



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0050217
 (43) 공개일자 2018년05월14일

- | | |
|---|--|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 <i>C09K 11/06</i> (2006.01) <i>C07D 401/10</i> (2006.01)
 <i>C07D 471/04</i> (2006.01) <i>H01L 51/00</i> (2006.01)
 <i>H01L 51/50</i> (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
 <i>C09K 11/06</i> (2013.01)
 <i>C07D 401/10</i> (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2017-0138982
 (22) 출원일자 2017년10월25일
 심사청구일자 없음</p> <p>(30) 우선권주장
 1020160146658 2016년11월04일 대한민국(KR)</p> | <p>(71) 출원인
 룸엔드하스전자재료코리아유한회사
 충청남도 천안시 서북구 3공단1로 56 (백석동)</p> <p>(72) 발명자
 양정은
 경기도 화성시 석우동 삼성1로 5길 20</p> <p>(74) 대리인
 장훈</p> |
|---|--|

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 **유기 전계 발광 화합물 및 이를 포함하는 유기 전계 발광 소자**

(57) 요약

본원은 유기 전계 발광 화합물 및 이를 포함하는 유기 전계 발광 소자에 관한 것으로, 본원에 따른 유기 전계 발광 화합물을 포함함으로써 낮은 구동 전압 및/또는 높은 발광 효율 및/또는 긴 수명 특성을 갖는 유기 전계 발광 소자를 제공할 수 있다.

(52) CPC특허분류

C07D 471/04 (2013.01)

H01L 51/0072 (2013.01)

H01L 51/5024 (2013.01)

C09K 2211/1029 (2013.01)

C09K 2211/1044 (2013.01)

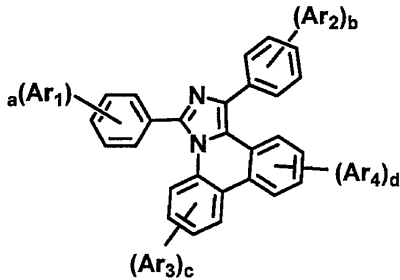
명세서

청구범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 유기 전계 발광 화합물.

[화학식 1]



Ar₁ 내지 Ar₄는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로겐, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-30원)헤테로아릴, 치환 또는 비치환된 (C3-C30)시클로알킬, 치환 또는 비치환된 (3-7원)헤테로시클로알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아르(C1-C30)알킬, -NR₁₁R₁₂, -SiR₁₃R₁₄R₁₅, -SR₁₆, -OR₁₇, 시아노, 니트로, 또는 하이드록시이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C30)의 단일환 또는 다환의 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고,

R₁₁ 내지 R₁₇은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로겐, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-30원)헤테로아릴, 치환 또는 비치환된 (3-7원)헤테로시클로알킬, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)시클로알킬이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C30)의 단일환 또는 다환의 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고;

a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5의 정수이고, c 및 d는 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수이고, a 내지 d가 각각 독립적으로 2 이상의 정수인 경우, 각각의 Ar₁ 내지 Ar₄는 동일하거나 상이할 수 있고,

상기 헤테로아릴 및 상기 헤테로시클로알킬은 각각 독립적으로 B, N, O, S, Si 및 P로부터 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 포함한다.

청구항 2

제1항에 있어서, Ar₁ 내지 Ar₄, 및 R₁₁ 내지 R₁₇에서, 치환된 알킬, 치환된 아릴, 치환된 헤테로아릴, 치환된 시클로알킬, 치환된 헤테로시클로알킬, 치환된 아르알킬, 치환된 단일환 또는 다환의 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 치환체는 각각 독립적으로, 중수소; 할로겐; 시아노; 카르복실; 니트로; 히드록시; (C1-C30)알킬; 할로(C1-C30)알킬; (C2-C30)알케닐; (C2-C30)알키닐; (C1-C30)알콕시; (C1-C30)알킬티오; (C3-C30)시클로알킬; (C3-C30)시클로알케닐; (3-7원)헤테로시클로알킬; (C6-C30)아릴옥시; (C6-C30)아릴티오; (C6-C30)아릴; (C6-C30)아릴로 치환 또는 비치환된 (5-30원)헤테로아릴; 트리(C1-C30)알킬실릴; 트리(C6-C30)아릴실릴; 디(C1-C30)알킬(C6-C30)아릴실릴; (C1-C30)알킬디(C6-C30)아릴실릴; 아미노; 모노- 또는 디- (C1-C30)알킬아미노; 모노- 또는 디- (C6-C30)아릴아미노; (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴아미노; (C1-C30)알킬카보닐; (C1-C30)알콕시카보닐; (C6-C30)아릴카보닐; 디(C6-C30)아릴보로닐; 디(C1-C30)알킬보로닐; (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴보로닐; (C6-C30)아르(C1-C30)알킬; 및 (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상인, 유기 전계 발광 화합물.

청구항 3

제1항에 있어서,

Ar₁ 내지 Ar₄는 각각 독립적으로 수소, 치환 또는 비치환된 (C6-C25)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-25원)헤테로아릴, -NR₁₁R₁₂, -SiR₁₃R₁₄R₁₅, -SR₁₆, -OR₁₇, 시아노, 니트로, 또는 하이드록시이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C25)의 단일환 또는 다환의 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고,

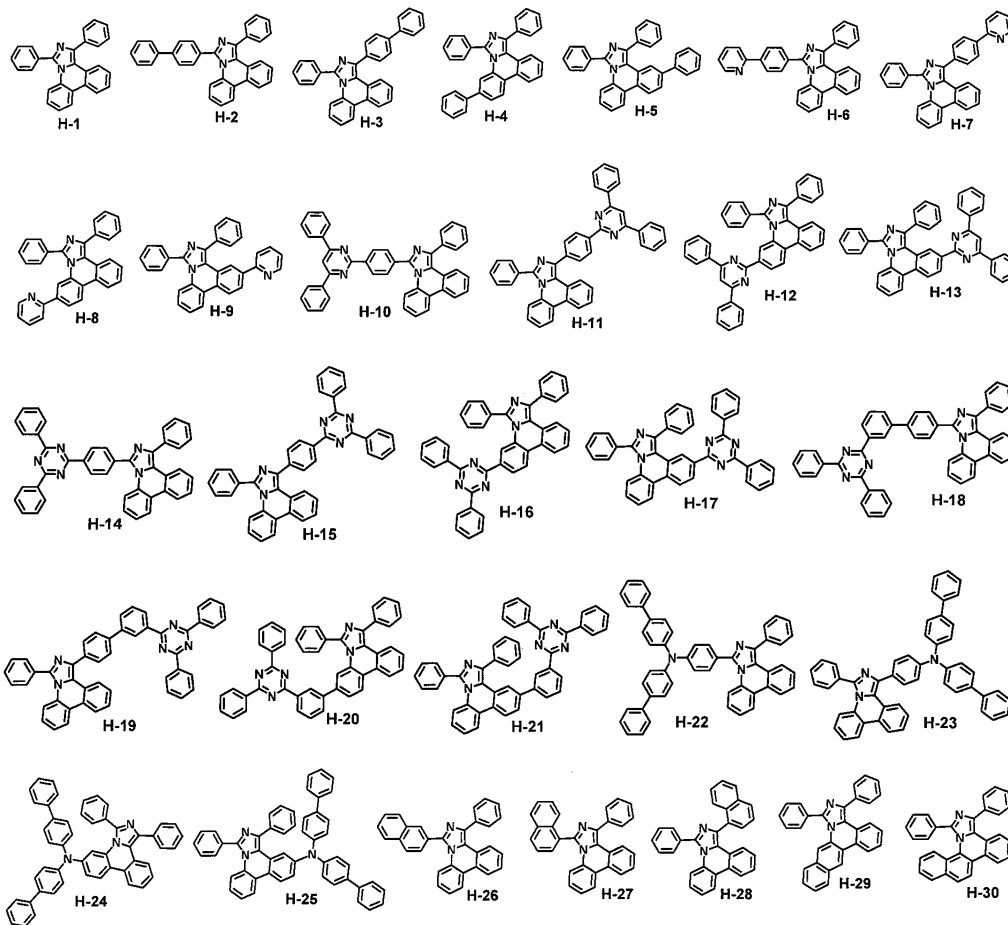
R₁₁ 내지 R₁₇은 각각 독립적으로 치환 또는 비치환된 (C1-C20)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C25)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-25원)헤테로아릴, 치환 또는 비치환된 (3-7원)헤테로시클로알킬, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C25)시클로알킬이고,

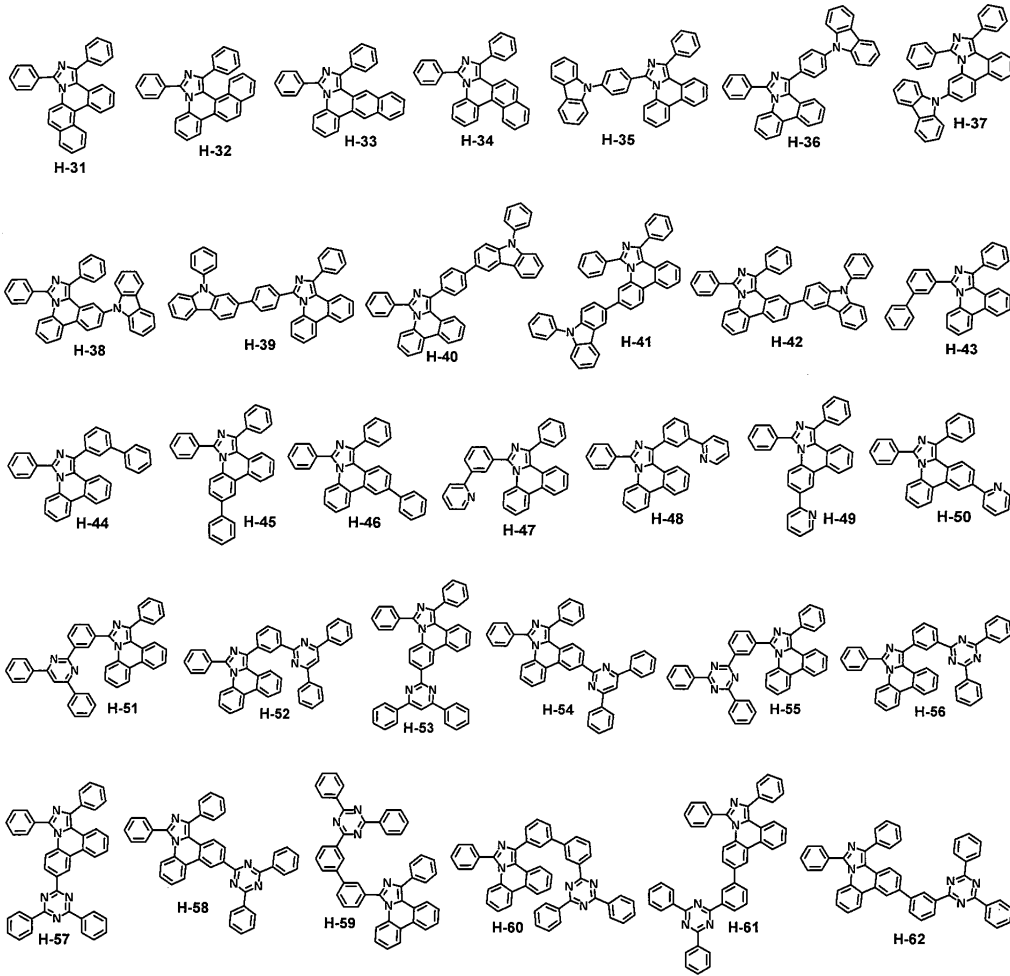
a 내지 d는 각각 독립적으로 1 또는 2이고, a 내지 d가 각각 독립적으로 2인 경우, 각각의 Ar₁ 내지 Ar₄는 동일하거나 상이할 수 있고,

상기 헤테로아릴 및 상기 헤테로시클로알킬은 각각 독립적으로 N, O 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 포함하는, 유기 전계 발광 화합물.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 화학식 1은 하기 화합물로부터 선택되는 하나 이상인 것인, 유기 전계 발광 화합물.





청구항 5

제1항에 기재된 유기 전계 발광 화합물을 포함하는, 유기 전계 발광 재료.

청구항 6

제1항에 기재된 유기 전계 발광 화합물을 포함하는, 유기 전계 발광 소자.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 유기 전계 발광 화합물을 전자 버퍼 재료로서 포함하는, 유기 전계 발광 소자.

청구항 8

제1항에 기재된 유기 전계 발광 화합물을 포함하는, 디스플레이 장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 유기 전계 발광 소자 (OLED) 분야에 사용될 수 있는 유기 전계 발광 화합물 및 이를 포함하는 유기 전계 발광 소자에 관한 것이다.

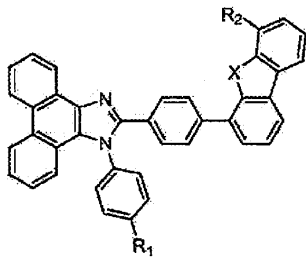
배경 기술

[0002] 전계 발광 소자(electroluminescent device; EL 소자)는 자체 발광형 표시 소자로서 시야각이 넓고 콘트라스트가 우수할 뿐만 아니라 응답속도가 빠르다는 장점을 가지고 있다. 1987년 이스트만 코닥(Eastman Kodak)사는 광층 형성용 재료로서 저분자인 방향족 디아민과 알루미늄 착물을 이용하고 있는 유기 EL 소자를 처음으로 개발하였다[참조: Appl. Phys. Lett. 51, 913, 1987].

[0003] 유기 전계 발광 소자(organic electroluminescent device; OLED)는 유기 발광 재료에 전기를 가해 전기 에너지를 빛으로 바꾸는 소자로서, 통상 양극(애노드), 음극(캐소드), 및 이들 사이에 유기물층을 포함하는 구조를 가진다. 유기 전계 발광 소자의 유기물층은 필요에 따라, 정공 주입층, 정공 전달층, 정공 보조층, 발광 보조층, 전자 차단층, 발광층(호스트 및 도판트 재료 포함), 전자 버퍼층, 정공 차단층, 전자 전달층, 전자 주입층 등을 포함할 수 있다. 상기 유기물층에 사용되는 재료는 기능에 따라 정공 주입 재료, 정공 전달 재료, 정공 보조 재료, 발광 보조 재료, 전자 차단 재료, 발광 재료, 전자 버퍼 재료, 정공 차단 재료, 전자 전달 재료, 전자 주입 재료 등으로 나뉠 수 있다. 이러한 유기 전계 발광 소자에서는 전압 인가에 의해 양극에서 정공이, 음극에서 전자가 발광층에 주입되고, 정공과 전자의 재결합에 의해 에너지가 높은 엑시톤이 형성된다. 이 에너지에 의해 유기 발광 화합물이 여기 상태로 되며, 유기 발광 화합물의 여기 상태가 기저 상태로 돌아가면서 에너지를 빛으로 방출하여 발광하게 된다.

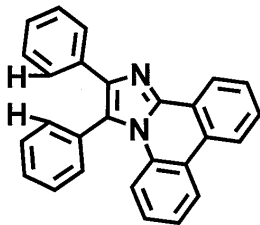
[0004] 전자 버퍼층은 패널 제작 공정에서 고온에 노출시 소자 내의 전류 특성이 변하여 발광 휘도의 저하가 발생할 수 있는 문제를 개선하기 위한 층으로써 전자 버퍼층에 포함되는 화합물의 특성이 중요하다. 뿐만 아니라 전자 버퍼층에 사용되는 화합물은 전자 끌어 당김(electron withdrawing) 특성 및 전자 친화도 LUMO(lowest unoccupied molecular orbital) 에너지 값에 의한 전자 주입 조절 역할을 하는 것이 바람직하며, 이를 통하여 유기 전계 발광 소자의 효율을 향상시키는 역할을 할 수 있다.

[0005] 중국 공개특허공보 제105237519호는 유기 전계 발광 화합물로서 하기 구조를 갖는 화합물을 개시하고 있다.



[0006]

[0007] 한국 공개특허공보 제2010-0062973호는 유기 전계 발광 화합물로서 하기 구조를 갖는 화합물을 개시하고 있다.



[0008]

[0009] 그러나, 상기 문헌들에 개시된 화합물은 낮은 유리 전이 온도(Tg) 및 낮은 분해 온도(Td)를 가짐으로써, 열적 안정성이 감소될 수 있다. 또한, 상기 화합물을 포함하는 OLED 소자는 여전히 발광 효율 면에서 개선될 필요가 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 중국 공개특허공보 제105237519호 (2016. 1. 13. 발행)

(특허문헌 0002) 한국 공개특허공보 제2010-0062973호 (2010. 6. 10. 발행)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명의 목적은, 첫째로 낮은 구동 전압 및/또는 높은 발광 효율 및/또는 긴 수명 특성을 갖는 유기 전계 발광 소자를 제조할 수 있는 유기 전계 발광 화합물을 제공하는 것이며, 둘째로 상기 유기 전계 발광 화합물을 포

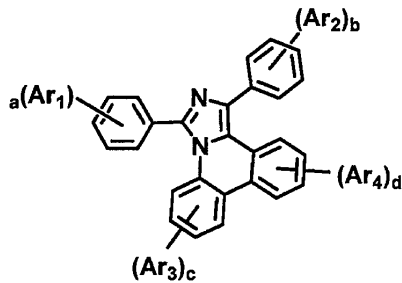
합하는 유기 전계 발광 소자를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 상기의 기술적 과제를 해결하기 위해 예의 연구한 결과, 본 발명자들은 본원의 융합된 이미다졸 페난트렌 코어를 포함하는 화합물이 낮은 구동 전압 및/또는 높은 발광 효율 특성을 갖는 유기 전계 발광 소자를 제공할 수 있음을 발견하여 본 발명을 완성하였다. 이는 본 발명의 화합물이 상기 선행 기술 문헌에 개시된 화합물에 비해, 내부 입체 장애를 감소시키는 위치화학적 구조를 갖고 있기 때문인 것으로 생각된다. 예컨대, 본원의 화합물이 특허문헌 2에 개시된 상기한 화합물의 구조에 비해 더 평면에 가까운 메인 코어를 가지고 있다. 특허문헌 2의 상기 구조는 내부 수소 사이의 입체 장애로 인해 코어에 대한 큰 뒤틀림을 가지는데, 이러한 코어 분자의 뒤틀린 형태가 진공 증착 층에서 파이-파이 스택킹을 방해할 수 있으며, 낮은 유리 전이 온도 (T_g), 낮은 분해 온도 (T_d) 및 궁극적으로 감소된 열적 안정성을 초래할 수 있을 것이다. 즉, 본원 발명은 메인 코어 내부의 뒤틀림을 감소시킴으로써 열적 안정성 및 전자 전달 능력을 증가시킬 수 있을 것이다.

[0013] 보다 구체적으로, 하기 화학식 1로 표시되는 유기 전계 발광 화합물이 상술한 목적을 달성할 수 있다.

[0014] [화학식 1]



[0015]

[0016] Ar₁ 내지 Ar₄는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로겐, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-30원)헤테로아릴, 치환 또는 비치환된 (C3-C30)시클로알킬, 치환 또는 비치환된 (3-7원)헤테로시클로알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아르(C1-C30)알킬, -NR₁₁R₁₂, -SiR₁₃R₁₄R₁₅, -SR₁₆, -OR₁₇, 시아노, 니트로, 또는 하이드록시이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C30)의 단일 환 또는 다환의 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고,

[0017] R₁₁ 내지 R₁₇은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로겐, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-30원)헤테로아릴, 치환 또는 비치환된 (3-7원)헤테로시클로알킬, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)시클로알킬이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C30)의 단일 환 또는 다환의 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고;

[0018] a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5의 정수이고, c 및 d는 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수이고, a 내지 d가 각각 독립적으로 2 이상의 정수인 경우, 각각의 Ar₁ 내지 Ar₄는 동일하거나 상이할 수 있고,

[0019] 상기 헤테로아릴 및 상기 헤테로시클로알킬은 각각 독립적으로 B, N, O, S, Si 및 P로부터 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 포함한다.

발명의 효과

[0020] 본 발명에 따른 유기 전계 발광 화합물을 포함함으로써, 낮은 구동 전압 및/또는 높은 발광 효율 및/또는 긴 수명 특성을 갖는 유기 전계 발광 소자를 제조할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 이하에서 본 발명을 더욱 상세히 설명하나, 이는 설명을 위한 것으로 본 발명의 범위를 제한하는 방법으로 해석

되어서는 안 된다.

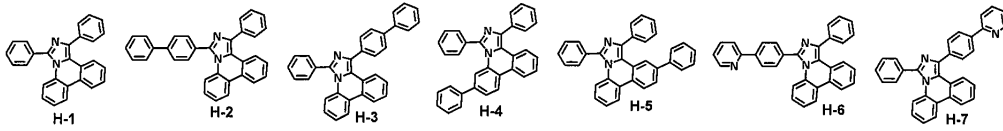
- [0022] 본원에서 "유기 전계 발광 화합물"은 유기 전계 발광 소자에 사용될 수 있는 화합물을 의미하며, 필요에 따라 유기 전계 발광 소자를 구성하는 임의의 재료층에 포함될 수 있다.
- [0023] 본원에서 "유기 전계 발광 재료"는 유기 전계 발광 소자에 사용될 수 있는 재료를 의미하고, 1종 이상의 화합물을 포함할 수 있으며, 필요에 따라 유기 전계 발광 소자를 구성하는 임의의 층에 포함될 수 있다. 예를 들면, 상기 유기 전계 발광 재료는 정공 주입 재료, 정공 전달 재료, 정공 보조 재료, 발광 보조 재료, 전자 차단 재료, 발광 재료, 전자 버퍼 재료, 정공 차단 재료, 전자 전달 재료, 전자 주입 재료 등 일 수 있다.
- [0024] 상기 화학식 1로 표시되는 화합물에 대해 보다 구체적으로 설명하면 다음과 같다.
- [0025] 상기 화학식 1에서, Ar₁ 내지 Ar₄는 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-30원)헤테로아릴, 치환 또는 비치환된 (C3-C30)시클로알킬, 치환 또는 비치환된 (3-7원)헤테로시클로알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아르(C1-C30)알킬, -NR₁₁R₁₂, -SiR₁₃R₁₄R₁₅, -SR₁₆, -OR₁₇, 시아노, 니트로, 또는 하이드록시이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C30)의 단일환 또는 다환의 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고, 바람직하게는 수소, 치환 또는 비치환된 (C6-C25)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-25원)헤테로아릴, -NR₁₁R₁₂, -SiR₁₃R₁₄R₁₅, -SR₁₆, -OR₁₇, 시아노, 니트로, 또는 하이드록시이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C25)의 단일환 또는 다환의 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고, 더욱 바람직하게는 수소, 치환 또는 비치환된 (C6-C18)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-18원)헤테로아릴, 또는 -NR₁₁R₁₂이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C18)의 단일환 또는 다환의 방향족 고리를 형성할 수 있다. 예를 들면, Ar₁ 내지 Ar₄는 수소, 치환 또는 비치환된 페닐, 비치환된 피리디닐, 치환된 피리미디닐, 치환된 트리아진일, 치환 또는 비치환된 카바졸릴, 또는 -NR₁₁R₁₂이거나; 인접한 치환체와 연결되어 비치환된 벤젠 고리를 형성할 수 있고, 상기 치환된 페닐의 치환체는 디페닐로 치환된 트리아진일일 수 있고, 상기 치환된 피리미디닐, 치환된 트리아진일 및 치환된 카바졸릴의 치환체는 하나 이상의 페닐일 수 있다.
- [0026] 상기 화학식 1에서, R₁₁ 내지 R₁₇은 각각 독립적으로 수소, 중수소, 할로젠, 치환 또는 비치환된 (C1-C30)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C30)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-30원)헤테로아릴, 치환 또는 비치환된 (3-7원)헤테로시클로알킬, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C30)시클로알킬이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C30)의 단일환 또는 다환의 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고; 바람직하게는 치환 또는 비치환된 (C1-C20)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C25)아릴, 치환 또는 비치환된 (5-25원)헤테로아릴, 치환 또는 비치환된 (3-7원)헤테로시클로알킬, 또는 치환 또는 비치환된 (C3-C25)시클로알킬이거나; 인접한 치환체와 연결되어 치환 또는 비치환된 (C3-C25)의 단일환 또는 다환의 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리를 형성할 수 있으며, 상기 형성된 지환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 탄소 원자는 질소, 산소 및 황으로부터 선택되는 하나 이상의 헤테로원자로 대체될 수 있고; 더욱 바람직하게는 치환 또는 비치환된 (C1-C10)알킬, 치환 또는 비치환된 (C6-C18)아릴, 또는 치환 또는 비치환된 (5-18원)헤테로아릴일 수 있으며, 예를 들면, 비치환된 비페닐일 수 있다.
- [0027] 상기 화학식 1에서, a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5의 정수이고, c 및 d는 각각 독립적으로 1 내지 4의 정수이고, 바람직하게는, a 내지 d는 1 또는 2의 정수이고, a 내지 d가 각각 독립적으로 2 이상의 정수인 경우, 각각의 Ar₁ 내지 Ar₄는 동일하거나 상이할 수 있다.
- [0028] 상기 화학식 1에서, 헤테로아릴 및 헤테로시클로알킬은 각각 독립적으로 B, N, O, S, Si 및 P로부터 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 포함하고, 바람직하게는 N, O 및 S로부터 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 포함하고, 더욱 바람직하게는 하나 이상의 질소 원자를 포함한다.
- [0029] 본원에서 "(C1-C30)알킬"은쇄를 구성하는 탄소수가 1 내지 30개인 직쇄 또는 분지쇄 알킬을 의미하고, 여기에 서 탄소수는 바람직하게는 1 내지 20개, 더 바람직하게는 1 내지 10개이다. 상기 알킬의 구체적인 예로서,

메틸, 에틸, n-프로필, 이소프로필, n-부틸, 이소부틸 및 tert-부틸 등이 있다. 본원에서 "(C2-C30)알케닐"은 쇠를 구성하는 탄소수가 2 내지 30개인 직쇄 또는 분지쇄 알케닐을 의미하고, 여기에서 탄소수가 2 내지 20개인 것이 바람직하고, 2 내지 10개인 것이 더 바람직하다. 상기 알케닐의 구체적인 예로서, 비닐, 1-프로페닐, 2-프로페닐, 1-부테닐, 2-부테닐, 3-부테닐, 2-메틸부트-2-에닐 등이 있다. 본원에서 "(C6-C30)알키닐"은 쇠를 구성하는 탄소수가 2 내지 30개인 직쇄 또는 분지쇄 알키닐을 의미하고, 여기에서 탄소수가 2 내지 20개인 것이 바람직하고, 2 내지 10개인 것이 더 바람직하다. 상기 알키닐의 예로서, 에티닐, 1-프로피닐, 2-프로피닐, 1-부티닐, 2-부티닐, 3-부티닐, 1-메틸펜트-2-이닐 등이 있다. 본원에서 "(C3-C30)시클로알킬"은 환 골격 탄소수가 3 내지 30개인 단일환 또는 다환 탄화수소를 의미하고, 상기 탄소수는 바람직하게는 3 내지 20개, 더 바람직하게는 3 내지 7개이다. 상기 시클로알킬의 예로서, 시클로프로필, 시클로부틸, 시클로펜틸, 시클로헥실 등이 있다. 본원에서 "(3-7원) 헤테로시클로알킬"은 환 골격 원자수가 3 내지 7개, 바람직하게는 5 내지 7개이고, B, N, O, S, Si 및 P로 이루어진 군, 바람직하게는 O, S 및 N로 이루어진 군에서 선택되는 하나 이상의 헤테로원자를 포함하는 시클로알킬을 의미하고, 예를 들어, 테트라히드로푸란, 피롤리딘, 티올란, 테트라히드로피란 등이 있다. 본원에서 "(C6-C30)아릴"은 환 골격 탄소수가 6 내지 30개인 방향족 탄화수소에서 유래된 단일환 또는 융합환계 라디칼을 의미하고, 부분적으로 포화될 수도 있다. 상기 환 골격 탄소수는 바람직하게는 6 내지 20개, 더 바람직하게는 6 내지 15개이다. 상기 아릴은 스피로 구조를 가진 것을 포함한다. 상기 아릴의 예로서 페닐, 비페닐, 터페닐, 나프틸, 비나프틸, 페닐나프틸, 나프틸페닐, 플루오레닐, 페닐플루오레닐, 벤조플루오레닐, 디벤조플루오레닐, 페난트레닐, 페닐페난트레닐, 안트라세닐, 인데닐, 트리페닐레닐, 피레닐, 테트라세닐, 페틸레닐, 크라이세닐, 나프타세닐, 플루오란테닐, 스피로비플루오레닐 등이 있다. 본원에서 "(5-30원) 헤테로아릴"은 환 골격 원자수가 5 내지 30개이고, B, N, O, S, Si 및 P로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 포함하는 아릴기를 의미한다. 헤테로원자수는 바람직하게는 1 내지 4개이고, 단일 환계이거나 하나 이상의 벤젠 환과 축합된 융합환계일 수 있으며, 부분적으로 포화될 수도 있다. 또한, 본원에서 상기 헤테로아릴은 하나 이상의 헤테로아릴 또는 아릴기가 단일 결합에 의해 헤테로아릴기와 연결된 형태도 포함하며, 스피로 구조를 가진 것도 포함한다. 상기 헤테로아릴의 예로서, 푸릴, 티오펜일, 피롤릴, 이미다졸릴, 피라졸릴, 티아졸릴, 티아디아졸릴, 이소티아졸릴, 이속사졸릴, 옥사졸릴, 옥사디아졸릴, 트리아진일, 테트라진일, 트리아졸릴, 테트라졸릴, 푸라진일, 피리달, 피라진일, 피리미딘일, 피리다진일 등의 단일 환계 헤테로아릴, 벤조푸란일, 벤조티오펜일, 이소벤조푸란일, 디벤조푸란일, 디벤조티오펜일, 벤조이미다졸릴, 벤조티아졸릴, 벤조이소티아졸릴, 벤조이속사졸릴, 벤조옥사졸릴, 이소인돌릴, 인돌릴, 인다졸릴, 벤조티아디아졸릴, 퀴놀릴, 이소퀴놀릴, 신놀리닐, 퀴나졸리닐, 퀴녹살리닐, 카바졸릴, 벤조카바졸릴, 페녹사진일, 페노티아진일, 페난트리딘일, 벤조디옥솔릴, 디하이드로아크리디닐 등의 융합 환계 헤테로아릴 등이 있다. 본원에서 "할로젠"은 F, Cl, Br 및 I 원자를 포함한다.

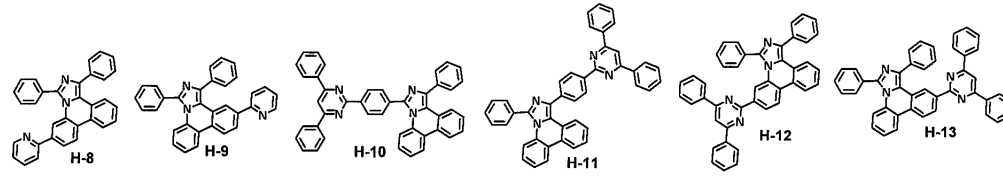
[0030] 또한, 본원에 기재되어 있는 "치환 또는 비치환"이라는 기재에서 "치환"은 어떤 작용기에서 수소 원자가 다른 원자 또는 다른 작용기 (즉, 치환체)로 대체되는 것을 뜻한다. 본원의 Ar₁ 내지 Ar₄, 및 R₁₁ 내지 R₁₇에서, 치환된 알킬, 치환된 아릴, 치환된 헤테로아릴, 치환된 시클로알킬, 치환된 헤테로시클로알킬, 치환된 아르알킬, 치환된 단일환 또는 다환의 치환족, 방향족 또는 이들의 조합의 고리의 치환체는 각각 독립적으로, 중수소; 할로젠; 시아노; 카복실; 니트로; 히드록시; (C1-C30)알킬; 할로(C1-C30)알킬; (C2-C30)알케닐; (C2-C30)알키닐; (C1-C30)알콕시; (C1-C30)알킬티오; (C3-C30)시클로알킬; (C3-C30)시클로알케닐; (3-7원)헤테로시클로알킬; (C6-C30)아릴옥시; (C6-C30)아릴티오; (C6-C30)아릴; (C6-C30)아릴로 치환 또는 비치환된 (5-30원)헤테로아릴; 트리(C1-C30)알킬실릴; 트리(C6-C30)아릴실릴; 디(C1-C30)알킬(C6-C30)아릴실릴; (C1-C30)알킬디(C6-C30)아릴실릴; 아미노; 모노- 또는 디- (C1-C30)알킬아미노; 모노- 또는 디- (C6-C30)아릴아미노; (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴아미노; (C1-C30)알킬카보닐; (C1-C30)알콕시카보닐; (C6-C30)아릴카보닐; 디(C6-C30)아릴보로닐; 디(C1-C30)알킬보로닐; (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴보로닐; (C6-C30)아르(C1-C30)알킬; 및 (C1-C30)알킬(C6-C30)아릴로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상이고, 바람직하게는 (C1-C20)알킬, (C6-C25)아릴, 및 (C6-C25)아릴로 치환 또는 비치환된 (5-25원)헤테로아릴로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상이고, 더욱 바람직하게는 (C6-C18)아릴 및 (C6-C18)아릴로 치환 또는 비치환된 (5-18원)헤테로아릴로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상이고, 예를 들면, 페닐, 또는 하나 이상의 페닐로 치환된 트리아진일일 수 있다.

[0031] 상기 화학식 1로 표시되는 화합물은 구체적으로 하기의 화합물로서 예시될 수 있으나, 이들에 한정되는 것은 아니다.

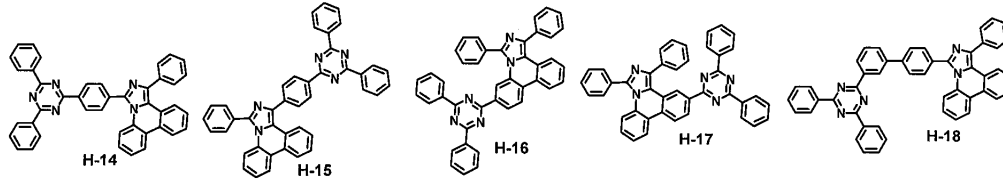
[0032]



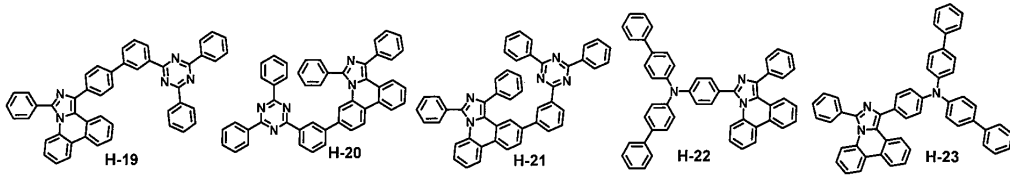
[0033]



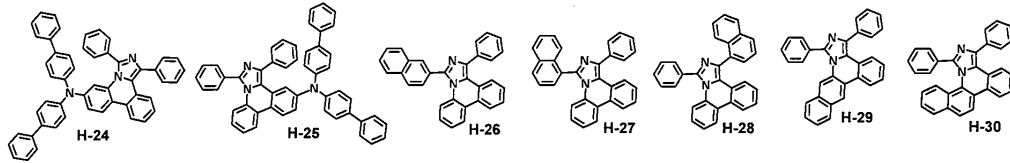
[0034]



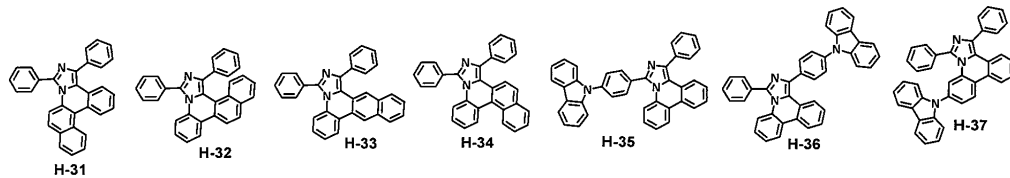
[0035]



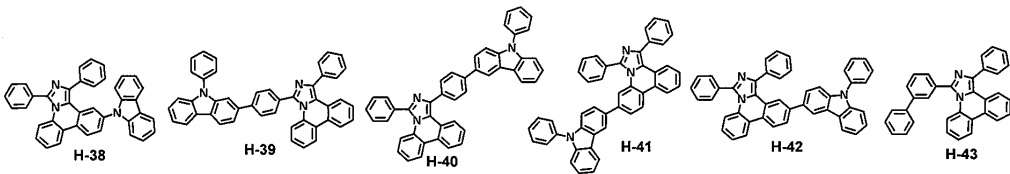
[0036]



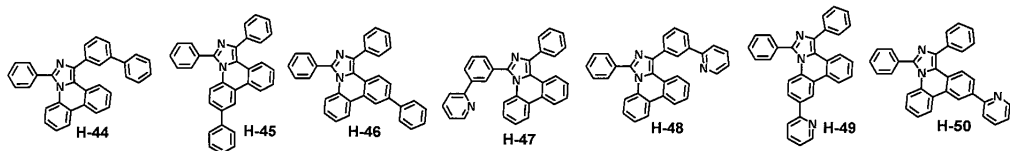
[0037]



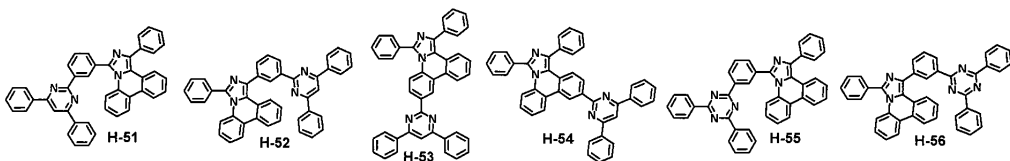
[0038]

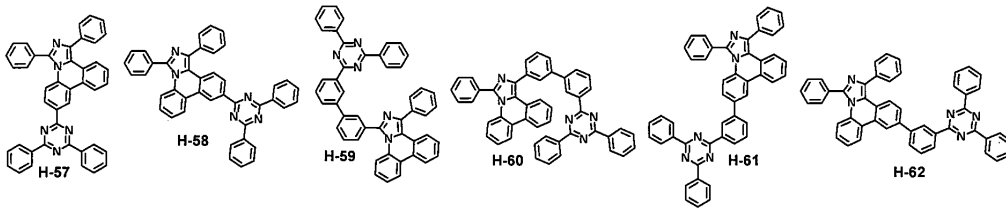


[0039]



[0040]





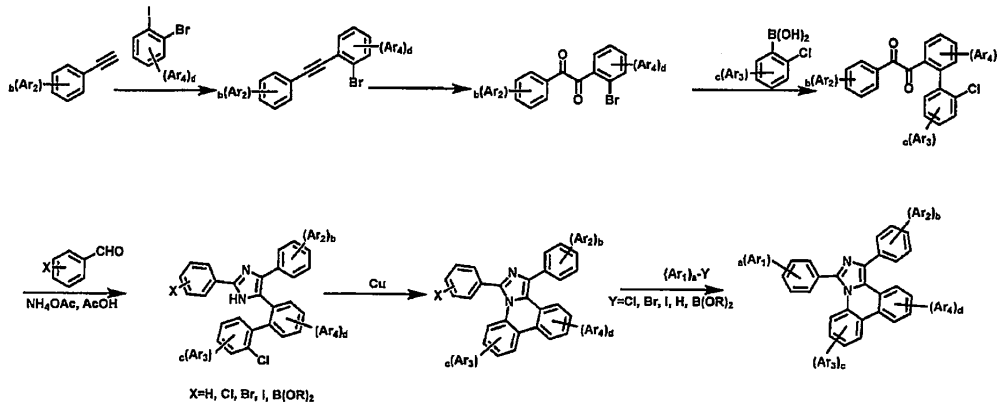
[0041]

[0042]

본원에 따른 화학식 1의 화합물은 당업자에게 공지된 합성 방법으로 제조할 수 있으며, 예를 들면, 하기 반응식 1에 나타난 바와 같이 제조될 수 있다.

[0043]

[반응식 1]



[0044]

[0045]

상기 반응식 1에서, Ar₁ 내지 Ar₄는 상기 화학식 1에서의 정의와 동일하고, X 및 Y는 각각 독립적으로, H, Cl, Br, I 또는 B(OR)₂일 수 있으나, 이들에 한정되지 않고, R은 수소일 수 있으나, 이에 한정되지 않는다.

[0046]

본원의 화학식 1의 유기 전계 발광 화합물은 정공 전달층 (HTL), 발광층 (EML), 전자 버퍼층 (증착된 소자에서 전자 전달층과 발광층 사이에 증착된 화합물), 및 전자 전달층 (ETL) 등에 포함될 수 있고, 바람직하게는 전자 버퍼층에 포함될 수 있다.

[0047]

또한, 본원은 화학식 1의 유기 전계 발광 화합물을 포함하는 유기 전계 발광 재료 및 상기 유기 전계 발광 재료를 포함하는 유기 전계 발광 소자를 제공할 수 있다.

[0048]

상기 유기 전계 발광 재료는 본원의 유기 전계 발광 화합물 단독으로 이루어질 수 있고, 유기 전계 발광 재료에 포함되는 통상의 물질들을 추가로 포함할 수도 있다.

[0049]

본원의 일 양태에 따르면, 본원 발명은 상기 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 전자 버퍼 재료를 제공한다. 상기 전자 버퍼 재료는 전하의 흐름 특성을 제어하는 재료를 가리킨다. 이에, 상기 전자 버퍼 재료는 예를 들어, 전자를 트랩(trap)하거나, 전자를 블로킹(blocking)하거나, 또는 전자 전달 대역과 발광층 사이의 에너지 장벽을 낮추는 것일 수 있다. 상기 전자 버퍼 재료는 구체적으로는, 유기 전계 발광 소자의 전자 버퍼 재료일 수 있다. 유기 전계 발광 소자에서 상기 전자 버퍼 재료는 전자 버퍼층에 사용되거나, 전자 전달 주입층, 전자 전달층 또는 발광층과 같은 다른 영역에 혼입되어 사용될 수 있다. 상기 전자 버퍼 재료는 유기 전계 발광 소자의 제조에 사용되는 통상의 물질을 추가로 포함하는 혼합물 또는 조성물일 수 있다.

[0050]

본원에 따른 유기 전계 발광 소자는 제1전극; 제2 전극; 및 상기 제1 전극 및 제2 전극 사이에 개재되는 1층 이상의 유기물층을 갖고, 상기 유기물층은 상기 화학식 1의 유기 전계 발광 화합물을 하나 이상 포함할 수 있다.

[0051]

상기 제1 전극과 제2 전극 중 하나는 애노드이고 다른 하나는 캐소드일 수 있다. 상기 유기물층은 발광층을 포함하고, 정공 주입층, 정공 전달층, 정공 보조층, 발광 보조층, 전자 전달층, 전자 주입층, 계면층 (interlayer), 정공 차단층, 전자 차단층 및 전자 버퍼층에서 선택되는 1층 이상을 더 포함할 수 있다. 여기서, 상기 정공 보조층 또는 상기 발광 보조층은 정공 전달층과 발광층 사이에 위치하고, 정공의 전달 속도를 조절하는 층이다. 상기 정공 보조층 또는 상기 발광 보조층은 유기 전계 발광 소자의 효율 및 수명의 개선 효과를 갖는다.

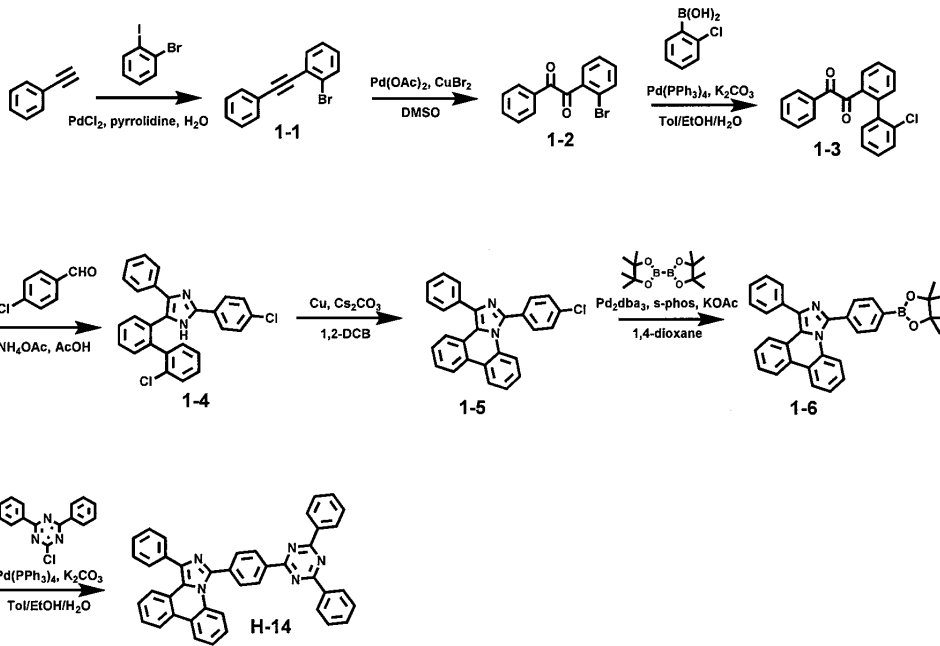
[0052]

본원의 유기 전계 발광 소자는 화학식 1의 유기 전계 발광 화합물을 포함하고, 이와 동시에 아릴아민계 화합물

또는 스티릴아릴아민계 화합물로 이루어진 군으로부터 선택된 하나 이상의 화합물을 포함할 수 있다.

- [0053] 또한, 본원의 유기 전계 발광 소자에 있어서, 유기물층에 상기 화학식 1의 유기 전계 발광 화합물 이외에 1족, 2족, 4주기, 5주기 전이금속, 란타네계금속 및 d-전이원소의 유기금속으로 이루어진 군으로부터 선택되는 하나 이상의 금속 또는 착체 화합물을 더 포함할 수도 있고, 나아가 상기 유기물층은 발광층 및 전하 생성층을 더 포함할 수 있다.
- [0054] 또한, 본원의 상기 유기 전계 발광 소자는 본 발명의 화합물 이외에 당업계에 알려진 청색, 적색 또는 녹색 발광 화합물을 포함하는 발광층을 하나 이상 더 포함함으로써 백색 발광을 할 수 있다. 또한, 필요에 따라, 황색 또는 오렌지색 발광층을 더 포함할 수도 있다.
- [0055] 본원의 유기 전계 발광 소자에 있어서, 한 쌍의 전극의 적어도 한쪽의 내측 표면에, 칼코제나이드(chalcogenide)층, 할로겐화 금속층 및 금속 산화물층으로부터 선택되는 일층(이하, 이들을 “표면층”이라고 지칭함) 이상을 배치하는 것이 바람직하다. 구체적으로는, 발광 매체층 측의 양극 표면에 규소 및 알루미늄의 금속의 칼코제나이드(산화물을 포함한다)층을, 또한 발광매체층 측의 음극 표면에 할로겐화 금속층 또는 금속 산화물층을 배치하는 것이 바람직하다. 이것에 의해 구동의 안정화를 얻을 수 있다. 상기 칼코제나이드의 바람직한 예로는 $\text{SiO}_x(1 \leq x \leq 2)$, $\text{AlO}_x(1 \leq x \leq 1.5)$, SiON , SiAlON 등이 있고, 할로겐화 금속의 바람직한 예로는 LiF , MgF_2 , CaF_2 , 불화 희토류 금속 등이 있으며, 금속 산화물의 바람직한 예로는 Cs_2O , Li_2O , MgO , SrO , BaO , CaO 등이 있다.
- [0056] 또한, 본원의 유기 전계 발광 소자에 있어서, 이렇게 제조된 한 쌍의 전극의 적어도 한쪽의 표면에 전자 전달 화합물과 환원성 도판트의 혼합 영역 또는 정공 전달 화합물과 산화성 도판트의 혼합 영역을 배치하는 것도 바람직하다. 이러한 방식에 의해 전자 전달 화합물이 음이온으로 환원되므로 혼합 영역으로부터 발광 매체에 전자를 주입 및 전달하기 용이해진다. 또한, 정공 전달 화합물은 산화되어 양이온으로 되므로 혼합 영역으로부터 발광 매체에 정공을 주입 및 전달하기 용이해진다. 바람직한 산화성 도판트로서는 각종 루이스산 및 억셉터(acceptor) 화합물을 들 수 있고, 바람직한 환원성 도판트로는 알칼리 금속, 알칼리 금속 화합물, 알칼리 토류 금속, 희토류 금속 및 이들의 혼합물을 들 수 있다. 또한 환원성 도판트층을 전하 생성층으로 사용하여 두 개 이상의 발광층을 가진 백색 유기 전계 발광 소자를 제조할 수 있다.
- [0057] 본원의 유기 전계 발광 소자의 각 층의 형성은 진공 증착, 스퍼터링, 플라즈마, 이온 플레이팅 등의 건식 성막법이나, 잉크젯 프린팅(ink jet printing), 노즐 프린팅(nozzle printing), 슬롯 코팅(slot coating), 스펀 코팅, 침지 코팅(dip coating), 플로우 코팅 등의 습식 성막법 중 어느 하나의 방법을 적용할 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다. 본 발명의 도판트 화합물과 호스트 화합물을 성막할 때, 공증착 또는 혼합증착으로 공정할 수 있으나, 이에 한정되지는 않는다.
- [0058] 습식 성막법의 경우, 각 층을 형성하는 재료를 에탄올, 클로로포름, 테트라하이드로푸란, 디옥산 등의 적절한 용매에 용해 또는 분산시켜 박막을 형성하는데, 그 용매는 각 층을 형성하는 재료가 용해 또는 분산될 수 있고, 성막성에 문제가 없는 것이라면 어느 것이어도 된다.
- [0059] 상기 공증착이란 두 가지 이상의 이성질체 재료를 각각의 개별 도가니 소스에 넣고, 두 셀을 동시에 전류를 인가하여 재료를 증발시켜 혼합 증착하는 방식이고, 상기 혼합 증착이란 증착 전 두 가지 이상의 이성질체 재료를 하나의 도가니 소스에 혼합한 후, 하나의 셀에 전류를 인가하여 재료를 증발시켜 혼합 증착하는 방식이다.
- [0060] 또한, 본원 발명의 유기 전계 발광 소자를 이용하여 디스플레이 장치, 예를 들면, 스마트폰, 태블릿, 노트북, PC, TV 또는 차량용의 디스플레이 장치, 또는 조명 장치, 예를 들면, 옥외 또는 옥내용 조명 장치를 제조하는 것이 가능하다.
- [0061] 이하에서, 본 발명의 상세한 이해를 위하여 본 발명의 대표 화합물을 들어 본 발명에 따른 유기 전계 발광 화합물의 제조방법 및 이의 물성을 나타내었다. 그러나, 본 발명은 하기의 예들에 한정되는 것은 아니다.

[0062] [실시예 1] 화합물 H-14의 제조



[0063]

[0064] 화합물 1-1의 제조

[0065] 플라스크에 페닐아세틸렌 (17.3g, 170mmol), 1-브로모-2-아이오도벤젠 (40g, 141mmol), 팔라듐(II) 클로라이드 (0.2g, 1mmol), 피롤리딘 (50g, 707mmol), 및 물 180 mL를 넣어 녹인 후, 24시간 동안 50°C에서 교반시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 1-1 (29g, 수율: 80%)을 얻었다.

[0066] 화합물 1-2의 제조

[0067] 플라스크에 화합물 1-1 (28g, 109mmol), 팔라듐(II) 아세테이트 (2.4g, 11mmol), 브롬화제이구리 (2.4g, 11mmol), 및 디메틸설폭사이드(DMSO) 440 mL를 넣어 녹인 후, 20시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 1-2 (16.3g, 수율: 52%)을 얻었다.

[0068] 화합물 1-3의 제조

[0069] 플라스크에 화합물 1-2 (16.3g, 56mmol), 2-클로로페닐 보론산 (10.5g, 68mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀) 팔라듐(0) (3.2g, 3mmol), 2M 탄산칼륨 (19.5g, 141mmol), 톨루엔 280 mL 및 에탄올 70 mL를 넣어 녹인 후, 5시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 1-3 (14.7g, 수율: 81%)을 얻었다.

[0070] 화합물 1-4의 제조

[0071] 플라스크에 화합물 1-3 (13.7g, 43mmol), 4-클로로 벤즈알데히드 (6g, 43mmol), 암모늄 아세테이트 (19.7g, 256mmol), 및 아세트산 215 mL를 넣어 녹인 후, 24시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 화합물 1-4 (20g)을 얻었다.

[0072] 화합물 1-5의 제조

[0073] 플라스크에 화합물 1-4 (20g, 45mmol), 분말구리 (2.8g, 45mmol), 탄산세슘 (59g, 181mmol), 및 1,2-디클로로벤젠 300 mL를 넣어 녹인 후, 17시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 1-5 (14.2g, 수율: 77%)을 얻었다.

[0074] 화합물 1-6의 제조

[0075] 플라스크에 화합물 1-5 (6g, 15mmol), 비스(피나콜라토)디보론 (4.5g, 18mmol), 트리스(디벤질리덴아세톤)디팔

라듐 (0.6g, 0.7mmol), 2-디시클로헥실포스피노-2',6'-디메톡시바이페닐 (0.6g, 1mmol), 아세트산칼륨 (3.6g, 37mmol), 및 1,4-디옥산 75 mL를 넣어 녹인 후, 4시간 동안 환류 반응시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고, 컬럼 크로마토 그래피로 분리하여 화합물 1-6 (6.8g, 수율: 92%)을 얻었다.

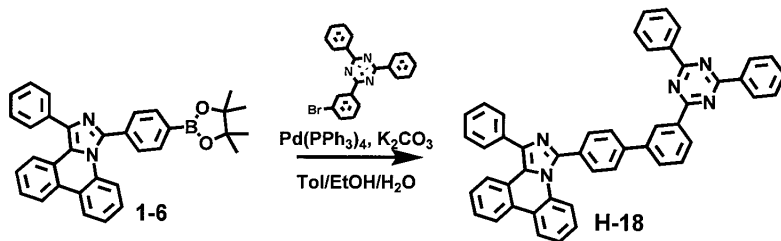
[0076] 화합물 H-14의 제조

[0077] 플라스크에 화합물 1-6 (4.5g, 9mmol), 2-클로로-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진 (2.6g, 10mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(0) (0.5g, 0.4mmol), 2M 탄산칼륨 (3.1g, 23mmol), 톨루엔 44 mL 및 에탄올 11 mL를 넣어 녹인 후, 2시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 생성된 고체를 여과하고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 H-14 (3.5g, 수율: 64%)을 얻었다.

화합물	MW	UV	PL	M.P.
H-14	601.71	375 nm	477 nm	358 °C

[0078]

[0079] [실시예 2] 화합물 H-18의 제조



[0080]

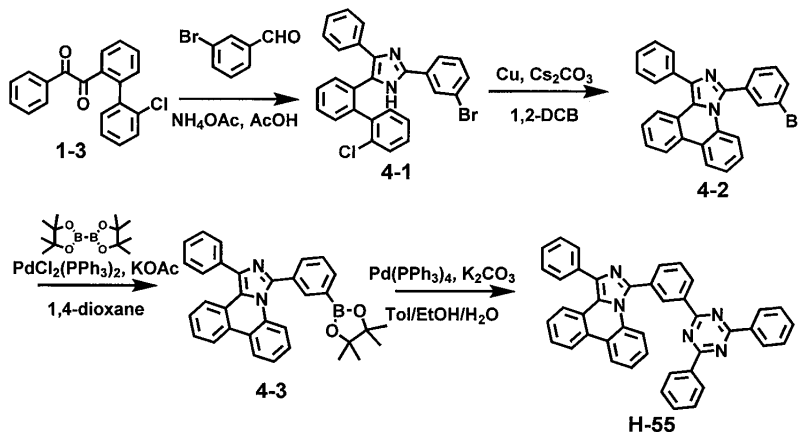
[0081] 플라스크에 화합물 1-6 (4.5g, 9mmol), 2-(3-브로모페닐)-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진 (3.1g, 8mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(0) (0.5g, 0.4mmol), 2M 탄산칼륨 (3.1g, 23mmol), 톨루엔 44 mL 및 에탄올 11 mL를 넣어 녹인 후, 6시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 생성된 고체를 여과하고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 H-18 (2.8g, 수율: 45%)을 얻었다.

[0082]

화합물	MW	UV	PL	M.P.
H-18	677.81	344 nm	441 nm	272 °C

[0083]

[0083] [실시예 3] 화합물 H-55의 제조



[0084]

[0085] 화합물 4-1의 제조

[0086] 플라스크에 화합물 1-3 (4.5g, 14mmol), 3-브로모 벤즈알데히드 (1.6mL, 14mmol), 암모늄 아세테이트 (6.5g, 84mmol), 아세트산 70 mL를 넣어 녹인 후, 24시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 4-1 (6.4g, 수율: 94%)을 얻었다.

[0087] 화합물 4-2의 제조

[0088] 플라스크에 화합물 4-1 (6.4g, 13.2mmol), 분말구리 (0.83g, 13.2mmol), 탄산세슘 (17.2g, 52.6mmol), 1,2-디클로로벤젠 90 mL를 넣어 녹인 후, 17시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 4-2 (5.4g, 수율: 86 %)를 얻었다.

[0089] 화합물 4-3의 제조

[0090] 플라스크에 화합물 4-2 (5.4g, 12mmol), 비스(피나콜라토)디보론 (4g, 15.6mmol), 비스(트리페닐포스핀)팔라듐(II) 디클로라이드 (0.4g, 0.6mmol), 아세트산칼륨 (2.4g, 24mmol), 1,4-디옥산 60 mL를 넣어 녹인 후, 4시간 동안 환류반응시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 4-3 (2.9g, 수율: 48 %)을 얻었다.

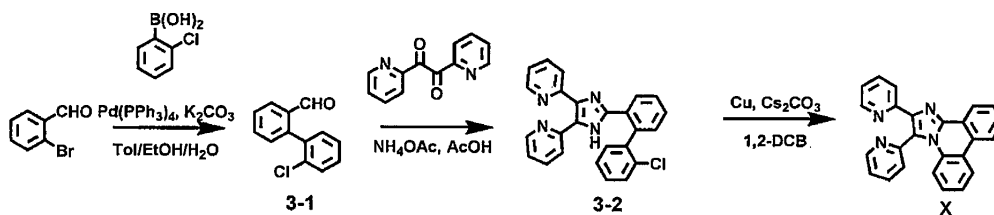
[0091] 화합물 H-55의 제조

[0092] 플라스크에 화합물 4-3 (2.9g, 5.8mmol), 2-클로로-4,6-디페닐-1,3,5-트리아진 (2.6g, 10mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(0) (0.33g, 0.29mmol), 2M 탄산칼륨 (2g, 14.5mmol), 톨루엔 28 mL 및 에탄올 7 mL를 넣어 녹인 후 4시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 생성된 고체를 필터하고 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 H-55 (2.2g, 수율: 63 %)를 얻었다.

화합물	MW	UV	PL	M.P
H-55	601.71	341 nm	453 nm	336°C

[0093]

[0094] [비교예] 종래의 화합물인 화합물 X 의 제조



[0095]

[0096] 화합물 3-1의 제조

[0097] 플라스크에 2-브로모 벤즈알데히드 (10g, 54mmol), 2-클로로페닐 보론산 (10g, 65mmol), 테트라키스(트리페닐포스핀)팔라듐(0) (3.1g, 3mmol), 2M 탄산칼륨 (18.6g, 135mmol), 톨루엔 280 mL 및 에탄올 70 mL를 넣어 녹인 후, 3시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 3-1 (11.7g, 수율: 99%)을 얻었다.

[0098] 화합물 3-2의 제조

[0099] 플라스크에 화합물 3-1 (5.1g, 24mmol), 디-2-피리딜글리옥살 (5g, 24mmol), 암모늄 아세테이트 (10.9g, 141mmol), 및 아세트산 120 mL를 넣어 녹인 후, 20시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 에틸 아세테이트로 유기층을 추출하고, 마그네슘 설페이트를 이용하여 잔여 수분을 제거한 뒤 건조시키고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 3-2 (1.4g, 수율: 15%)를 얻었다.

[0100] 화합물 X의 제조

[0101] 플라스크에 화합물 3-2 (1.2g, 3mmol), 분말구리 (0.18g, 3mmol), 탄산세슘 (3.8g, 12mmol), 및 1,2-디클로로벤젠 20 mL를 넣어 녹인 후, 4시간 동안 환류시켰다. 반응이 끝나면 생성된 고체를 여과하고, 컬럼 크로마토그래피로 분리하여 화합물 X (0.4g, 수율: 36%)를 얻었다.

화합물	MW	UV	PL	M.P.
X	372.43	356 nm	429 nm	213°C

[0102]

[0103] 이하에서, 본 발명의 상세한 이해를 위하여 본 발명의 화합물을 포함하는 유기 전계 발광 소자의 발광 특성을 설명한다.

[0104] [소자 비교예 1] 본원에 따르지 않는 청색 발광 유기 전계 발광 소자의 제조

[0105] 본원에 따르지 않는 OLED 소자를 제조하였다. 우선, OLED용 글래스 (지오마텍사 제조) 기판 상의 투명 전극 ITO 박막(10Ω/□)을 아세톤 및 이소프로필알코올을 순차적으로 사용하여 초음파 세척을 실시한 후, 이소프로판올에 넣어 보관한 후 사용하였다. 다음으로 진공 증착 장비의 기판 홀더에 ITO 기판을 장착한 후, 진공 증착 장비 내의 셀에 화합물 HI-1을 넣고 챔버 내의 진공도가 10⁻⁷ torr에 도달할 때까지 배기시킨 후, 셀에 전류를 인가하여 증발시켜 ITO 기판 위에 60 nm 두께의 제1 정공 주입층을 증착하였다. 이어서, 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 화합물 HI-2를 넣고, 셀에 전류를 인가하여 증발시켜 제1 정공 주입층 위에 5 nm 두께의 제2 정공 주입층을 증착하였다. 이어서, 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 화합물 HT-1을 넣고, 셀에 전류를 인가하여 증발시켜 제2 정공 주입층 위에 20 nm 두께의 제1 정공 전달층을 증착하였다. 이어서, 진공 증착 장비 내의 다른 셀에 화합물 HT-2를 넣고, 셀에 전류를 인가하여 증발시켜 제1 정공 전달층 위에 5 nm 두께의 제2 정공 전달층을 증착하였다. 정공 주입층과 정공 전달층을 형성시킨 후, 그 위에 발광층을 다음과 같이 증착시켰다. 진공 증착 장비 내의 한쪽 셀에 호스트로서 화합물 BH-1을 넣고, 또 다른 셀에는 도판트로서 화합물 BD-1을 각각 넣은 후, 두 물질을 다른 속도로 증발시켜 호스트와 도판트의 합계량에 대해 도판트를 2중량%의 양으로 도핑함으로써 상기 제2 정공 전달층 위에 20 nm 두께의 발광층을 증착하였다. 이어서 상기 발광층 위에 전자 버퍼 재료로서 화합물 X를 5 nm를 증착한 다음, 전자 전달 재료로서 한쪽 셀에 화합물 ETL-1을 넣고 증발시켜 30 nm 두께의 전자 전달층을 증착하였다. 이어서 전자 주입층으로 화합물 EIL-1을 전자 전달층 위에 2 nm 두께로 증착한 후, 다른 진공 증착 장비를 이용하여 Al 음극을 상기 전자 주입층 위에 80 nm의 두께로 증착하여 OLED 소자를 제조하였다. 재료 별로 각 화합물은 10⁻⁶ torr 하에서 진공 승화 정제하여 사용하였다.

[0106] [소자 제조예 1 내지 3] 본원에 따른 청색 발광 유기 전계 발광 소자의 제조

[0107] 소자 제조예 1 내지 3에서는, 전자 버퍼 재료로서 하기 표 1에 나타낸 전자 버퍼 재료를 사용한 것 외에는 비교예 1과 동일한 방법으로 OLED 소자를 제조하였다.

[0108] 상기 소자 비교예 1, 및 상기 소자 제조예 1 내지 3에서 제조된 유기 전계 발광 소자의 1,000 nits 휘도 기준의 구동 전압, 발광 효율 및 발광 스펙트럼(EL)의 결과, 및 2,000 nits 휘도 기준의 정전류에서 10 시간 후의 수명을 측정하여 하기 표 1에 나타내었다. 상기 수명은 처음 나오는 빛의 세기를 100%라고 했을 때, 10 시간 후의 빛의 세기를 나타낸다.

표 1

	전자 버퍼 재료	구동 전압 (V)	발광 효율 (cd/A)	EL (nm)	수명 (%)
소자 비교예 1	X	6.9	1.5	456	90.3
소자 제조예 1	H-14	4.7	5.3	456	96.3
소자 제조예 2	H-18	4.2	6.4	456	96.1
소자 제조예 3	H-55	4.2	5.6	456	94.2

[0109]

[0110]

상기 소자 비교예 1, 및 소자 제조예 1 내지 3으로부터, 본 발명에 따른 유기 전계 발광 화합물을 전자 버퍼 재료로 사용한 OLED 소자는 종래의 전자 버퍼 재료를 사용한 OLED 소자에 비해 낮은 구동 전압, 높은 발광 효율, 및 긴 수명을 나타냄을 알 수 있다.

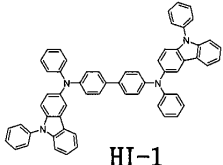
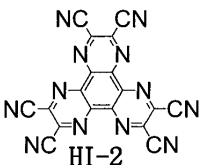
[0111]

즉, 본원에 따른 유기 전계 발광 화합물을 사용하면 같은 휘도의 빛을 내기 위해 사용되는 전압이 낮으므로, 소비 전력을 낮출 수 있는 장점을 가질 수 있다. 나아가, 현재 OLED 패널이 주로 사용되고 있는 휴대용 디스플레이 기기에 있어 배터리 사용 시간을 늘릴 수 있는 이점을 가질 수 있다.

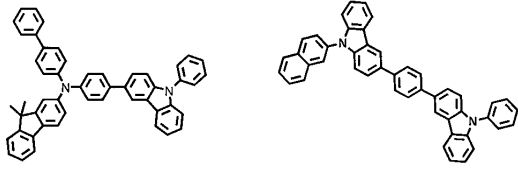
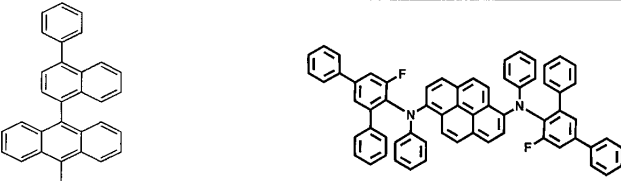
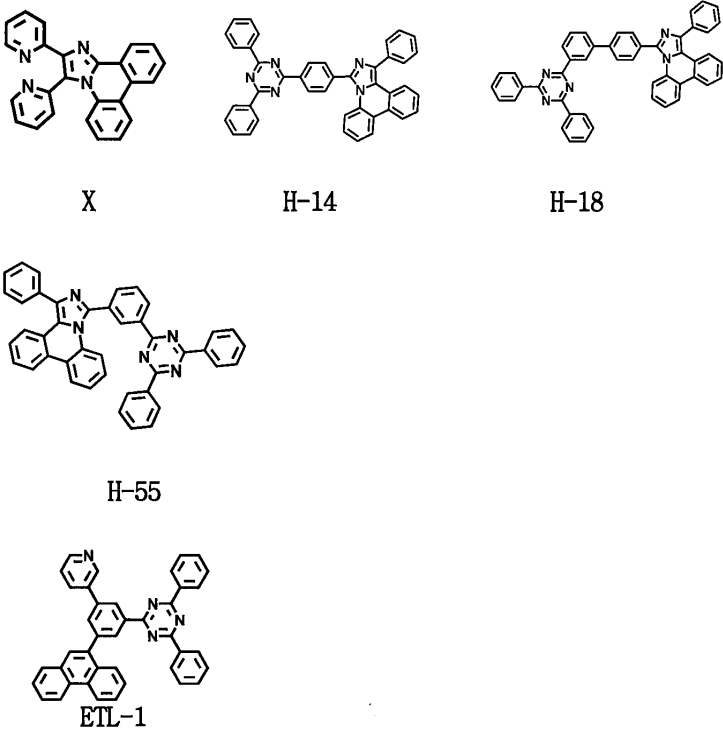
[0112]

상기 비교예 및 소자 제조예에 사용된 화합물은 하기 표 2에 나타내었다.

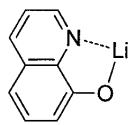
표 2

정공 주입층/ 정공 전달층	 <p>HI-1</p>	 <p>HI-2</p>
-------------------	---	--

[0113]

	 <p style="text-align: center;">HT-1 HT-2</p>
발광층	 <p style="text-align: center;">BH-1 BD-1</p>
전자 버퍼층/ 전자 전달층/ 전자 주입층	 <p style="text-align: center;">X H-14 H-18</p> <p style="text-align: center;">H-55</p> <p style="text-align: center;">ETL-1</p>

[0114]

	 <p style="text-align: center;">EIL-1</p>
--	--

[0115]

专利名称(译)	有机电致发光化合物和含有它的有机电致发光器件		
公开(公告)号	KR1020180050217A	公开(公告)日	2018-05-14
申请号	KR1020170138982	申请日	2017-10-25
[标]申请(专利权)人(译)	罗门哈斯电子材料有限公司		
申请(专利权)人(译)	룸엔드하스전자재료코리아유한회사		
当前申请(专利权)人(译)	룸엔드하스전자재료코리아유한회사		
[标]发明人	YANG JEONG EUN 양정은		
发明人	양정은		
IPC分类号	C09K11/06 C07D401/10 C07D471/04 H01L51/00 H01L51/50		
代理人(译)	张本勋		
优先权	1020160146658 2016-11-04 KR		

摘要(译)

本发明涉及有机电致发光化合物和包含该有机电致发光化合物的有机电致发光器件，以及具有低驱动电压和/或高发光效率的有机电致发光器件和/或它可以提供。

