄ H ₄₄ N ₂ =720.96)	P-94	m/z = 836.41 (C ₆₃ H ₅₂ N ₂ =837.12)
P-95	m/z = 952.48 (C ₇₂ H ₆₀ N ₂ =953.29)	P-96	m/z = 876.44 (C ₆₆ H ₅₆ N ₂ =877.19)
P-97	m/z = 926.46 (C ₇₀ H ₅₈ N ₂ =927.25)	P-98	m/z = 810.40 (C ₃₆ H ₂₈ N ₂ =811.09)
P-99	m/z = 702.30 (C ₅₃ H ₃₈ N ₂ =702.90)	P-100	m/z = 818.37 (C ₆₂ H ₄₆ N ₂ =819.06)
P-101	m/z = 844.38 (C ₆₄ H ₄₈ N ₂ =845.10)	P-102	m/z = 960.44 (C ₇₃ H ₅₆ N ₂ =961.27)
P-103	m/z = 1076.51 (C ₈₂ H ₆₄ N ₂ =1077.43)	P-104	m/z = 1000.48 (C ₇₆ H ₆₀ N ₂ =1001.33)
P-105	m/z = 1050.49 (C ₈₀ H ₆₂ N ₂ =1051.39)	P-106	m/z = 934.43 (C ₇₁ H ₅₄ N ₂ =935.23)
P-107	m/z = 700.29 (C ₅₃ H ₃₆ N ₂ =700.89)	P-108	m/z = 816.35 (C ₆₂ H ₄₄ N ₂ =817.05)
P-109	m/z = 842.37 (C ₆₄ H ₄₆ N ₂ =843.09)	P-110	m/z = 958.43 (C ₇₃ H ₅₄ N ₂ =959.25)
P-111	m/z = 1074.49 (C ₈₂ H ₆₂ N ₂ =1075.41)	P-112	m/z = 998.46 (C ₇₆ H ₅₈ N ₂ =999.31)
P-113	m/z = 1048.48 (C ₈₀ H ₆₀ N ₂ =1049.37)	P-114	m/z = 932.41 (C ₇₁ H ₅₂ N ₂ =933.21)

[0469]

표 7

화합물	FD-MS	화합물	FD-MS
P-115	m/z = 839.34 (C ₆₁ H ₄₅ NO ₃ =840.04)	P-116	m/z = 889.36 (C ₆₅ H ₄₇ NO ₃ =890.10)
P-117	m/z = 1013.39 (C ₇₅ H ₅₁ NO ₃ =1014.24)	P-118	m/z = 1088.48 (C ₇₅ H ₆₄ N ₂ O ₆ =1089.35)
P-119	m/z = 1112.48 (C ₇₇ H ₆₄ N ₂ O ₆ =1113.37)		

[0470]

[0472]

유기발광소자 봉지용 조성물의 제조평가

[0473]

[실시예 1]

[0474]

실시예 1에서는 (A1)자외선 차단제로 본 발명의 P-30을 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, 웨이커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서

점도 18.5cps)을 제조하였다.

[실시예 2]

실시예 2에서는 (A2)자외선 차단제로 본 발명의 P-34를 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, шей커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 18.8cps)을 제조하였다.

[실시예 3]

실시예 3에서는 (A3)자외선 차단제로 본 발명의 P-73을 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, шей커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 18.1cps)을 제조하였다.

[실시예 4]

실시예 4에서는 (A4)자외선 차단제로 본 발명의 P-76을 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, шей커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 18.0cps)을 제조하였다.

[실시예 5]

실시예 5에서는 (A5)자외선 차단제로 본 발명의 P-80을 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, шей커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 17.8cps)을 제조하였다.

[실시예 6]

실시예 6에서는 (A6)자외선 차단제로 본 발명의 P-115을 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, шей커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 18.5cps)을 제조하였다.

[실시예 7]

실시예 7에서는 (A7)자외선 차단제로 본 발명의 P-116를 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, шей커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 19.4cps)을 제조하였다.

[실시예 8]

실시예 8에서는 (A8)자외선 차단제로 본 발명의 P-117를 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, шей커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 19.2cps)을 제조하였다.

[실시예 9]

[0490] 실시예 9에서는 (A9)자외선 차단제로 본 발명의 P-118을 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, 셰이커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 16.8cps)을 제조하였다.

[0491] **[실시예 10]**

[0492] 실시예 1에서는 (A10)자외선 차단제로 본 발명의 P-119를 5.6 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 55.0 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트 (KPX사)를 36.7 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO (BASF사)를 1.8 중량부, (E)광 안정제로 CHISORB 336 (DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, 셰이커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 16.6cps)을 제조하였다.

[0494] **[비교예 1]**

[0495] 비교예 1에서는 (F1)자외선 차단제로 TINUVIN 328(Basf사)를 8.8 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 53.1 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트(KPX사)를 35.4 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO(BASF사)를 1.8 중량부 및 (E)광 안정제로 CHISORB 336(DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, 셰이커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 21.8cps)을 제조하였다.

[0496] **[비교예 2]**

[0497] 비교예 2에서는 (F2)자외선 차단제로 ZIKO-460(ZIKO사)를 8.8 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 53.1 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트(KPX사)를 35.4 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO(BASF사)를 1.8 중량부 및 (E)광 안정제로 CHISORB 336(DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, 셰이커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 21.8cps)을 제조하였다.

[0498] **[비교예 3]**

[0499] 비교예 3에서는 (F3)자외선 차단제로 Tinosorb M(Basf사)를 8.8 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 53.1 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트(KPX사)를 35.4 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO(BASF사)를 1.8 중량부 및 (E)광 안정제로 CHISORB 336(DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, 셰이커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 21.8cps)을 제조하였다.

[0500] **[비교예 4]**

[0501] 비교예 4에서는 (F4)자외선 차단제로 CYASORB UV-24(CYTEC사)를 8.8 중량부, (B)디(메트)아크릴레이트로 1,10-데칸디올 디아크릴레이트(TCI사)를 53.1 중량부, (C)모노(메트)아크릴레이트로 3-페녹시벤질 아크릴레이트(KPX사)를 35.4 중량부, (D)개시제로 Darocur TPO(BASF사)를 1.8 중량부 및 (E)광 안정제로 CHISORB 336(DBC사)를 0.9 중량부를 20ml 갈색 바이알에 넣고, 셰이커를 이용하여 2시간 동안 실온에서 혼합하여 봉지용 조성물 (25℃에서 점도 21.8cps)을 제조하였다.

[0503] **필름형성방법**

[0504] N₂ 조건에서, 50mm x 50mm 베어글래스에 실시예 1 내지 실시예 6, 비교예 1 내지 비교예 4의 봉지용 조성물 들을 2ml을 적가 하고 스핀코팅한 후, UV 경화하여 (1800mJ/cm²) 8μm 두께의 필름을 형성하였다.

[0506] **물성평가방법**

[0507] 1. 투과율

[0508] 상기 코팅, 경화한 필름에 대해 Lambda950(Perkin Elmer사)로 가시광선 영역의 투과율을 측정하였다.

[0509] 2. Outgas

[0510] N₂ 조건에서, 100mm X 100mm 유리기판에 광경화 조성물을 5ml을 적가 하고 스핀코팅한 후, UV 경화하여 (1800mJ/cm²) 4μm 두께의 유기 보호층 시편 얻었다. 시편을 50mm X 10mm으로 절단 하여 사용하였다. 측정 장비는 GC/MS 기기 (SHIMADZU, GCMS-QP2020)를 이용하였다. GC/MS는 칼럼으로 RTX-1 칼럼(길이:60m, 지름:0.25mm, 고정상 두께:1μm)을 사용하고, 이동상으로 헬륨 가스(플로우 레이트:1.0mL/min)를 이용하고, split ratio는 3:1, 온도 조건은 40℃에서 3분 유지하고, 그 다음에 7℃/min의 속도로 승온한 후 300℃에서 5분 유지한다. 아웃가스는 glass size 50 mm X 10 mm 시편 5개를 포집용기에 넣고 100 ℃에서 30분간 가열하여 발생된 아웃가스를 분석하였다. 표준 용액으로 메탄올 중 톨루엔 용액 25ng, 50ng, 100ng, 200ng으로 검량선을 작성하고 R2값을 0.99로 얻는다. 이상의 조건을 요약하면 하기 표 8과 같다.

표 8

검량선 작성 조건		표준용액 : Toluene in MeOH
		농도 범위 : 25ng, 50ng, 100ng, 200ng
		R2 : 0.99
GC/MS 조건	Column	RTX-1→60m x 0.25mm x 1μm
	이동상	He
	Split	Split ratio = 3:1
	method	40 ℃ (2min)→7 ℃/min→300 ℃ (5min)
	Flow	1.0 mL/min
Scan 조건		분자량 : 35g/mol ~ 600g/mol
Detector		이온 소스 온도 : 200 ℃
Interface		온도 : 250 ℃

[0511]

[0512] 3. 광경화율

[0513] 광경화 조성물에 대하여 FT-IR(FT/IR-6600, Jasco사)을 사용하여 1635cm⁻¹ 부근(C=C), 1720cm⁻¹부근(C=O)에서의 흡수 피크의 강도를 측정하였다. 1635cm⁻¹ 부근 (C=C), 1720cm⁻¹ 부근(C=O)에서의 흡수 피크의 강도를 측정하고, 광경화율은 하기 식 2에 따라 계산하였다.

[0514] <식 2> 광경화율(%)= | 1-(A/B) | x 100

[0515] (상기에서, A는 경화된 필름에 대해 1720cm⁻¹ 부근에서의 흡수 피크의 강도에 대한 1635cm⁻¹ 부근에서의 흡수 피크의 강도의 비이고, B는 광경화 조성물에 대해 1720cm⁻¹ 부근에서의 흡수 피크의 강도에 대한 1635cm⁻¹ 부근에서의 흡수 피크의 강도의 비율)

[0516] 실시예와 비교예에서 제조한 봉지용 조성물의 측정 결과를 하기 표 9에, 투과율 그래프를 도 3과 도 4에 나타내었다.

표 9

		실시에										비교예			
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	1	2	3	4
A	A1	5.6													
	A2		5.6												
	A3			5.6											
	A4				5.6										
	A5					5.6									
	A6						5.6								
	A7							5.6							
	A8								5.6						
	A9									5.6					
	A10										5.6				
B		55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0	55.0
C		36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7	36.7
D		1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
E		0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9	0.9
F	F1											5.6			
	F2												5.6		
	F3													5.6	
	F4														5.6
투 과 율 (%)	400(nm)	0.4	0.5	0.1	0.4	0.1	1.1	0.8	0.7	0.1	0.2	90.9	94.2	92.8	76.5
	405(nm)	4.7	0.5	0.1	0.4	0.1	5.0	4.9	2.2	0.3	1.1	94.3	95.6	95.5	85.7
	430(nm)	95.3	94.0	95.6	95.1	95.4	92.7	81.7	89.0	95.7	96.0	96.8	97.2	97.4	97.2
	440(nm)	96.7	96.8	96.8	96.2	96.7	96.3	96.3	94.7	96.3	97.2	96.9	97.5	97.6	97.7
광 경화율 (%)		93.1	93.0	93.3	92.9	93.1	93.4	93.3	93.5	93.2	93.2	93.2	92.6	93.0	93.1
Outgas (ng)		150	180	130	200	220	80	75	80	70	65	780	560	600	630
점도		18.7	18.8	18.8	18.3	18.2	18.5	19.4	19.2	16.8	16.6	16.8	18.5	18.2	16.1

[0517]

[0518]

상기 표 9의 결과를 보면 알 수 있듯이, 본 발명 화학식 1의 재료인 A1 내지 A10을 자외선 차단제로 포함하고 있는 조성물을 봉지재료로 사용한 실시예 1 내지 실시예 10을 보면 400nm 내지 405nm 에서 0.1% 내지 5.0%의 투과율을 나타내고, 430nm 내지 440nm 에서 81.7% 내지 97.2%의 투과율을 나타내는 것을 확인 할 수 있었으며, 또한 광 경화율의 경우 92.9% 내지 93.9%을 나타내고, 점도는 16.6 cPs 내지 18.8 cPs를 나타내는 것을 확인 할 수 있었다.

[0519]

더 자세히 표 8의 결과를 비교해보면 자외선 차단제의 종류만 상이할 뿐, 모든 조성물 및 사용량이 동일한 실시예 1 내지 실시예 10과 비교예 1 내지 비교예 4의 경우, 본 발명재료인 실시예 1 내지 10은 400nm에서 2% 미만의 투과율을 나타내고, 비교예 1 내지 비교예 4는 76.5% 내지 94.2%를 나타내는 것을 확인할 수 있었다. 또한, 405nm에서 투과율을 확인했을 때, 실시예 1 내지 10은 5% 이하이고, 비교예 1 내지 비교예 4는 85.7% 내지 95.6%를 나타내는 것을 확인할 수 있었다. 이는 본 발명 재료인 A1 내지 A10을 자외선 차단제로 사용할 경우, 비교예 물질인 F1 내지 F4보다 자외선 차단 성능이 매우 우수하다는 것을 확인할 수 있었다. 본 발명의 봉지재료로 사용하기 위해 광경화율을 측정한 결과, 실시예 1 내지 실시예 10과 비교예 1 내지 비교예 4 모두 90% 이상의 광 경화율을 나타내는 것을 확인할 수 있었다. 또한 본 발명의 광경화 조성물인 실시예 1 내지 실시예 10

과 비교예 1 내지 비교예 4의 아웃가스 평가 시 아웃가스 발생량이 비교예에 비해 현저히 낮은 것을 확인 할 수 있었다.

[0520] 본 발명재료를 사용한 실시예 1 내지 실시예 10을 비교한 결과, 400nm에서 가장 낮은 투과율을 갖는 물질은 실시예 5에서 사용한 P-80 물질이며, 405nm에서 가장 낮은 투과율을 갖는 물질 또한, 실시예 5에서 사용한 P-80 물질이며, 실시예 1 내지 실시예5에 비하여 실시예 6 내지 실시예 10이 더 낮은 아웃가스 발생량을 보였다. 이는 실시예 6 내지 실시예 10의 자외선 차단제의 분자구조에 포함되어 있는 아크릴기가 다른 조성물과의 가교 결합을 통하여 내열성이 향상되었음을 확인할 수 있었다.

[0521] 상기 표 9와 도 3, 도 4에서와 같이, 본 발명의 유기발광소자 봉지용 조성물들은 적은 양의 자외선 흡수제를 사용하여 광경화율이 높고, 기존에 발명된 자외선 흡수제에 비하여 347nm ~ 405nm에 대한 빛을 더욱 잘 차단하여 유기발광소자를 자외선으로부터 확실히 보호 할 수 있었다.

[0522] 반면에 비교예의 봉지용 조성물들은 347nm ~ 405nm 파장의 빛에 대한 차단 능력이 떨어지는 것을 확인 할 수 있었다.

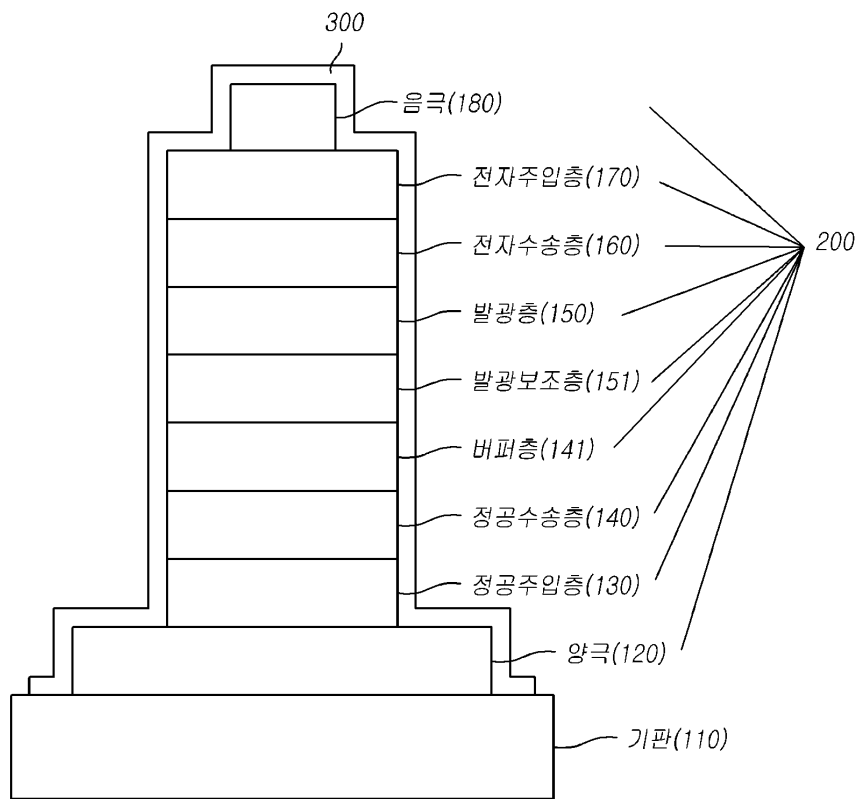
[0523] 이상의 설명은 본 발명을 예시적으로 설명한 것에 불과한 것으로, 본 발명에 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가지는 자라면 본 발명의 본질적인 특성에서 벗어나지 않는 범위에서 다양한 변형이 가능할 것이다. 따라서, 본 명세서에 개시된 실시예들은 본 발명을 한정하기 위한 것이 아니라 설명하기 위한 것이고, 이러한 실시예에 의하여 본 발명의 사상과 범위가 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 보호범위는 청구범위에 의하여 해석되어야 하며, 그와 동등한 범위 내에 있는 모든 기술은 본 발명의 권리범위에 포함하는 것으로 해석되어야 한다.

부호의 설명

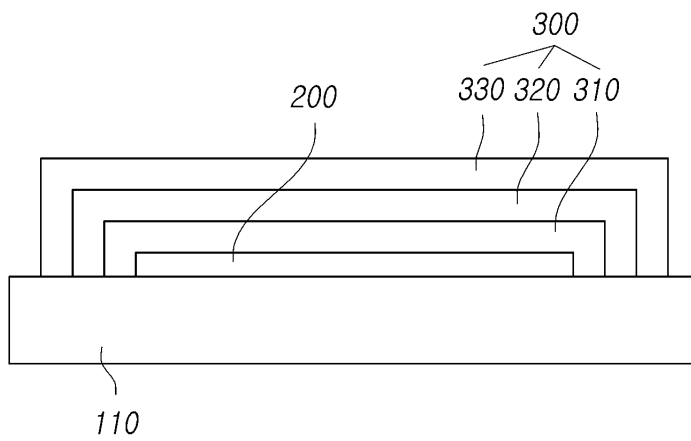
[0525] 110: 기판
200: 유기전기발광소자
300: 봉지층

도면

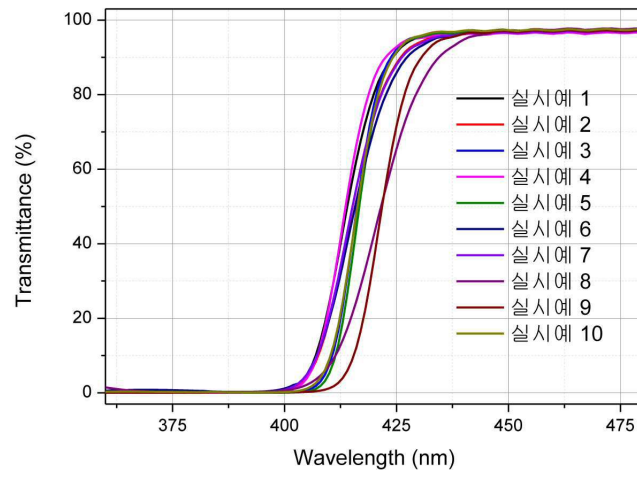
도면1



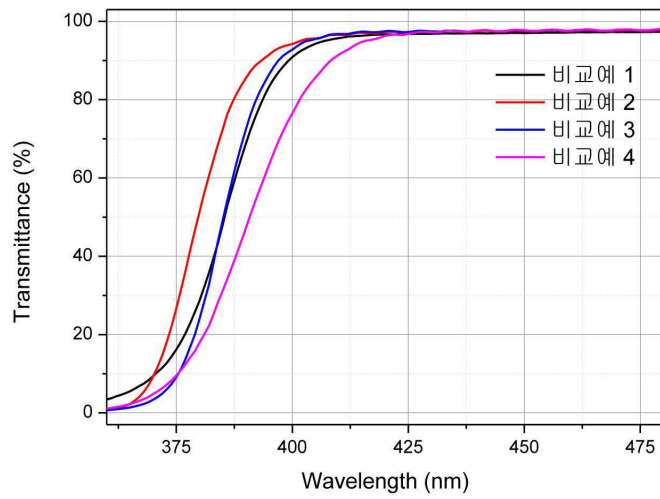
도면2



도면3



도면4



专利名称(译)	有机发光器件封装组合物和包含其的有机发光显示装置		
公开(公告)号	KR1020190003927A	公开(公告)日	2019-01-10
申请号	KR1020180034007	申请日	2018-03-23
[标]申请(专利权)人(译)	德山新勒克斯有限公司		
申请(专利权)人(译)	德山新力士有限公司		
[标]发明人	박용욱 이제우 강문성 박윤석 문성운		
发明人	박용욱 이제우 강문성 박윤석 문성운		
IPC分类号	H01L51/00 H01L51/52		
CPC分类号	H01L51/006 H01L51/0003 H01L51/0008 H01L51/0058 H01L51/5237		
优先权	1020170083479 2017-06-30 KR		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明提供了用于有机电致发光器件的用于封装的组合物和包括该组合物的封装的器件，其可以防止湿气和氧气从外部渗透以提高器件构件的可靠性。

