

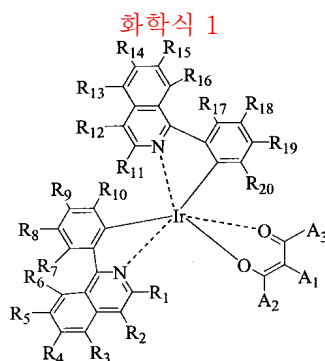
(19)대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(51) Int. Cl.⁷
C09K 11/06(11) 공개번호 10-2005-0074700
(43) 공개일자 2005년07월19일(21) 출원번호 10-2004-0002555
(22) 출원일자 2004년01월14일(71) 출원인 엘지전자 주식회사
서울특별시 영등포구 여의도동 20번지(72) 발명자 김광현
부산광역시금정구장전2동565-6번지4통1반
김동욱
대구광역시남구대명2동1797-6번지
김태정
대구광역시북구산격동1370번지
윤웅찬
부산광역시금정구장전동산30번지
김성훈
대구광역시북구산격3동1370번지(74) 대리인 최규팔
조희연

심사청구 : 있음

(54) 유기 전계 발광 소자용 페닐이소퀴놀린-이리듐 금속착체화합물, 그의 제조방법 및 그를 사용한 유기 전계발광 소자

요약

본 발명은 유기 전계 발광 소자용 발광 물질에 사용하는 하기 화학식 1의 페닐이소퀴놀린-이리듐 금속 착체화합물, 그의 제조방법 및 이를 사용하는 유기 전계 발광 소자에 관한 것이다. 본 발명의 발광 물질 및 이를 사용하는 유기 전계 발광 소자는 우수한 발광 효율 및 구동 수명을 제공한다.



상기 식에서, R₁, 내지 R₂₀, A₁ 및 A₂는 명세서에 정의된 바와 같다.

대표도

도 1

색인어

유기 전계 발광, 페닐이소퀴놀린-이리듐

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 유기 전계 발광 소자의 단면도이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 화학식 1의 화합물, Ir-1을 이용하여 나타낸 흡수 스펙트럼이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 화학식 1의 화합물, Ir-2를 이용하여 나타낸 흡수 스펙트럼이다.

<도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명>

1: 유리 기판 2: 제 1 전극

3: 정공 수송층 4: 유기 발광층

5: 정공 저지층 6: 전자 수송층

7: 전자 주입층 8: 제 2 전극

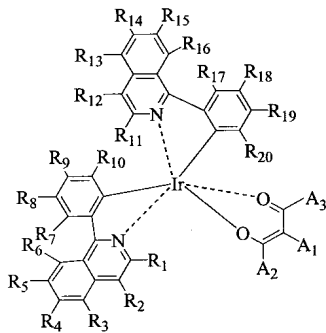
발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 유기 전계 발광 소자용 발광 물질에 관한 것으로, 보다 상세하게는 하기 화학식 1의 페닐이소퀴놀린-이리듐 금속 착체화합물 및 그의 제조방법에 관한 것이다.

[화학식 1]



상기 식에서,

$R_1, R_2, R_3, R_4, R_5, R_6, R_7, R_8, R_9, R_{10}, R_{11}, R_{12}, R_{13}, R_{14}, R_{15}, R_{16}, R_{17}, R_{18}, R_{19}$ 및 R_{20} 은 각각 독립적으로 수소, 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 측쇄형 알킬기, 탄소수 1 내지 10의 알콕시기, 할로젠기, 치환 또는 비치환된 탄소수 5 내지 18의 방향족기, 탄소수 5 내지 18의 시클로알킬기, 또는 N, O 및 S로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 함유하는 5원 내지 18원의 방향족 헤테로고리기를 나타내고,

A_1 및 A_2 는 상호 연결되어, 탄소수 5 내지 20의 지방족 고리, 탄소수 5 내지 20의 방향족 고리, 또는 N, O 및 S로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 함유하는 5원 내지 20원의 방향족 헤테로고리를 형성하며,

A_3 은 수소 또는 탄소수 1 내지 10의 알킬기를 나타낸다.

본 발명은 또한 상기 화학식 1의 화합물을 함유하는 유기 전계 발광 소자, 더욱 상세하게는 유기 박막층의 구성층 중 1층 이상이 상기 화학식 1로 표시되는 화합물 1종 이상을 함유하는 것을 특징으로 하는 발광 영역을 포함하는 유기 박막층이 제 1 전극(양극)과 제 2 전극(음극) 사이에 설치되는 유기 전계 발광 소자에 관한 것이다.

최근 정보 통신 산업의 발달이 가속화됨에 따라 가장 중요한 분야의 하나인 디스플레이 소자 분야에 있어서 보다 고도의 성능이 요구되고 있다. 이러한 디스플레이의 종류는 발광형과 비발광형으로 나눌 수 있다. 발광형에 속하는 디스플레이로는 음극선관(Cathode Ray Tube: CRT), 전계 발광 소자(Electroluminescence Display: ELD), 전기 발광 다이오드(Light Emitting Diode: LED), 또는 플라즈마 디스플레이 패널(Plasma Display Panel: PDP) 등이 있으며, 비발광형 디스플레이로는 액정 디스플레이(Liquid Crystal Display: LCD) 등이 있다.

상기한 발광형 및 비발광형 디스플레이는 작동 전압, 소비 전력, 휘도, 콘트라스트, 응답속도 및 수명등과 같은 각각의 기본 성능을 가지고 있다. 그런데, 이 중에서 현재까지 많이 쓰이고 있는 비발광형 디스플레이인 액정 디스플레이는 상기한 기본 성능 중에서 응답속도, 콘트라스트 및 시각 의존성에 있어서 문제점을 가지고 있다. 이러한 상황 속에서 발광 다이오드를 이용한 디스플레이는 응답속도가 빠르며, 자기 발광형이기 때문에 배면광(back light)이 필요 없으며, 휘도가 뛰어날 뿐만 아니라 여러 가지 장점을 가지고 있어 액정 디스플레이의 문제점을 보완한 차세대 디스플레이 소자로서의 자리를 차지할 수 있을 것으로 전망되고 있다. 그러나, 발광 다이오드는 주로 결정 형태를 갖는 무기 재료를 사용하기 때문에 대면적의 전계 발광 소자에 적용하기가 어렵고, 200 V 이상의 높은 구동 전압이 필요하며, 가격 또한 고가인 단점이 있다.

상기와 같은 무기 전계 발광 소자 이외에 유기물을 이용한 전계 발광 소자에 대한 연구는 1987년 이스트만 코닥사(Eastman Kodak)에서 알루미늄 퀴논(alumina quinone)이라는 π -공액 구조를 갖는 재료로 제작된 소자를 발표하면서 활발해졌다.

유기 전계 발광 소자는 형광성 유기화합물을 전기적으로 여기하여 발광시키는 자발광형 소자로서 무기 전계 발광 소자에 비해 낮은 구동 전압, 고휘도, 고속 응답, 광시야각, 면발광, 및 박형으로 다색 발광이 가능하다는 우수한 특징을 가지고 있어, 풀-칼라 플랫 패널 디스플레이에서 응용이 기대되고 있다.

유기 전계 발광 소자에 대해서는 1987년에 C. W. Tang 등이 최초로 실용적인 성능을 가진 소자를 보고하였다(Applied Physics Letters, 제51권 12호, 913-915 (1987년)). 상기 문헌은 유기층으로서 디아민 유도체의 박막(정공 수송층)과 Alq3(tris(8-hydroxy-quinolate)aluminum)의 박막(전자 수송성 발광층)을 적층한 구조를 기재하고 있다. 이와 같은 적층 구조를 사용함으로써 전기장에서 유기층으로의 전자 및 정공의 주입 장벽을 저하시키고, 또한 유기층 내부에서 전자와 정공의 재결합 확률을 증가시키는 것이 가능하다.

그 후, C. Adachi 등이 정공 수송층, 발광층 및 전자 수송층의 3층 구조(Japanese Journal of Applied Physics, 제 27권 2호, L269-L271 (1988년)) 및 정공 수송성 발광층, 전자 수송층으로 이루어진 2층 구조(Applied Physics Letter, 제55권 15호, 1489-1491 (1989년))의 유기층을 갖는 유기 전계 발광 소자를 고안하고, 적절한 재료 선택 및 그 조합에 적합한 다층 구조를 구축함으로써 소자 특성을 최적화할 수 있음을 나타내었다.

통상의 유기 전계 발광 소자는 제 1 전극(양극), 제 2 전극(음극) 및 유기 발광 매체로 구성할 수 있다. 상기 유기 발광 매체는 발광층 이외에 두개의 분리된 유기층, 즉 소자에 있어서 전자를 주입하고 수송하는 하나의 층과 정공을 주입하고 수송하는 다른 하나의 층을 포함할 수 있다. 상기 전자를 주입하고 수송하는 층과 정공을 주입하고 수송하는 층은 각각 전자 주입층과 전자 수송층 및 정공 주입층과 정공 수송층으로 나뉘어질 수도 있다.

간단한 구조의 유기 전계 발광 소자는 제 1 전극/전자 수송층 및 발광층/제 2 전극으로 구성할 수 있다. 또한 각 유기 기능층을 분리하여 제 1 전극/정공 주입층/정공 수송층/발광층/전자 수송층/전자 주입층/제 2 전극으로도 구성할 수 있다.

상술한 바와 같은 구조를 갖는 유기 전계 발광 소자의 구동 원리는 다음과 같다.

상기 양극 및 음극 간에 전압을 인가하면 양극으로부터 주입된 홀(정공)은 정공 수송층을 경유하여 발광층으로 이동한다. 한편, 전자는 음극으로부터 전자 수송층을 경유하여 발광층에 주입되고, 발광층 영역에서 캐리어들이 재결합하여 엑시톤(exiton)을 생성한다. 이 엑시톤이 여기 상태에서 기저 상태로 변화되고, 이로 인하여 발광층의 형광성 분자가 발광함으로써 화상이 형성된다.

현재, 정공 수송층으로 일반적으로 사용되는 물질은 트리페닐아민 유도체이다. 또한, 전자 수송층에는 유기금속 착체 화합물 또는 배테로고리 화합물들을 사용하고 있다. 발광층에는 유기화합물 또는 유기금속 착체화합물을 단독으로 사용하거나 이들을 발광층의 호스트로 사용하고 있다. 유기화합물 혹은 유기금속 착체화합물을 발광층의 호스트로 사용하는 경우, 도판트로 유기발광물질 또는 금속착체형 유기발광물질을 도핑하여 발광색을 조절할 수 있다.

유기 전계 발광 소자의 내부 양자 효율은 외부 전극으로부터 주입된 전하 수에 대해 소자 내부에서 발생한 광자 수의 비율로 나타내며, 이러한 양자 효율을 개선할 수 있으면 소자의 수명을 증가시킬 수 있다. 일반적으로 분자가 일중항 여기 상태에서 바닥상태로 떨어질 때 빛을 방출하는 것을 형광이라고 하고, 삼중항 여기 상태에서 바닥상태로 떨어질 때 빛을 방출하는 것을 인광이라고 한다. 분자가 여기 상태에서부터 빛을 방출할 최대효율은 형광의 경우는 25%이고, 인광의 경우는 75%가 된다. 그러므로 이러한 높은 발광효율을 갖는 인광물질을 유기 전계 발광 소자의 유기 박막층, 바람직하게는 발광층에 도입하여 소자의 수명을 연장시키고자 하는 연구가 많이 시도되고 있지만, 이에 적합한 물질이 개발되고 있지 않다.

이러한 풀-칼라 디스플레이의 실용화를 위한 한 가지 방법은 유기 전계 발광 소자의 유기 박막층, 바람직하게는 발광층에 적용할 높은 발광효율을 가진 물질을 개발하는 것이다. 현재 유기 전계 발광 소자를 위한 고 효율의 발광물질로서 인광물질인 이리듐 금속 착체 유기화합물에 대한 연구가 진행되고 있다. 이 물질을 발광층의 도판트로 사용한 유기 전계 발광 소자는 구동시 높은 발광효율을 가지는 것으로 알려져 있다(Nature, 403권, 750-753(2000년)).

발광층을 구성하는 이리듐 금속 착체 유기화합물은 배위자의 분자구조에 따라 발광색이 달라진다. 이 경우 발광층은 인광물질인 이리듐 금속 착체 유기화합물만을 사용하거나, 도판트로 다른 인광물질인 이리듐 금속 착체 유기화합물을 포함할 수 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

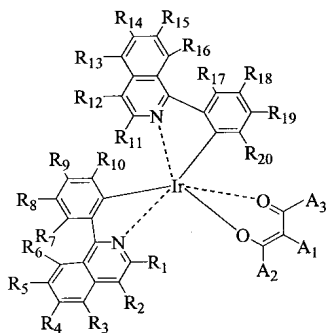
따라서, 본 발명의 목적은 유기 전계 발광 소자에 적용할 신규한 페닐이소퀴놀린-이리듐 금속 착체화합물 및 그의 제조 방법을 제공하는 것이다.

또한, 본 발명은 상기 발광 물질을 함유하는 유기 전계 발광 소자, 더욱 상세하게는 유기 박막층의 구성층 중 1층 이상이 상기 화학식 1로 표시되는 화합물 1종 이상을 함유하는 것을 특징으로 하는 발광 영역을 포함하는 유기 박막층이 제 1 전극(양극)과 제 2 전극(음극) 사이에 설치되는 유기 전계 발광 소자를 제공하는 것을 목적으로 한다.

발명의 구성 및 작용

상기한 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 유기 전계 발광 소자용 발광 물질인 페닐이소퀴놀린-이리듐 금속 착체 화합물을 제공한다.

[화학식 1]



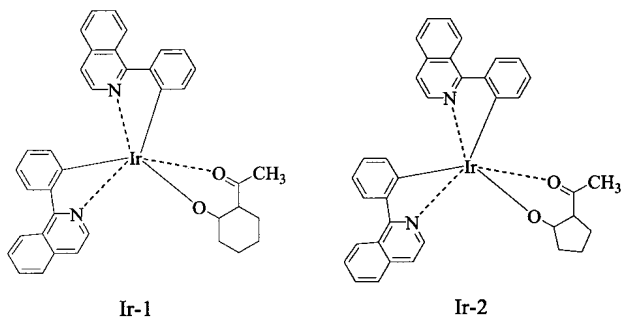
상기 식에서,

$R_1, R_2, R_3, R_4, R_5, R_6, R_7, R_8, R_9, R_{10}, R_{11}, R_{12}, R_{13}, R_{14}, R_{15}, R_{16}, R_{17}, R_{18}, R_{19}$ 및 R_{20} 은 각각 독립적으로 수소, 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 측쇄형 알킬기, 탄소수 1 내지 10의 알콕시기, 할로젠기, 치환 또는 비치환된 탄소수 5 내지 18의 방향족기, 탄소수 5 내지 18의 시클로알킬기, 또는 N, O 및 S로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 함유하는 5원 내지 18원의 방향족 헤테로고리기를 나타내고,

A_1 및 A_2 는 상호 연결되어, 탄소수 5 내지 20의 지방족 고리, 탄소수 5 내지 20의 방향족 고리, 또는 N, O 및 S로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 함유하는 5원 내지 20원의 방향족 헤테로고리를 형성하며,

A_3 은 수소 또는 탄소수 1 내지 10의 알킬기를 나타낸다.

상기 화학식 1의 바람직한 화합물을 하기에서 구체적으로 예시하나, 본 발명이 이하의 대표 예로 한정되는 것은 아니다.



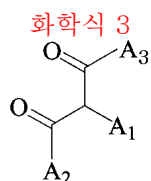
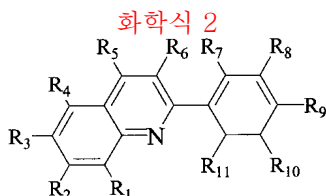
화학식 1의 화합물의 치환체들은 각각 탄소수 1 내지 10개의 직쇄 또는 측쇄형 알킬기, 또는 탄소수 1 내지 10 개의 알콕시기에 의해 치환될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

본 발명은 또한 상기 화학식 1의 화합물을 제조하는 방법을 제공한다.

상기 화학식 1의 화합물은

1) 하기 화학식 2의 화합물을 $\text{IrCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 또는 $\text{Na}_3\text{IrCl}_6 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 와 반응시켜 전구체를 수득하는 단계(상기에서, x는 각각 1 내지 3의 범위를 나타낸다); 및

2) 상기 1) 단계에서 수득한 전구체를 하기 화학식 3의 화합물과 반응시켜 화학식 1의 화합물을 얻는 단계에 의해 제조할 수 있다.



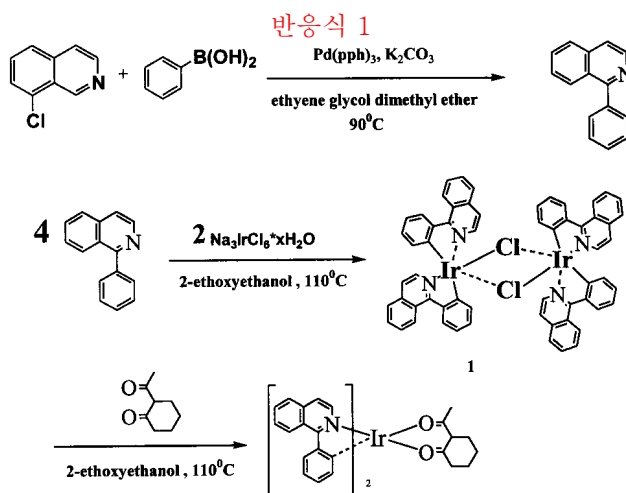
상기 식에서, R₁, 내지 R₂₀, A₁ 및 A₂는 상기에 정의된 바와 같다

상기 제조방법의 제 1 단계에 있어서, 반응 온도는 섭씨 0도 내지 섭씨 140도, 바람직하게는 섭씨 100도 내지 섭씨 135도이고, 반응시간은 1시간 내지 240시간, 바람직하게는 10시간 내지 48시간이며, 용매로는 화학반응에 사용되는 통상의 유기 용매가 사용될 수 있으나, 바람직하게는 알코올유도체들을 들 수 있으며, 더욱 바람직하게는 2-에톡시에탄올을 사용할 수 있다.

또한, 화학식 2의 화합물에 대한 일리듬 착체화합물의 양은 0.0001 내지 10 배의 몰비율, 바람직하게는 0.1 내지 1배의 몰비율을 사용할 수 있다.

상기 제조방법의 제 2 단계에 있어서, 반응 온도는 섭씨 0도 내지 섭씨 140도, 바람직하게는 섭씨 100도 내지 섭씨 135도이고, 반응시간은 0.01시간 내지 240시간, 바람직하게는 0.1시간 내지 10시간이며, 용매로는 화학반응에 사용되는 통상의 유기 용매가 사용될 수 있으나, 바람직하게는 알코올유도체들을 들 수 있으며, 더욱 바람직하게는 2-에톡시에탄올을 사용할 수 있다. 상기 1단계에서 수득한 일리듬 착체화합물의 전구체에 대한 화학식 3의 화합물의 양은 0.01배 내지 100 배의 몰 비율, 바람직하게는 0.1배 내지 5배의 몰비율을 사용할 수 있다. 반응을 위하여 사용된 염기성물질은 산화 금속류, 수산화 금속류, 탄산 금속류가 사용될 수 있으며, 바람직하게는 탄산 금속류를 들 수 있으며, 더욱 바람직하게는 K₂CO₃를 사용할 수 있다.

상기에서 기술한 화학식 1의 화합물의 제조과정을 일예를 들어 설명하면 다음과 같으며, 화학식 1에 속하는 다른 화합물도 하기와 유사한 과정에 의해 제조할 수 있다.



본 발명은 또한 상기 발광 물질을 함유하는 유기 전계 발광 소자, 더욱 상세하게는 발광 영역을 포함하는 유기 박막층이 제 1 전극(양극)과 제 2 전극(음극) 사이에 설치되는 유기 전계 발광 소자에 있어서, 상기 유기 박막층의 구성층 중 1층 이상이 본 발명에 따른 발광 물질 1종 이상을 함유하는 것을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자를 제공한다.

본 발명에 따른 화학식 1의 화합물은 상기한 어떠한 유기 박막층에도 단독 또는 혼합물 형태로 사용하거나, 이들 층에서 호스트로 사용할 수도 있고, 다른 정공 수송재료, 발광재료, 또는 전자 수송재료 등에 도판트로서 도핑시킬 수도 있다. 바람직하게는, 본 발명에 따른 화합물은 발광층에서 단독 또는 도판트로 사용할 수 있다.

본 발명의 발광물질을 사용하여 제작한 유기 전계 발광 소자는 다양한 실시형태가 가능하다. 기본적으로는 한쌍의 전극(양극 및 음극) 사이에 발광층을 삽입하고, 여기에 필요에 따라 정공주입층 및/또는 정공수송층 및/또는 전자주입층 및/또는 전자수송층을 삽입한다. 구체적으로 그 구성의 예를 들면, (1) 양극/발광층/음극; (2) 양극/정공수송층/발광층/음극; (3) 양극/정공주입층/정공수송층/발광층/음극; (4) 양극/정공주입층/정공수송층/발광층/전자수송층/음극; (5) 양극/정공주입층/정공수송층/발광층/전자수송층/전자주입층/음극; (6) 양극/정공주입층/발광층/전자주입층/음극; 및 (7) 양극/정공수송층/발광층/정공블로킹층/전자수송층/전자주입층/음극 등이 있다. 상기한 구성을 갖는 소자는 각각 기판으로 지지되는 것이 바람직하다. 기판에는 특별한 제한이 없으며, 유기 전계 발광 소자에 통상적으로 사용되는 것, 예를 들면, 유리, 투명 플라스틱, 또는 석영 등이 사용될 수 있다.

본 발명의 유기 전계 발광 소자를 구성하는 각 층의 성형 방법은, 각 층을 구성하는 재료에 따라, 공지된 방법, 예컨대 증착법, 스핀코트법, 캐스트법 등을 적용하여 박막화시킴으로써 형성할 수 있다.

이렇게 형성된 각 층, 예컨대 발광층의 막두께에 대해서는 특별히 제한받지 않고, 적절히 상황에 따라서 선정할 수 있다.

또한, 본 발명의 유기 전계 발광 소자에 있어서의 양극으로는 일함수가 4.0 eV 이상으로 큰 금속, 합금, 전기전도성 화합물 또는 이들 혼합물을 전극물질로 사용할 수 있다. 이러한 전극물질의 예로는 ITO, SnO_2 , ZnO, Au 등의 도전성 투명 혹은 불투명 재료를 들 수 있으며, 이들은 상술한 전극물질의 증착 또는 스퍼터링(sputtering) 등의 방법을 실시하여 박막을 형성시킴으로써 제작할 수 있다.

한편, 음극으로는 일함수가 4.2 eV 이하로 작은 금속, 합금, 전기전도성 화합물 및 이들의 혼합물을 전극물질로서 사용할 수 있다. 이러한 전극물질의 예로는 칼슘, 마그네슘, 리튬, 알루미늄, 마그네슘 합금, 리튬 합금, 알루미늄 합금, 알루미늄/리튬 혼합물, 마그네슘/은 혼합물, 인듐 등을 들 수 있다. 상기과 같은 음극은, 이들 전극 물질에 증착이나 스퍼터링 등의 방법을 적용하여 박막을 형성함으로써 제작할 수 있다. 또한, 전극으로서의 시트 저항은 수백 Ω/mm 이하로 하는 것이 바람직하고, 막두께는 통상 10 nm 내지 1 μm , 바람직하게는 50 내지 200 nm 범위에서 선정된다.

본 발명의 유기 전계 발광 소자에서는, 양극 및 음극의 한쪽 또는 양쪽을 투명 내지 반투명으로 하고, 발광을 투과시켜 발광 효율을 향상시키는 것이 바람직하다.

본 발명의 유기 전계 발광 소자에 사용할 수 있는 다른 정공주입재료 및 정공수송재료에 대해서는, 광도전재료에 있어서 정공의 전하수송재료로서 종래부터 관용되어 온 것, 또는 유기 전계 발광 소자의 정공 주입층 및 정공 수송층에 각각 사용되는 공지된 재료 중에서 임의의 것을 선택하여 사용할 수 있다.

본 발명의 유기 전계 발광 소자에 있어서의 전자 수송층은 전자 전달 화합물을 함유한 것으로, 음극에서 주입된 전자를 발광층에 전달하는 기능을 갖고 있다. 이러한 전자 전달 화합물에 대하여 특별히 제한은 없고, 종래 공지된 화합물 중에서 임의의 것을 선택하여 사용할 수 있다.

이하, 본 발명의 페닐이소퀴놀린-이리듐 금속 착체 화합물의 합성에 및 이 화합물들이 적용되는 유기 전계 발광 소자에 관하여는 하기 합성에 및 실시예에서 상술하기로 하나, 본 발명은 이와 같은 실시예 등에 의하여 한정되는 것이 아니고, 첨부된 특허청구범위에 기재된 발명의 범위내에서 여러 가지로 변경하여 실시할 수 있다.

합성에 1

치환된 이리듐 착체화합물의 전구체의 합성

우선 100ml 반응용기에 1-클로로-이소퀴놀린(3.0g, 18mmol), 페닐보로닉에시드(2.7g, 21mmol), 테트라키스-트리페닐포스핀 팔레듐(1.6g, 0.8mmol) 및 포타슘 카보네이트(2.9g, 21mmol)을 넣고, 질소 기류하에 정제된 용매 에틸렌-글리콜-디메틸-에테르(50ml)를 추가하여 12시간 동안 섭씨 90도에서 환류반응시켰다. 상온까지 온도를 내린 다음, 클로로포름과 증류수로 추출한 후 칼럼크로마토그래피(chloroform:hexane=1:3)로 분리하여 1-페닐-이소퀴놀린 3.32g(90%)을 얻었다.

100ml 반응용기에 1-페닐-이소퀴놀린(900 mg, 4.4 mmol) 및 $\text{Na}_3\text{IrCl}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (947.8 mg, 2.0 mmol)을 넣고 질소 기류하에서 정제된 용매, 2-에톡시에탄올 30ml를 넣고 12시간 동안 섭씨 110도에서 환류반응시켰다. 상온까지 온도를 내린 다음 증류수 15ml를 추가하고, 얻어진 침전물을 G4 사이즈의 유리필터로 여과한 후 메탄올(15 ml) 및 에틸에테르(15ml)로 세척하였다. 이 침전물을 건조하여 이리듐 착체화합물의 전구체를 얻었다.

합성에 2

이리듐 착체 화합물 (Ir-1)의 합성

50ml 반응용기에 합성예 1에서 제조된 전구체(900.0 mg, 0.7 mmol)와 2-아세틸-시클로헥산온 (196 mg, 1.4 mmol) 및 K_2CO_3 (100 mg)을 넣고 질소 기류 하에서 정제된 용매, 2-에톡시에탄올 30ml를 넣고 1시간 동안 섭씨 110도에서 환류반응시켰다. 상온까지 온도를 내린 다음 침전물을 G4 사이즈의 유리필터로 여과한 후, 이 침전물을 MeOH (15 ml)로 씻어낸 후 회수하였다. 합성한 물질은 유기 전계 발광 소자에 사용하기 위하여 진공 승화 장치를 사용하여 승화 정제하였다. 얻어진 물질을 NMR 및 질량분석기를 사용하여 분자구조를 확인하였으며, 분석 결과 Ir-1의 화합물이 합성되었음을 확인하였다.

NMR 분석(1H NMR ($CDCl_3$)): δ 9.06-6.36 (m, aromatic 20H), 2.61(t, $2CH_2-CO$, 2H), 2.33(s, CCH_2 , 2H), 1.97-1.98(m, $CH_2CH_2CH_2CH_2$, 4H), 1.24(s, CH_3-CO 3H)

질량 분석: 계산치 : 742, 실험치 : 742

합성예 3

이리듐 착체 화합물 (Ir-2)의 합성

50ml 반응용기에 합성예 1에서 제조된 전구체(900.0 mg, 0.7 mmol)와 2-아세틸-시클로헥산온 (178 mg, 1.4 mmol) 및 K_2CO_3 (100 mg)을 넣고 질소 기류 하에서 정제된 용매, 2-에톡시에탄올 30ml를 넣고 1시간 동안 섭씨 110도에서 환류반응시켰다. 상온까지 온도를 내린 다음 침전물을 G4 사이즈의 유리필터로 여과한 후, 이 침전물을 MeOH (15 ml)로 씻어낸 후 회수하였다. 합성한 물질은 유기 전계 발광 소자에 사용하기 위하여 진공 승화 장치를 사용하여 승화 정제하였다. 얻어진 물질을 NMR 및 질량분석기를 사용하여 분자구조를 확인하였으며, 분석 결과 Ir-1의 화합물이 합성되었음을 확인하였다.

NMR 분석(1H NMR ($CDCl_3$)): δ 9.06-6.36 (m, aromatic 20H), 2.61(t, $2CH_2-CO$, 2H), 2.31-2.0(m, CCH_2 , 2H), 1.8(m, $CH_3-CO, CH_2CH_2CH_2$, 5H).

질량 분석: 계산치 : 728, 실험치 : 728

실시예

투명 기판 위에 100 nm 두께로 제 1 전극 ITO를 형성하고, 그 위에 NPD(N,N-dinaphthyl-N,N-phenyl-(1,1-biphenyl)-4,4-diamine)을 사용하여 50nm 두께로 정공 수송층을 형성하였다. 다음 CBP(4,4-Bis(carbazole-9-yl)-biphenyl)을 사용하여 30 nm 두께로 유기 발광층을 증착하였다. 이때, 화합물 Ir-1을 도판트로서 10% 첨가하였다. 그 위에 BCP(2,9-Dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline)를 사용하여 5nm 두께로 정공블로킹층을 형성하고, Alq3(tris(8-hydroxy-quinolate)aluminum)을 사용하여 30nm 두께로 전자 수송층을 증착하였다. 이후, 0.3nm 두께의 알칼리금속 LiF로 이루어진 전자 주입층을 형성하고, 100nm 두께의 제 2 전극 Al을 입혔다.

이와 같이 제작한 실시예 1의 유기 전계 발광 소자에 순바이어스 직류 전압을 가하여 발광 특성을 평가하였다. 발광색은 적색이었으며, 분광 측정을 행한 결과, 630nm 부근에서 발광 피크를 갖는 스펙트럼을 얻었다. 또한, 전압-휘도 측정을 행한 바, 8V에서 3,400 cd/m^2 의 휘도를 얻을 수 있었으며, 이때의 효율은 1.3 lm/W 였다.

발명의 효과

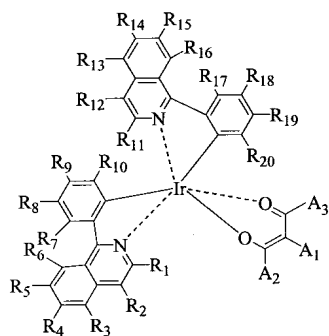
본 발명의 발광 물질이 적용된 유기 전계 발광 소자는 기존에 알려진 발광 물질을 적용한 소자에 비하여 월등히 우수한 발광효율과 휘도를 나타냄과 동시에 소자의 안정성 향상과 소자의 수명을 증대시키는데 기여한다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

하기 화학식 1의 화합물.

[화학식 1]



상기 식에서,

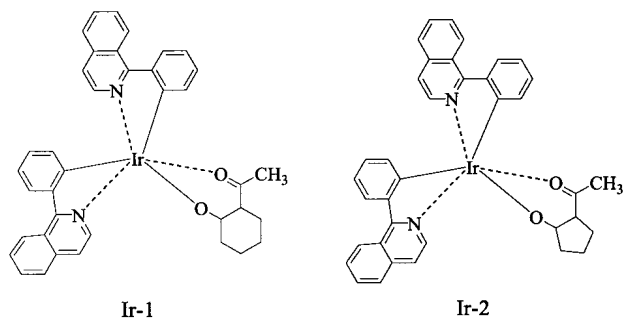
$R_1, R_2, R_3, R_4, R_5, R_6, R_7, R_8, R_9, R_{10}, R_{11}, R_{12}, R_{13}, R_{14}, R_{15}, R_{16}, R_{17}, R_{18}, R_{19}$ 및 R_{20} 은 각각 독립적으로 수소, 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 측쇄형 알킬기, 탄소수 1 내지 10의 알콕시기, 할로젠기, 치환 또는 비치환된 탄소수 5 내지 18의 방향족기, 탄소수 5 내지 18의 시클로알킬기, 또는 N, O 및 S로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 함유하는 5원 내지 18원의 방향족 헤테로고리기를 나타내고,

A_1 및 A_2 는 상호 연결되어, 탄소수 5 내지 20의 지방족 고리, 탄소수 5 내지 20의 방향족 고리, 또는 N, O 및 S로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 헤테로원자를 함유하는 5원 내지 20원의 방향족 헤테로고리를 형성하며,

A_3 은 수소 또는 탄소수 1 내지 10의 알킬기를 나타낸다.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 하기 Ir-1 또는 Ir-2의 화합물.

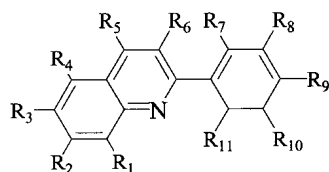


청구항 3.

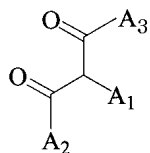
1) 하기 화학식 2의 화합물을 $\text{IrCl}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 또는 $\text{Na}_3\text{IrCl}_6 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 와 반응시켜 전구체를 수득하는 단계(상기에서, x는 각각 1 내지 3의 범위를 나타낸다); 및

2) 상기 1) 단계에서 수득한 전구체를 하기 화학식 3의 화합물과 반응시켜 화학식 1의 화합물을 얻는 단계에 의해 제조되는 것을 특징으로 하는 제 1 항에 따른 화학식 1의 화합물의 제조방법.

[화학식 2]



[화학식 3]



상기 식에서, R_1 내지 R_{20} , A_1 , A_2 및 A_3 은 제 1 항에 정의된 바와 같다

청구항 4.

유기 박막층의 구성층 중 1층 이상이 제 1 항 또는 제 2 항에 따른 화학식 1로 표시되는 화합물 1종 이상을 함유하는 것을 특징으로 하는 발광 영역을 포함하는 유기 박막층이 제 1 전극(양극)과 제 2 전극(음극) 사이에 설치되는 유기 전계 발광 소자.

청구항 5.

제 4 항에 있어서, 유기 박막층은 정공수송층, 발광층, 정공블로킹층, 전자수송층 또는 전자주입층을 포함하는 다층 구조임을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 6.

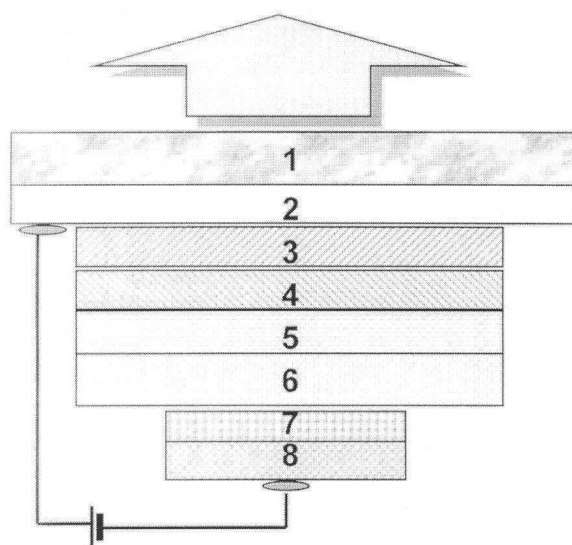
제 5 항에 있어서, 제 1 항 또는 제 2 항에 따른 화합물 1종 이상을 발광층의 도판트로 사용함을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

청구항 7.

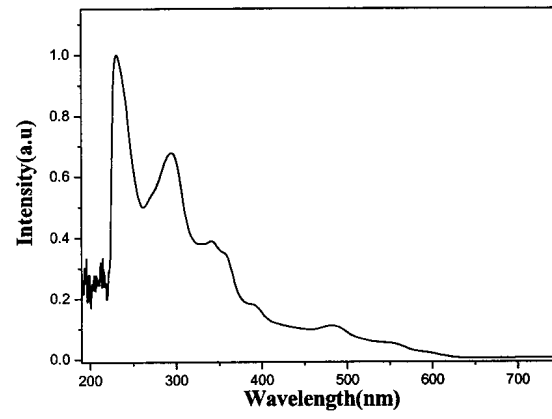
제 5 항에 있어서, 제 1 항 또는 제 2 항에 따른 화합물 1종 이상을 발광층의 호스트로서 사용함을 특징으로 하는 유기 전계 발광 소자.

도면

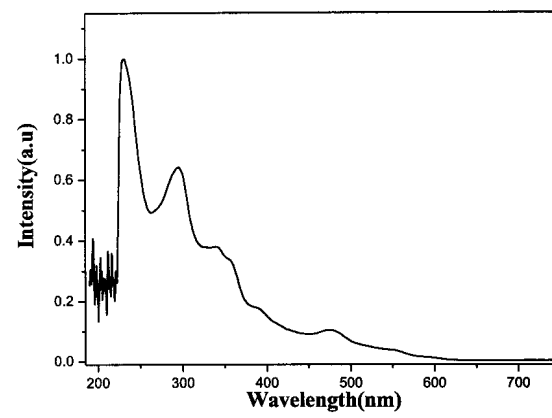
도면1



도면2



도면3



专利名称(译)	用于有机电致发光器件的苯基异喹啉 - 铱金属配合物，其制备方法和使用其的有机化合物		
公开(公告)号	KR1020050074700A	公开(公告)日	2005-07-19
申请号	KR1020040002555	申请日	2004-01-14
申请(专利权)人(译)	LG电子公司		
当前申请(专利权)人(译)	LG电子公司		
[标]发明人	KIM KWANGHYUN 김광현 KIM DONGUK 김동욱 KIM TAEJEONG 김태정 YOON UNGCHAN 윤웅찬 KIM SUNGHOON 김성훈		
发明人	김광현 김동욱 김태정 윤웅찬 김성훈		
IPC分类号	C09K11/06		
代理人(译)	CHOI, KYU PAL 赵熙妍		
其他公开文献	KR100662605B1		
外部链接	Espacenet		

摘要(译)

本发明涉及可用于有机电致发光器件的发光材料的以下化学式1的苯基异喹啉 - 铱金属配位化合物，及其制备方法和使用其的有机电致发光器件。使用本发明的发光材料和使用其的有机电致发光器件提供优异的光效率驱动耐久性。在上式中，R₁，R₂₀和A₁和A₂如说明书中所定义。有机电致发光，和苯基异喹啉 - 铱。

