



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0003369
(43) 공개일자 2016년01월11일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C09K 11/06 (2006.01) C07D 209/82 (2006.01)
H01L 51/50 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0081338
(22) 출원일자 2014년06월30일
심사청구일자 2014년06월30일

(71) 출원인
주식회사 네팩스
충청북도 음성군 삼성면 금일로965번길 105
(72) 발명자
허현수
충북 청주시 청원구 오창읍 오창중앙로 32, 208동
104호 (중앙하이츠아파트)
이용우
충북 청주시 상당구 용정로 35, 202동 1304호 (용
정동, 용정한라비발디2단지)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인세립

전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 알킬 실란계 호스트 화합물 및 이를 채용한 유기발광 소자

(57) 요약

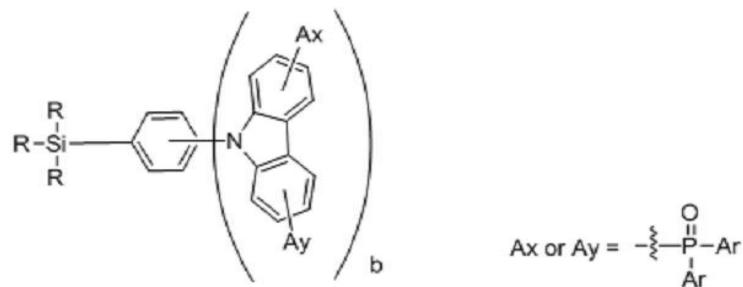
본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물 및 이를 채용하는 유기발광 소자에 관한
(뒷면에 계속)

대표도 - 도12



것이다.

화학식 1



상기 화학식 1에서, R은 C₁-C₁₂ 지방족 알킬 및 C₃-C₁₂인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H)원소 또는 디아릴포스핀옥사이드이고, 상기 Ar은 C₅-C₁₂ 아릴 및 헤테로 아릴에서 선택되는 어느 하나이며, b는 1내지 5의 정수이다.

(72) 발명자

신수정

인천 부평구 이규보로 5-5

이다해

서울 서초구 서초대로1길 2, 102동 102호 (방배동, 방배한진로즈힐아파트)

이지홍

충북 청주시 상당구 원봉로 20, 105동 909호 (용암동, 태산그린아파트)

김명석

대구 북구 대학로25길 50-4

강성철

경기 용인시 수지구 신봉1로172번길 8, 101동 704호 (신봉동, 신봉마을센트레빌1차)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 10042682

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원

연구사업명 소재부품 투자자연계형기술개발 사업

연구과제명 고효율 디스플레이를 위한 AMOLED 청색인광용 전자수송층 유기소재 개발

기 여 율 1/1

주관기관 (주)네패스

연구기간 2013.09.01 ~ 2014.08.31

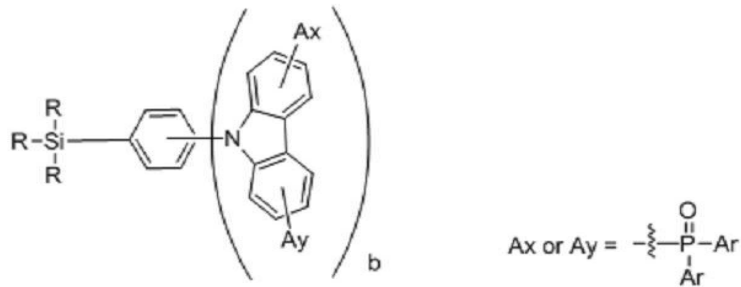
명세서

청구범위

청구항 1

하기 화학식 1로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물.

화학식 1



상기 화학식 1에서,

R은 C₁-C₁₂ 지방족 알킬 및 C₃-C₁₂인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며,

Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H)원소 또는 디아릴포스핀옥사이드이고,

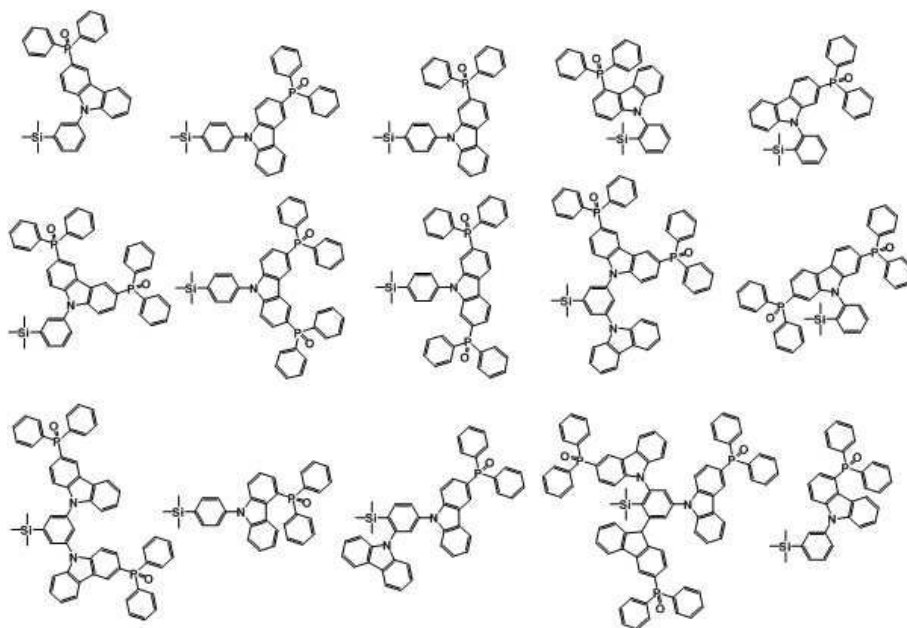
상기 Ar은 C₅-C₁₂ 아릴 및 헤테로 아릴에서 선택되는 어느 하나이며,

b는 1내지 5의 정수이다.

청구항 2

제1항에 있어서,

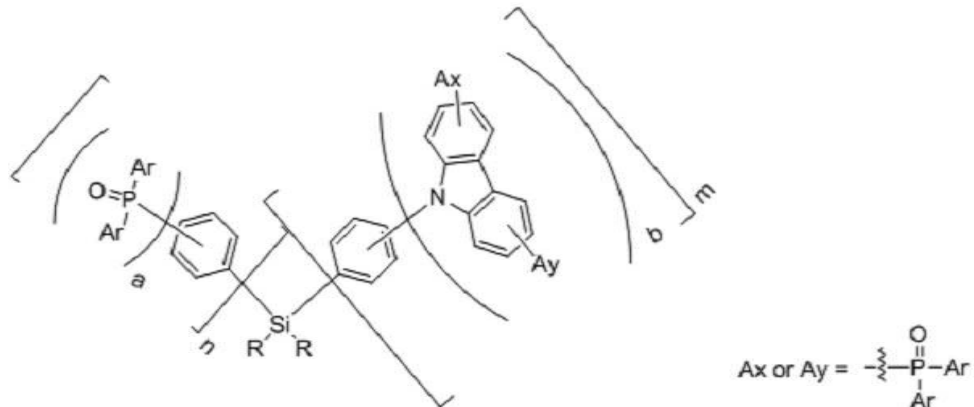
상기 알킬 실란계 호스트 화합물은 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나인 알킬 실란계 호스트 화합물.



청구항 3

하기 화학식 2로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물.

화학식 2



상기 화학식 2에서,

R은 C₁-C₁₂ 지방족 알킬 및 C₃-C₁₂인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며,

상기 Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H)원자 또는 디아릴포스핀옥사이드이고,

상기 Ar은 C₅-C₁₂ 아릴 및 헤테로 아릴을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며,

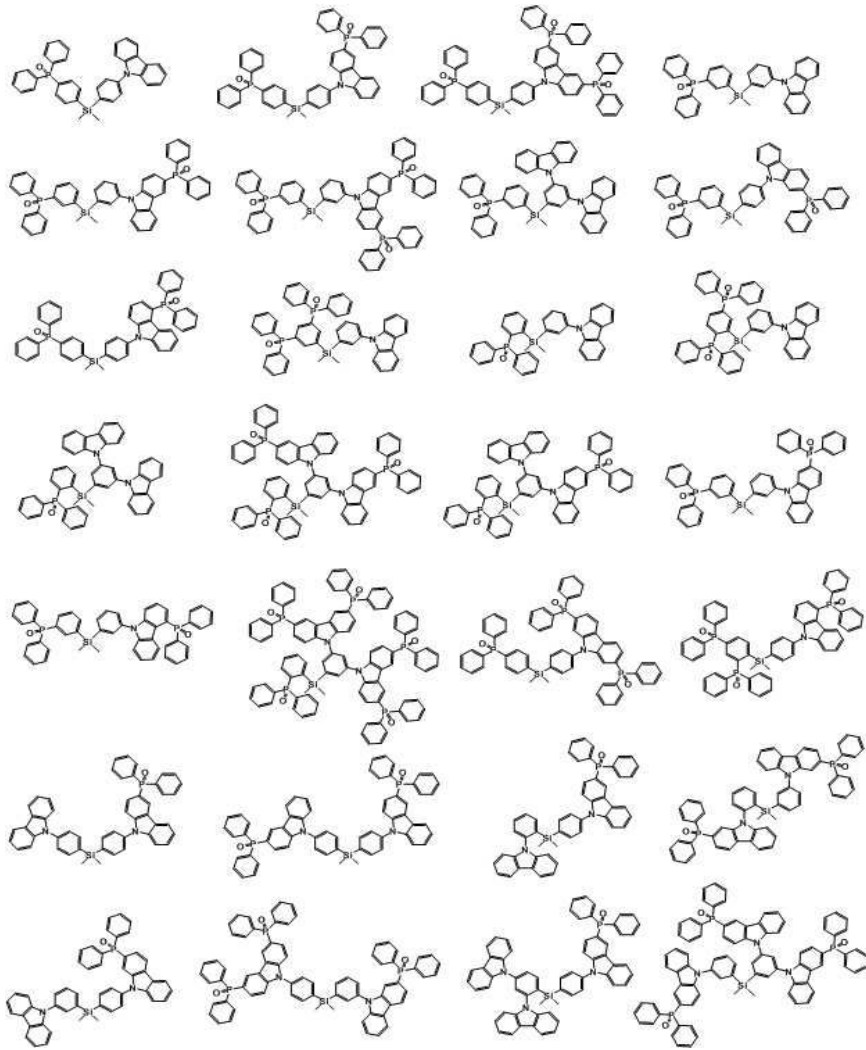
상기 a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5의 정수이고,

상기 n은 0 내지 1이고, m은 1 내지 2의 정수이며, n+m은 2이다.

청구항 4

제3항에 있어서,

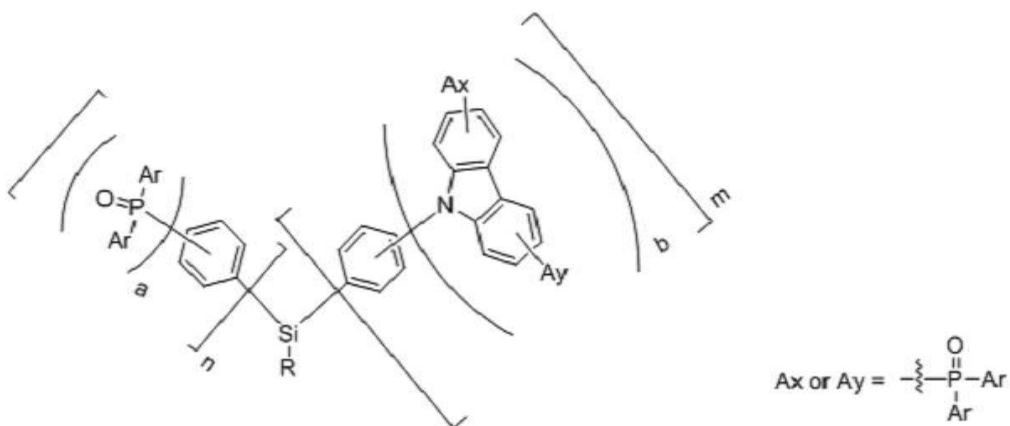
상기 알킬 실란계 호스트 화합물은 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나인 호스트 화합물.



청구항 5

하기 화학식 3로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물.

화학식 3



상기 화학식 3에서,

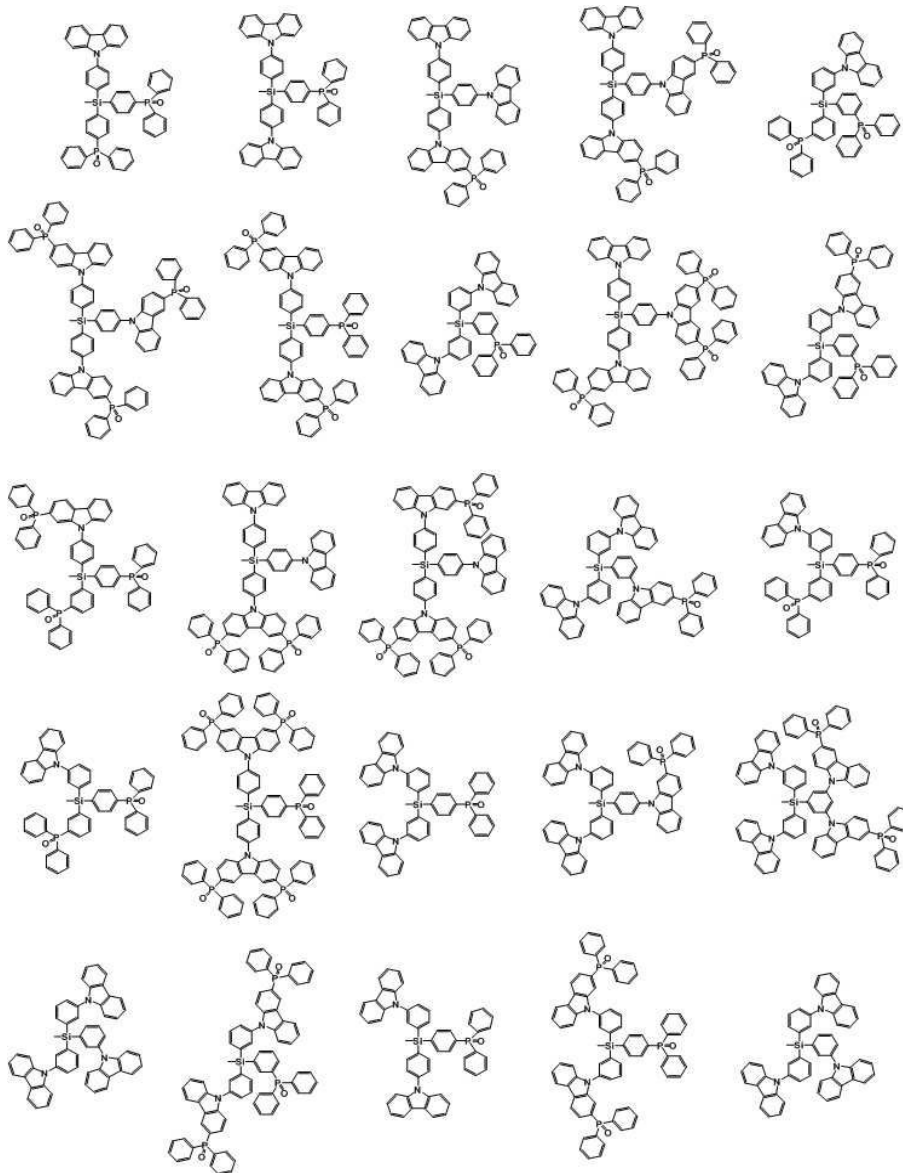
R은 C₁-C₁₂ 지방족 알킬 및 C₃-C₁₂인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며,

상기 Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H) 원자 또는 디아릴포스핀옥사이드이며,
 상기 Ar은 C₅-C₁₂ 아릴 및 헤테로 아릴을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며,
 상기 a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5 의 정수이며,
 상기 n은 0 내지 2이고, m은 1 내지 3이며, n+m은 3이다.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 알킬 실란계 호스트 화합물은 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나인 알킬 실란계 호스트 화합물.



청구항 7

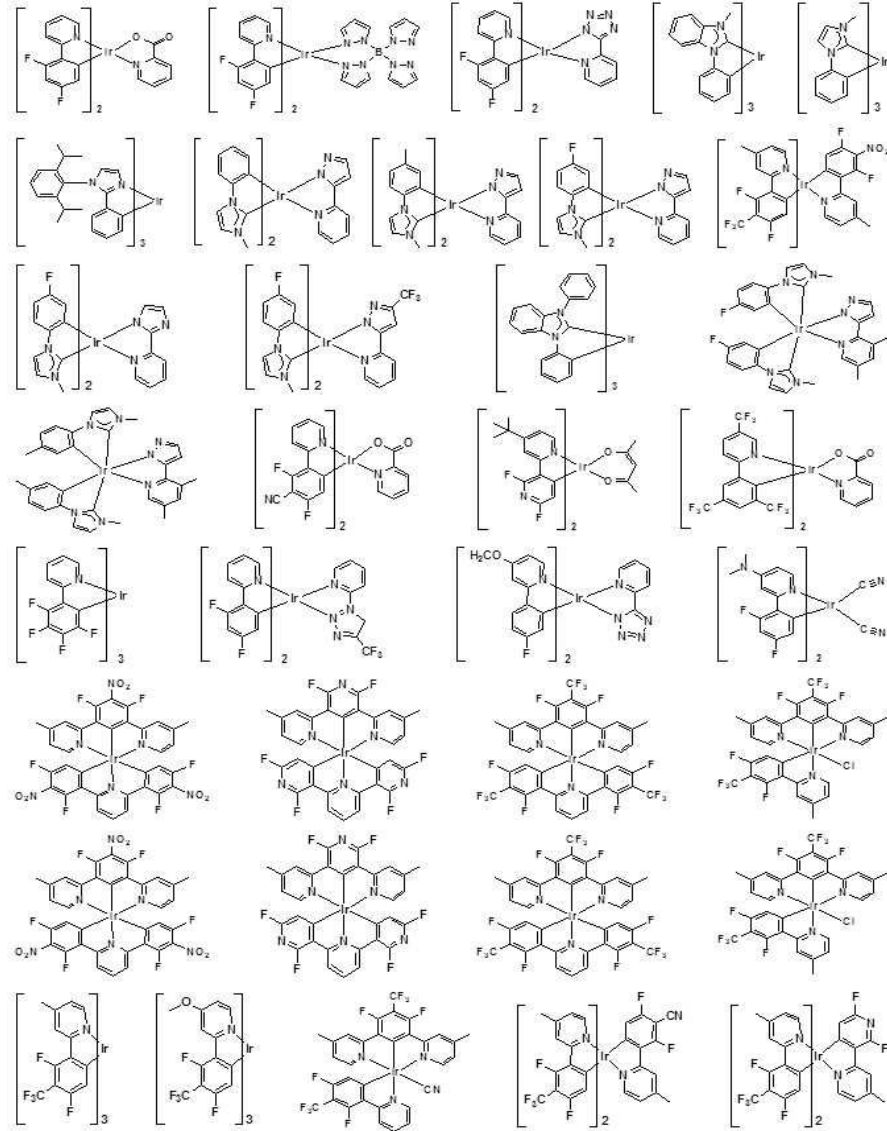
한 쌍의 전극 사이에 구비되어 있는 유기막을 포함하고,

상기 유기막은 제1항 내지 제6항의 알킬 실란계 호스트 화합물 및 청색 이리듐 인광 화합물을 포함하는 유기발광 소자.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 청색 이리듐 인광화합물은 하기 구조식을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나인 유기발광 소자.



청구항 9

제7항에 있어서,

상기 청색 이리듐 인광 화합물은 상기 알킬 실란계 호스트 화합물 대비 0.1 내지 90 중량%를 포함하는 유기발광 소자.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은 알킬 실란계 호스트 화합물과 이를 채용한 유기발광 소자에 관한 것으로, 보다 상세하게는 알킬 실란을 포함하는 청색 인광용 호스트 화합물과 이를 채용한 유기발광 소자에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 유기 발광 소자로서의 인광계 발광물질에 관한 기술분야에서 오랫동안 추구된 목표는 고효율, 고색순도, 장수명으로 발광하는 물질을 개발하는 것이다. 인광계 발광물질과 관련하여서는 가시광선 영역에서 발광하며, 주어진 발광물질에 의해 흡수되고 방출되는 에너지의 양을 증가시키기 위한 연구가 계속적으로 진행되고 있다. 인광 유기발광소자에서 발광 효율을 증가시키거나 색순도를 높이고 소자의 안정성 향상을 위한 방법으로 호스트-도판트 시스템을 사용한다. 인광용 도판트는 일반적으로 여기 상태 수명이 길고 삼중항-삼중항 소멸이 나타나므로 호스트에 도핑을 하여 사용하는 것이 일반적이다. 호스트의 단일항 및 삼중항 준위는 인광 도판트 보다 높아야 역에너지 전달을 방지하고 삼중항 엑시톤을 발광층 내에 구속할 수 있다 (L. Xiao., et. Al., Advanced Materials 23, pp. 926-952, 2011).

[0003] 일반적으로 잘 알려진 청색 인광용 도판트인 Firpic의 경우 삼중항 에너지가 2.7eV를 가지므로 호스트 물질은 삼중항 에너지가 이보다 커야 한다. 이러한 삼중항 에너지가 큰 호스트를 구성하는 물질로는 카바졸계 화합물, 트리아졸계 화합물, 페닐 피리딘계 화합물, 옥시디아졸계 화합물, 벤즈이미다졸계 화합물, 실리콘계 화합물, 포스핀 옥사이드계 화합물 등이 알려져 있으나 이러한 화합물들은 유기발광소자에서 효율이 낮은 문제점이 있으며, 특히 청색 유기발광소자에서 우수한 효율을 구현 할 수 있는 호스트 물질은 매우 제한되어 있다 (S.O. Jeon., et. Al., J. Mater. Chem. 22, pp. 4233-4243, 2012). 따라서 이를 개선하기 위해 효율이 좋은 새로운 호스트의 개발이 청색 인광 발광소자 분야에 있어 매우 중요한 과제이다.

[0004] 미국공개특허 제0119367A1호에서는 카바졸계와 포스핀 옥사이드계 화합물이 동시에 포함되어 있는 다양한 청색 인광용 호스트 재료를 단국대학교 산학협력단 Jun Yeob Lee 교수가 출원하였다. 이들이 출원한 청색 인광용 호스트 재료를 사용한 소자의 특허 기술은 15.0~21.9% 양자효율, (0.14, 0.17)의 색좌표 특성을 가진다.

[0005] 그러나, 상기 청색 발광 호스트 화합물은 색순도 및 양자 효율이 상대적으로 낮다는 문제가 있었다. 뿐만 아니라 상기 특허의 대표적 화합물인 mCPO1은 120°의 유리전이온도(Tg)를 보였다. 유기발광소재의 경우 매우 높은 열안정성이 요구 되는 이유는 소자 구동 시 발생하는 열로 인하여 열분해 현상을 촉진 시켜, 결과적으로 전극과 유기층의 박막 분리나 변형을 초래하여 소자의 수명 및 성능을 저하시키기 때문이다. 따라서 열에 대한 안정성을 개선하기 위한 구조를 가지는 화합물의 개발 및 이를 이용한 유기 발광 소자의 개발이 요구되는 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 미국공개특허 제0119367A1호

발명의 내용

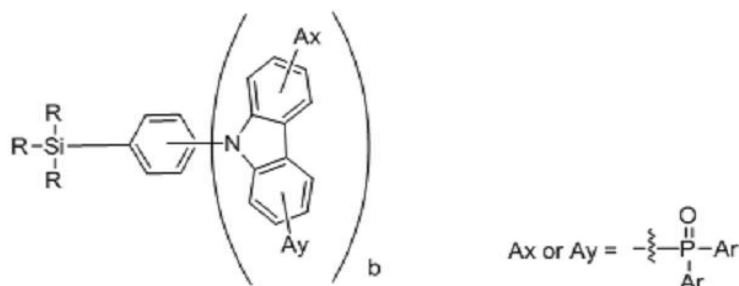
해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 발광 특성 및 열안정성이 개선된 알킬 실란계 발광용 호스트 화합물과 이를 채용한 청색 유기 발광 소자를 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0008] 본 발명의 일 측면은 하기 화학식 1로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물을 제공할 수 있다.

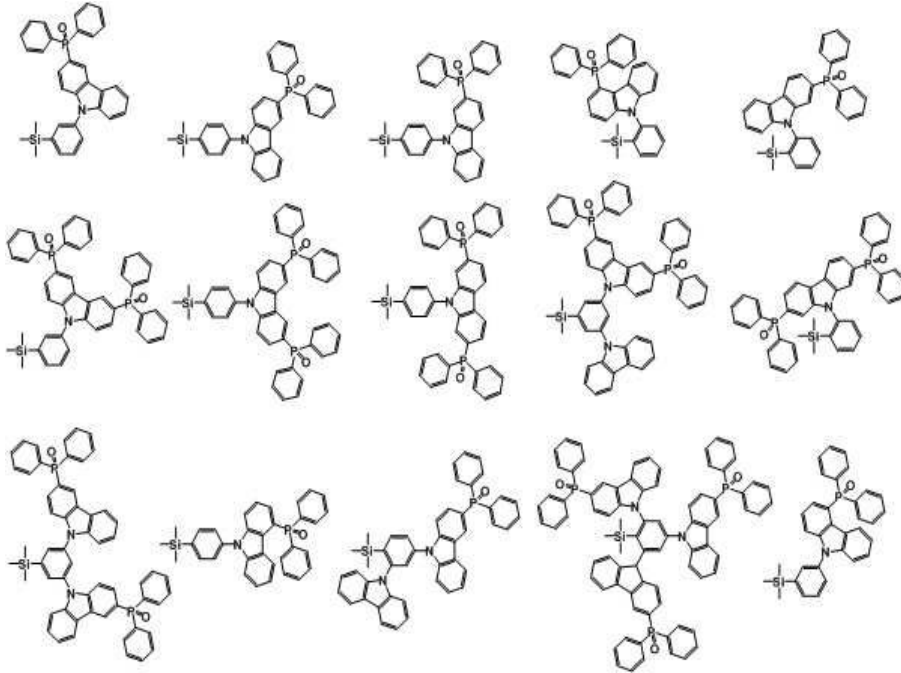
[0009] 화학식 1



[0010]

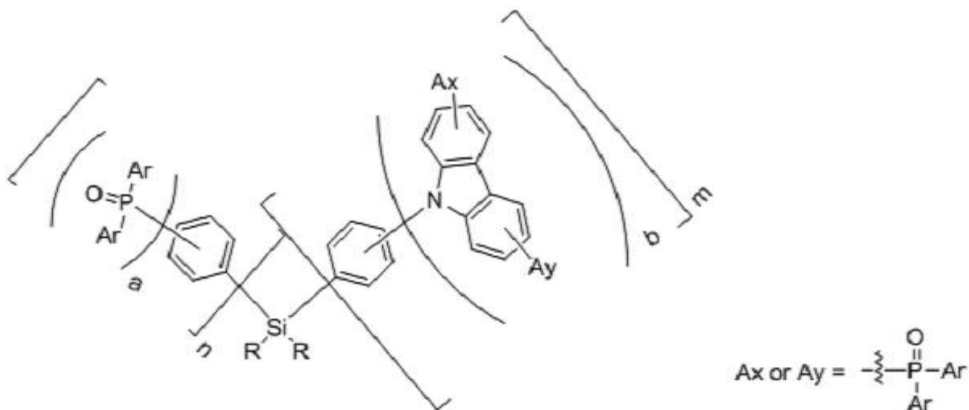
[0011] 상기 화학식 1에서, R은 C_1-C_{12} 지방족 알킬 및 C_3-C_{12} 인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H)원소 또는 디아릴포스핀옥사이드이고, 상기 Ar은 C_5-C_{12} 아릴 및 헤테로 아릴에서 선택되는 어느 하나이며, b는 1내지 5의 정수이다.

[0012] 또한, 상기 알킬 실란계 호스트 화합물은 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나인 알킬 실란계 호스트 화합물을 제공할 수 있다.



[0013]

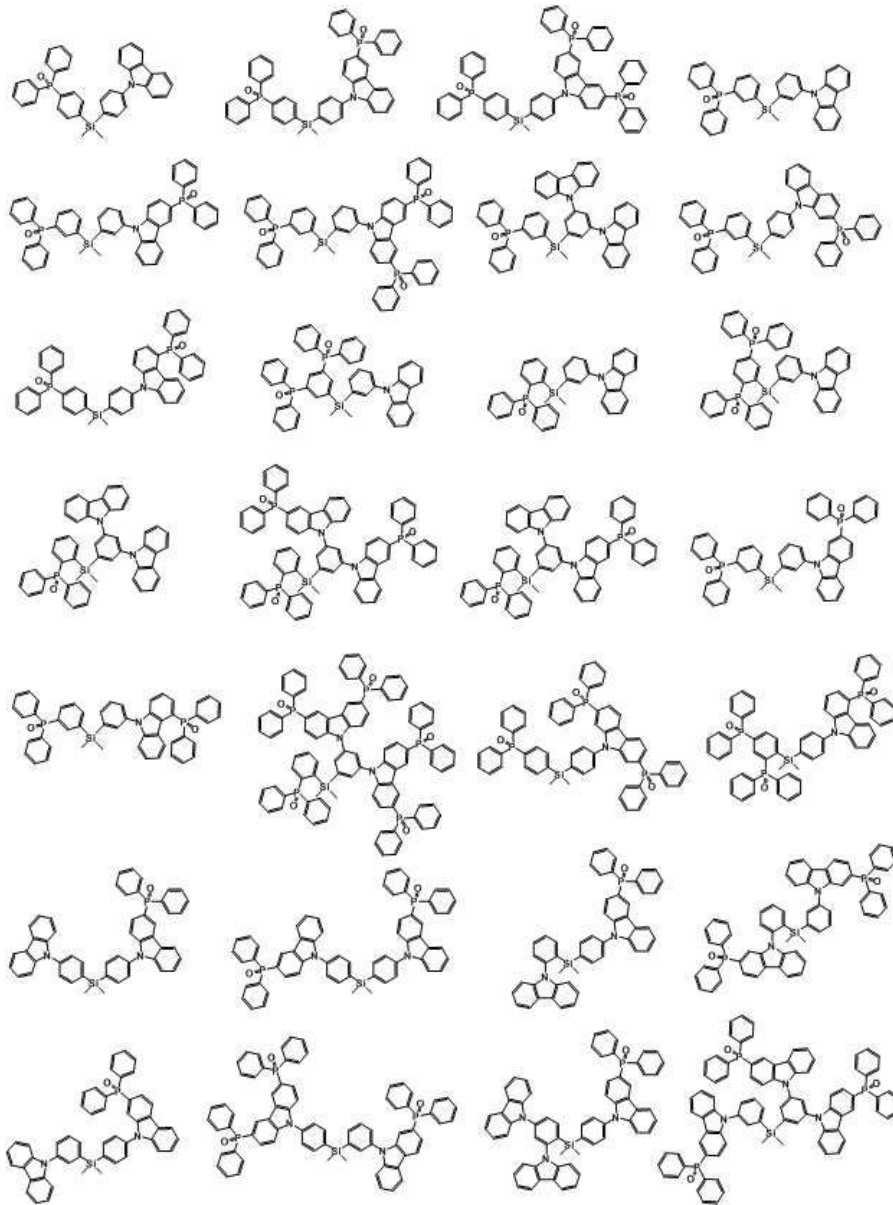
[0014] 화학식 2



[0015]

[0016] 상기 화학식 2에서, R은 C_1-C_{12} 지방족 알킬 및 C_3-C_{12} 인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, 상기 Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H)원자 또는 디아릴포스핀옥사이드이고, 상기 Ar은 C_5-C_{12} 아릴 및 헤테로 아릴을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, 상기 a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5의 정수이고, 상기 n은 0 내지 1이고, m은 1 내지 2의 정수이며, n+m은 2이다.

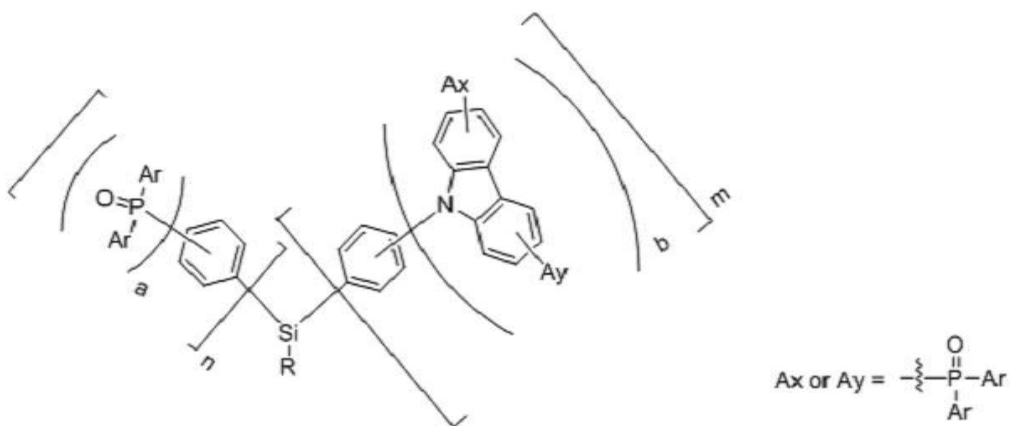
[0017] 또한, 상기 알킬 실란계 호스트 화합물은 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나인 호스트 화합물을 제공할 수 있다.



[0018]

[0019] 또한, 본 발명의 일 측면은 하기 화학식 3로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물을 제공할 수 있다.

[0020] 화학식 3



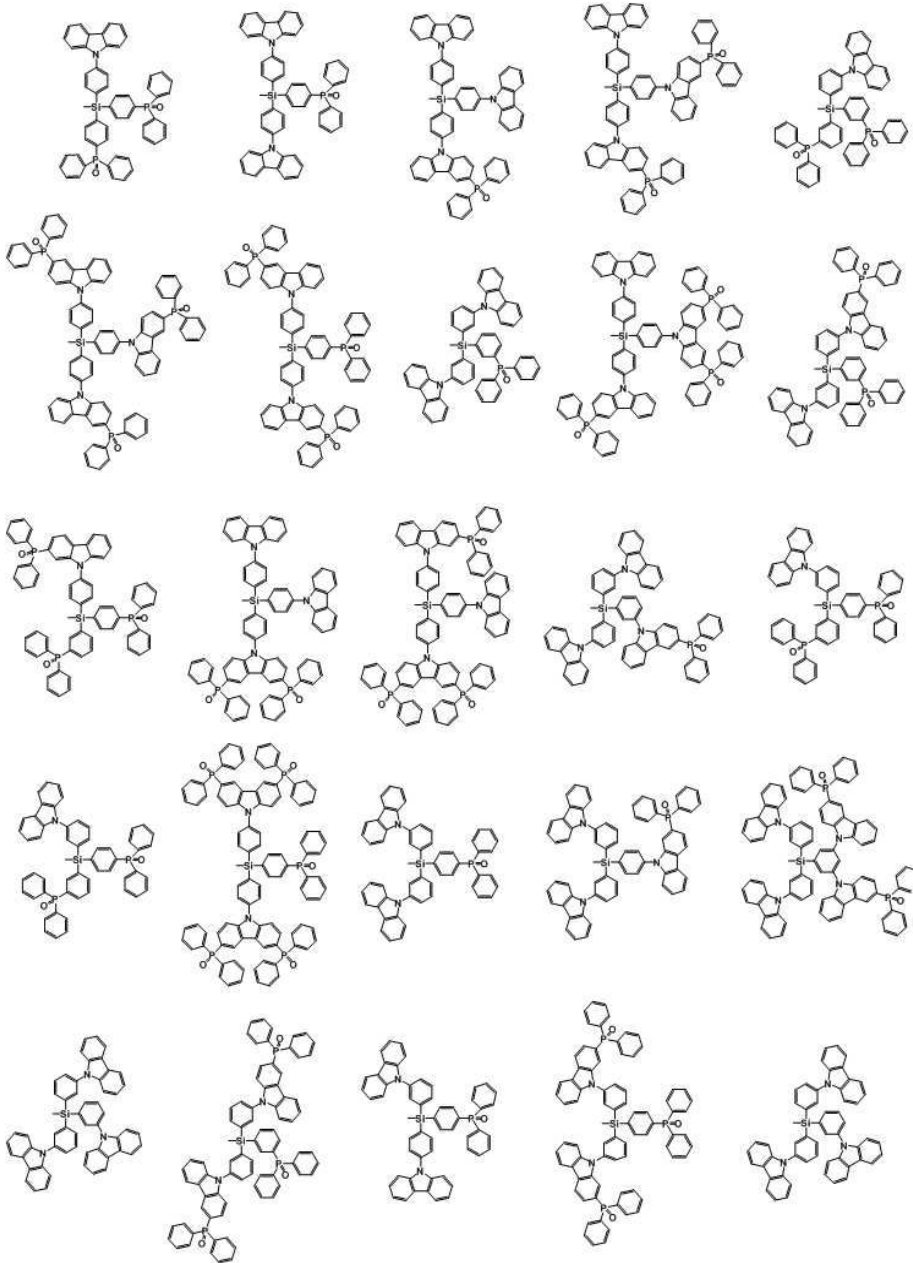
[0021]

[0022] 상기 화학식 3에서, R은 C₁-C₁₂ 지방족 알킬 및 C₃-C₁₂인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느

하나이며, 상기 Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H) 원자 또는 디아릴포스핀옥사이드이며, 상기 Ar은 C₅-C₁₂ 아릴 및 헤테로 아릴을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, 상기 a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5의 정수이며, 상기 n은 0 내지 2이고, m은 1 내지 3이며, n+m은 3이다.

[0023]

또한, 상기 알킬 실란계 호스트 화합물은 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나인 알킬 실란계 호스트 화합물을 제공할 수 있다.



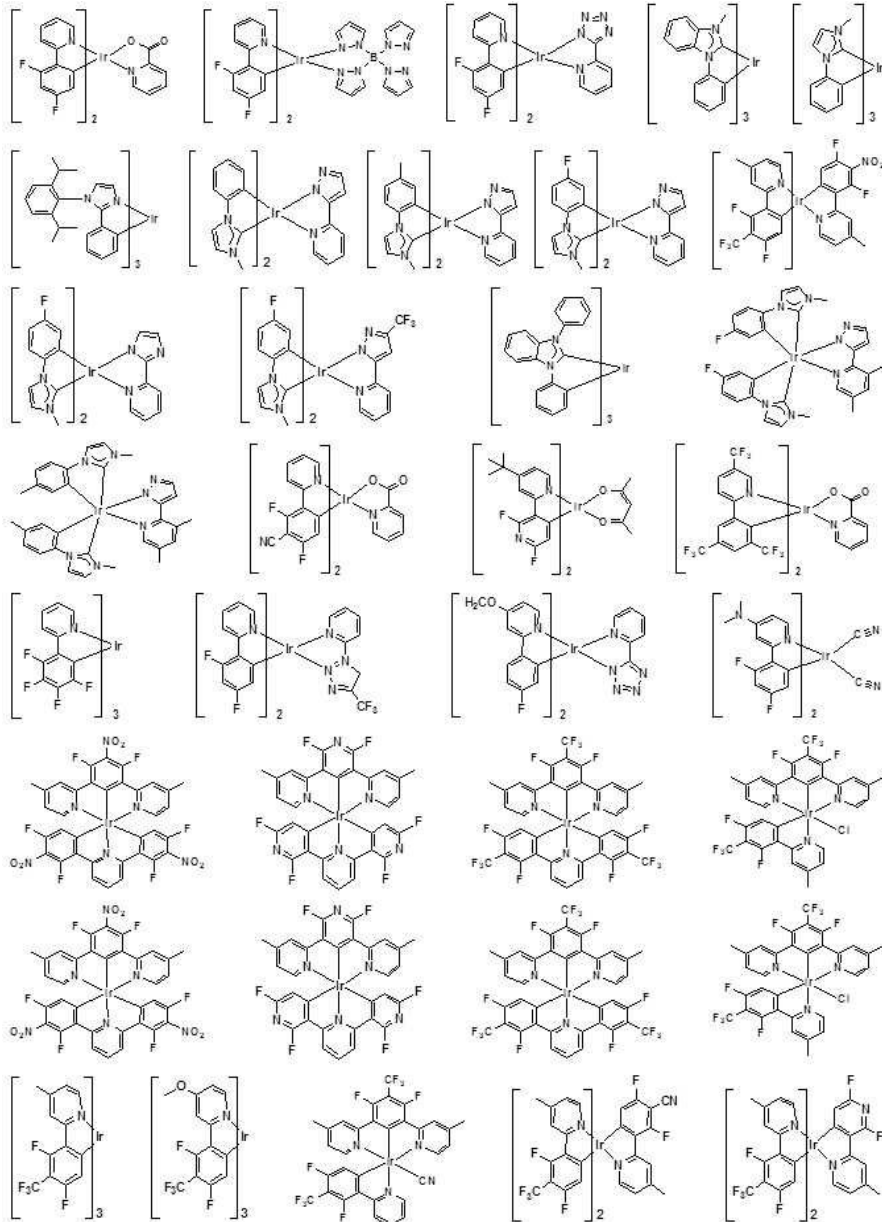
[0024]

[0025]

또한, 본 발명의 일 측면은 한 쌍의 전극 사이에 구비되어 있는 유기막을 포함하고, 상기 유기막은 제1항 내지 제6항의 알킬 실란계 호스트 화합물 및 청색 이리듐 인광 화합물을 포함하는 유기발광 소자를 제공할 수 있다.

[0026]

또한, 상기 청색 이리듐 인광화합물은 하기 구조식을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나인 유기발광 소자를 제공할 수 있다.



[0027]

[0028]

또한, 상기 청색 이리듐 인광 화합물은 상기 알킬 실란계 호스트 화합물 대비 0.1 내지 90 중량%를 포함하는 유기발광 소자를 제공할 수 있다.

발명의 효과

[0029]

본 발명의 일 측면에 따른 알킬 실란계 호스트 화합물 및 이를 호스트 재료를 채용하고 있는 청색 유기발광 소자에 의하면, 색좌표 및 양자 효율이 개선됨과 동시에 열적 안정성이 개선된 청색 인광 유기발광 소자를 제공할 수 있다

도면의 간단한 설명

[0030]

도 1은 9-(4-((4-디페닐포스포릴)디메틸실릴)-9수소-카바졸(9-(4-((4-diphenylphosphoryl)dimethylsilyl)phenyl)-9H-carbazole)의 수소 핵자기공명분광 자료이다.

도 2는 9-(4-(3-디페닐포스포릴카바졸)페닐)디메틸실릴)페닐)-9수소-카바졸(9-(4-(3-diphenylphosphorylcarbazole)phenyl)dimethylsilyl)phenyl)-9H-carbazole)의 수소 핵자기공명분광 자료이다.

도 3은 9-(4-(메틸비스(4-디페닐포스포릴)실릴)-9수소-카바졸(9-(4-(methylbis(4-

diphenylphosphoryl)silyl)phenyl)-9H-carbazole)의 수소 핵자기공명 분광 자료이다.

도 4는 9,9'-(4,4'-((4-디페닐포스포릴)페닐)(메틸)실란디일)비스(4,1-페닐렌)-비스(9수소-카바졸)(9,9'-(4,4'-((4-(diphenylphosphoryl)phenyl)-(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(9H-carbazole))의 수소 핵자기공명분광 자료이다.

도 5는 9,9'(4,4'((4-(3-(디페닐포스포릴)-9수소-카바졸-9일)페닐)(메틸)실란디일)-비스(4,1-페닐렌))비스(9수소-카바졸)(9,9'-(4,4'-((4-(3-(diphenylphosphoryl)-9H-carbazol-9-yl)phenyl)(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(9H-carbazole))의 수소 핵자기공명분광 자료이다.

도 6은 9-(4-((4-디페닐포스포릴)디메틸실릴)-9수소-카바졸(9-(4-((4-diphenylphosphoryl)dimethylsilyl)phenyl)-9H-carbazole)의 화합물의 용액상태에서 UV 흡광 그래프, 상온 및 저온에서의 광학발광을 나타낸 그래프이다.

도 7은 9-(4-(3-디페닐포스포릴카바졸)페닐)디메틸실릴)페닐)-9수소-카바졸(9-(4-(3-diphenylphosphorylcarbazole)phenyl)dimethylsilyl)phenyl)-9H-carbazole)의 화합물의 용액상태에서 UV 흡광 그래프, 상온 및 저온에서의 광학발광을 나타낸 그래프이다.

도 8은 9-(4-(메틸비스(4-디페닐포스포릴)실릴)-9수소-카바졸 (9-(4-(methylbis(4-diphenylphosphoryl)silyl)phenyl)-9H-carbazole)의 화합물의 용액 상태에서 UV 흡광 그래프, 상온 및 저온에서의 광학발광을 나타낸 그래프이다.

도 9는 9,9'-(4,4'-((4-디페닐포스포릴)페닐)(메틸)실란디일)비스(4,1-페닐렌))비스(9수소-카바졸)(9,9'-(4,4'-((4-(diphenylphosphoryl)phenyl)-(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(9H-carbazole))의 화합물의 용액상태에서 UV 흡광 그래프, 상온 및 저온에서의 광학발광을 나타낸 그래프이다.

도 10은 9,9'(4,4'((4-(3-(디페닐포스포릴)-9수소-카바졸-9일)페닐)(메틸)실란디일)-비스(4,1-페닐렌))비스(9수소-카바졸) (9,9'-(4,4'-((4-(3-(diphenylphosphoryl)-9H-carbazol-9-yl)phenyl)(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(9H-carbazole))의 화합물의 용액상태에서 UV 흡광 그래프, 상온 및 저온에서의 광학발광을 나타낸 그래프이다.

도 11은 9,9'(4,4'((4-(9수소-카바졸-9일)페닐)(메틸)실란디일)비스(4,1-페닐렌))비스(3-(디페닐포스포릴)-9수소-카바졸)(9,9'-(4,4'-((4-(9H-carbazol-9-yl)phenyl)(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(3-(diphenylphosphoryl)-9H-carbazole))의 화합물의 용액상태에서 UV 흡광 그래프, 상온 및 저온에서의 광학발광을 나타낸 그래프이다.

도 12는 본 발명의 일 측면에 의한 알킬 실란계 호스트 화합물을 이용하여 실시 예 2,3 에서 제작된 OLED 디바이스 소자 구조를 나타내었다.

도 13은 본 발명의 일 측면에 의한 알킬 실란계 호스트 화합물을 이용하여 실시 예 2,3 에서 제작된 소자의 I-V-L 특성 커브이다.

도 14는 본 발명의 일 측면에 의한 알킬 실란계 호스트 화합물을 이용하여 실시 예 2,3 에서 제작된 소자의 발광효율 특성을 나타내는 그래프이다.

도 15는 본 발명의 일 측면에 의한 알킬 실란계 호스트 화합물을 이용하여 실시 예 2,3 에서 제작된 소자의 EL 스펙트럼 특성을 나타내는 그래프이다.

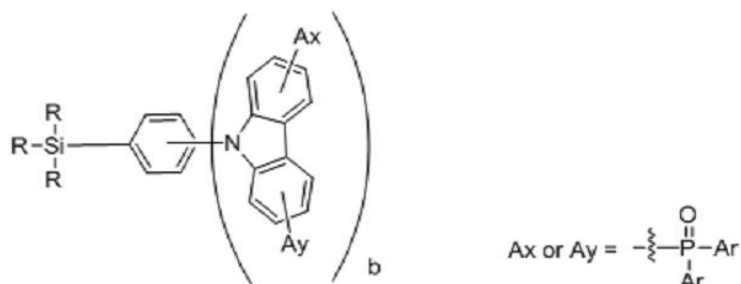
발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

본 발명의 일 측면은 하기 화학식 1로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물을 제공할 수 있다.

[0031]

[0032]

화학식 1



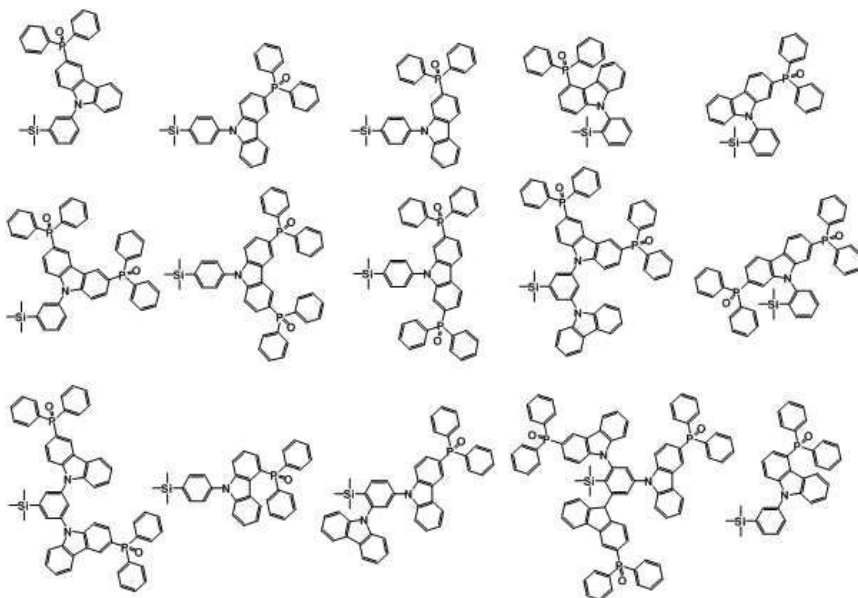
[0033]

[0034]

상기 화학식 1에서, R은 C₁-C₁₂ 지방족 알킬 및 C₃-C₁₂인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H)원소 또는 디아릴포스핀옥사이드이고, 상기 Ar은 C₅-C₁₂ 아릴 및 헤테로 아릴에서 선택되는 어느 하나이며, b는 1내지 5의 정수이다.

[0035]

상기 화학식 1에서 규소(Si) 원자는 3개의 알킬기를 가질 수 있으며 이러한 특성을 가지는 알킬 실란계 호스트 화합물이면 특별히 한정은 없으나, 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.



[0036]

[0037]

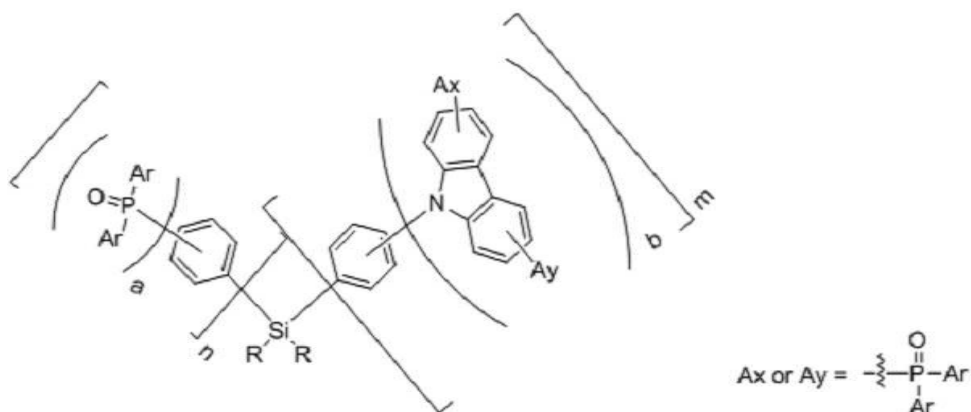
치환기 중 실리콘계, 카바졸계, 포스핀 옥사이드계의 3가지 치환기를 동시에 도입하는 경우에는 기존의 카바졸계 화합물, 트리아졸계 화합물, 페닐 피리딘계 화합물, 옥시디아졸계 화합물, 벤즈이미다졸계 화합물, 실리콘계 화합물, 포스핀 옥사이드계 화합물을 단독으로 사용하는 경우와 비교하여 높은 삼중항 에너지를 가지도록 할 수 있다. 특히 포스핀 옥사이드 도입과 알킬-실란의 탄소-실리콘 결합의 p-d 궤도함수의 중첩 뿐만 아니라 더불어 p-σ*의 궤도 함수 중첩에 의한 강한 결합에 의해 열적 안정성을 도모할 수 있다. 또한 높은 삼중항 에너지는 청색 인광용 발광 화합물에 에너지를 효율적으로 전이시켜 보다 높은 양자효율 및 색순도를 개선하여 진한 청색에서 발광이 가능하도록 할 수 있다. 이는 이하의 화학식 2 및 3에도 동일하게 적용될 수 있다.

[0038]

또한, 본 발명의 일 측면은 하기 화학식 2로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물을 제공할 수 있다.

[0039]

화학식 2



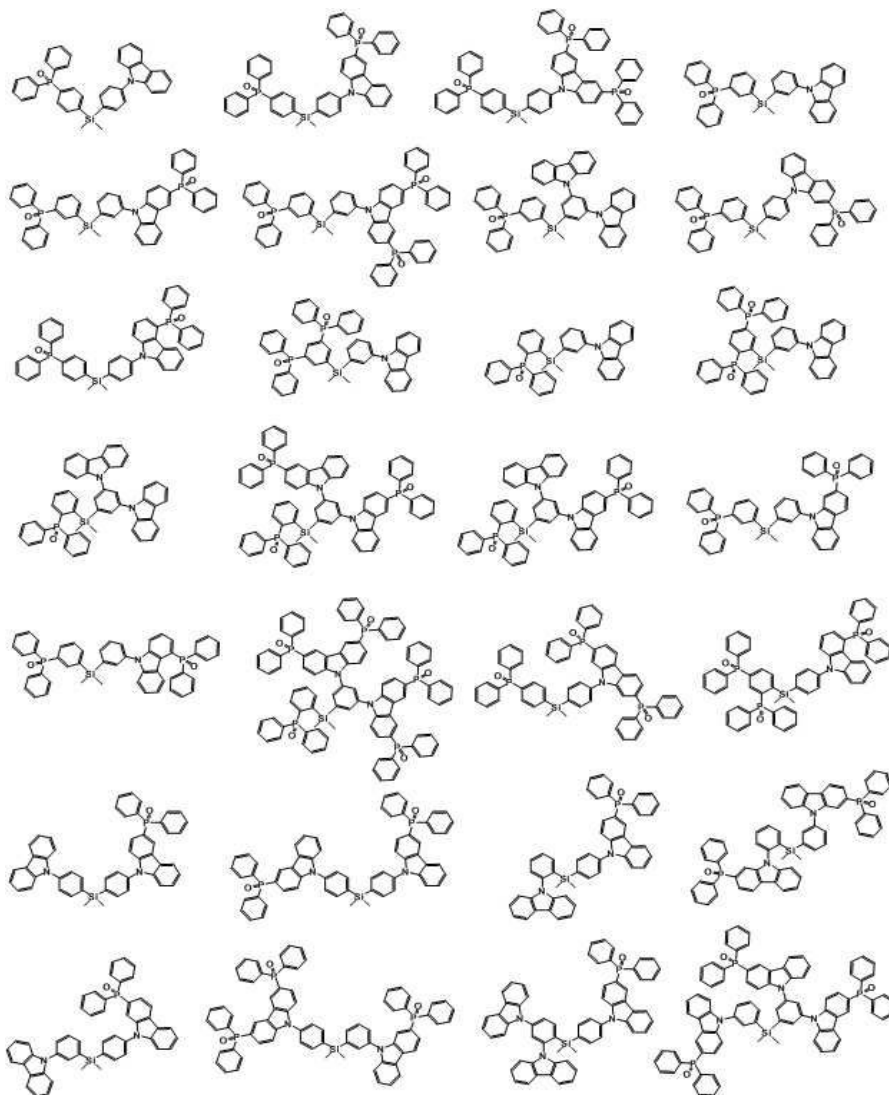
[0040]

[0041]

상기 화학식 2에서, R은 C₁-C₁₂ 지방족 알킬 및 C₃-C₁₂인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, 상기 Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H)원자 또는 디아릴포스핀옥사이드이고, 상기 Ar은 C₅-C₁₂ 아릴 및 헤테로 아릴을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, 상기 a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5의 정수이고, 상기 n은 0 내지 1이고, m은 1 내지 2의 정수이며, n+m은 2이다.

[0042]

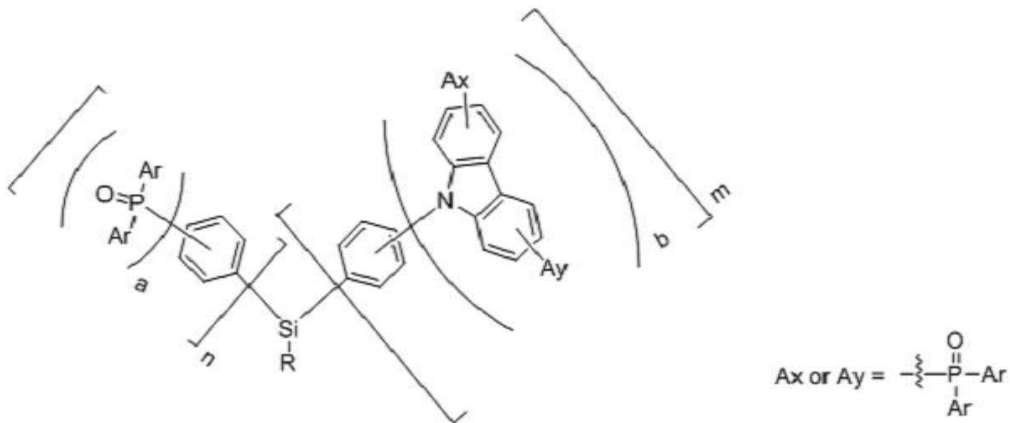
상기 화학식 2에서 규소(Si) 원자는 2개의 알킬기를 가질 수 있으며 이러한 특성을 가지는 알킬 실란계 호스트 화합물이면 특별히 한정은 없으나, 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.



[0043]

[0044] 또한, 본 발명의 일 측면은 하기 화학식 3로 표시되는 알킬 실란계 호스트 화합물을 제공할 수 있다.

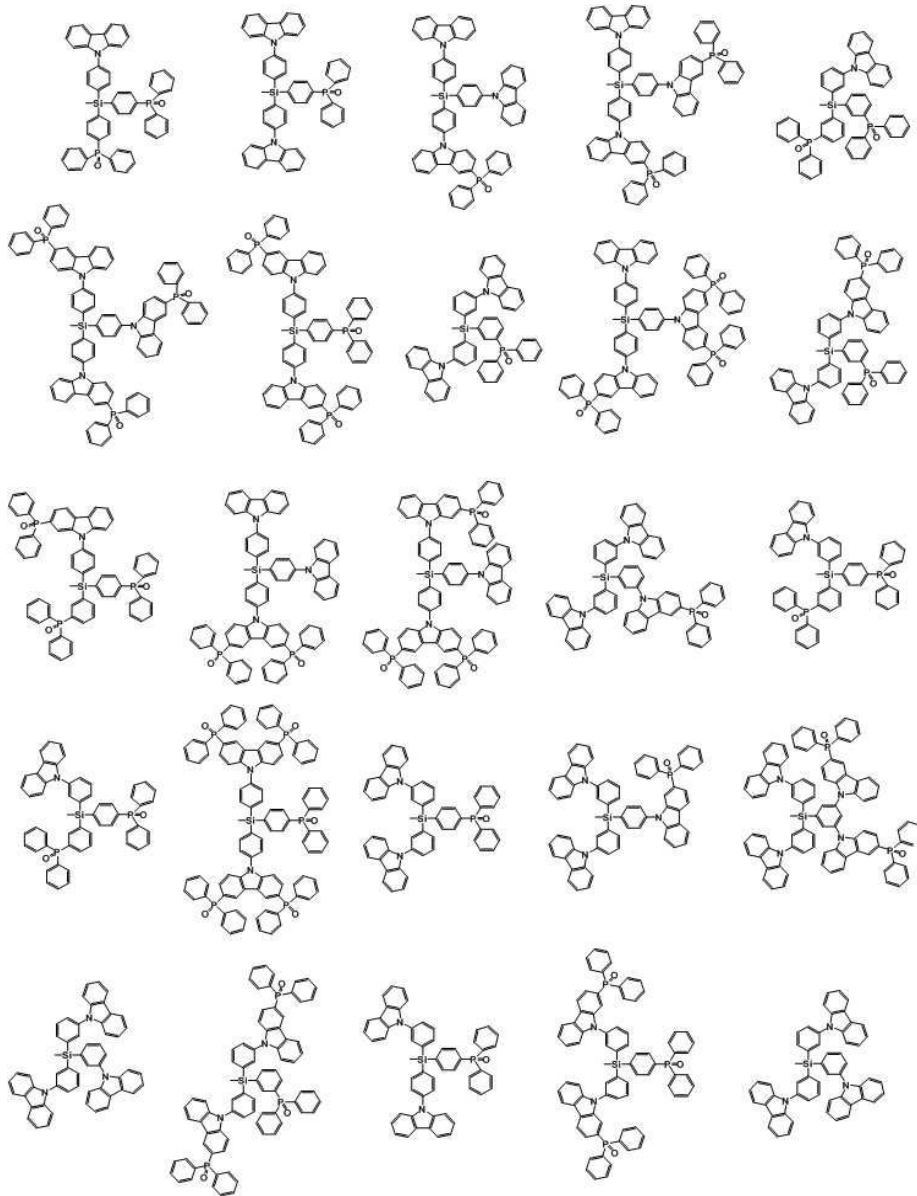
[0045] 화학식 3



[0046]

[0047] 상기 화학식 3에서, R은 C₁-C₁₂ 지방족 알킬 및 C₃-C₁₂인 시클로 알킬을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, 상기 Ax 및 Ay는 각각 독립적으로 수소(H) 원자 또는 디알킬포스핀옥사이드이며, 상기 Ar은 C₅-C₁₂ 아릴 및 헤테로 아릴을 포함하는 군에서 선택되는 어느 하나이며, 상기 a 및 b는 각각 독립적으로 1 내지 5의 정수이며, 상기 n은 0 내지 2이고, m은 1 내지 3이며, n+m은 3이다.

[0048] 상기 화학식 3에서 규소(Si) 원자는 1개의 알킬기를 가질 수 있으며 이러한 특성을 가지는 알킬 실란계 호스트 화합물이면 특별히 한정은 없으나, 하기 화합물을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.



[0049]

[0050]

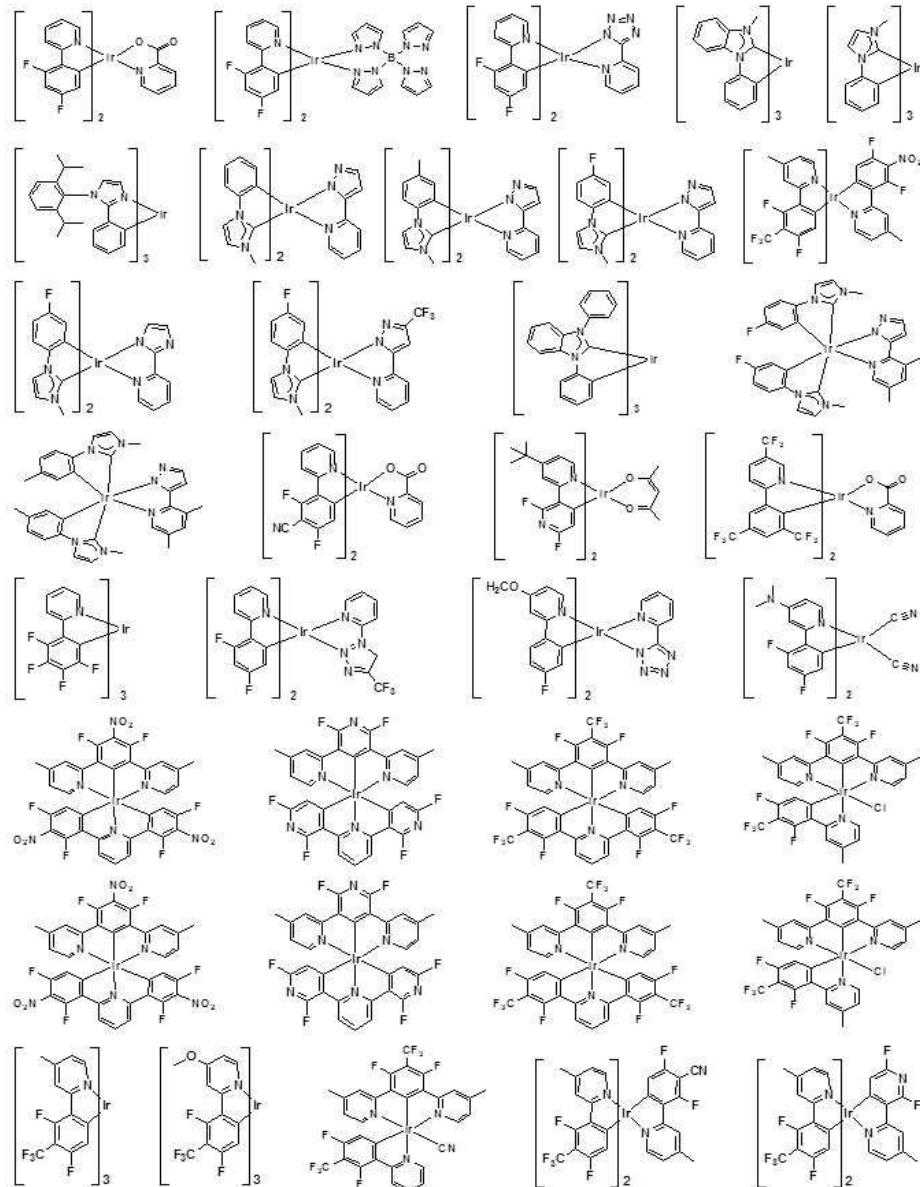
또한, 본 발명의 일 측면에 따른 유기발광 소자는 한 쌍의 전극 사이에 구비되어 있는 유기막을 포함하고, 상기 유기막은 알킬 실란계 호스트 화합물 및 청색 이리듐 인광 화합물을 포함할 수 있다.

[0051]

유기발광 소자의 구조는 통상의 유기발광 소자와 동일할 수 있으며 전극 사이에 포함되는 유기막은 본 발명의 일 측면에 따른 유기발광 소자를 포함할 수 있다. 또한, 상기 화학식 1, 2 및 3의 알킬 실란계 호스트 화합물은 청색 인광용 이리듐 화합물과 함께 사용되면 청색 발광 재료로서 발광 효율이 우수하며, 유기발광 소자의 발색 재료로서 유용할 수 있다. 청색 이리듐 인광 화합물은 알킬 실란계 호스트 화합물과 더불어 청색 빛을 보다 효율적으로 발광하도록 한다.

[0052]

그리고, 청색 이리듐 인광화합물은 하기 구조식을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나일 수 있다.



[0053]

[0054]

알킬 실란계 호스트 화합물과 상기 구조식의 청색 이리듐 인광 화합물의 혼합 중량비는 99(host):1(dopant)~60:40가 될 수 있다. 여기에서 청색 발광 화합물에 대한 청색 알킬 실란계 호스트의 함량이 상기 범위를 초과하는 경우와 청색 알킬 실란계 호스트의 함량이 상기 범위 미만인 경우에는 발광효율이 감소하는 경향이 있을 수 있다.

[0055]

또한, 본 발명의 일 측면은 상기 발광 화합물을 발색재료로서 채용하고 있는 유기발광 소자를 제공할 수 있다. 즉, 한 쌍의 전극 사이에 구비되어 있는 유기막을 포함하고 있는 유기발광 소자에 있어서, 상기 유기막이 이리듐 인광 화합물 하나 혹은 둘 사이의 혼합물을 포함하고 있는 유기발광 소자를 제공할 수 있다.

[0056]

이하 본 발명의 일 측면에 따른 유기발광 소자의 제조 방법을 살펴보기로 한다.

[0057]

먼저, 기판 상부에 애노드 전극용 물질을 코팅한다. 여기에서 기판으로 통상적인 유기 발광 소자에서 사용되는 기판을 사용하는데, 투명성, 표면 평활성, 취급용이성 및 방수성이 우수한 유리기판 또는 플라스틱 기판이 사용될 수 있다. 그리고 애노드 전극용 물질로는 투명하고 전도성이 우수한 산화인듐주석(ITO), 산화주석(SnO₂), 산화아연(ZnO), 산화인듐아연(IZO), 산화안티몬주석(ATO)등을 사용할 수 있다.

[0058]

상기 애노드 전극 상부에 정공 수송층 형성용 물질을 진공 증착 또는 스핀 코팅하여 정공수송층을 형성할 수 있

다. 이 정공 수송층 상부에 이리듐 인광 화합물을 진공증착 하여 발광층을 형성할 수 있다.

[0059] 상기 정공 수송층 물질으로는 특별한 한정이 있는 것은 아니나, N,N'-비스(3-메틸페닐)-N,N'-디페닐-[1,1'-비페닐]-4,4'-디아민(TPD), N,N'-디(나프탈렌-1-일)-N,N'-디페닐-벤지딘 (α -NPD), 9,9-비스[4-(N,N-비스-마이페닐-4-일-아미노)페닐]-9H-플루오렌 (BPAPF), N,N'-비스(페난스렌-9-일)-N,N'-비스(페닐)-벤지딘(PAPB), 디-[4-(N,N'-디톨일-아미노)-페닐]사이클로헥산(TAPC), N,N',N',N'-테트라-나프탈렌일-벤지딘(α -TNB) 등이 사용될 수 있다.

[0060] 상기 발광층 상부에 캐소드 형성용 금속을 진공 증착하여 캐소드를 형성함으로써, 유기 EL 소자가 완성될 수 있다. 여기에서 캐소드 형성용 금속으로 리튬(Li), 마그네슘(Mg), 알루미늄-리튬(Al-Li), 칼슘-알루미늄(Ca-Al), 리튬플루라이드-알루미늄(LiF-Al), 마그네슘-인듐(Mg-In), 마그네슘-은(Mg-Ag), 바륨-알루미늄(Ba-Al), 골드(Au), 은(Ag), 구리(Cu) 등이 이용될 수 있다.

[0061] 상기 발광층 상부에는 캐소드를 형성하기 이전에 정공 장벽층 및 전자 수송층을 형성하기도 한다. 이 정공 장벽층 및 전자수송층은 통상적인 정공 장벽층 전자수송층 형성용 물질을 사용할 수 있다.

[0062] 본 발명의 일 측면에 따른 유기발광 소자는 애노드, 정공 전달층, 발광층, 전자 수송층 및 캐소드 중에서 선택된 2개의 층 사이에 특성 향상을 위한 중간층을 더 형성할 수도 있다. 예를 들어, 애노드, 정공 수송층 사이에 정공 주입층(hole injection layer:HIL)을 더 형성할 수 있는데, 이와 같이 정공 주입층을 형성하면 정공 수송층(예: α -NPD)과 애노드(ITO)간의 접착력을 향상시키는 동시에 애노드로부터 정공 수송층으로 정공이 주입되는 것을 도와줄 수 있다.

[0063] 상기 정공 주입층 형성물질로는 특별한 한정이 있는 것은 아니나, 프탈로시아닌(CuPc), 4,4',4"-트리스(3-에틸페닐페닐아미노)트리페닐아민-(4,4',4"-tris(3-ethylphenylphenylamino)triphenylamine, m-MTDATA), 4,4',4"-트리스(N-(1-나프틸)-N-페닐아미노)-N-트리페닐아민(4,4',4"-tris(N-(1-naphthyl)-N-phenylamino)-triphenylamine, 1-TNATA), 4,4',4"-트리스[2-나프틸(페닐)아미노]-N-트리페닐아민 (4, 4,4',4"-tris[2-naphthyl(phenyl)amino]-triphenylamine, 2T-NATA), 디피라지노[2,3-f:2',3'-h]퀴놀라린-2,3,6,7,10,11-헥사카보나이트릴(Dipyrzino[2,3-f:2',3'-h]quinoxaline-2,3,6,7,10,11-hexacarbonitrile HAT-CN), N,N'-디페닐-N,N'-디-[4-(N,N-디톨일-아미노)페닐]벤지딘(N,N'-diphenyl-N,N'-di-[4-(N,N-ditolyl-amino)phenyl]-benzidine, NTNPB) 및 N,N,N',N'-테트라키스(4-메톡시페닐)벤지딘(N,N,N',N'-tetrakis(4-methoxyphenyl)benzidine, MeO-TPD)을 포함하는 군에서 선택되는 적어도 어느 하나가 사용될 수 있다.

[0064] 유기발광 소자는 상술한 바와 같은 순서로 즉, 애노드/정공 수송층/발광층/정공 장벽층/전자 수송층/캐소드 순으로 제조하여도 되고, 그 반대의 순서 즉, 캐소드/전자 수송층/정공 장벽층/발광층/정공 수송층/애노드 순으로 제조하여도 무관하다.

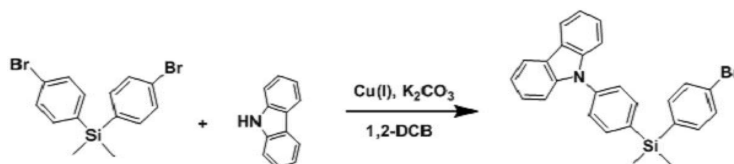
[0065] 다음은 본 발명의 일 측면에 의한 알킬 실란계 호스트 화합물을 실제로 합성한 예이다. 이는 본 발명의 일 실시예에 불과할 뿐이므로 본 발명의 권리범위는 이에 한정된다고 할 수 없으며 이를 포함하는 통상의 기술자가 용이하게 도출할 수 있는 모든 범위를 포함한다고 봄이 타당하다.

[0066] 1. 중간체의 제조

[0067] <합성예 1>

[0068] 9-(4-((4-브로모페닐)디메틸실릴)페닐)-9수소-카바졸 (9-(4-((4-bromophenyl)dimethylsilyl)phenyl)-9H-carbazole)의 합성

[0069] 반응식 1



[0070]

[0071] 상기 반응식 1과 같이, 반응용기에 비스(4-브로모페닐)디메틸 실란(bis(4-bromophenyl)dimethyl silane) (4g, 29mmol), 카바졸(1.5g, 24mmol), 요오드화구리 (3.36g, 47mmol), 탄산칼륨 (4.9g, 95mmol), 1,2-디클로로벤젠을 210℃로 12시간 동안 가열한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄(으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매

를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 60%(2.97g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같다.

¹H-NMR(CDCl₃, 400MHz) δ (ppm) = 8.16(d, 2H), 7.73(d, 2H), 7.58(m, 4H), 7.48(m, 4H), 7.42(t, 2H), 7.29(t, 2H), 0.66(s, 6H).

<합성예 2>

9-(4-(비스(4-브로모페닐)메틸)실릴)페닐-9수소-카바졸 (9-(4-(bis(4-bromophenyl)methyl)silyl)phenyl)-9H-carbazole)의 합성

반응식 2



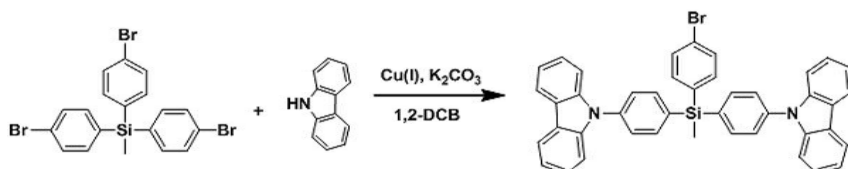
상기 반응식 2와 같이, 반응용기에 트리스(4-브로모페닐)메틸 실란(tris(4-bromophenyl)methyl silane) (4g, 7.8mmol), 카바졸(carbazole) (1.18g, 7.0mmol), 요오드화구리(copper iodide)(1.34g, 7.0mmol), 탄산칼륨(potassium carbonate)(4.3g, 31.3mmol), 1,2-디클로로벤젠(1,2-dichlorobenzene)를 210℃로 12시간 동안 가열한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄(dichloromethane)으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 62%(2.9g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같다.

¹H-NMR(CDCl₃, 400MHz) δ (ppm) = 8.15(d, 3H), 7.70(d, 3H), 7.59(m, 5H), 7.48(d, 3H), 7.43(d, 3H), 7.32(t, 3H), 0.91(s, 3H).

<합성예 3>

9,9'-(4,4'-((4-브로모페닐)(메틸)실라디일)비스(4,1-페닐렌))비스(9수소-카바졸) (9,9'-(4,4'-((4-bromophenyl)(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))-bis(9H-carbazole))의 합성

반응식 3



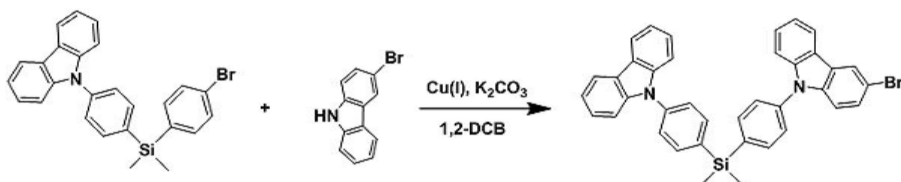
상기 반응식 5와 같이, 반응용기에 트리스(4-브로모페닐)메틸 실란(tris(4-bromophenyl)methyl silane) (6g, 12mmol), 카바졸 (3.53g, 21mmol), 요오드화구리(3.99g, 21mmol), 탄산칼륨(5.81g, 42mmol), 1,2-디클로로벤젠을 210℃로 12시간 동안 가열한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 65%(5.33g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같다.

¹H-NMR(CDCl₃, 400MHz) δ (ppm) = 8.12(d, 2H), 7.74(d, 4H), 7.70(dd, 6H), 7.50(dd, 8H), 7.33(d, 4H), 7.25(d, 4H), 0.90(s, 3H).

<합성예 4>

9-(4-(3-브로모카바졸)페닐)디메틸실릴)페닐)-9수소-카바졸 (9-(4-(3-bromo carbazole)phenyl)dimethylsilyl)phenyl)-9H-carbazole)의 합성

반응식 4



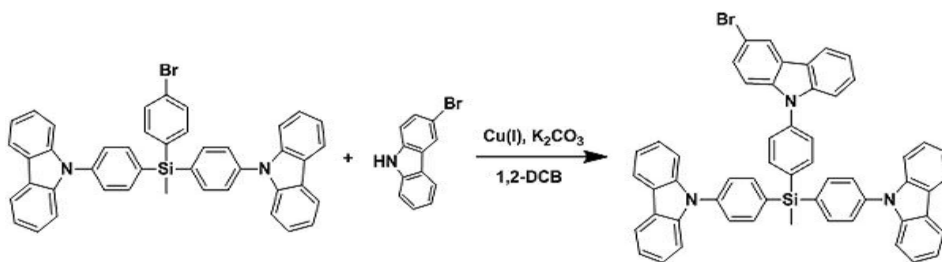
상기 반응식 4과 같이, 반응용기에 합성예 1의 화합물 (1.1g, 29mmol), 3-브로모-카바졸(3-bromo-carbazole)(0.49g, 24mmol), 요오드화구리 (0.74g, 49mmol), 탄산칼륨 (1.09g, 95mmol), 1,2-디클로로벤젠을 210℃로 12시간 동안 가열한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 35%(0.52g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같다.

¹H-NMR(CDCl₃, 400MHz) δ (ppm) = 8.47(s, 1H), 8.17(d, 2H), 7.85(d, 4H), 7.62(d, 2H), 7.57(d, 2H), 7.43(m, 10H), 7.29(t, 2H), 0.76(s, 6H).

<합성예 5>

9,9'-(4,4'-((4-(3-브로모-9수소-카바졸-9-일)페닐)(메틸)실란디일)-비스(4,1-페닐렌))비스(9수소-카바졸) (9,9'-(4,4'-((4-(3-bromo-9H-carbazol-9-yl)phenyl)(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(9H-carbazole))의 합성

반응식 5



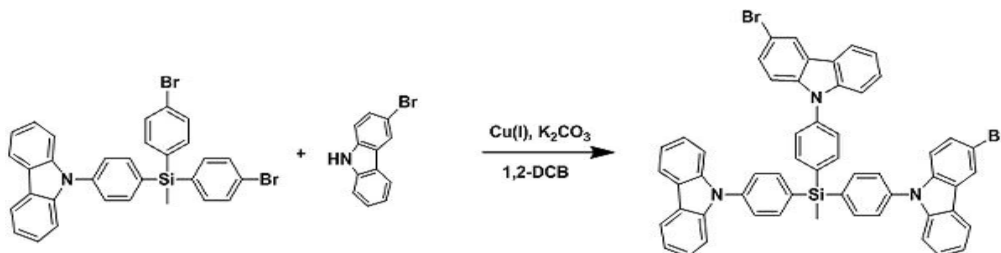
상기 반응식 5과 같이, 반응용기에 합성예 3의 화합물 (5.0g, 7.3mmol), 3-브로모-카바졸(2.44g, 14.6mmol), 요오드화구리 (2.78g, 14.6mmol), 탄산칼륨 (4.03g, 29.2mmol), 1,2-디클로로벤젠을 210℃로 12시간 동안 가열한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 25%(1.55g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같다.

¹H-NMR(CDCl₃, 400MHz) δ (ppm) = 8.15(s, 1H), 8.12(d, 2H), 7.94(m, 4H), 7.72(m 8H), 7.65(m, 8H), 7.37(m 8H), 7.29(m, 4H), 1.09(s, 3H).

<합성예 6>

9,9'-(4,4'-((4-(9수소-카바졸-9-일)페닐)(메틸)실란디일)-비스(4,1-페닐렌))비스(3-브로모-9수소-카바졸) (9,9'-(4,4'-((4-(9H-carbazol-9-yl)phenyl)(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(3-bromo-9H-carbazole))의 합성

반응식 6



[0101] 상기 반응식 6과 같이, 반응용기에 합성에 2의 화합물 (2.9g, 4.9mmol), 3-브로모-카바졸 (2.06g, 12.3mmol), 요오드화구리(2.34g, 12.3mmol), 탄산칼륨 (3.40g, 24.6mmol), 1,2-디클로로벤젠을 210℃로 12시간 동안 가열한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 27%(1.23g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같다.

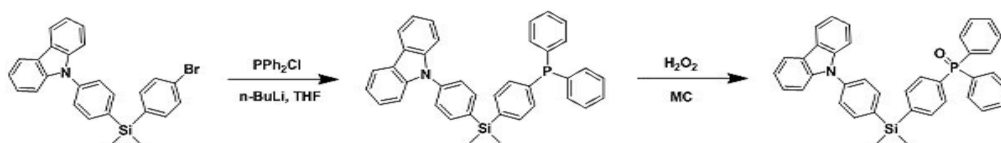
[0102] $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 400\text{MHz})$ δ (ppm) = 8.27(s, 2H), 8.12(d, 4H), 7.95(m, 4H), 7.72(m, 4H), 7.64(m, 8H), 7.38(m, 6H), 7.24(m, 6H), 1.10(s, 3H).

[0103] 2. 청색알킬 실란계 호스트 화합물의 제조

[0104] <합성에 7> 화합물 1의 합성

[0105] 9-(4-((4-디페닐포스포릴)디메틸실릴)페닐)-9수소-카바졸 (9-(4-((4-diphenylphosphoryl)dimethylsilyl)phenyl)-9H-carbazole)의 합성

[0106] 반응식 7



[0108] 상기 반응식 7와 같이, 테트라히드로퓨란 60mL에 합성에 1의 화합물을 용해한 후 -78℃를 유지하며 2.5M n-부틸리튬 (0.95mL, 2.38mmol)을 30분 동안 천천히 적가한 다음 1시간 동안 교반한다. 이후에 -78℃를 유지하며 클로로디페닐포스핀(chlorodiphenylphosphine)(0.44mL, 2.38mmol)를 적가한 다음 30분 동안 교반한 후 상온으로 천천히 올려주고 12시간 동안 추가로 교반한다.

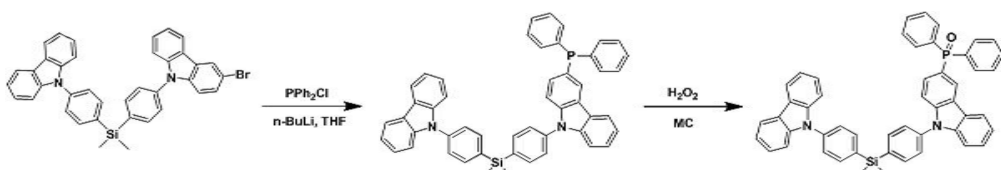
[0109] 반응이 끝난 중간체를 디클로로메탄에 용해한 후 과량의 과산화수소(hydrogen peroxide) (디클로로메탄 : 과산화수소 = 3 : 1)를 넣어서 상온에서 12시간 교반한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 70%(0.80g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같고 이를 도 1에 도시하였다.

[0110] $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 400\text{MHz})$ δ (ppm) = 8.15 (d, 2H), 7.74(d, 2H), 7.71(m, 8H), 7.57 (d, 2H), 7.55 (d, 2H), 7.47(m, 4H), 7.40 (t, 2H), 7.29 (t, 2H), 0.67(s, 6H)

[0111] <합성에 8> 화합물 2의 합성

[0112] 9-(4-(3-디페닐포스포릴카바졸)페닐)디메틸실릴)페닐)-9수소-카바졸 (9-(4-(3-diphenylphosphorylcarbazole)phenyl)dimethylsilyl)phenyl)-9H-carbazole)의 합성

[0113] 반응식 8



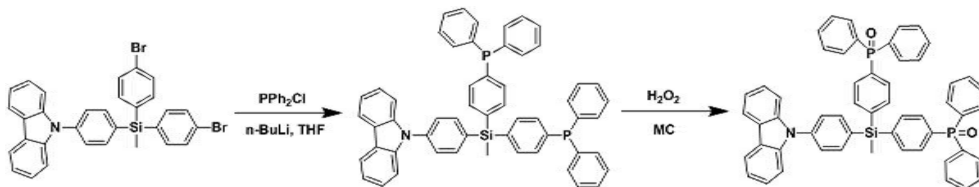
[0115] 상기 반응식 8과 같이, 테트라히드로퓨란 60mL에 합성에 4의 화합물 (0.5g, 8.06mmol)을 용해한 후 -78℃를 유지하며 2.5M n-부틸리튬 (3.87mL, 9.67mmol)를 30분 동안 천천히 적가한 다음 1시간 동안 교반한다. 이후에 -78℃를 유지하며 클로로디페닐포스핀 (1.78mL, 9.67mmol)를 적가한 다음 30분 동안 교반한 후 상온으로 천천히 올려주고 12시간 동안 추가로 교반한다. 반응이 끝난 중간체를 디클로로메탄에 용해한 후 과량의 과산화수소를 넣어서 상온에서 12시간 교반한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 70%(0.42g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같고 이를 도 2에 도시하였다.

[0116] $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 400\text{MHz})$ δ (ppm) = 8.56 (d, 1H), 8.16 (d, 2H), 8.11 (d, 1H), 7.84(t, 4H), 7.75 (dd, 4H), 7.62(m, 5H), 7.55 (m, 2H), 7.48(m, 8H), 7.42 (m, 2H), 7.29 (d, 2H), 0.74(s, 6H)

[0117] <합성예 9> 화합물 3의 합성

[0118] 9-(4-(메틸비스(4-디페닐포스포릴)실릴)-9수소-카바졸 (9-(4-(methylbis(4 diphenylphosphoryl)silyl)phenyl)-9H-carbazole)의 합성

[0119] 반응식 9



[0120]

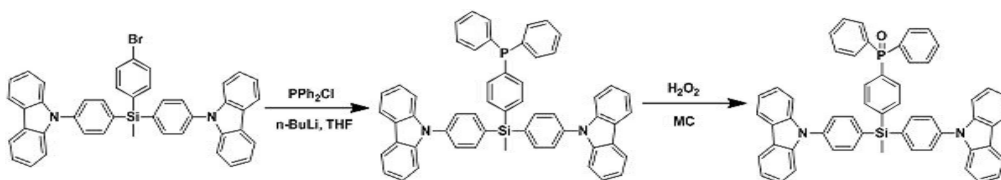
[0121] 상기 반응식 9과 같이, 테트라히드로퓨란 60mL에 합성예 2 (1.5g, 2.5mmol)를 용해한 후 -78℃를 유지하며 2.5M n-부틸리튬(2.5mL, 6.3mmol)를 30분 동안 천천히 적가한 다음 1시간 동안 교반한다. 이후에 -78℃를 유지하며 클로로디페닐포스핀(1.15mL, 6.3mmol)를 적가한 다음 30분 동안 교반한 후 상온으로 천천히 올려주고 12시간 동안 추가로 교반한다. 반응이 끝난 중간체를 디클로로메탄에 용해한 후 과량의 과산화수소 (디클로로메탄 : 과산화수소 = 3 : 1)를 넣어서 상온에서 12시간 교반한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 38%(0.8g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같고 이를 도 3에 도시하였다.

[0122] ¹H-NMR(CDCl₃, 400MHz) δ (ppm) = 8.15(d, 2H), 7.72(m, 8H), 7.70 (d, 12H), 7.60(m, 6H), 7.48(d, 4H), 7.41(d, 6H), 7.30(d, 2H), 0.96(s, 3H)

[0123] <합성예 10> 화합물 4의 합성

[0124] 9,9'-(4,4'-((4-디페닐포스포릴)페닐)(메틸)실란디일)비스(4,1-페닐렌)-비스(9수소-카바졸) (9,9'-(4,4'-((4-(diphenylphosphoryl)phenyl)-(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(9H-carbazole))의 합성

[0125] 반응식 10



[0126]

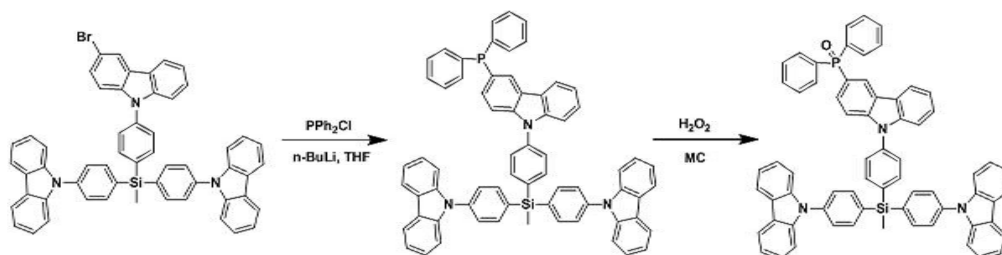
[0127] 상기 반응식 10와 같이, 테트라히드로퓨란 60mL에 합성예 3 (11.2g, 16.38mmol)를 용해한 후 -78℃를 유지하며 2.5M n-부틸리튬(7.86mL, 19.66mmol)를 30분 동안 천천히 적가한 다음 1시간 동안 교반한다. 이후에 -78℃를 유지하며 클로로디페닐포스핀(0.44mL, 19.66mmol)를 적가한 다음 30분 동안 교반한 후 상온으로 천천히 올려주고 12시간 동안 추가로 교반한다. 반응이 끝난 중간체를 디클로로메탄에 용해한 후 과량의 과산화수소 (디클로로메탄:과산화수소 = 3:1)를 넣어서 상온에서 12시간 교반한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 38%(0.8g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같고 이를 도 4에 도시하였다.

[0128] ¹H-NMR(CDCl₃, 400MHz) δ (ppm) = 8.15(d, 4H), 7.77(m, 12H), 7.67 (d, 6H), 7.50(m, 8H), 7.42(d, 4H), 7.32(d, 4H), 1.03(s, 3H)

[0129] <합성예 11> 화합물 5의 합성

[0130] 9,9'-(4,4'-((4-(3-(디페닐포스포릴)-9수소-카바졸-9일)페닐)(메틸)실란디일)-비스(4,1-페닐렌))비스(9수소-카바졸) (9,9'-(4,4'-((4-(3-(diphenylphosphoryl)-9H-carbazol-9-yl)phenyl)(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(9H-carbazole))

[0131] 반응식 11



[0132]

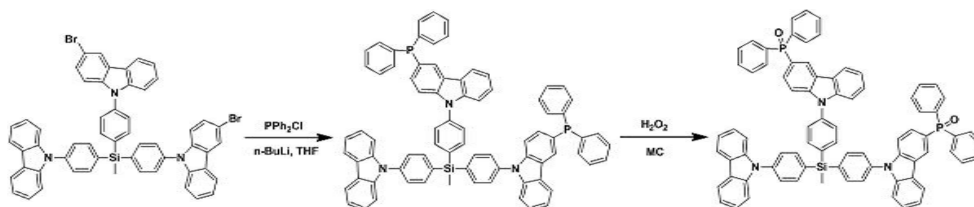
[0133] 상기 반응식 11와 같이, 테트라히드로푸란 60mL에 합성예 5 (1.5g, 1.7mmol) 을 용해한 후 -78 ℃를 유지하며 2.5M n-부틸리튬(0.85mL, 2.1mmol)를 30분 동안 천천히 적가한 다음 1시간 동안 교반한다. 이후에 -78℃를 유지하며 클로로디페닐포스핀(0.39mL, 2.1mmol) 를 적가한 다음 30분 동안 교반한 후 상온으로 천천히 올려주고 12 시간 동안 추가로 교반한다. 반응이 끝난 중간체를 디클로로메탄에 용해한 후 과량의 과산화수소를 넣어서 상온에서 12시간 교반한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 72%(1.19g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같고 이를 도 5에 도시하였다.

[0134] $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 400\text{MHz})$ δ (ppm) = 8.17(s, 1H), 8.13(d, 4H), 7.93(m, 6H), 7.76(m, 10H), 7.67(m, 10H), 7.35(m, 10H), 7.28(m, 4H), 1.10(s, 3H).

[0135] <합성예 12> 화합물 6의 합성

[0136] 9,9'-(4,4'-((4-(9H-카바졸-9-일)페닐)(메틸)실란디일)비스(4,1-페닐렌))비스(3-(디페닐포스포릴)-9H-카바졸) (9,9'-(4,4'-((4-(9H-carbazol-9-yl)phenyl)(methyl)silanediy)bis(4,1-phenylene))bis(3-(diphenylphosphoryl)-9H-carbazole))의 합성

[0137] 반응식 12



[0138]

[0139] 상기 반응식 12와 같이, 테트라히드로푸란 60mL 에 합성예 6(1.2g, 1.3mmol) 을 용해한 후 -78℃를 유지하며 2.5M n-부틸리튬(1.16mL, 2.9mmol)을 30분 동안 천천히 적가한 다음 1시간 동안 교반한다. 이후에 -78℃를 유지하며 클로로디페닐포스핀(0.53mL, 2.9mmol) 를 적가한 다음 30분 동안 교반한 후 상온으로 천천히 올려주고 12 시간 동안 추가로 교반한다. 반응이 끝난 중간체를 디클로로메탄에 용해한 후 과량의 과산화수소를 넣어서 상온에서 12시간 교반한다. 반응을 종결하고 디클로로메탄으로 추출 후 회전식 감압증발기로 유기용매를 증발시킨다. 이 결과물을 실리카겔 컬럼 크로마토그래피를 이용하여 흰색 고체를 65%(0.99g) 수율로 얻었다. 결과값은 하기와 같다.

[0140] $^1\text{H-NMR}(\text{CDCl}_3, 400\text{MHz})$ δ (ppm) = 8.17(s, 2H), 8.13(d, 6H), 7.93(m, 8H), 7.76(m, 8H), 7.67(m, 10H), 7.45(m, 8H), 7.35(m, 6H), 7.28(m, 6H), 1.10(s, 3H).

[0141] 도 1 내지 11를 참고하여 상기 결과물인 알킬 실란계 호스트 화합물들의 성질을 살펴보면, 도 1 내지 5는 상기 결과물의 수소 핵자기공명분광 자료이며, 또한, 도 6 내지 11은 상기 결과물의 용액상태에서의 상온의 흡광, 광학 발광 및 저온에서 광학 발광을 나타낸 그래프이다.

[0142] <실시에 1> 제조된 알킬 실란계 호스트 화합물의 열 안정성 비교

[0143] 본 발명의 일 측면에 따른 화합물 2, 3, 4, 5, 6과 선행 특허의 대표물질인 mCPP01[9-(3-(9H-Carbazol-9-yl)phenyl)-3-(diphenylphosphoryl)-9H-carbazole]을 각각 질소 분위기에서 시차주사 열용량(DSC) 분석을 비교하여 그 결과를 하기 표 1로 나타내었다.

표 1

[0144]

화합물	유리전이온도(Tg)
화합물2	122℃
화합물3	120℃
화합물4	127℃
화합물5	131℃
화합물6	135℃
mCPP01	120℃

[0145]

상기 표 1에서 볼 수 있듯이, 본 발명의 일 측면에 따른 화합물 2, 3, 4 5, 6은 유리전이온도에서 기존의 화합물 mCPP01과 비교하였을 때, 같거나 약 15? 가량 높은 온도를 보이는 것을 알 수 있다. 이는 열적 안정성이 기존의 화합물에 비해서 높다는 의미이다.

[0146]

<실시예 2> 화합물2 채용한 유기발광 소자의 제조

[0147]

본 발명의 일 측면에 따른 유기발광 소자는 청색 인광 호스트를 평가하기 위해 청색 단일 발광구조로 제작한다. 소자의 각 층은 다음과 같다. 우선, ITO(Indium Tin Oxide)를 150nm 두께로 박막이 형성된 기판에 정공주입층으로 10nm 두께의 HAT-CN (dipyrazino([2,3-f:2',3'-h]quinoxaline-2,3,6,7,10,11-hexacarbonitrile)를 사용하고 정공전달층으로 40nm 두께의 TACP (di-[4-(N,N-ditolyl-amino)-phenyl]cyclohexane)를, 삼중항에너지장벽층으로 10nm 두께의 mCP (1,3-bis(9-carbazolyl)benzene)를 사용한다. 그리고 상부에 발광층으로는, 본 발명의 화합물2를 알킬 실란계 호스트 화합물로 사용하고 청색 이리듐 인광용 도판트를 도핑하여 박막을 형성한다. 인광 호스트로는 본 발명에서 합성한 화합물2를 사용하였고 청색 인광용 도판트는 Ir(dfCF3pepy)를 사용하여 호스트 중량 대비 10%로 도핑하여 증착 한다. 전자전달층은 30nm 두께의 TSP01(Diphenyl-4-triphenylsilylphenyl-phosphine oxide)을 사용하고 전자주입층에 3nm 두께의 Liq(8-hydroxyquinolinolato-lithium)를 사용하고 케소드에는 100nm 두께의 알루미늄을 사용하여 증착한다. 그 다음 공정으로 봉지(Encapsulation) 공정을 진행한다. Gap Glass에 수분과 산소를 흡수하는 흡습제(Getter)를 부착 후 커버 글라스를 UV 본드로 합착하여 소자를 제조한다.

[0148]

제조된 유기발광 소자는[ITO / HAT-CN(10nm) / TAPC(40nm) / mCP(10nm)/ 화합물2: 10% / TSP01 (30nm) / Liq (3nm) / Al(100nm)] 가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다. 그 효과에 대해서는 하기 표 2에 나타내었다.

[0149]

<실시예 3> 화합물4 채용한 유기발광 소자의 제조

[0150]

상기 실시예 2와 동일한 방법으로 제조하되, 발광층의 알킬 실란계 호스트를 본 발명에서 합성한 화합물4로 사용한다.

[0151]

제조된 유기발광 소자는 [ITO / HAT-CN(10nm) / TAPC(40nm) / mCP(10nm)/ 화합물4: 10% / TSP01 (30nm) / Liq (3nm) / Al(100nm)] 가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다. 그 효과에 대해서는 하기 표 2에 나타내었다.

[0152]

<비교예 1> 선행특허의 대표물질 mCPP01적용 유기발광 소자의 제조

[0153]

상기 실시예 2,3과 동일한 방법으로 제조하되, 발광층(EML)의 인광 호스트를 종래의 일반적으로 사용되고 있는 mCPP01을 사용한다.

[0154]

제조된 유기발광 소자는 [ITO / HAT-CN(10nm) / TAPC(40nm) / mCP(10nm)/ mCPP01: 10% / TSP01 (30nm) / Liq (3nm) / Al(100nm)] 가 아래로부터 차례대로 적층된 구조를 가진다. 그 효과에 대해서는 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

[0155]

	양자효율(%)	발광효율 (cd/A)	전력효율 (lm/W)	색좌표	비고
실시예2 화합물2	29.1	28.7	22.5	(0.15, 0.15)	MAX

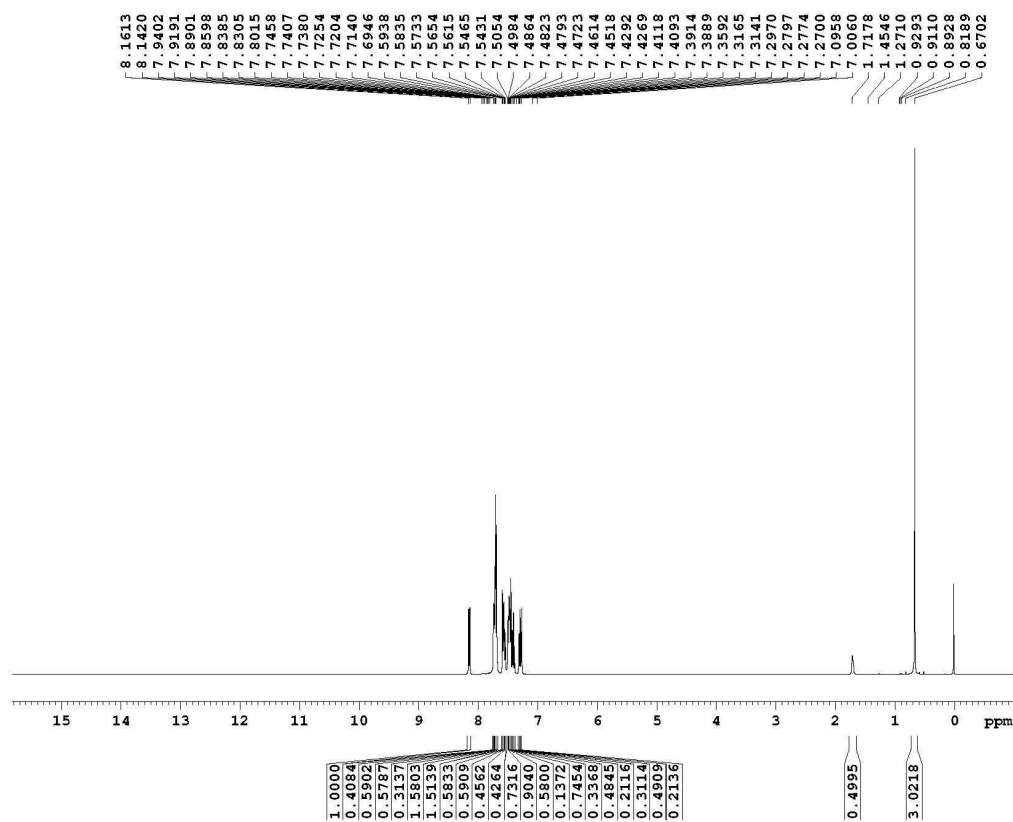
실시예3	23.9	21.1	13.3	(0.16, 0.16)	MAX
화합물4					
mCPP01	21.9	-	-	(0.14, 0.17)	MAX

[0156]

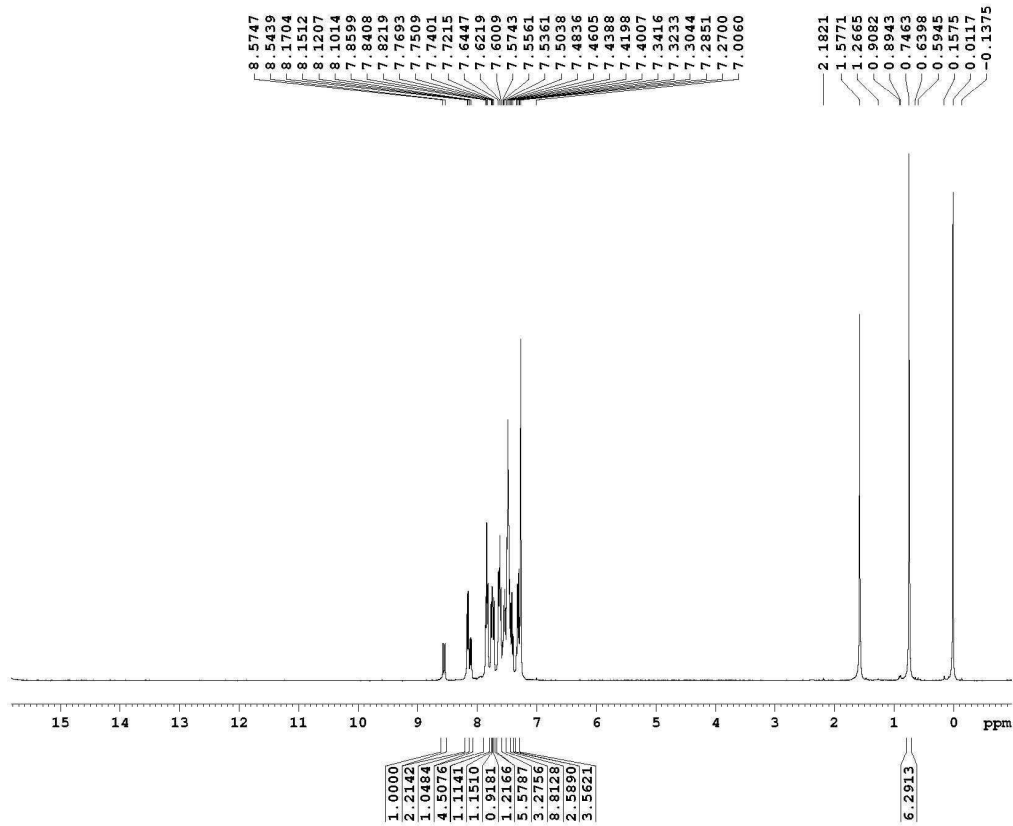
상기 표 2에서 볼 수 있듯이, 본 발명의 일 측면에 따른 화합물 2,4를 단위 소자 평가한 결과 화합물2의 경우 29.1%, 화합물4의 경우 23.9%의 높은 양자효율 효율을 보여 선행 특허의 대표 물질인 mCPP01을 사용할 경우 21.9%에 대비하여 높은 효율을 보였다. 또한 0.15, 0.15의 색좌표를 보여 색순도면에서 기존 청색 알킬 실란계 호스트 mCPP01을 사용했을 때보다 우수한 색좌표를 나타내었다. 따라서 발광층 내부에서 본 발명의 일 측면에 따른 화합물2는 호스트로서 특성이 향상되어 전자기동도가 균형적으로 개선된 것을 알 수 있다.

도면

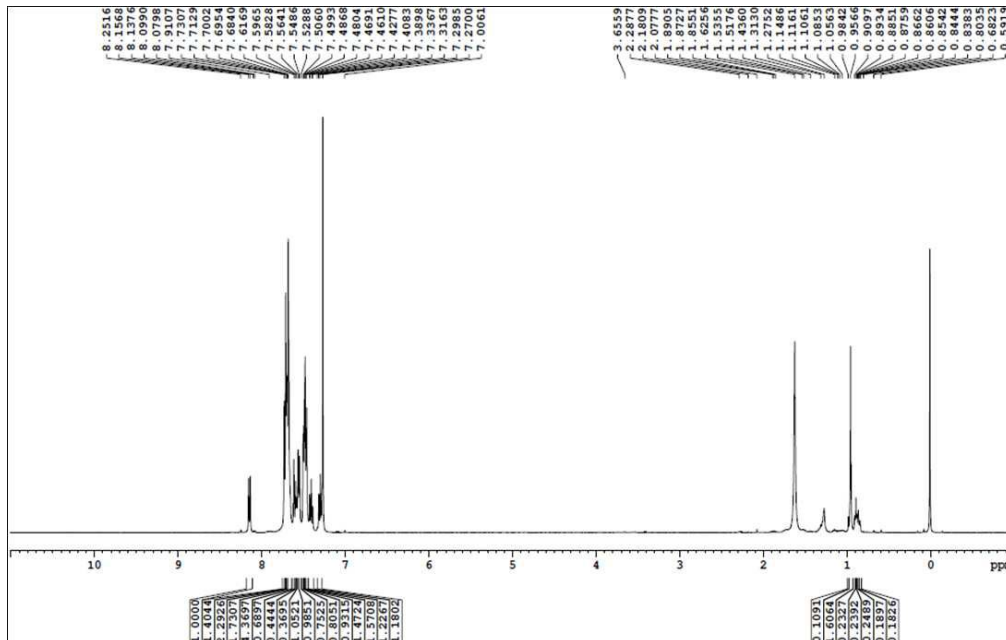
도면1



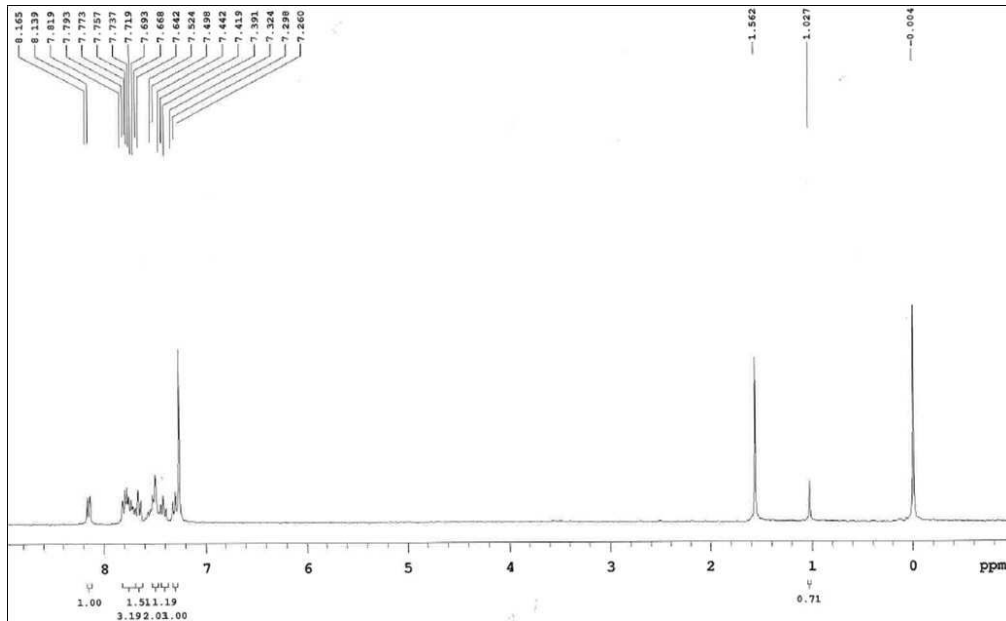
도면2



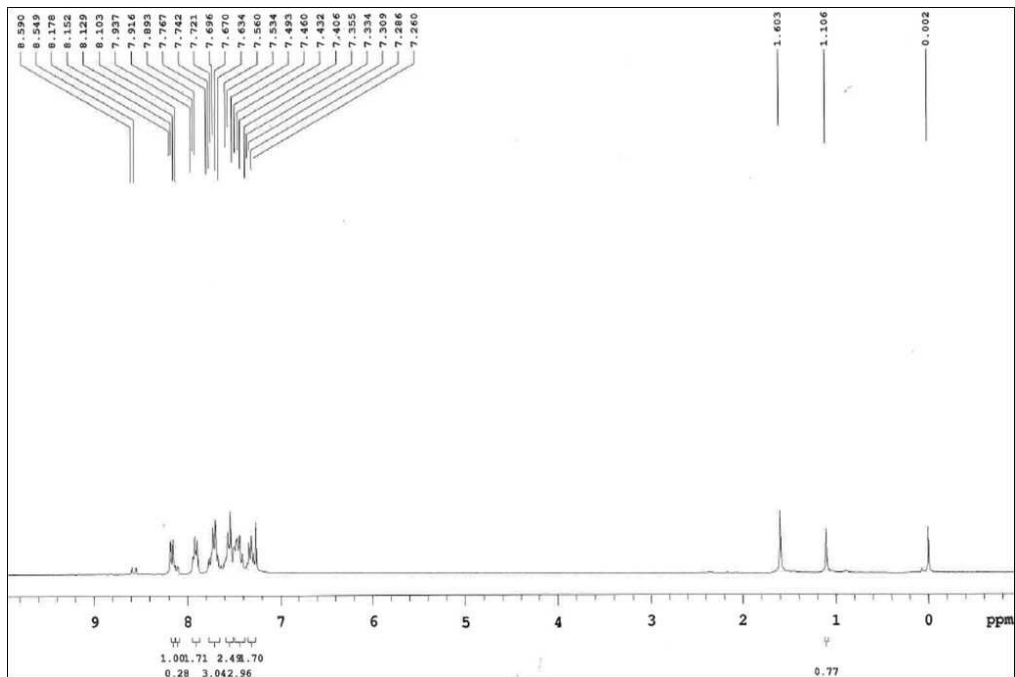
도면3



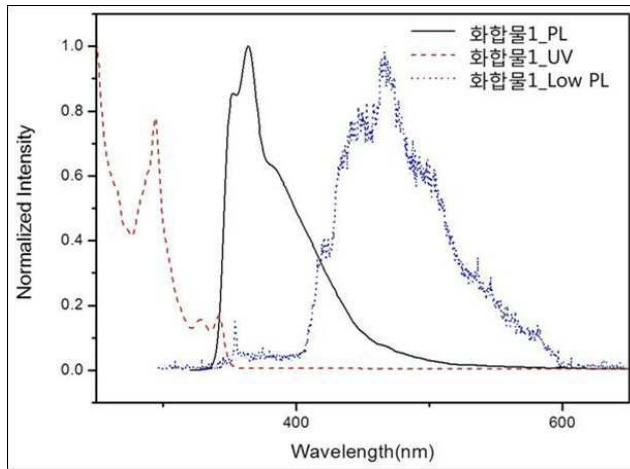
도면4



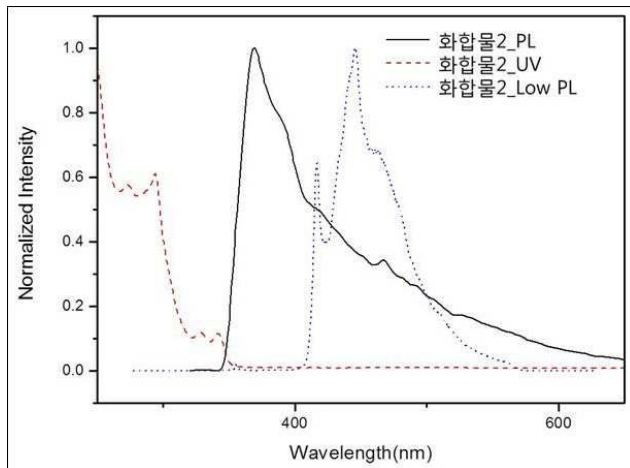
도면5



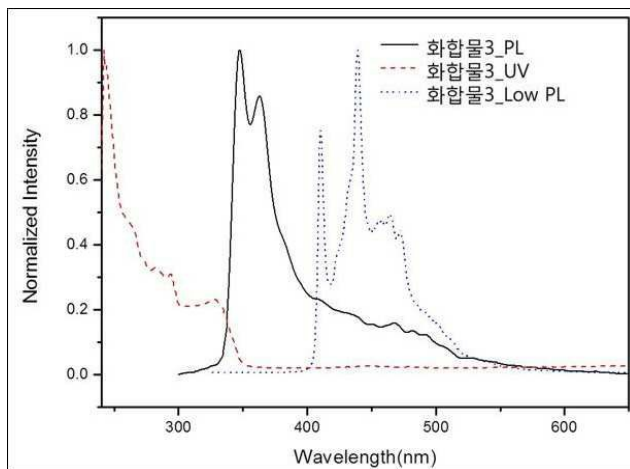
도면6



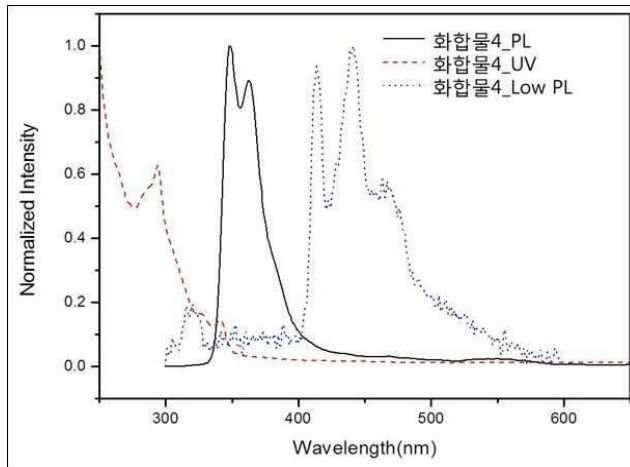
도면7



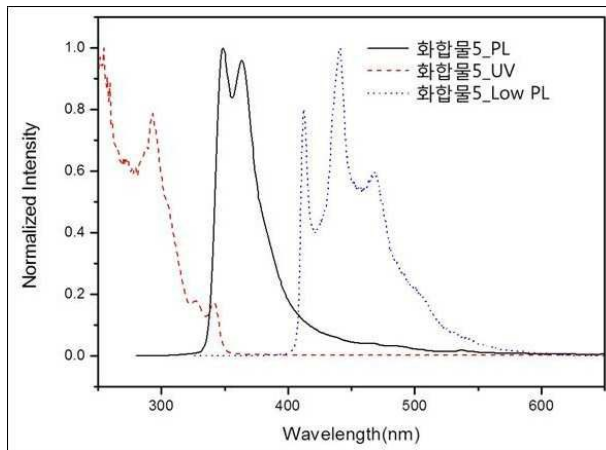
도면8



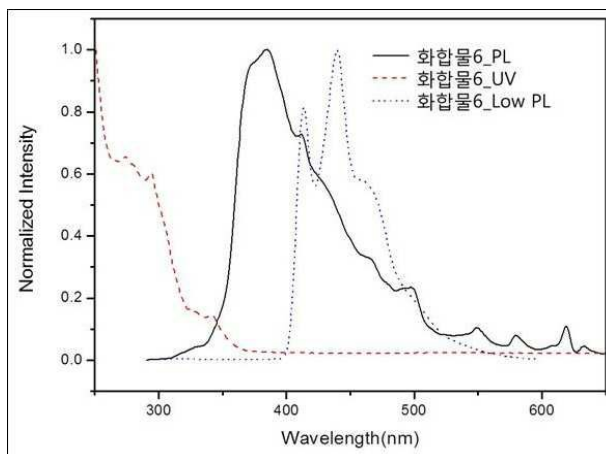
도면9



도면10



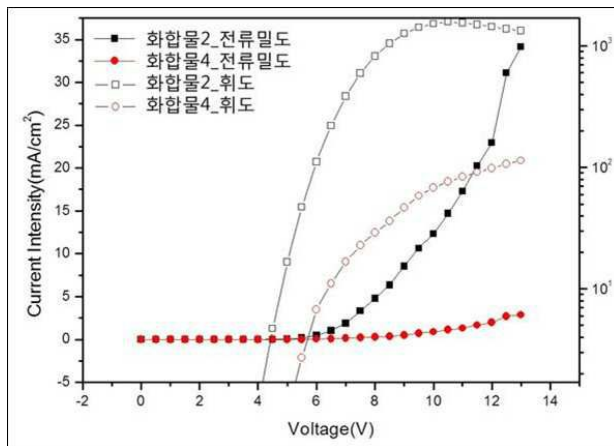
도면11



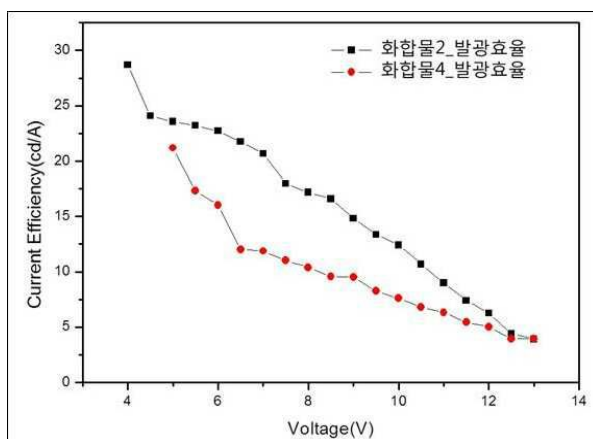
도면12



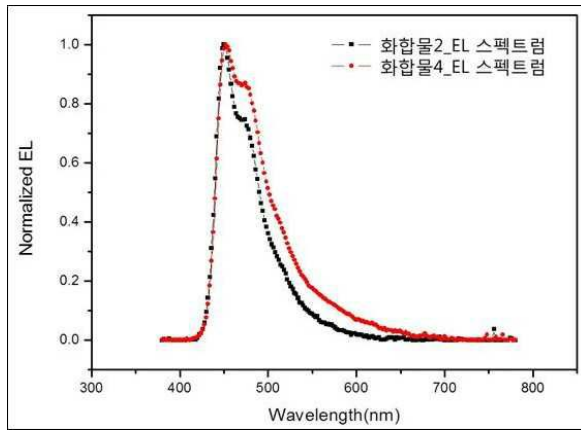
도면13



도면14



도면15



专利名称(译)	基于烷基硅烷的主体化合物和使用其的有机发光器件		
公开(公告)号	KR1020160003369A	公开(公告)日	2016-01-11
申请号	KR1020140081338	申请日	2014-06-30
[标]申请(专利权)人(译)	株式会社纳沛斯		
申请(专利权)人(译)	有限公司企业数据		
当前申请(专利权)人(译)	有限公司企业数据		
[标]发明人	HUH HYUN SUE 허현수 LEE YONG WOO 이용우 SHIN SU JUNG 신수정 LEE DA HAE 이다해 LEE JI HONG 이지홍 KIM MYUNG SEOK 김명석 KANG SUNG CHUL 강성철		
发明人	허현수 이용우 신수정 이다해 이지홍 김명석 강성철		
IPC分类号	C09K11/06 C07D209/82 H01L51/50		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及由化学式1表示的基于烷基硅烷的主体化合物，以及使用其的有机发光器件。在化学式1中，R是选自C₁至C₁₂脂族烷基和C₃至C₁₂环烷基中的任何一种；Ax和Ay分别是氢(H)和二芳基氧化膦。另外，Ar是选自C₅至C₁₂芳基和杂芳基中的任何一种，并且b是1至5的整数。

